

用語解説(1)

『励起(入射)と検出信号の いずれも電子』

BSE (Backscattered Electron; 後方散乱電子)

固体試料に電子が衝突すると、入射電子はターゲット原子との少数回あるいは多数回の衝突後、前方あるいは後方に散乱する。前方散乱電子は試料に吸収されたり(吸収電子)、薄膜試料の場合は透過電子となる。後方散乱されたものは空間へ脱出して BSE となる。しかし、試料面が傾斜している場合、すなわち斜入射の場合は、前方散乱したものの一部も空間へ脱出する。通常はこの電子も BSE として扱う。BSE のエネルギー分布は入射電子エネルギーよりやや小さい値をピークとして低エネルギー側へほぼゼロまで裾を引く形をとる。また、角度分布は、ミラー反射の方向を最大値としたゆるやかな変化を示す。BSE は入射電子と試料との相互作用の結果として、試料の様々な情報を有している。代表的なものに平均原子番号(Z)の情報(Zの増加に対して BSE 収率も大きくなる)があるが、この他に、結晶構造・磁区・試料表面の比較的大きな電位分布・試料表面の凹凸の情報(入射点の傾斜度が大きくなると BSE が増加し、概して凸部で増加凹部で減少する)などを有する。これらの情報は BSE のエネルギー分布や角度分布を考慮した検出により、一層顕著となる。なお、市販装置の SEM, EPMA での反射電子も BSE であるが、検出器の特性のため、高エネルギー BSE ほどより強く増幅された形となっており、実際の反射電子のエネルギー分布とは異なっている。(副島)

Cryo-TEM (Cryogenic Transmission Electron Microscope; 極低温電子顕微鏡)

試料を液体ヘリウム温度域程度に冷却・保持しつつ検鏡を可能にした電子顕微鏡を Cryo-TEM と称している。TEM 観察において試料を冷却することの目的にはおおよそ2つある。その1つは電子線照射に伴う試料損傷の軽減である。この場合の損傷とは、主に非弾性散乱電子のエネルギー交換による試料の温度上昇とそれに伴う熱的構造破壊をさしている。この問題は生体物質や有機化合物、低融点物質等の高分解能観察において特に重要であり、その対策としての観察方法が検討されてきたが、Cryo-TEM を用いた試料を冷却する方法で、最近好結果が得られている。Cryo-TEM のもう1つの有用性は、言うまでもなく材料の微細構造組織の極低温状態における直視である。材料の超電導現象と内部構造との関連性や格子間原子と格子空孔などの点欠陥の動的現象等の解明など、Cryo-TEM の果たす役割は大きい。

Cryo-TEM の性能としては、現在 215 kV 電子顕微鏡にお

用語解説の連載にあたって

本誌第4巻に連載された略語集は、なかなか好評であった。これに関連して寄せられた意見のなかに、関連用語の解説を!との声が多くあり、又編集委員会においてもその必要性を論じ、早速、用語集検討委員会を発足させた。委員会では、まず表面科学における“用語集とは?”から議論が始まったのであるが、表面に係わる領域の広さ・深さのために今回から連載する用語解説は試行錯誤的な形でスタートすることになった。↗

いて、試料温度 4 K, 点分解能 0.15 nm が報告されている*が、これは超高真空技術や低温工学の進歩および高性能超電導磁界レンズの開発に負うところが大きい。(井村)

* I. Dietrich, F. Fox, H.G. Heice, E. Knapek and R. Weyl, Ultramicroscopy 3 (1978) 185.

DAPS (Disappearance Potential Spectroscopy; 消滅電位分光法)

電子線照射により内殻電子を励起するエネルギーは試料物質に固有である。入射電子のエネルギーを変化させれば励起しきい値エネルギーにおいて入射電子は内殻電子をフェルミ準位上の空準位に励起し、自身はエネルギーを失ってフェルミ準位上近くに捕獲される。すなわち試料表面にて反射される擬弾性散乱電子(弾性散乱ピーク付近のエネルギーをもった電子)の一部がそのしきい値エネルギーにおいて消滅する。DAPS では擬弾性散乱電子流の変化を一次電子エネルギー(通常 100~1,000 eV)の関数としてスペクトル測定する。これにより表面原子の固定や化学的組成、さらに化学結合状態を知ることができる。DAPS では電子線による内殻電子の励起過程にだけ関与し、その後起こる複雑な緩和過程を含まない。また入射電子そのものが励起源でありかつ検出粒子であるから、同一の表面層を二度通過することになり、その検出深さは 4~10 Å と AES よりも小さく表面に敏感である。装置としては簡単であり LEED や AES 装置を用いても測定出来る。(西守, 徳高)

EBIC (Electron Beam Induced Current; 電子線励起電流, 内部起電流ともいう)

入射電子によって半導体試料の価電子が伝導帯に励起される。この結果、電子正孔対が生ずる。この対が接合部で生じたり、バリアがあれば電子と正孔に分離して起電流 I_p が生ずる。 I_p が生ずる領域を少し厳密に考えると次のようになる。入射電子の侵入拡散領域内でそのエネルギーが電子正孔対を作り得る値を有している領域を R_p , 対の電子あるいは正孔の拡散領域を D_e とすると、 R_p と D_e を加えた寸法内に接合部あるいはバリアが存在する領域において I_p が生ずる。この I_p は次式で表わされることが知られている*。

$$I_p = r \cdot \alpha \cdot I_a$$

r : キャリアの捕獲率

α : 入射電子1個あたりのキャリア発生率

I_a : 吸収電流

連載するにあたって、とりあえず決めた編集方針は、あらかじめ設けたテーマに沿って毎回 7~8 件の用語を掲載する、掲載用語と執筆者の決定は用語解説委員会がおこなうなどである。このシリーズが、読者に少しでも役立てば幸いであり、また、以後表面・界面関係の用語の定義を与えるような立派なものに発展するように努力したい。

