

CONFERENCE REPORTS (2)

粒子線—試料応答とその解析

高柳 邦夫

東京工業大学理学部

〒152 東京都目黒区大岡山 2-12-1

(1984年2月3日 受理)

Beam-Specimen Signals and  
Their Interpretation

Kunio TAKAYANAGI

Department of Physics, Tokyo Institute of  
Technology, 2-12-1, Ookayama, Meguro-ku,  
Tokyo 152

(Received February 3, 1984)

Royal Electron Microscopy 主催による表記の会議は12月13日から15日までの3日間、イギリス・ケンブリッジで開催された。会議参加者は欧州各国・アメリカ・オーストラリアなど8ヶ国から約100名であった。Jesus College に参加者全員が宿泊し、Free School Lane 通りに面した Cambridge 大学内の Rayleigh Room で会議は行われた。講演時間は招待講演1時間、一般講演20分であった。

電子顕微鏡(電磁レンズ結像方式の通常型:電顕と以後略記する)は固体中の局所的な構造——欠陥——を実空間で観る手法として早くから注目され、金属・セラミックス・鉱物などの局所構造を原子レベルで解析することがこの十数年来の1つの流行になっている。電顕の分解能は年々向上し、100kV・200kVの加速電圧の普及型では2~2.5Åが得られている。最近開発の進んだ高分解能・超高電圧電顕(HVEM)では2Å以下が得られ、原子像の観察も現実となりつつある。一方、電子線プローブを小さく(nmプローブ)絞り、試料面上で走査する走査型電顕(SEM, STEM)も著しく発展した。とくに、弾性散乱電子による顕微像および回折像から結晶構造を調べるだけでなく、これと同時に、反射電子・2次電子・蛍光X線・エネルギー損失電子・オージェ電子などによる高分解能顕微像から局所領域の電子状態・化学状態を調べる“分析顕微鏡法”は多方面からの関心を集めている。ME(micro electronics)・超高真空・極低温技術などの進歩によってもたらされた電顕の基本性能の質的变化に伴い、これを単に材料構造の研究だけでなく、生物学・エネルギー工学・表面科学など学際領域の研究に応用できる道が開かれた。今回は、こうした背

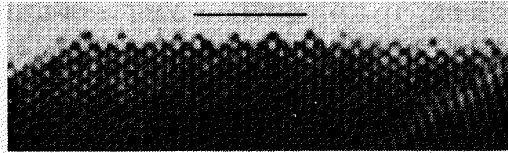
景をふまえ、1)高分解能電顕による原子レベルの固体構造研究、2)局所構造の分析顕微鏡法による解析、3)原子レベルの表面研究に主題が絞られた。

Opening Talk(Dr. J. Hutchinson)では、高分解能HVEM研究の現状が概観された。高分解能HVEM(1MV)として、Cambridge大学(イギリス、600kV)、Berkeley研究所(アメリカ)、および、京都大学化学研究所(500kV)、東北大学、無機材質研究所、東京工業大学、名古屋大学、大阪大学(400kV)で稼動中のものが紹介されたが、電顕保有数では日本が優位にあることが参加者に強い印象を与えたようである。

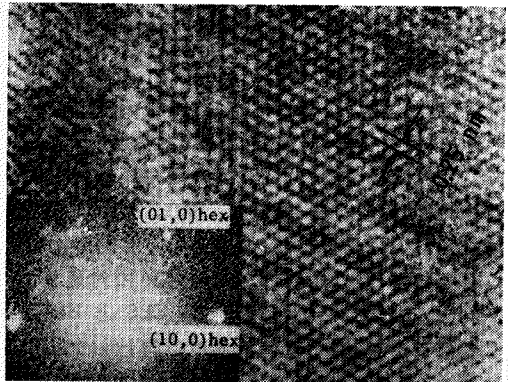
第2のテーマでは、とくに、エネルギー損失電子分光(ELS)とエネルギー分散型X線分光分析(EDXS)について、高い空間分解能・高感度を得るための工夫、定量化での問題点が主に論じられた。現在、分析顕微鏡法はもっぱら100kV・200kVの電顕あるいは走査型電顕が中心であるが、近い将来に高分解能電顕に対処するため、400kV~1000kV加速電圧でのELSとEDXSの有効性が吟味された。EDSの感度の向上性について意見の対立があり、激論が交された。ただ、表面研究と関連して議論(吸着層に対する感度・定量性)されなかった点が個人的には不満足であった。

