

超高真空・極低温氷作製透過型電子顕微鏡の紹介

香内 晃、渡部 直樹、日高 宏

雪氷新領域部門

はじめに

透過型電子顕微鏡を用いた氷の研究は、電子顕微鏡の性能が格段に進歩した時期、すなわち、1950年代後半から60年代前半にかけて、精力的に行われた。当時は、真空度の悪い（圧力が高い、 10^{-6} Torr 程度）試料室に、液体窒素で冷却したホルダーを入れ、試料室内に残留している水蒸気が凝縮（凝結）して生成される氷を観察していた。したがって、氷の生成条件を制御することはもとより、さらに低温に冷却することもできなかった。そのような理由で、その後電子顕微鏡を用いた氷の研究はほとんど行われなくなってしまった。

1980年代後半から、ウイルスや膜タンパクの構造解析のために、極低温電子顕微鏡の開発が本格化し、現在ではほぼ完成したと言える状況にある。この装置では、電子顕微鏡の外で試料を含む水を凍結させて作製した試料（アモルファス氷にウイルスなどが包埋されている）を4 Kのステージに導入して観察する。しかし、試料の温度を変化させることはできない。一方超高真空型の透過型電子顕微鏡も、1980年代後半から開発され、現在では、常温から高温での試料を観察できるようになっている。

このような技術的発展を踏まえると、超高真空で極低温までの冷却が可能で（もちろん温度変化も）、かつ電子顕微鏡内で氷試料を作製したり、種々のプロセスを与えたりすることができる透過型電子顕微鏡の開発が可能な時機にきていると考え開発にあたっている。まだ解決できていない技術的問題もあるが、今年度に装置が導入されることになったので、今回はその装置の概略を紹介したい。

仕様の概略

- ・ 加速電圧：80–200 kV
- ・ 分解能：常温で0.14 nmの格子分解能（低温では不明）
- ・ 真空排気系：ターボ分子ポンプ及びチタン・サブリメーション・ポンプ
- ・ 試料周辺の真空度向上のために、液体窒素シュラウドを2組つける
- ・ 真空度：狭い空間の測定は困難だが、 1×10^{-9} Torr以下を期待
- ・ 液体ヘリウム試料ホルダーで5–20 Kの範囲で温度調節が可能
（これ以上の温度領域については、現在加熱機構を検討中）
- ・ 氷作製のガス導入機構が附属
- ・ 氷に紫外線、原子線、イオンなどを照射するためのポートが附属
- ・ イメージングフィルターが附属

イメージングフィルター

電子顕微鏡では、電子源にエネルギーのそろった電子線を用いる(たとえば、200 kV)。この電子線が試料を通過すると、試料との相互作用により、一部の電子線のエネルギーが失われる(電子エネルギー損失)。通常の透過型電子顕微鏡では、エネルギーを失っていない電子とエネルギーを失った電子の双方を用いて結像しているので、像がぼける原因となる。試料を透過した電子線を分光すると(分光する装置を電子エネルギー損失分光装置またはエネルギーフィルターと呼ぶ)、下記に示す諸々の利点がある。

- ・ エネルギーを失っていない電子線だけで結像させると、ぼけがない非常に鮮明な像が得られる。また、厚い試料でも鮮明な像が得られる。
- ・ エネルギーを失った電子線のスペクトルには、試料の元素組成、電子状態、個々の元素の結合状態に関する情報等が含まれ、多くの有用な情報が引き出せる。特に、これまでの電子顕微鏡で元素分析の主役を担ってきたエネルギー分散型X線分析装置では苦手であった軽元素(C, N, Oなど)で感度が高く、氷や生物試料の分析に適している。
- ・ 上記分析を面で行うと、元素分布像や電子状態の分布像が得られる。このような機能が可能な装置をイメージングフィルターと呼んでいる。

おわりに

まだ技術的に解決できていない問題もあるが、整備が済み次第、共同利用に供したいと考えている。このような装置は世界で唯一のものであり、多くの科学的課題に対応できるはずである。現時点では、超高真空に影響を与える蒸気圧の高い物質を含む試料の観察には対応できていない。今後、予算が許せば、クライオトランスファーホルダーを導入することにより、そのような問題は解決されると考えている。