



Title	光散乱トポグラフィーによる運動転位のその場観察
Author(s)	片岡, 俊彦
Citation	大阪大学低温センターだより. 1991, 76, p. 11-15
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/11246">https://hdl.handle.net/11094/11246</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

# 光散乱トポグラフィによる運動転位のその場観察

工学部 片岡俊彦 (吹田4611)

石の上にも十年? 最近、やっと結晶中の転位が見えるようになった。運動する転位を可視光で観察することができたのである。

この発端は、液体ヘリウム温度でKCl結晶を塑性変形させながら、結晶表面に現れるすべり線を観察していた頃であった。すべり線というのは、転位が運動して表面に抜けた結果生じるステップであるから、平行光束で照明してそこから異なった方向に散乱する光のみを取り出して結像させれば、コントラストよく観察することができる。いわゆる暗視野法で結晶表面を見ていたのであるが、このとき、見えるはずのない直線状の像が観察され、しかもそれが結晶の内部に存在する転位群から成るすべり帯に対応することが判ってきた。すべり帯はその周りに内部応力場を伴っており、複屈折を生じるので、直交偏光場でなら観察することができる。しかし、そのとき使っていた光学系を検討したが、偏光を生じるようなのは何もなかった。どうしてもこの現象が転位による光散乱によるものとは考えようがなかった。この結果は、低温工学協会の冷凍部会で発表した。<sup>1)</sup> 1980年のことである。

その後、2年間の渡米の後、ふたたびこの問題を考えることになった。ちょうどその頃、学習院大学の守谷・小川によって人工水晶中の転位を光散乱によって観察したという話を聞いたのである。守矢・小川はヘリウム・ネオンレーザーを用いて90°散乱により人工水晶中の散乱体を観察していたのであるが、その中で入射光の方向により散乱光強度が顕著に変化する線状の欠陥があることを見出し、理論計算の結果、これがデコレートされていない転位であるという結論を得た。結果は1980年のPhilosophical Magazine<sup>2)</sup>に掲載されていた。しかしながら、彼らの実験に用いた結晶はas-grownのものであったため、多かれ少なかれ不純物が析出しているはずであり、その可能性を除くためには、KCl単結晶を用いて、塑性変形により導入した転位の観察を行う必要があると考えた。さらに、もしこれがうまく行ったら、運動する転位も観察できるかも知れないと思ったのである。

まず最初、塑性変形により導入されたすべり転位が光を散乱するものであるかどうかを確かめるため、数%の歪みまで圧縮変形したKCl単結晶を出力5 mWのヘリウム・ネオンレーザーで照明し、そこから90°方向の散乱光強度を測定した。その結果、期待していた通り散乱光が観察され、しかもその強度は結晶の変形量とともに増加し、また、極端な方位依存性を示した。更に、この散乱光により試験片を顕微鏡で観察したところ、明らかにすべり帯と見られる明るい帯状の部分が見られ、すべり転位による光散乱であることを確認することができた。しかしながら、この時点では個々の転位を見ることはできず、高倍率の対物レンズを用いても、ランダムに配列した転位群によって作られたスペckルパターンしか得られなかった。

個々の転位の観察の可能性を検討するために、守矢による理論<sup>3)</sup>にしたがって、転位の散乱能を計算したところ、顕微鏡で作られる転位像の明るさは、入射光と比較して非常に弱く、およそ $10^{-10}$ 程度にしかないことが判明した。このような微弱光による観察を行うために、光源を出力4 Wのアルゴンイ

オンレーザーに換え、写真撮影には、ASA400の高感度フィルムを用い、また、像のコントラストを上げるため、迷光を極力押さえるなど装置に改良を加えた。これによって、撮影には数10分の露出時間を要するものの、デコレートされていない転位の鮮明な像を初めて得ることができた。<sup>4)</sup>

最初に考えたように運動転位をその場観察するためには、更に工夫が必要であった。静止転位の場合には、長時間露光により写真撮影も可能であったが、運動転位の場合にはそうする訳にも行かないので、微弱光の増強のためイメージインテンシファイヤーを用いることにした。その像の撮影、記録には、高感度CCDカメラとビデオテープレコーダを使用した。また、観察しながら転位を動かす必要があるので、小型の荷重荷重装置を試作し、それにより試験片結晶に変形を与えた。これらの結果、ようやく、運動する転位の様子がテレビのモニター画面上で観察することができるようになったのである。<sup>5)</sup>

