

超高圧電子顕微鏡センター

— 超高圧電子顕微鏡応用研究部門 —



研究室紹介

森 博太郎*

Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy

Key Words : UHVEM, In-Situ Experiments, Laboratory for Nano-structured Materials, Radiation Effects

1. 300万ボルト超高圧電子顕微鏡 —「観るためのツール」から 「ナノの実験室」へ—

今日の急速な科学・技術の進展にともない、物質科学に要求される物質制御のスケールはサブナノメートルの領域に到達している。これに応えるために、粒子線、X線、および光などを用いる様々な計測手法が長足の進歩をとげている。電子線を一次粒子として用いる電子顕微鏡は、同一箇所からの像と回折をほとんど同時に得ることができるユニークな特長を有しており、物質内部の構造を原子的なスケールで観察・評価する上で不可欠の研究手法となってきた。

その中でも電子加速電圧が50万ボルトを越すいわゆる超高圧電子顕微鏡においては、加速電圧の増大ともなって応用面での際立った特長が現れてくる。第一の特長は、電子の優れた試料透過能のために厚い試料が観察できることである。本センターの300万ボルト超高圧電子顕微鏡では、10万ボルト級の汎用電子顕微鏡

に比べて十数倍も厚い試料が高い分解能で観察できる。これにより、電子顕微鏡で常に問題となる薄膜化の効果を除いた状態で物質本来の性質を調べることが可能となっている。

第二の特長は、分解能を犠牲にせずに広い試料室空間が確保できたために、その場観察用の複雑で体積も大きな試料処理装置を容易に装着できる点である。その結果、物質に種々の外的作用を加えたときの反応を動的にその場観察することが可能となっている。すなわち、例えば、物質に対して超高温加熱、極低温冷却、応力付加、電流印加、磁場印加、あるいはこれらを複合した処理を行ったときの挙動をナノスケールで動的に解析することが可能となっている。これらはまさに超高圧電子顕微鏡が、単に物質を「観るためのツール」から脱皮して、「ナノの実験室」へと進化しつつあることを示している。

第三の特長は、物質への単位時間・面積当たりの電子照射量を他の加速器に比べて桁違いに大きくすることが出来る点である。この特長を活用すると、高速電子と物質との相互作用を電子顕微鏡の中で効率よく、しかも、その場観察しながら調べることができる。この研究手法は、電子照射効果による物質の改質やさらにはナノ加工の研究へと進展しつつあり、「ナノの実験室」のいま一つの眼目となっている。

2. 超高圧電子顕微鏡センターのおいたち

本センターは、昭和46年度に世界最高加速電圧(当時)の常用200万ボルト超高圧電子顕微

* Hirotao MORI
1947年1月31日生
1974年3月大阪大学大学院工学研究科博士課程単位取得退学
現在、大阪大学超高圧電子顕微鏡センター、教授、工学博士、材料物性工学
TEL 06-879-7941
FAX 06-879-7942
E-Mail mori@uhvem.osaka-u.ac.jp



鏡が設置されたのにもない、学内共同利用施設の超高压電子顕微鏡室として発足した。昭和49年度には専任教官のポスト(当初は助手、後に助教授)が認められ、超高压電子顕微鏡センターに昇格した。センター長に深井孝之助教授が、また副センター長に藤田広志教授が就任した。センターでは、工学部電子工学科を中心とするグループによって電子顕微鏡装置自身の研究が行われる一方、工学部材料物性工学科を中心とするグループによって材料科学分野の様々な応用研究が精力的に行われ、超高压電子顕微鏡ならではの研究成果が挙げられてきた。この二つの研究グループが、丁度車の両輪のように相互に協力して超高压電子顕微鏡のハード面とソフト面を支えてきたことがセンターの継続的発展の源となっている。

平成6年度には、上記超高压電子顕微鏡の老朽化にもない世界最高加速電圧の常用300万ボルト超高压電子顕微鏡が更新機として設置された。平成7年度には、この新しい超高压電子顕微鏡を運用するための研究体制が整備され、超高压電子顕微鏡応用研究部門(教授1, 助教授1, 助手1)が発足した。

3. 最近の研究から

本センターには、上述の世界最高性能超高压電子顕微鏡ならびにその予備電子顕微鏡としての汎用型電子顕微鏡が設置されており、これらを用いて超高压電子顕微鏡の特色を活かした研究課題に焦点を合わせて研究が進められている。

上述の第一および第二の特長を活かした研究の例としては、超高压電子顕微鏡用高温雰囲気試料筒の開発とその応用に関する研究が挙げられる。この試料筒は、試料を1気圧までのガス雰囲気中に置いた条件下で加熱して観察するために本センターで開発された試料処理装置であり、現在粉体状の試料なれば1500℃、薄膜状の試料なれば500℃程度まで昇温が可能である。この手法は、ガス層にはさまれた試料を窓材を通してなお透視観察できる電子の優れた透過能と、広い試料室空間が許されていることの二つの長所が組み合わされて初めて可能となる手法である。これまでに、酸素/水素雰囲気ガス

