

ネットワーク討論

編集委員会より

表面分析研究会ではつくば市の無機材研に設置したサーバーにメールグループを置き、会員相互の連絡に利用している。本来は事務連絡用であるが、会員からグループに対して質問、問題提起がなされ、それに対する反響でネット上が賑わうことが最近頃に多くなってきた。ここでの議論は必ずしも学会発表のようなオリジナリティに関わるとは限らないが、ある人には既知のことであっても、他の人には新鮮な驚きであり得、また、話題自身がヴァラエティに富むので、これらをまとめて広くメールグループ登録者のみならず読者全体の共有財産とすべきだと考えられる。今回紹介するのは昨年11月から本年6月の間の討論で、おのおのの問題提起者に論点を整理していただいたものをそのまま収録してある。ただし、明らかなタイプミス、添え字などのフォーマットは気づく限り編集部の方で修正した。今後も、より多くの人々の参加したネット上での自由闊達な議論を期待している。また、討論のうち鋼管計測名越氏の提起された問題「XPSのサテライトピーク」については別稿に京大河合氏によるまとめとコメントがあるのでそちらをご覧ください。

- ①物質研 島田氏「Gaのケミカルシフトについて」
- ②富士通 中村氏「Si中のドーパントの"状態"分析の可能性について」
- ③松下テクノ 児島氏「Ge自然酸化膜厚」
- ④丸山達哉；富士ゼロックス(株) 分析センター
- ⑤電総研 一村氏「Nbの研磨方法」
- ⑥J E 荻原氏「結晶粒の方位のきめ方」

① Gaのケミカルシフトについて

投稿者物質研、島田広道

私のJan. 6/97の質問、

「酸化ガリウム触媒の分析をしています。ケミカルシフトが最も大きく、よく用いられるのはどのピークでしょうか？「表面科学の基礎と応用（日本表面科学会編）」p.288によればGa3dよりLMMオージェの方が酸化物とメタルの差が大きいことになっています。これはGe等の例から当然予想されるのですが、ファイのハンドブックでは2p、3pあるいは2p、3dのみが示されており、オージェパラメーターはのっていません。AsGa等の分析経験のある方でこのあたりの事情に詳しいひとがいたら教えていただけないでしょうか？文献等の情報だけでも大変助かります。」

対して、住友金属、薄木さんより、Ga LMMピーク位置について、metal : 1068.4 eV, GaAs : 1066.2~1066.8 eV, Ga₂O₃ : 1062.0 eV であること、参考文献として、Y. Yokomizo, et. Al., Thin Solid Films,

156(1988) 127-143.があることを教えていただきました。

早速、Yokomizoらの文献を調べ、参考になりました。薄木さんにはこの場を借りて再度お礼申し上げます。

実際の分析では、試料による差はGa LMMが一番大きく、指紋的に用いる場合最も適していること、Ga 3dはO 2sと重なるので適していないことがわかりました。一方、Ga LMMで認められる差については、単純にGaの電気陰性度で議論してよいかについては疑問が残ります。オージェピークでは光電子ピークと比べて緩和エネルギーが大きいことを考えると、定性的にはWagnerの提唱したpolarizabilityの差と解釈するのが適切かとも思いますが、いかがでしょうか？

②Si中のドーパントの"状態"分析の可能性について

富士通株式会社
デバイス開発.5 プロセス開発部
中村 誠

[議論に参加していただいた方々](敬称略)

笹川 薫 (コペルコ科研), 名越 正泰 (鋼管計測), 西城浩志 (京都工織大), 城 昌利[大串秀世](電総研)

[背景と問題提起]

半導体デバイスを作成するプロセスで、半導体中に制御良く混入させた不純物は、必要な半導体特性を出す上で非常に重要です。今回、Si 中に BF_2^+ (実は、B のみを注入したいのですが、B のみでは、注入深さを浅くできないため BF_2^+ を利用するのが一般的です。最近では、B の注入もあります。) をイオン注入したのですが、活性化アニール(注入により、結晶性の乱れた Si の結晶回復と、B の Si 格子位置への配置のためのアニール)後に予想していた程、抵抗が下がっていませんでした。ここで、注入した不純物の量は、イオン注入時のドーズ量(電流密度×時間)と、そのあとの SIMS 測定により確かめられています。また、Si に注入された不純物濃度は、活性化した後は、広がり抵抗を測定することで容易に知る事ができます。(勿論、p/n 接合ができていれば、I-V 特性からも知ることが出来ます。) 問題は、活性化していない B は、どの様な状態として Si 中に存在しており?、何故、活性化しなかったのか? また、その状態を評価する手段はないのか? が知りたいのです。なお、今回の注入量は、最も濃度の濃いところで 10^{20} atoms/cm³ 程度です(後で補足)。B が偏析しているようでしたら TEM あたりでしょうか?]