第3のテーマでは、表面研究で重要視されてきた局所分析・実空間解析が討議された。この数年で急速に発展してきた分野であるので、研究成果よりもむしろ新しい観察法に関心が寄せられた。イギリスSussex大学のDr. J. A. Venablesは超高真空・走査型電顕を用い2次電子像・仕事関数による表面像が表面トポグラフ(原子ステップ)および化学状態に敏感であることを強調し、結晶成長過程に関する研究成果を報告した。会議後Cavendish研究所を訪問した際に見学したことだが、Dr. A. Howieらは新しい高分解能・超高真空・走査型電顕(VG501A改造型)によるELS, EDXS, AES顕微法を始めており、触媒研究に力を注いでいた。また、PEM(Photo Emission Microscopy, Prof. D. W. Turner), MEM(Mirror Electron Microscopy, M. S. Foster)などの報告も話題になった。

高分解能電顕による表面構造の原子レベルでの解析については将来の明るい見通しを示した発表があった。1つはCambridge大学での成果(Dr. L. Marks & Dr. D. J. Smith)で、入射電子線を結晶表面に平行に入れて結晶断面写真を得たものである。Fig. 1はAu(110)表面の $[1\bar{1}0]$ 原子列(紙面に垂直)が電子線の入射方向に平行になるように結晶表面を傾けて撮った「表面に垂直な断面」の高分解能像で $[1\bar{1}0]$ 原子列が“串ざし像”で見られている<sup>1)</sup>。各 $[1\bar{1}0]$ 原子列が1つおきに表面か



**Fig. 1** An image of gold (110) surface. Partial reconstruction to  $2 \times 1$  type (with the courtesy of Dr. D. Smith and Dr. L. Marks)



**Fig. 2** An image of silver (111) surface.

ら飛びだしている。Au(110) 表面は  $2 \times 1$  再配列構造をもち、表面の  $[\bar{1}10]$  原子列が1つおきに欠けた Missing Row Model が LEED、最近では Tunneling Microscopy<sup>2)</sup>、Glancing angle X-ray Diffraction<sup>3)</sup> で確認されている。Fig. 1 の写真はこのモデルの原子配置を支持する。観察は超高真空下で行ったものではなく、表面の清浄性には疑点が残るが、清浄表面の断層構造を原子レベルで観察する可能性を示したことは意義深い。一方、我々は超高真空・高分解能 HVEM によって清浄な表面を得、表面層からの禁制反射を用いて表面原子(再配列した原子、吸着原子)の配列を直接観る可能性を示した。Ag(111) 表面原子層の高分解能 HVEM 写真 (Fig. 2) はその一例で、一原子層内の原子配列が3角形に配列した白点として見られる。また、超高真空電顕で清浄表面をもつ薄膜試料の透過電子顕微鏡像から表

面トポグラフを捕え、回折像の強度解析により、X線構造解析法と同様にして、表面原子位置の決定が可能であることを Si(111)- $7 \times 7$  再配列表面を例として示した。従来 LEED など回折法だけに頼っていた表面結晶学が顕微法によって飛躍的に発展しうることが示された。

こういう雰囲気の中で、LEED 法による構造解析の現状と問題点(データ収録法、動力学的回折効果による膨大なコンピュータ解析)が York 大学の Prof. M. Prutton によって総合報告された。将来への展望として、FEG-LEED, Scanning Microprobe LEEM (Low Energy Electron Microscopy) の試みなどがあげられた。過去 20 年程表面結晶学の分野を築いてきた LEED 研究者グループにも表面の実空間観察—顕微法—の重要性が明確に認識されたと筆者には判断された。

表面の実空間観察はスイス・IBM 研究所の Binnig らが Tunneling Microscopy で Au(110)- $2 \times 1$ , Si(111)- $7 \times 7$  構造表面を原子レベルの分解能で実空間観察している、一段と多くの研究者の関心を集めている。Tunneling Microscopy についてはこれに追隨する研究計画が相次いで欧米で立案されている。イギリス・Cavendish 研究所では Dr. M. Pashley らが早くも装置を作りあげ、Pt(111) 表面の原子ステップの観察を試みているのには驚いた。日本でも早急に同種の研究に着手する必要がある。

会議の概略、また会議後 Dr. A. Howie のお世話になり Churchill College に1週間滞在した折 Cavendish 研究所で見聞した事を述べた。本稿が電顕、走査型電顕による高分解能分析顕微法を用いた表面局所領域の解析の現状について参考の一助となれば幸いである。

## 文 献

- 1) D. J. Smith and L. D. Marks: Proc. of 7th International conference on HVEM (1983) 53.
- 2) G. Binnig and H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel: Phys. Rev. Letters **50** (1983) 120.
- 3) I. K. Robinson: Phys. Rev. Letters **50** (1983) 1145.