



Title	超高圧電子顕微鏡HU-3000の低温ステージによる格子欠陥の研究
Author(s)	平田, 光児
Citation	大阪大学低温センターだより. 1985, 51, p. 4-7
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/3877
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

超高圧電子顕微鏡 HU-3000 の低温ステージによる 格子欠陥の研究

教 養 部 平 田 光 児 (豊 中 5236)

結晶中の格子欠陥の中で一番単純で基本的に大切なのは格子間原子と原子空孔であろう。単一空孔の例としては、アルカリハライドの F 中心が有名だし、半導体の分野ではシリコン中の単一空孔が 1962 年に発見され、室温よりはるか下の温度で熱的活性化過程による移動が可能なのは有名な事実である。¹⁾ 原子空孔を導入する方法は、通常 1 MeV 程度の電子線を試料に照射して、格子間原子と原子空孔を同時に発生させる方法がとられる。少くともシリコンで単一原子空孔が出来ていることはよく判ったが、格子間原子はどうなっているのだろうか？ 抜け穴が 1 個あれば、1 個の原子がどこかに行ったはずである。1970 年代には格子間原子は 4.2 K でも熱的に動くとする説、150 K 付近でないと動かないとする説など入り乱れてにぎやかな議論が展開された。筆者は予言者ではないし、スペキュレーションは大嫌いなので、これらの解説をするつもりはないが、格子間原子が半導体の結晶中で発見されていなかったことは確かであった。¹⁾

大阪大学の吹田地区には世界最高の加速電圧 (3 MV) を誇る電子顕微鏡 (HU-3000) がある。筆者は通常 2 MV の電圧で観察を行っているが、電子照射を行い結晶内部の状態を同時に観察出来ることは私のような研究者には、おあつらえ向きの装置で、高温、低温ステージも利用可能で、上は 2000 °C、下は 5 K 付近までの実験が行われている。電子顕微鏡技術としては、筆者の興味をもつ電子照射損傷は本来欠点と見られるべき現象であるが、損傷の研究の結果から「どのようにすれば損傷をさけて観察し得るか」という問に対して答を出すことも可能である。シリコンやゲルマニウムのようなダイヤモンド構造のものならば、(220) 反射のブラッグ条件を正確励起する条件の場合、一番電子による構成原子のはじき出しが多くなり、損傷をさけて観察したければ、ブラッグ条件をはずして観察すればよいことになる。考えてみれば低次のブラッグ反射を励起すると、一番電子線と格子の相互作用が大きくなる、と考えれば当然のことで、電子の波動性をはっきり示した一例であろう。

いろいろな実験装置に最近液体ヘリウムを使用した冷却ステージが工夫され、使用されているが、電子顕微鏡中の試料を極低温に冷却して観察した例は、あまり他所で聞いた記憶はない。多分そうした要求が、電子顕微鏡を使用している研究者から出ていないことと、狭い電子顕微鏡の試料室に組みこむには、試料傾斜装置、対物レンズのポールピースなどがじゃまをして設計を困難にしているのであろう。筆者の研究分野に関連した人達の間で、最近他所で電子や中性子その他の放射線照射をヘリウム温度で行い、試料の温度を上げないで電子顕微鏡中に移し、4.2 K で電子顕微鏡で観察を行うといったプロジェクトが進められており、実現すれば、金属、半導体などの格子欠陥の研究者にとって非常に有力な手段となり得るであろう。図 1 は今回使用した HU-3000 に附属して設計された、液体ヘリウム冷却用ステージの断面である。電子ビームを完全に切った場合、あるいは何とか観察出来る程度の弱いビームを試料に照射している場合は 5 K 程度の試料温度を維持出来るけれども、以下にのべる固体中の電子照射