今回は、テーマを表面分析法の中から『励起(入射)と検出信号のいずれも電子』と決め、以下の7つの用語を取り上げ

た。テーマの設定法その他について、ご意見・ご希望をお聞かせ願えれば幸甚である。

●用語解説委員会●

井村 泰三, 副島 啓義, 中山 景次, 福田 安生,
宮崎 栄三 (五十音順)

この I_p は通常の SEM, EPMA の吸収電流測定とはほぼ同じ手法(アンパ特性は異なる)で測定・表示可能であるが、 I_p の取り出し方法には**、 $p-n$ 接合法, Inversion layer 法, schottky barrier 法, 高電界法などがある。EBIC の用途には $p-n$ 接合の直接観察, キャリアの寿命の測定, 格子欠陥の観察などが知られている。

* 立川憲吉, 喜多川儀久: 物性 7(1966)1.

** 川戸清爾, 早藤貴範, 安達徹: 第3回結晶工学講習会(応物)講演 7(1975) (副島)

ECP (Electron Channeling Pattern; 電子チャンネルングパターン)

Coates* が発見したので Coates パターンともいう。また菊池パターンに似ているので擬菊池パターンともいう。

固体試料に電子を入射させたときの、反射電子・2次電子・吸収電子の量は、一般に試料表面の凹凸と平均原子番号によって変化するが、試料が結晶の場合は入射角によっても変化する。この現象はチャンネルングといわれているが、回折の一種としてかなり詳しく定量的に説明されている。結晶の周期場に入射電子はその波としての性質(これは加速電圧依存性がある)により Bragg 反射を起こし、入射波と反射波の干渉が生ずる。入射角を変化させると波数の変化と同じことになり、干渉波の状態すなわち結晶内の電流密度の状態が変化し、電流密度の大きな場所か原子面か原子間かによって、異常吸収や異常透過が起きてコントラストが生ずる。SEM や EPMA の走査系に手を加えて入射角を走査し、走査角と対応した2次元走査の CRT に電子線信号強度像を表示すると、バンド状や線状の明暗像が得られる。主にバンド状の構造の向きと幅から、結晶種・方位・格子常数が、またパターンの鮮明さから結晶の完全度が判る。ただし装置性能の影響が大きいので完全度の定量的には問題がある。

* D. G. Coates: Phil. Mag. 16(1967)1179. (副島)

EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy; 電子エネルギー損失分光法)

加速電子を試料に当てると透過(試料が薄く入射電子エネルギーが高い場合)あるいは反射の過程で電子励起及び分子振動などによりそのエネルギーを損失する。この損失エネルギーを測定することにより試料の元素分析, 状態分析(空の伝導帯の状態, バンド間遷移), 振動状態分析が可能である。EELS は

用いるエネルギーにより3つの型に分類される。

- ① 透過型 EELS (加速電圧約 100 kV 以上)。主として電子顕微鏡とともに用いられる。薄膜状試料(数 100 Å 以下)が必要。
- ② 反射型 EELS (加速電圧数 kV~数 10 V)。表面の元素及び状態分析。
- ③ 高分解能 EELS (HREELS ともいう, 加速電圧数 V 以下)。表面原子, 分子の振動状態の分析が可能である。分解能 10 meV 以下が必要。

分析限界は①では約 100 個の原子, ②, ③では約 0.1% 単原子層といわれている。しかし空の状態密度の少ない物質では感度が悪くなる。EELS は X 線吸収スペクトル, APS, DAPS と同様の情報を与える。(福田)

LLE (Low Loss Electron; 低エネルギー損失電子)

言葉の意味のみからは色々な分野での現象としてとらえることができるが、通常は固体表面(付近)での入射電子の散乱における低エネルギー損失 BSE (Low Loss BSE) を示す。これは入射電子が弾性散乱(すなわち, ほとんどエネルギー損失がない)あるいは非常に少数回の非弾性散乱(エネルギー損失が 15% 程度以下)して脱出した BSE であって、一般の BSE に比べて、①結晶構造に関する情報, ②原子番号に関する情報, ③空間分解能などが向上する。特に③に関しては SEM, EPMA で高分解能 BSE 像として利用される。入射電子は固体試料内で散乱拡散し、BSE 発生領域は入射電子線径の数倍~数 10 倍に達するため、BSE 像の空間分解能は一般に良くない。しかし BSE 中の LLE に注目すると、発生過程からみて、その発生領域は入射点近傍に限定される。たとえば 30 keV の入射電子の場合、25 keV 以上のエネルギーを有した BSE の発生領域は全 BSE の発生領域に比べて深さが 1/7, 横の拡がりも 1/4 になる。この Low Loss BSE を検出するためには、斜入射で且つ低脱出角検出が必要であるが、傾斜条件についても数値計算可能な検討がされている。(副島)