[皆さんのアイデアとコメント]

笹川 : ドーパントの存在状態の分析の件、RBS のチャネリングで評価できる場合があるので紹介します。シリコンの単結晶について RBS スペクトルを測定する際に、平行イオンビームを結晶軸方向に平行に照射すると、後方散乱確率が数%程度になります。この現象を、チャネリングと呼びます。単結晶にボロンなどのイオンを照射すると結晶格子が乱れるため、チャネリング条件での後方散乱確率が大きくなります。

中村 : おっしゃるとおり RBS によるイオンのチャネリングを用いれば、結晶の乱れ

を評価する事が可能ですね。つまり、シリコンの結晶の乱れから間接的に B の状態を知れば良いと仰っているのだと理解しました。ところで、RBS は、どのくらいボロンの状態に対して敏感なんでしょう? RBS の検出限界から推察すると直接 B を見るのは、厳しそうですね。

名越 : どのくらいの B 量なのでしょう? 私は詳しくありませんが、TEM の「アルケミ?」という方法で置換サイトを推定できるようです。ただし微量だとどうでしょうか。結晶性のみだれという観点から、RBS なんかがいかがでしょうか。あとは抵抗など電気的測定や分光学的な方法はどうでしょうか。詳しい方のアドバイスがほしいところですね。

中村 : 当初、うっかりしてしまて B の濃度を書きませんでした。(正直言えば、半導体中のボロンで予想が付くかという気もしていました。(反省)) TEM の「アルケミ?」は、私も名前を聞いたことがあるのですが、良くわかりません。教えて頂くまでは、名前さえ忘れておりました。誰か「アルケミ?」について解説してくれるといいのですが。また、RBS は、笹川さんと同じですね。

西城 : お知りになりたいボロンの状態というのが、存在位置なのか結晶内のどのサイトを占めているのか、化学状態なのか、明確ではありません。前者は、とても困難です。規則配列しているとは思えませんから、現状ではそれを知り得る手法はないと思います。後者の意味では、試料の中の微量物質の化学状態解析が可能になれば福音は大きいと思います。しかし、現状で可能なのはご承知の電子分光のケミカルシフトを利用することですが、これは valence electron を直接はかるわけではありません。Valence electron を直接測定するものには、UPS とオージェの LVV のほかに、光吸収・発光があります。通常の可視光分光は顕微分光にしても空間分解能があまりよくありませんが、カソードルミネッセンスならもう少しよくなります。走査型電子顕微鏡を利用するのが試料作成の点で有利ですが、

光検出であるために分解能は落ち、100 nm 程度です。表面吸着物質なら 10 nm 程度になりますが、バルクの場合は平均自由行程が大きいためにこのような悪い値になってしまいます。透過型電顕の試料として作れるのなら、空間分解能は改善されます。日本電子顕微鏡学会ではカソードルミネッセンス研究会を開いています。世話人は東北大学金属材料研究所の関口隆史先生で、今回は 11 月 1 日に東京で開催されます。e-mail は sekiguchi@dp.imr.tohoku.ac.jp です。なお、私もこのメンバーではありません。

中村 : B の存在位置(結晶内のどのサイトを占めているのか)を、明確にするのは困難ということですね。そして、化学状態を知ることが、何とかできるということですね。そのためには、Valence electron を調べる手段を検討するわけですか。確かに半導体の動作は、Valence electron の状態密度と密接な関係がありますので電気特性は、全てここに解が有るのでしょうか。私の理解では、Valence electron の解釈は、シミュレーションと対になっているので、シミュレーションツールを持たない私にとっては、目の前がクラクラします。カソードルミネッセンスについても私は、名前以外全く知りません。これを機会に勉強してみます。

