

## 談話室

## 第2回先端材料国際シンポジウム

上村 揚一郎

無機材質研究所 305 つくば市並木 1-1

(1995年5月8日受理)

2nd NIRIM International Symposium  
on Advanced Materials

Yoichiro UEMURA

National Institute for Research  
in Inorganic Materials

(Received May 8, 1995)

標記のテーマでのシンポジウムが平成7年3月7日から3月10日までの4日間つくば市の研究交流センターで開催された。このシンポジウムは無機材質研究所に設定されたいわゆる「COE」プロジェクトの一環として毎年開催されているもので、第2回目である今回は「超微細構造解析」を中心テーマとして各種の最先端評価技術を用いた局所構造や表面構造の研究結果が紹介された。この分野でのホットな議論は本学会の会員の方々にも有益な知見であろうと考え、この談話室で紹介させていただくこととした。講演はすべて招待で件数は34件、そのうち外国からの招待が16件で約半数を占めた。そのほかにポスターセッションでも22件の発表がなされ、期間中の参加者はのべ約340名にのぼり4日間の長丁場にもかかわらず活発な討論が行われた。

対象分野としては透過電子顕微鏡がメインで4日間の会期のうち約半分を占め講演件数が21(7)、イオンをプローブとして表面状態や構造、組成分析を議論した発表がSIMSを含めて6(10)、ほかにXPS, AES, STM, HREELS関係が7(5)であった(括弧内はポスターでの発表件数)。いずれの分野においても各国からそうそうたる研究者が招かれて講演を行った。ここでは紙数に限りがあるのでこれらの講演の要点のみを紹介することにする。

現在の透過型電子顕微鏡における開発の方向としては大きく分けて3本の流れを見ることができる。それらは高分解能を目指すもの、他の実験パラメーターを作用させたときの物質の変化をその場観察しようとするものおよび構造解析だけでなく微量元素分析を同時に行おうと

するものである。このような流れが今回のシンポジウムにおいては端的に具現化されていたように感じられた。まず分解能の向上に関してはオープニングの特別講演でその歴史的流れが橋本教授(岡山大)によって紹介されたが、現在では点分解能でほぼ1Åが達成され、このような装置を使つての物質研究が非常に活発になってきている。マックスプランク研究所では約1Åの解像力をもつた1.25MV電顕により種々の物質たとえば半導体、合金、酸化物などの界面の原子構造をとらえた研究成果の報告がなされた(Rühle, Germany)。その他の高分解能電顕を用いた構造解析の報告としては、炭素ナノチューブに関するもの(石田, 東大)、酸化タングステンの高圧相(Zakharov, Russia)、酸化物超伝導体(松井, 無機材研)、磁性合金および半導体界面(Smith, U.S.A.)、ホモエピダイアモンドの界面(多留谷, 阪大)などがあった。

つぎに透過電顕像を観察しながら試料の何らかの物理的パラメーターを変化させて、物質の動的挙動を直接観察しようとする試みがいくつか報告された。大阪大の2MV超高压電顕では試料室が2100Kまで加熱できるように工夫されており、たとえばサファイア中の転位の高温での動きやAl中のボイドの移動などが直接観察されている(森, 阪大)。また超伝導状態にあるNb膜で磁気フラックスが欠陥でピンニングされる様子や(原田, 日立)、Co/Pt多層膜での磁場の直接観察(Chapman, U.K.)、さらに200kVに加速されたArイオンを直接試料室に導いてSi中に打ち込みを行ったときの欠陥の動きを見る(古屋, 金材研)など興味ある研究が紹介された。

電子エネルギー損失分光法(EELS)による元素分析装置を操作型の透過電顕に組み込んだの微小領域の元素分析における進歩も著しいものがある。電界放射型の電子銃を用いることで電子線プローブの径を約5Å程度に絞り込むことが可能となると共にEELSの測定装置の感度、およびエネルギー分解能も向上しセラミックスの非常に薄い境界相の組成分析が可能となってきた(板東, 無機材研)。またEELSのある特定のピークを用いてマッピングをすとか(Colliex, France)、エネルギーフィルターをかけて良質の画像を得る試み(倉田, 京大)、などが報告された。