図1に観察装置の概略を示す。原理は、レーザー光をレンズで結晶中に集光し、そこにある転位からの散乱光を用いて顕微鏡で結像させるものである。上に述べたように、運動転位の観察にはテレビカメラを、静止転位の観察には写真用カメラを用いた。転位からの散乱光は非常に微弱であるので、良質の像を得るためには極力迷光を少なくしなければならない。観察時の迷光の主な原因は結晶表面での散乱であるが、これを防ぐために、試料結晶を同じ屈折率をもつ整合液中に浸した。整合液は、実験後試料表面が汚れないように揮発性のものがよく、さらに、試料であるKCl結晶の屈折率 ( $n=1.49$ ) とほぼ等しい屈折率をもつ液体がよい。そこで、ここではベンゼン ( $n=1.50$ ) とデカリン ( $n=1.48$ ) を選

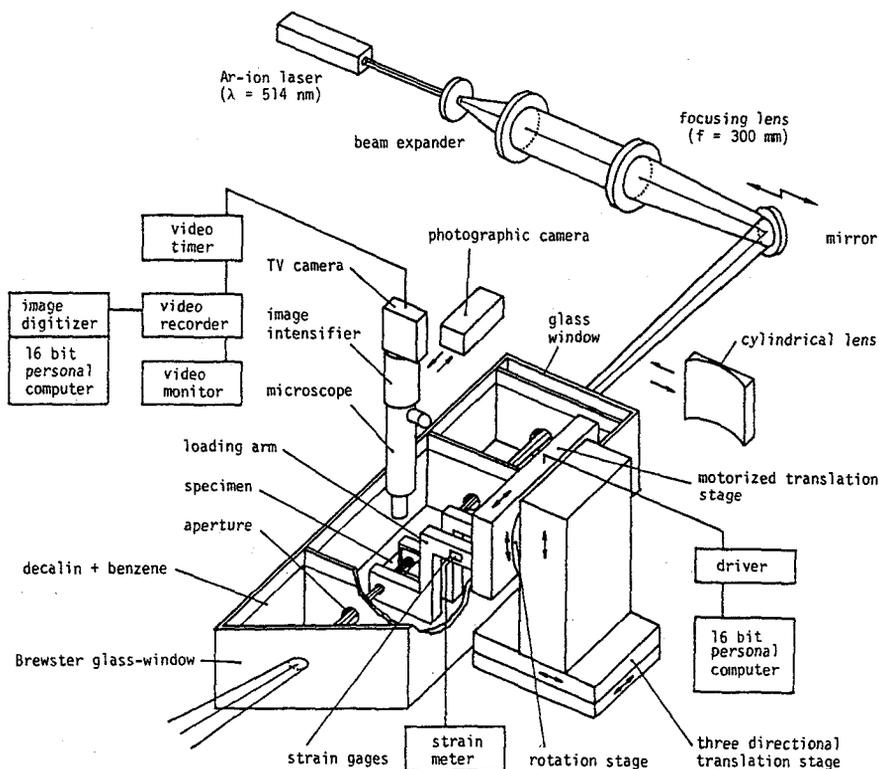


図1 光散乱トポグラフィ装置の概略図

び、体積比ではほぼ等量に混合した液を用いた。整合液容器の光の出射面は、p 偏光の反射が 0 になるようブリュスター角に傾け、戻り光を防止した。また、容器の内壁からの反射を低減させるために、エポキシ系接着剤にカーボンブラックを混ぜたものを塗りつけ黒くし、さらに容器の底にはフェルト布を敷いた。

図 2 は、結晶成長の途中で入った転位網とその中を運動するすべり転位の観察例である。写真は焼きつけ時に白黒を反転し、見やすくしてあるので、黒く見えている所が実際には光っている。観察領域は深さ方向には  $120\ \mu\text{m}$  である。画面全体に分布する転位網および右側に帯状に見える結晶粒界には不純物が析出しており、それらの像は小さな輝点の集合からできている。また、散乱光の強度は転位線の向きにはよらず、いずれの転位も同じ強度で写っている。一方、中央付近に見える像が、塑性変形によって導入されたすべり転位で、鮮明で連続した線として観察されている。また、写っているのはほとんどが刃状成分であって、デコレートされた転位線と比べて散乱光の異方性が強いことを表わしている。図 3 は、同一すべり面上にある転位がパイルアップしている様子を示す。観察領域は深さ方向に  $160\ \mu\text{m}$  で、荷重はかかっている。パイルアップしている転位群の先頭の転位は他のすべり系の転位と反応を起こし、不動転位となって後続の転位を止めているものと考えられる。以上 2 つの例で示したように、光散乱トポグラフィ法で撮影した転位線の像は、X 線トポグラフィ法に比較してかなり鮮明で、分解能もすぐれている。これは、X 線の場合と異なり、光の場合にはレンズ用を用いて結像させることができるからである。