西城 : RBS は可能性としてはありますが、感度と分解能の点で、どの程度まで可能かがわかりません。実は、昨日これを講義で話したのですが、手許の資料ではいまひとつ判然としません。不純物が塊でいてくれれば検出できそうですが、ひろがって存在していたりするとどうなのでしょう。講義に使用した資料からは、????でした。わかれば教えてください。CL は見込みがあると思うのですが、発光が可視光域ならともかく、赤外域になれば感度の点でお手あげです。分光器も電子とは違うので、フェルミレベルのことなど考えなくてもすみます。ただ、電子準位がどうなっているかがわからないと詳しい解析は困難です。UPS は解析が大変でしょう。

城 : 先日の中村さんの質問を私の上司の

大串さんに転送したところ以下のようなコメントをもらいました。なお、大串さんは長年水素化アモルファスシリコンを研究しているこの道の専門家で、I C T S (Isothermal Capacitance Transient Spectroscopy)の発明者です。

大串 : Si 中にある B が活性化していない場合、一つの可能性として、結晶中に水素原子が存在し、H が B と Si の中心に入って、B が acceptor として働かなくしていることが考えられます。(この効果は shallow impurity passivation by atomic hydrogen として理解されています。) 中村さんの実験系で水素原子が Si 中に存在する可能性があるかどうか分かりませんが、水素原子は結構 Si 中に存在しやすく、SIMS でみて B が確認されていれば、この可能性を考えてみる価値はあると思います。半導体中の水素の振る舞いについては S.J. Pearton et al. :Springer Series in Materials Science 16" Hydrogen in Crystalline Semiconductors " が参考になります。

また、イオン注入プロセスで BF₂ を使用しているとすると、フッ素原子による passivation も十分考えられます。しかし、結晶 Si 中のフッ素原子 (F) の振る舞いについては文献がほとんどないのではっきりしたことは言えませんが、水素化アモルファスシリコン中の H とフッ素化アモルファスシリコンの F は、化学結合的にみてほとんど同じ働きをします。

以上をまとめますと、中村さんの実験系の場合、H よりむしろ F に注目すべきかと思います。たとえば、SIMS 等では H と同様 F もモニタしたらいいかがでしょう。

中村 : なるほど、水素が原因で B のアクセプタとしての働きを阻害する場合は有るのでしょうか。(知りませんでした。) つまり、ボロンの挙動を見る時は、水素もモニタしなければいけないということですね。(要は、SIMS 等で水素のモニタをすべきであるというわけですね。) U L S I の製造プロセスの中で、水素が、シリコン基板中に入る系は、幾らでも考えられます。正直言って制御できなくて困っているくらいです。この為、私の理解では、プロセスで発生した問題

で判らない現象は、水素とストレスのせいにする人が多いのが業界の実情かと思えます。水素が入る理由を思い付くまま挙げれば、1)イオン注入時に I. I.装置のイオンソースから注入 2)酸化膜(SiO₂)成膜雰囲気から 3)LOCOS(LOCAl Oxidation of Silicon)作成時の SiN 成膜ガスから 4)プラズマ系の成膜プロセス等。

また、フッ素も水素同様の働きをする事も考えられるわけですか。でも、結晶シリコン中のフッ素の振る舞いについて文献がほとんど無いのも不思議な話ですね(U L S I の製造プロセスでBF₂は、最もポピュラーな材料です。)。BF₂のフッ素(正確には、フッ素起因の格子欠陥)が原因でのBの拡散を促進(増速拡散)すると言う話や、フッ素が多量に注入されると、熱処理プロセスの後にシリコン結晶中にパブル(球)状になって析出するという話は良く耳にします。(Ar等の不活性ガスも固体中で析出する話を、以前文献で見たことがあります。)いずれにしても、シリコンのダングリングボンドを水素やフッ素のような物が終端し、析出に近い形態を取れば予想以上に抵抗が高くなりそうですね。また、大串先生の御指摘のようにフッ素と水素が共存すれば、フッ素のほうが活性ですのでフッ素に着目すべきであることは、直観的に理解できます。ところで、水素(やフッ素)は、どのくらいの量から、アクセプタの働きを阻害するのでしょうか? どのくらいなら抵抗が下がらないのでしょうか? と言うことは、「水素(フッ素)-ボロン-シリコン」がトリオになってきくということと考えていいのでしょうか?(参考文献に書いてありますか?) また、どの様な形でアクセプタとしての働きを阻害しているのかは、参考文献に書いてあるのでしょうか?(富士通にあるのかな?) また、PやAsの様なドナーに対しては、どうなんでしょうか? これも参考文献を見たほうが良さそうですね。幼い子供のように質問事項ばかり浮かんできます。いずれにしても、一つの明るい光が見えた気がします。