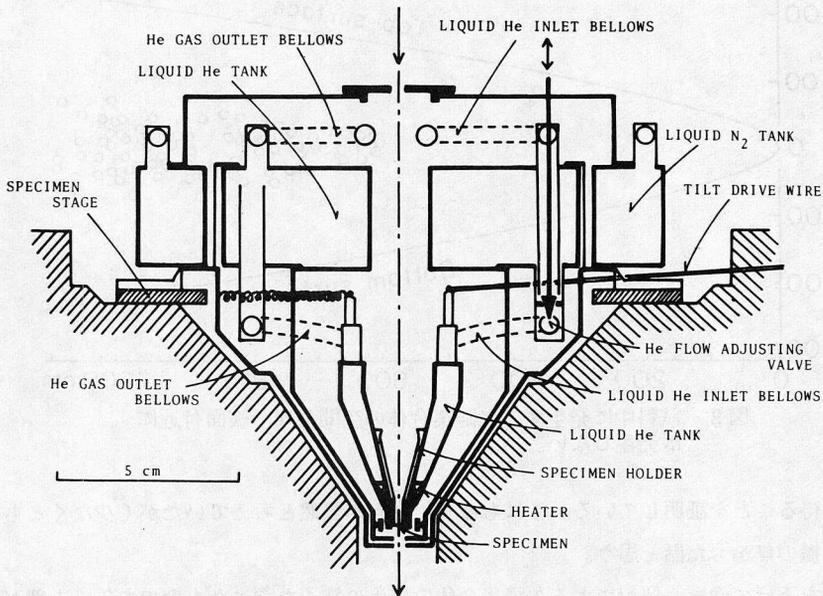


図1. 大阪大学の超高圧電子顕微鏡 (HU-3000) のために造られた低温ステージの断面。

損傷の実験のような時には、温度上昇はさけ難く、ゲルマニウムに電子照射損傷による欠陥集合体の発生その場観察を行った今回の場合、25 Kに保持するのがやっとの状態であった。

図2に示したのは150 Kでゲルマニウム単結晶を電子照射した場合に発生した点欠陥集合体である。写真は照射損傷のベストコンディションの状態で撮影されたもので、必ずしも写真撮影のベストコンディションではないが、輪のような形をした欠陥がみとめられる。これらは点欠陥が平面的に集って出来た転位ループと呼ばれるもので周囲は転位としての像がみとめられる。これらが空孔の集合体かあるいは格子間原子のものなのかは興味あるところ

であるが、この判定は電子顕微鏡ではお手のもので、回折コントラスト法と呼ばれている。^{2,3)}すでに筆者等の判定では格子間原子型であることは明らかで、この温度領域では格子間原子は移動可能で、集合体を形成して安定化していることが判明した。^{4,5)}

図3は電子顕微鏡におけるステレオ技術を使って求められた、電子照射された試料中に形成された格子間原子型集合体の空間分布である。試料は図3のようにナイフエッジ状に研磨されているが、試料の表面に近い部分や試料の薄い部分には集合体の発生はない。これは格子間原子は表面を消滅

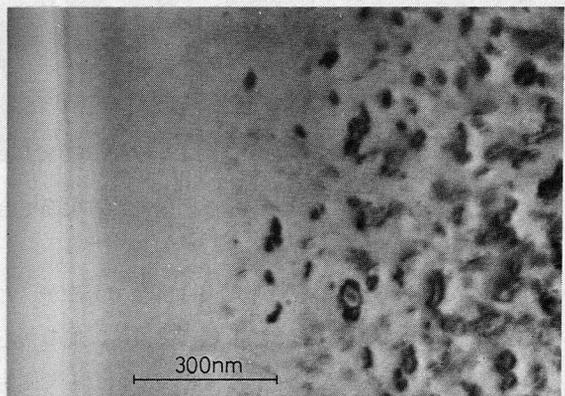


図2. 電子照射 ($8 \times 10^{19} e/cm^2 \cdot sec$, 280 sec, 150K) されたゲルマニウム中に発生した格子間原子型集合体 (転位ループ)。