図 4 にイメージインテンシファイヤーを通して CCD カメラで撮影した場合の映像を示す。テレビの 1 画面は、 $1/60$  秒で 1 行置きに全面を走査して作られ、次の  $1/60$  秒で残りの部分を走査するので、2 画

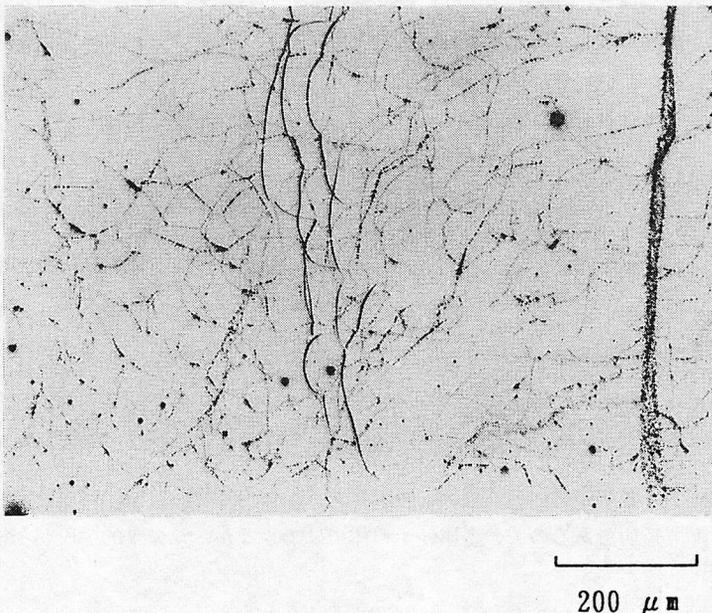
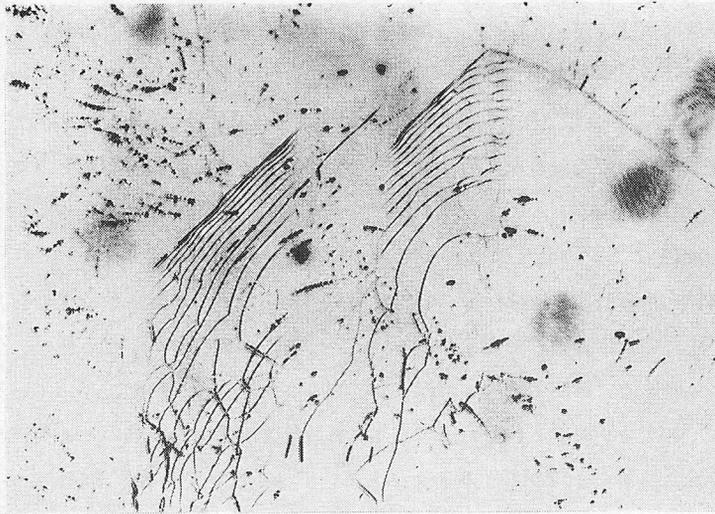


図 2 すべり転位と不純物でデコレートされた転位網



200  $\mu\text{m}$

図3 すべり転位のパイルアップ

面を合わせて1つの映像が完成する。したがって、図に示す写真は2画面をパーソナルコンピュータに取りこみ合成したものを、白黒反転してモニター上で撮影したものである。図では、円弧状に張り出した単独の転位線が見えている。中央に見える大きな黒点は不純物が析出したものである。引張荷重を加えると、転位線は、(c)のように小さな析出物に引っ掛かりながら、やがて(d)のように観察視野の外に消えてしまう様子がよく判る。(b)や(c)のように転位線が部分的に見えにくくなっているが、これはその部分の速度が速いため露光時間が短くなったためと考えられる。なお、このとき(a)から(d)までの時間は約4秒であった。背景にある小さな多くの黒点は、テレビモニター上ではチラツキとなって見えており、微弱光のフォトンイメージである。このチラツキは、結晶の純度が悪いものほど顕著であり、不純物あるいはその微小析出物による散乱と考えられる。そのため、鮮明な転位像を得るためには、結晶の純度をあげる必要がある。

従来、運動転位のその場観察には、電子顕微鏡法やX線トポグラフィ法が用いられてきた。電子顕微鏡では高倍率と高分解能が得られるという利点があるものの、試験片は薄膜に限られている。一方、X線トポグラフィでは比較的厚い試験片でも観察可能であるが、転位の動的挙動を見るためには高出力のX線源が必要となる。また、現在のところ、X線に対するレンズ系が開発されておらず、分解能が悪いという欠点がある。このように考えると、可視光による観察手段は電子線やX線の場合の欠点を補い、バルク結晶中の転位を適当に高い分解能で観察することができる。特に、誘電体の場合には、その多くは可視光に対して透明であるので、金属、半導体ではできなかった光学的手段が今後有用になってくると思われる。