どうもありがとうございました。

[中村補足]

アルケミ法について

今回の議論中に『電子顕微鏡 Q&A』と言う本を見つけ、アルケミ法について解説してありましたので、以下に要点を抜粋します。(私の勘違いがあれば、申し訳ありません。)

結晶の晶帯軸に沿って入射した電子は、透過波と回折波の干渉によって定在波を形成し、特定の原子列、原子面に沿って進むようになる。(チャネリング)この時、電子波の強度は、原子列や原子面上で大きくなり特性X線が強く励起されるようになる。この現象を利用することで化合物、規則相などの置換型不純物原子の位置や占有率を決定する方法で、ALCHEMI(Atom Location by Channeling Enhanced Microanalysis)法と呼ばれており、EDSを搭載したTEMを用いて実行できる。(原文より要約)要は、どの原子面で回折される回折条件のとき特性X線強度が大きくなるのかを調べることで、原子の置換サイトを知ることができるものと理解しました。

③質問(松下テクノリサーチ 児島)

金属 Ge の自然酸化膜がどのくらいの厚みであるかについてご存じの方がいらっしゃいましたら、教えていただけませんか? 化学分析をやっている人間から質問されました。「状況からいうとかなり酸化していると考えないと合わないのだが、同族の Si や Sn から類推して、それほど厚いとも思われない」というのですが。

回答1(NTT-AT 鈴木氏)

XPSで簡単にみてみたらいかがですか? 普通の自然酸化膜なら、多分element成分もみえると思いますよ。それで推測はできると思うのですが。ところで、化学分析の方はどうやって酸化物とelement成分を分離されたのでしょうか?

回答1への回答(松下テクノリサーチ 児島)

(化学分析で)分離したわけではなくて、「定量の標準を作ろうとしていて、酸化物からの標準と金属からの標準の両方を検討していたのだが、それが”合わない”。金属の表面がかなり酸化していると仮定すれ

ば合わなくもないのだが、そんな可能性はあるだろうか？」ということです。

回答2 (NTT 本間氏)

以前、購入したままの Ge(111)ウエハを XPS で測定したことがあります。酸化物と単体 Ge のピーク強度比は Take-off angle 90° で約 1 : 5、 15° で約 7 : 9 で酸化物ピークの方が小さいです。これはシリコンや GaAs の表面酸化膜とほぼ同等で、膜厚は 1 nm 程度と考えられます。

(追記)

実は、化学分析で「合わない」部分は実は酸化膜にするとミクロンオーダーでなくてはならない計算になるそうで、それはとても「自然酸化膜」とはいえない、というような落ちがついていました。「分析するならば、酸化膜厚ではなく何か他の元素がないかどうかを調べた方がいいね」、というような話を化学分析の担当者としていたのですが、その後この話をまったく忘れてしまったので、どうなったかについては、確認していません。(すみません、いいかげんな話で・・・)

④ 丸山達哉 ; 富士ゼロックス(株) 分析センター

(1) 質問内容

GaAs/AlGaAs/GaAs の AES デプスプロファイルにおいて、砒素濃度はどこでも 50% であるにもかかわらず、AlGaAs 層における As ピーク強度が GaAs 基板の約 1.5 倍になるのは何故？

同試料を XPS で測定すると As のピーク面積強度に大きな変化はない。

試料 :

エピタキシャル膜

GaAs (20nm) / AlGaAs (50nm) / GaAs (基板)

AlGaAs 層の組成 (狙い値) は Al : 45%、Ga : 5%、As : 50%

測定条件 :

VG 製 MICROLAB-310D を使い、加速電圧 10kV、試料電流 30nA、Ar イオン加速電圧 3kV で測

定。

得られたデプスプロファイル :

GaLMM、AsLMM、AlKLL ピークを用いてデプスプロファイルを求めると、GaAs 層および GaAs 基板に対して AlGaAs 層では As の強度が約 1.5 倍高くなる。ピーク面積強度、微分強度のどちらを用いても同様である。

