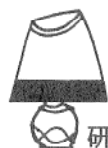


陽電子ビームによる材料ナノ構造欠陥 非破壊分析装置の開発



研究ノート

白井 泰治*

Construction of Positron-Beam Apparatus for In-Situ Studies of Lattice Defects in Materials

Key Words : Positron Annihilation, Slow Positron, Positron Beam,
Lattice Defects, Materials Science

1. はじめに

生産技術は、まだ原子スケールの構造欠陥を制御する必要に迫られていないようにも見受けられるが、材料とくに先端機能材料の性能限界が原子スケールの構造欠陥に支配されていることが次第に認識されるようになり、早晚その分析と制御の技術が不可欠になると予想される。一方、陽電子は原子空孔・空孔集合体・転位等の結晶格子欠陥の種類や量を極めて敏感に検出するユニークな特性を持ち、それに代わるプローブは今後も見つかりそうになく、この方面での陽電子の重要性は今後ますます増大することが予想される。以下では、筆者らが現在開発中の2種類の陽電子ビーム材料評価装置の原理と概要を紹介をさせていただく。

2. 陽電子と材料ナノ構造欠陥

材料中に入射した陽電子は、2～3ps程度の極めて短い時間で運動エネルギーの大半を失い

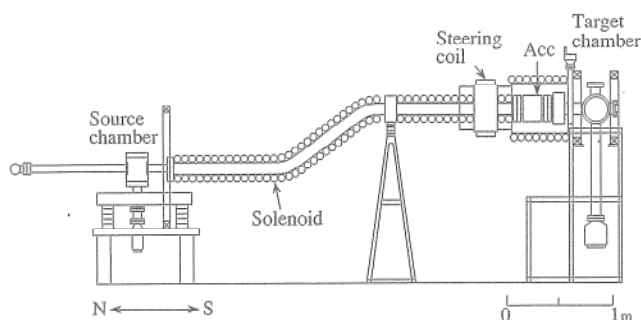
熱化される。熱化された陽電子の付近に結晶格子欠陥(原子空孔や転位など空隙を伴うもの、あるいは負に帯電したもの)が存在すると、陽電子はそこに捕獲され、局在化した状態で電子と対消滅する。例えば金属中の原子空孔の場合通常1ppm程度でも測定に掛かり、100ppmあればほぼ全ての陽電子は原子空孔に捕獲されて消滅する。つまり、陽電子は微弱な格子欠陥の情報をおよそ 10^4 倍に増幅してくれる訳で、この手法のもつ優れた特徴となっている¹⁾。陽電子消滅寿命は、消滅サイトにおける電子密度で決定され、それに反比例する。格子欠陥中では電子密度が低いため陽電子寿命は長くなり、それぞれの欠陥種に固有の値(150ps～500ps)をとる。

3. エネルギー可変低速陽電子ビーム材料評価装置

陽電子ビームの物性研究への応用は、この10年間で着実に広がってきた。なかでも、エネルギー可変低速陽電子ビームによる半導体(とりわけSi)中の結晶欠陥の研究が最も多い。通常この種の装置の陽電子エネルギーは1-50keVであり、陽電子の侵入深さ(0-10 μ m)や位置分解能が、半導体デバイスの表面機能層の厚みとはほぼ一致することがその主たる理由であろう。金属についても、表面、界面、薄膜、多層膜、微粒子、ナノ結晶等、エネルギー可変低速陽電子ビームを用いて研究すべきテーマは多い。図1

* Yasuharu SHIRAI
1950年7月28日生
1979年京都大学大学院工学研究科
博士課程修了
現在、大阪大学工学部材料物性工
学科 教授、工学博士、陽電子消
滅、金属物性、格子欠陥
TEL 06-879-7490
FAX 06-879-7492
E-Mail shirai@mat.eng.
osaka-u.ac.jp





Schematic view of the slow positron apparatus

図1 エネルギー可変低速陽電子ビーム材料評価装置

に筆者らが製作し、現在試運転中の低速陽電子ビーム装置の模式図を示す²⁾。線源からの陽電子はタングステン薄膜で一旦2eV程度まで減速された後、20eV-35keVの範囲の任意のエネルギーに再加速され、試料に入射する。本装置は、陽電子輸送磁場の強度に勾配を持たせてビームを収束させ細いビームが得られる等、他の同種装置に見られない特長を備えている。今後試料表面・界面のナノ構造欠陥の検出やその深さ分布の測定に威力を発揮することが期待される。なお大阪大学では、産業科学研究所で、電子ライナックを用いた高強度低速陽電子ビームの開発も進められている。

