



# 原子プローブ電界イオン顕微鏡

## —マイクロ領域の表面分析法—

中村勝吾\* 黒田 司\*\*

1971年発行の本誌9月号に“電界イオン顕微鏡の最近の応用”という記事を執筆した。その際、原子を直接見てその原子の種類が識別出来る原子プローブ電界イオン顕微鏡 (Atom Probe Field Ion Microscope-APFIM) が発明され、我々の研究室でも開発中であることを紹介した。その後、我々の研究室でも研究用の第2号機が完成して、動き始めたので、その原理や特徴および2～3の成果について、国内外の状況とも合わせて、紹介しておく。

図1に示すように、電界イオン顕微鏡 (FIM)

の針状試料の先端に外向きに強い電界を加えて、原子配列を螢光面に直接投射しながらナノ秒程度の高圧パルス電圧を重畳するとき、針状試料の原子はステップの端から陽イオンとなって蒸発する(この現象を電界蒸発と呼ぶ)。パルス電圧で電界蒸発した陽イオンを1～2 m走らせ、ドリフト空間の走行時間を測定する。それから、蒸発したイオンの質量を同定し表面の微小領域の組成分析が出来る装置が APFIM である。図1に示すように、試料にパルス電圧を加え、ステップの位置から電界蒸発したイオン