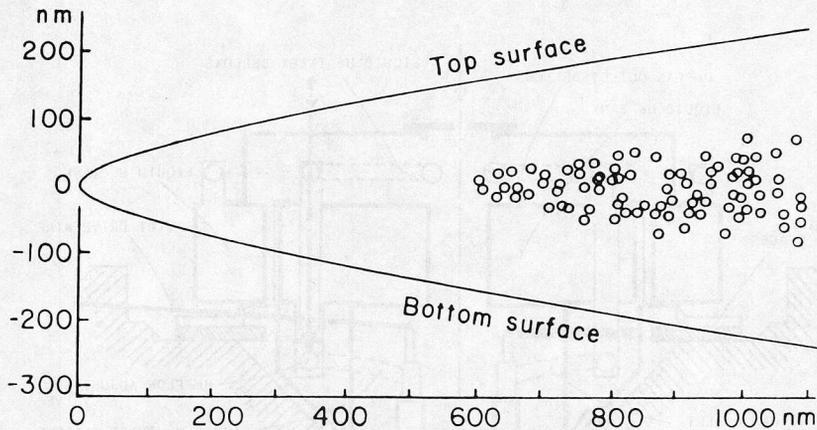


図3. 試料中に発生する欠陥集合体の空間分布。表面付近には発生しない。

のシンクとし得ることを証明している。これも今まで誰もが当然と考えていたが（少なくとも半導体の分野では）証拠の無かった話と思う。

図4は温度を下げてゆき、照射による欠陥集合体の発生の様子を調べたものである。上部が試料の薄い側になっているが、温度の低下とともに、試料のより薄い部分に集合体が発生しているのがみとめられる。格子間原子の移動が熱的活性化過程を伴っており、温度の低下とともに格子間原子が動きにくくなり、表面への逃げが減ったためと考えるべきである。ここから、「ゲルマニウムの単一格子間原子は35 K付近でも熱的活性化による移動が可能である」というのが今回の最終結論である。

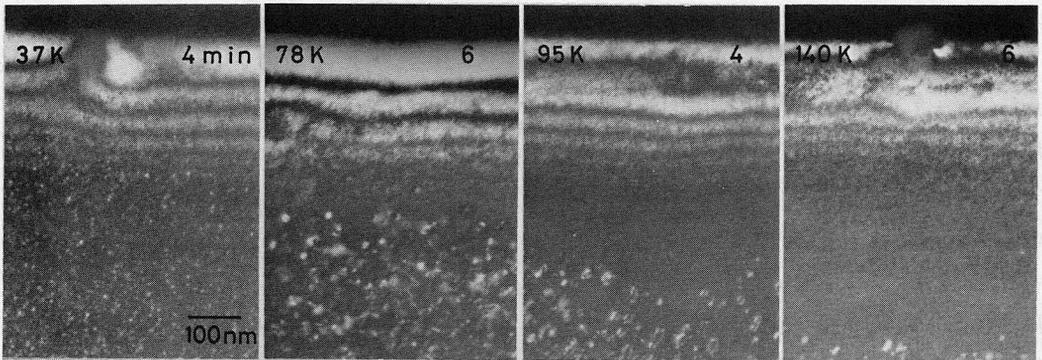


図4. 電子照射による欠陥集合体の発生と温度の影響。

定性的な大ざっぱな話に終始したのは残念であるが、このほんの短期の実験から得られた知識はいずれも重要なものである。見るという観測手段は、他の何ものにも替え難いというのが筆者の現在の心境である。願わくば、単一の点欠陥を直接電子顕微鏡で固定出来る日の来ることを祈りつつ、ペンを置きたい。

参考文献

- 1) 石野 栞: 応用物理 46 (1977) 458.
- 2) M.Hirata and M.Kiritani: *Physica* 116B (1983) 616.
- 3) M.Hirata and M.Kiritani: *Physica* 116B (1983) 623.
- 4) M.Kiritani and M.Hirata: *Inst.Phys.Conf. Ser. Nr.59* (1980) Page 449.
- 5) M.Hirata, S.Takeda and M.Kiritani: *Yamada Conf. X (Dislocation in Solids)*(1984) Page 407.