本研究を遂行するに当たり、山田朝治教授（現在、関西大学教授、大阪大学名誉教授）、岸田敬三教授、東健策助教授には、たえず御討論していただき、有益な御助言をいただいたことに深く感謝します。

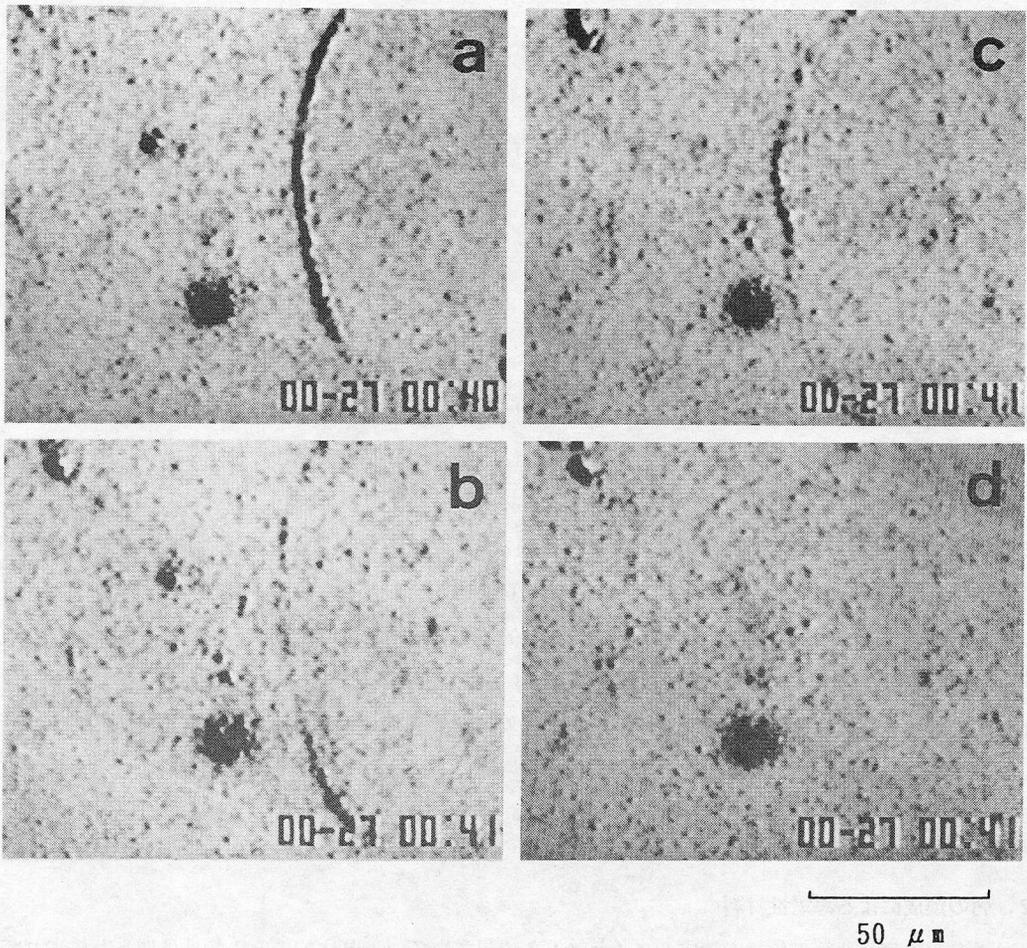


図4 転位の張り出しと運動 (a)から(d)まで約4秒間

研究がスタートした当時から今日までの間、多くの学生諸氏がこのテーマに携わってきた。中でも、当時の大学院生であった奥本豊治(現在(株)日立製作所)、新久司(現在、シャープ(株))、山際正道(現在、住友電気工業(株))、大路浩(現在、三菱電気(株))、森下均(現在、三菱電気(株))の各氏、および、現大学院生の前田伸幸氏の御協力に対し厚く感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 片岡俊彦：低温工学協会 冷凍部会講演集 (1980)。
- 2) K.Moriya and T.Ogawa：Philos. Mag. A 41 (1980) 191.
- 3) 守矢和夫：学習院大学学位論文(1983)。
- 4) T.Kataoka, H.Ohji, K.Kishida, K.Azuma and T. Yamada: Appl. Phys. Lett. 56 (1990) 1317.
- 5) T.Kataoka, H.Ohji, H.Morishita, K.Kishida, K.Azuma and T.Yamada: Jpn. Appl. Phys. 28 (1989) L697.