もちろん上記のようなグループ分けは便宜的なものであり、分析電顕やその場観察法においても高分解能化が求められているのは周知のところであるし、このような仕分けの中に組み込まれない論文もいくつか紹介された。たとえば透過電顕の電子回折像をフーリエ変換して得られる動径分布関数からIV族、III-V族の非晶質やフラーレンの構造を評価したり(Cockayne, Australia)、取

東電子線回折法を用いたの構造解析(Steeds, U.K.), (田中, 東北大), 電顕内でのカソードルミネッセンスの装置を利用したチェレンコフあるいは遷移放射光の観察結果も報告された(山本, 東工大)。また結晶内の欠陥構造解析の大御所的存在であるブリストル大のLang教授(U.K.)が天然および人工のダイヤモンド中の欠陥構造について電顕像や光学顕微鏡観察の結果をまとめて紹介された。このように電子顕微鏡のハードの面での発展は目を見張るものがある一方で、透過電顕像を撮るためのソフトともいべき試料作成には若干の問題が残されているように思われるが、この点は今回のシンポジウムではあまり議論がなされなかった。

非破壊的な試料調整でこの点を相補的に補う表面解析手段が最近急激な発展を遂げている。後半のセッションでは種々の表面解析手法を用いたの各種の物質の表面構造や表面の電子状態などが議論された。中低エネルギーのイオンあるいは原子のプロープを用いて最表面原子の電子状態や原子構造、吸着分子の状態あるいはイオンの中性化過程の解析からの原子の結合状態を解明するといったバラエティに富むユニークな研究手法がいくつか紹介された(青野, 理研), (左右田, 無機材研), (Günster, Germany)。そのほかにはAESの深さ方向分析における分解能の問題(Hofmann, Germany), XPSによる表面定量分析の際の局所構造の影響の問題(Tougaard, Denmark), オゾンによるSiの表面酸化における界面相の評価(一村, 電総研)などが紹介された。またSIMSにおいても新しい実験手法の開発や評価法などが紹介された。たとえば理研型のSNMS分析装置の有効性とシンクロトロン放射光によるポストイオン

化法の可能性(加藤, 高エネ研), 収束イオンビームを用いたSIMSの定量化(二瓶, 東大), 微小領域分析(Schuhmacher, France)などの研究成果が報告された。

最後のセッションとしてダイヤモンドの表面, 界面に関して先に紹介した透過電顕によるホモエピダイヤモンドの界面構造の研究のほかに高分解能(HR)EELSを用いた清浄表面および水素終端表面の研究(Lee, Hong Kong)やダイヤモンド表面の酸化過程(Pehrsson, U.S.A.), あるいは水素および重水素で終端したCVD合成によるダイヤモンド薄膜の表面フォノンの分散関係からの膜成長時の表面吸着分子種の同定(相沢, 無機材研)またSTMによる膜成長過程における表面構造の解析結果(津野, 住電工)などが報告された。

一方, ポスターセッションにおいても透過電顕や種々の表面解析手法などのアップデートな装置開発およびそれらを各種の物質へ応用した実験結果など興味ある報告がなされたが紙数の関係でここでは割愛させていただきます。

なおこのシンポジウムではかなり重量感のある立派なプロシーディングが発行されている。残り部数はあまり多くはないとのことですが, ご希望の方は無機材研の企画課(電話0298-51-3351(代表))まで問い合わせてください。

さらに第3回のシンポジウムについては, 超高压手法を用いた物質の合成および解析を主要テーマとして平成8年3月頃に筑波での開催が予定されています。詳細が決まり次第本誌の会告でお知らせしたいと思います。ちなみに参加費は無料です。