(2) バックグラウンドの引き方やケミカルシフトの影響？

a) AsLMM や GaLMM にはいくつかのピークがあるが、それぞれ異なるピークを用いて異なるバックグラウンドの引き方をしても As 強度は約 1.5 倍になる。

b) GaAs 中と AlGaAs 中の AsLMM ピーク形状に、大きな変化はみられない。

c) 微分ピーク強度で計算しても AlGaAs 中の As 強度は約 1.6 倍となる。

以上より、原因は別にあるものと測定者は判断。

(3) この測定だけに特異な現象か？

松下テクノ 児島さん

> ズーっと昔に GaAs 20nm のキャップ層がついた AlAs をとったときの > スペクトルを見なおしたんですが > このときのデータでもやはり GaAs と AlAs の As 層を比べると AlAs 層の方が > 正確にはないけど 1.5 倍位高くなっています。

NTT-AT 鈴木さん

AES をやられているかたは、こんな現象にはしょっちゅう遭遇していることと思います。まだ 3 元の化合物だからいいのですが、4 元になるともっとわけがわからなくなることもあるでしょう？

ところで丸山さん、

AES にとってバルクと考えられる厚さをもった AlGaAs を測定されたことはありませんか？その As 強度と GaAs の As 強度を較べることが第一歩かなと感じている次

第です。

(4) 背面散乱電子効果によるものか？

富士通 中村さん

強度に影響を与える物として、原素の濃度、原子密度、イオン化効率、オージェ遷移確率、後方(背面)散乱、平均自由行程、表面荒さ、検出系、照射電流があります。さらに、隠れた効果として、回折とチャネリングの項が考えられます。私の経験では、下にWなんかがあっても今回のように5割増しにピークが高まったことはないで、単純な後方散乱だけじゃ無いと思います。

無機材研 吉川さん

これほど大きな強度変化を背面散乱効果で説明するのは苦しく、GaAs基板よりもAlGaAs層のAs強度が大きいことから、背面散乱電子の効果とは考え難いと思います(背面散乱効果では逆の結果になるはず)。

ソニー 梶原さん

「ECASIA95で私が invited talk をした proceeding には、

“the Auger intensities of As in AlAs are 20% larger than those in GaAs. It is supposed that the peak shape of As MNN in AlAs is different from that in GaAs owing to the chemical effect.”(on p. 237)

と書きました。

この時は As MNN(33 eV付近)の微分 p-p height を用いて depth profile (Al LVV:65 eV, Ga MMM:55 eV とすべて低エネルギー側のピークを用いている)を測定したので、それなりに確証を得ています。今回の丸山さんの質問は、Ga LMM, As LMM, Al KLL で、ピーク面積強度、微分強度のどちらを用いても1.5倍というところが、条件としては異なっています。」(梶原 註)

(i) 入射電子線の加速電圧を 10 kV → 5 kV → 3 kV と変えていくと、As 強度および影響を受ける深さが変化すること; および(ii) XPS の場合、下地の背面散乱電子の影響は無くなるので、ほぼ一定になること; の2点から考えて、下地の背面散乱電子の効果以外の理由では、As 強度変化は説明出来ないと思っています。

(2) それでは、GaAs 基板の As 強度はどうかと言われると、精確に背面散乱電子の軌道と励起確率を各層毎に求めて、積分するという作業が必要になります。一様な媒体中と超格子構造中とでは振舞いが異なることが予想されます。

(3) 厳密には、同じ GaAs でも最表面層と基板では、As 強度が若干違うことが観測される筈ですし、又、AlAs 層のAs 強度も、表面から基板側へ変化することが見られます。

以上のように、深さ方向に組成分布を測定すると、データは取れますが、定量分析値に変換しようとする時、一様媒体ではないことの影響が不明なままになっていることが分かります。

(K. Kajiwara and H. Kawai: Surf. Interface Anal. 15, 433 (1990), K. Kajiwara: J. Vac. Sci. Technol. A13 (3), May/Jun 1995 に同様な系のデプスプロファイルが報告されていますー丸山)。