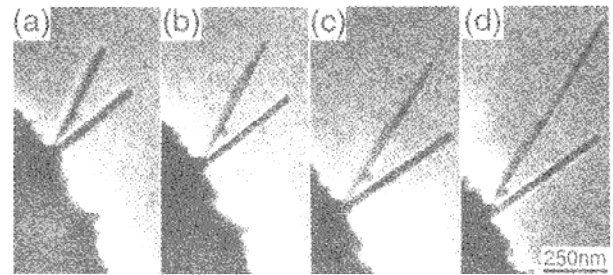


図1 超高压電子顕微鏡用高温雰囲気試料筒を用いて観察された酸素30 Torr 雰囲気下における銅酸化物ウィスカーの成長過程。基板温度450℃。VTRより転写。

切換による銅の酸化/還元過程のその場観察、酸素30 Torr 雰囲気下における銅酸化物ウィスカー成長のその場観察(図1参照)などに成功している。この手法は、凝集相と気相との化学反応を可視化するユニークな研究手法として、物質科学の広範な研究分野から注目を集めている。

第一および第二の特長を活かした今一つの研究として、LSI用アルミニウム配線におけるエレクトロマイグレーション(EM)の研究が挙げられる。ミクロン幅の一本の配線が施された厚さ0.5mm, 幅0.4mm, 長さ6mmのチップをそのまま試料室にセットし、配線に数MA/cm²の電流を流しながら配線側面からEM損傷を直接観察している。観察結果の例を図2に示す。

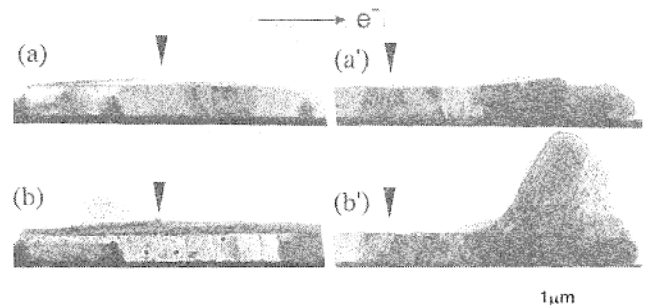


図2 エレクトロマイグレーションのその場観察。(a)および(b)は $j \sim 6.5 \text{ MA/cm}^2$ の電流を、それぞれ、0.72 ksおよび2.8 ks通電したときの陰極部の明視野像。黒三角形は同一箇所を指す。空乏領域の形成が認められる。また、(a')(b')は、それぞれ、1.6 ksおよび2.9 ks通電後の同一配線の陽極部の明視野像。ヒロックの形成が認められる。

陰極部における空乏領域の形成ならびに陽極部におけるヒロックの形成が示されている。この観察手法によればEMの全過程を追跡するこ

とが可能である。これまでに、質量輸送に対する粒界ならびに析出物の影響を中心にいくつかの新しい知見が得られている。これらの超高圧電子顕微鏡でなければ得ることのできない知見は、今後EM損傷の機構を解明する上で重要な役割を果たすものと考えられる。

第三の特長を活かした研究として、MeV電子照射による非平衡相の生成とその条件に関する研究が進められている。この研究では、電子照射による原子の弾き出し効果を用いて、物質中に点欠陥を導入したりまた異種原子を強制注入して平衡状態から大きくかけ離れた状態を人工的に作り出す一方、その回復過程を温度の関

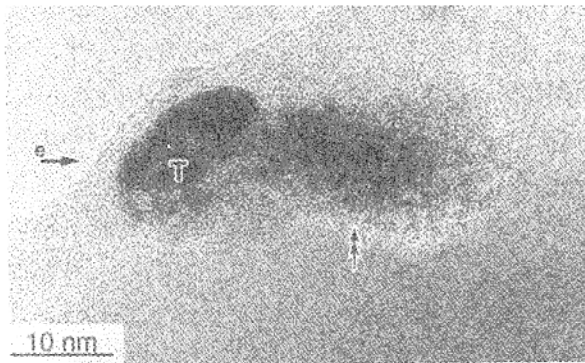


図3 高エネルギー電子照射によるシリコン中への金の強制注入。シリコン基板中に配置された標的金粒子(T)から金原子が電子線の進行方向(矢印e)に沿って注入され、その結果、金高濃度領域(2重矢印)が形成されている。この領域はアモルファス化している。

数として追跡することによって非平衡相の生成条件とその安定性が調べられている。図3は、2 MeV電子の照射効果によってシリコン基板中に強制注入された金の例である。この例では、電子照射下で金が2 MeV電子と優先的に弾性衝突して弾き出しを受けるために、シリコン基板中に電子ビームの進行方向(矢印e)に沿って金の高濃度領域(2重矢印)が形成されその領域が限定的にアモルファス化している様子が示されている。このような処理を材料の深部で行うことのできる点がこの方法の特徴である。

4. お わ り に

現在、これらの研究を主体的に遂行しているのは総勢6名の教職員(教官3, 技官3)である。主要設備である超高圧電子顕微鏡が世界唯一の超精密装置である特殊性もあって、全員が学位を有しており、互いに切磋琢磨しつつ、有機的な連携のもとに新しい研究に取り組んでいる。さらに、平成8年度からは日本学術振興会による未来開拓学術研究推進事業の支援も加わり、ポスドク3名が研究メンバーとして参画し、新たなフィールドの開拓に協力している。

構成員一同、世界の超高圧電子顕微鏡応用研究をリードするセンターとして今後も一層努力してゆきたいと考えております。ますますのご支援を賜りますようお願い致します。