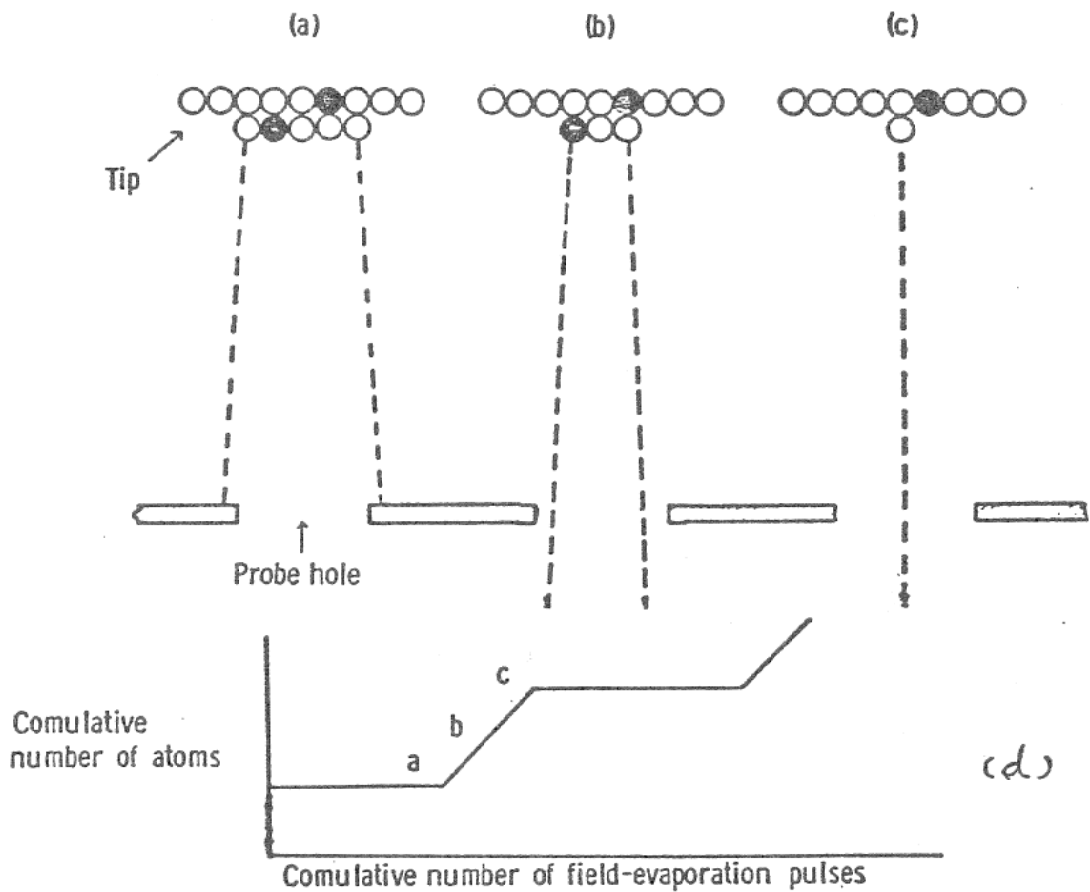


図1 原子プローブ FIM によって電界蒸発した原子層の数を求める方法

\*中村勝吾 (Shogo NAKAMURA), 大阪大学, 産業科学研究所, 教授, 工学博士, 表面電子物性

\*\*黒田 司 (Tsukasa KURODA), 大阪大学, 産業科学研究所, 助教授, 工学博士, 表面電子物性

がプローブホールを通過しイオン検出器で検出されるイオン数を、試料に加えたパルス電圧に対してプロットすると、図1(b)のように変化し、しかも検出されたイオンの質量が識別できるので、1原子層毎の組成分析が出来る。原子配列を直接観察しながら極微小領域の組成分析が出来るという点では他に例を見ない優れた特徴を持っている。

試料の先端を電解エッチング等で曲率半径0.1 $\mu$ m程度に鋭くしなければならぬという条件はあるが、世界的にも究極的な分析装置

として注目されている。

現在、我々の研究室で動いている APFIM の概略図を図2に示す。

試料が入っている鏡体は  $10^{-8}$ Pa 程度の真空中に到達し、しかも真空中で試料交換が可能である。また電界イオン顕微鏡 (FIM) として作動させるため、鏡体に高純度の不活性ガス He, Ne および Ar 等を任意の圧力まで導入出来る。