NTT-AT 鈴木さん

「背面散乱電子効果」の典型的なものは、ある材料の上の単層膜のAES深さ方向分析の際に顕著に現れ、基板界面に近づくと強度が増加して、さらに基板に近づくと減少しだす現象がときどき生じます。ですので、丸山さん提起の問題が「背面散乱電子効果」が強く効いているのだとすれば、十分に厚い膜を深さ方向分析するとまだ同じ膜中を分析しているにもかかわらず界面付近で強度変化が生じるはずで、厚いAlGaAs層で始めから終わりまで強度変化

がないとすれば、GaAsとの強度の違いの第一要因は「背面散乱電子効果」ではないということになります。

(5)密度説

ピーク強度は、密度に大きく依存しており、場合によってはAlAsがGaAsの1.5倍になることもありえるのではないかと

松下テクノ 児島さん

密度というのは私も始めに考えたんですけど、InPとInSbの場合は原子密度の比はInP/InSbが約1.34となるのですが、GaAsとAlAsの場合は原子密度の比はGaAs/AlAsが約1.03となって、説明が付かないような気がするのですが・・・

(6)イオン化効率・オージェ遷移確率説、マトリクス効果

セイコーエプソン 楠神さん

イオン化効率、オージェ遷移確率じゃないか？すなわち、相対感度係数が化合物の種類によってちがうのではないかとSiなんかでもpure-Si中のSiとSiO2中のSiではけっこう感度係数がちがう。

三洋電機 野々上さんによる実験

異なる化合物中でのInのピーク強度比 $InMNN(InP)/InMNN(InSb)$ を測定してみました。

by AES

3kV微分	3kV積分	5kV微分	5kV積分
1.43	1.51	1.63	1.85
10kV微分	10kV積分		
1.37	1.48		

by Mono-XPS

$InMNN(InP)/InMNN(InSb)$	1.42
$In3d(InP)/In3d(InSb)$	1.38
$In4d(InP)/In4d(InSb)$	1.45

みごとに丸山さんのサンプルと同様の現

象が(デプスじゃないからまったく同じとは言えませんが)得られました。しかもAESもXPSも同じ傾向・・・

NTT-AT 鈴木さん

JSA Vol. 2, No. 3, pp. 382-391を読み直しているのですが、バルクのInPとInAsから得られるInの相対感度係数は2倍弱、InAsとGaAsから得られるAsの相対感度係数は2倍強ちがいます。

松下テクノ 児島さん

>イオン化効率とかオージェ遷移確率そのものって、化合物が変わるとそんなに変わるんでしょうか・・・？

NTT-AT 鈴木さん

孤立した原子(InAsとGaAsから気体化したAsなど)であれば、感度は母体によらないと思いますが、固体では異なってきます。その違いを相対感度係数と呼んでいるものと理解しています。したがって、相対感度係数は皆さんから挙げられている密度、原子数比、誘電率(=>IMFP)、背面散乱電子効果、結晶性、・・・・・・といったパラメータを含んでいるものと私は考えていました。いいかえれば、「マトリクス効果」と呼ぶものはこれらの違いを総体として表しているのではないのでしょうか？(この考え方は間違いでしょうか？)もし、正しいとすれば相対感度係数の違い(マトリクス効果)を考えることは、各々の物性を明らかにしていく作業となるわけです

NTT 本間さん

以前、この系のAs強度の変動がなぜかわからず、何人かに聞いたのですが、明確な答えが返ってこなかったもので、「固体表面分析II」(講談社)(571ページ)にAlGaAs/AlAsのデータを載せて50%の「マトリクス効果」とあると書いたのですが、全くの嘘でなくて安心しました。

ところで、これまでの議論をみていると、

また基本的な疑問に戻ってしまいます。

「AESで本当に定量分析が可能なのでしょうか」

これはVAMAS-SCA-JAPANが始まったときの問いだったと理解しています。その後、金銅合金などの合金系ではきれいな補正ができ、定量分析は成功しました。でも、より拡張した系ではどうでしょうか。