電界蒸発したイオンが走行するドリフト空間には、直線式ばかりでなく、質量分析の分解能を高くするためにエネルギー収束用のトロイダ

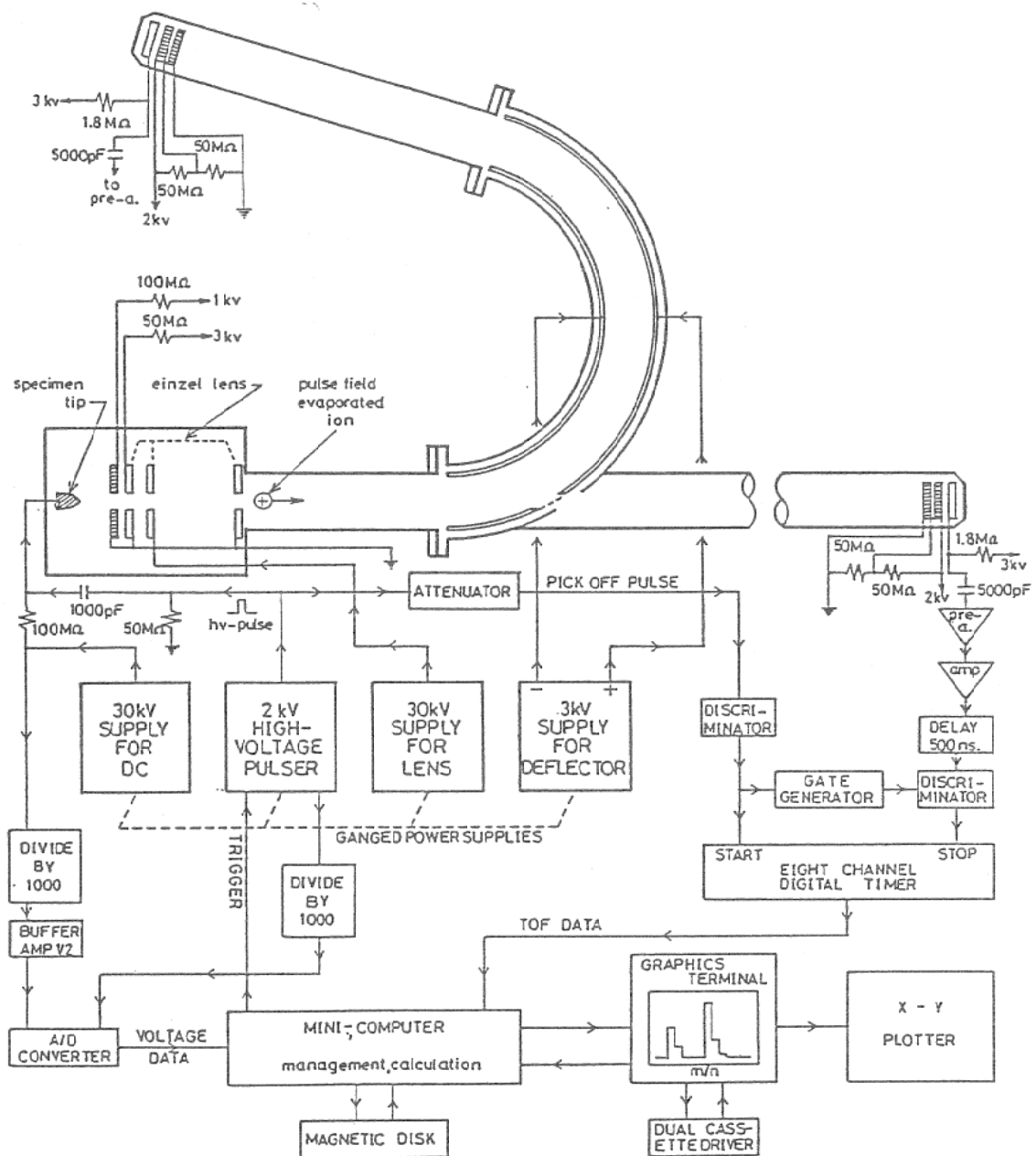


図2 原子プローブ電界イオン顕微鏡とデータ収集・処理系の構成図

ル電極も併設されている。

検出されたイオンの走行時間  $t$  を電子タイマーで測定し、その結果とイオンの加速電圧（直流電圧  $V_0$  + 実効パルス電圧  $\alpha V_p$ ）から、

$$\frac{M}{n} = 2 \ell (V_0 + \alpha V_p)(t - \delta)^2 / L^2$$

より、ミニコンによってただちに質量が決定出来る。また実験後、直ちに質量スペクトルや深さ方向組成分布を求める事が出来る。

APFIM の組成分析の定量性を考える上では、主として、

i) パルス電圧が試料に加わっていないときに電界蒸発しないか？

ii) 電界蒸発したイオンが加速空間で解離したり残留ガスと反応しないかどうか？

iii) 電界蒸発の前に表面原子が拡散によって移動しないか、また第2層の原子と入れ替わらないかどうか？等を明確にする必要がある。

これまでに APFIM が利用された 2~3 の実験例を示す。

(1) 微小領域の組成分析：希薄合金の熱処理の過程における析出物の分析へ最初に APFIM を応用したのは、Brenner (1970) 達で、例えば Fe-1.4 at % Cu 合金を高温で加熱した後、500°C でアニールするとき、時効硬化が起こる前に電子顕微鏡で見出せなかった 10~20Å の析出物を見出し、それらの成長過程や濃度の時間変化を明らかにした。その後、鉄基合金ばかりでなく、Cu-Ti, Co-Nb, Co-Ta, Ni-Al, Ni-Ti 合金等多くの希薄合金中の析出過程や拡散現象、金属原子間の相互作用の研究に利用されている。最近では種々の Al 合金における GP

ゾーンの形成過程の周期的な濃度分布の変化が観測されている。

(2) 表面・界面の偏析：APFIM の特徴は、表面第1層から深さ方向に1原子層毎の組成分布が明らかになることで、例えば Ni-5 at % Cu を 550°C で加熱した後、第1層のみに Cu が偏析し、第2~5層ではバルクよりも Cu 濃度が下がっている事が明らかにされた。同様な研究が種々の合金系について実施され、本手法のユニークな特徴が発揮されている。

(3) 半導体、無機化合物の表面分析：これまで APFIM は導電性の高い金属のみが研究の対象となっていた。我々の研究グループは、始めて化合物半導体や六硼化ランタン表面分析に APFIM による表面分析を試みた。例えば閃亜鉛鉱構造の GaP (111) 面では Ga 元素と P 元素が1原子層ずつ交互に電界蒸発していることを確認し、また LaB<sub>6</sub> のような無機化合物も適当な条件の下では定量性のある表面分析が可能なが確認された。最近では、この APFIM が、金属の表面にシリコンを蒸着し、界面のショットキーバリアーに形成されるシリサイドの研究にも利用されている。

APFIM の試料を電界蒸発するとき、高圧パルス電圧を用いる代わりに、窒素レーザーによるパルス光で試料を照射して電界蒸発を促進する新しい手法が開発され、APFIM の利用範囲も拡大しつつある。

本装置を利用したマイクロ領域の表面分析の手法が確立されつつあるので、学内の研究者も利用されることを期待している。