III-Y系のような問題は例外とみるべきでしょうか。

多分、我々の理解がより深まれば定量補正は可能になるはずですが、当分、テーマに不足しないようで、未来は明るい？

⑤ Nbの研磨方法。但し、試料の様に小さい物ではなく、大型のものにも適用できる方法

。

<A>

今まで、電気抵抗測定のため試料表面部の加工変質層を除去する目的で、純度の異なるニオブ材の機械的、化学的研磨を実施してきましたが正直言ってこれぞニオブの研磨法だというものにはまだ巡り会っていません。と申しますのも、表面の硬度と純度の方に相関性があり、普く全てに適応可能な研磨法は無いといった方が適切だと思います。一般に高純度化が進むに連れ困難さが増してくるようです。

文部省高エネルギー物理学研究所では粒子加速器にニオブを使用していますが、ニオブに電解研磨を施しその後、発生期の酸素を用いリンスを行なっているそうです。

この方法により、表面の清浄なニオブ表面を得ているそうです。

科学技術庁金属材料研究所との電気抵抗測定用試料の準備法の打ち合わせ時にも、電解研磨の推薦がありました。今度、この手法で試料研磨を試す予定です。

<Q：電総研 一村>、<A：ジャパンエナジー 神原>

⑥ (株) ジャパンエナジー分析センター

北田隆行, 荻原俊弥

sasj メールグループへの分析方法の問い合わせについて

経緯

H8.11.7, [sasj87]で次の問い合わせをしました。

”分析方法について教えてください。大きさは約1~5ミクロンの金属結晶(粒)で構成される表面について、特定の面の結晶方位を求めたい。どなたか教えてください。”

同日、西城先生(京都工芸繊維大学)から、次の情報をいただきました。

”日本電子顕微鏡学会シンポジウムが行われた際、併設の機器展示に問い合わせの分析機器を紹介している会社がありました。”ノーランインスツルメンツ”か”カールツァイス”だったと思います。”

ノーランインスツルメンツ(関西学研都市営業所:小林氏, Tel.0774-65-2378)に問い合わせたところ、目的の装置を扱っていることがわかり、早速デモを行うことになった。

以下に評価結果の概要を示す。

試料の面方位を決定する方法は、試料表面がフラットで単結晶の場合はX線回折、RHEED等が有効であり、微小領域であればTEMによる制限視野回折が広く用いられている。しかしながらTEMで観察を行う場合には試料を薄片化しなければならず、特に任意の微小領域を含んだ薄片化は困難である。試料を加工することなしに任意の微小領域の面方位を測定する手法として開発されたのがチャンネルリングパターン(ECP)もしくは後方散乱回折パターン(EBSP)を取得することにより、そこから面方位を決定する方法である。今回は写真1に示すような銅箔表面に成長している微小結晶の面方位をEBSPを用いて決定することを試みた。

写真2に1つの結晶粒に電子線を照射し

て得られた菊池線を示す。これをコンピューターによる自動面指数付けを行った結果を写真3に示す。結晶粒が5 μm 程度の大きさのため、得られた菊池線はそれほど明瞭ではないが、結晶粒の面方位は(110)もしくは(111)と考えられる。

今回のデータはまだ1点測定の結果しか出ていないため言及はできないが、試料加工をすることなしに微小領域の面方位を決定するには非常に有効な手段と考えられる。



写真1



写真2

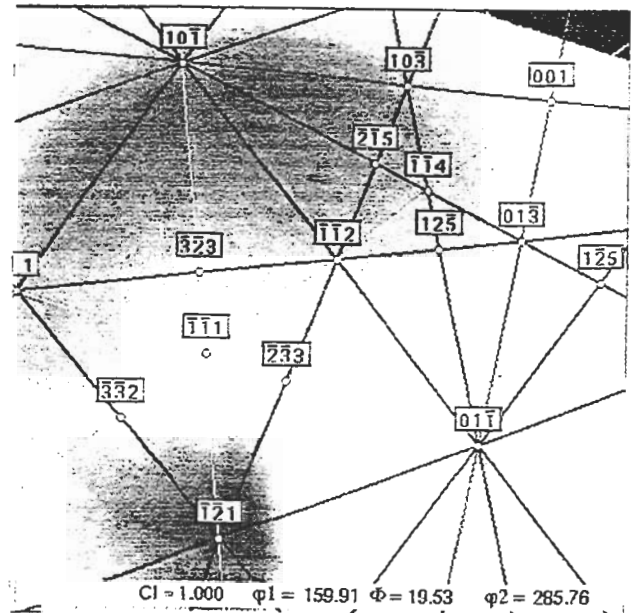


写真3