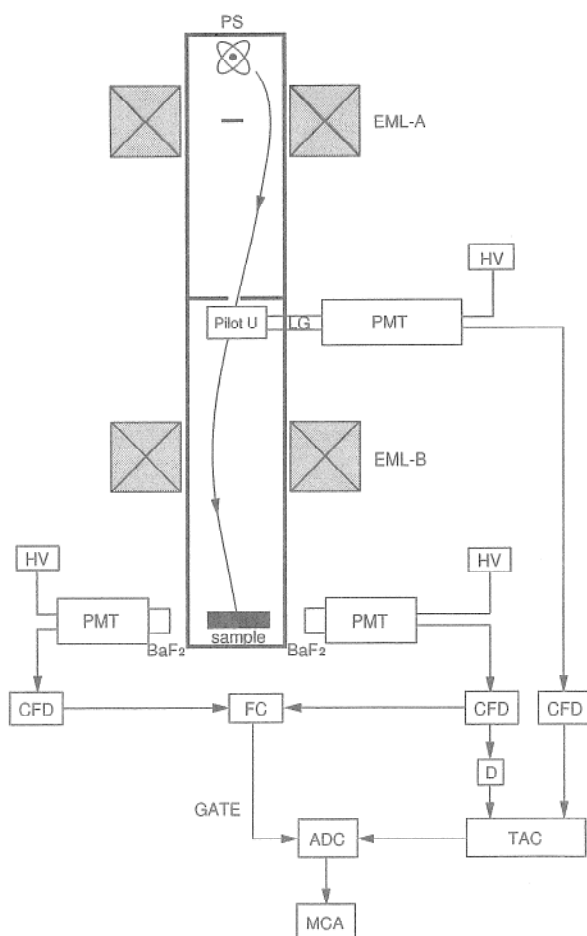
4. エネルギー選別型 $\beta^+ - \gamma$ 同時計測陽電子寿命スペクトロメータ

現在のところ陽電子消滅法のなかで、材料ナノ構造欠陥の分析に最も有効な手法は陽電子寿命スペクトロスコピーである。ところが、その陽電子寿命測定法として従来最も多用されてきた $\gamma - \gamma$ 同時計測法では、陽電子線源と試料を密着させる必要があり、測定条件(温度等)や試片の形状・種類などに大きな制約があった。

この制約を取り除く為に、線源と試料が空間的に離れた状態でも陽電子寿命測定が可能な $\beta^+ - \gamma$ 同時計測による陽電子寿命スペクトロメータを試作した。すなわち、シンチレータで直接陽電子(β^+)を検出してスタート信号とし、試料中の電子と陽電子との対消滅の際に放射される0.511MeVの γ 線をストップ信号とし、両者の時間差測定により陽電子寿命スペクトルを得る。この方法を採用すると、試料と線源を

分離出来るほか、従来法に比較してスタート信号の検出効率が高い、試片は一つでよい、極端条件下でのその場測定が可能である等の長所を持つ。

しかし、この $\beta^+ - \gamma$ 同時計測陽電子寿命測定の実効的な時間分解能は従来法の時間分解能(FWHM=約150ps)に比べ明らかに劣化する。この劣化は、主としてスタート・シンチレータから試料までの空間を陽電子が飛行する時間(TOF)に差があることに起因すると考えられる³⁾。計数効率をあまり犠牲にすることなくこの時間分解能の劣化を許容範囲内に抑制する為に、磁場レンズを用いて線源からの白色陽電子線のエネルギー選別を行うこととした。Fig. 2に磁場レンズによるエネルギー選別を用いた $\beta^+ - \gamma$ 同時計測法の装置のブロック図を示す。特定の比較的高いエネルギーを持つ陽電子のみが、一段目の磁場レンズによってスタート・シンチ

図2 エネルギー選別型 $\beta^+ - \gamma$ 同時計測陽電子寿命スペクトロメータ

レータに導かれる。時間信号を与えた陽電子は、二段目の磁場レンズによって試料上に焦点を結ぶ。

材料の研究開発に際しては、バルクの原子状態、電子状態を問われるケースが極めて多い。それにもかかわらず、実用材料や次世代材料の原子、電子レベルの情報は極めて少ない。この意味において、このエネルギー可変高速陽電子ビームを用いる材料評価も、その潜在的ニーズは高い。従来法とは異なり、実用上も試料の種類や測定条件を選ばないからである。従来は不可能であった様々な物質・材料の高温下や高圧下その場測定などで、その真価を発揮させたい。

5. お わ り に

上記の2種類の装置は、市販の密封小線源を用いる。従って、使用に際して科学技術庁の許可を必要とせず、届出さえすれば通常の実験室で簡単に利用できる。とくに $\beta^+-\gamma$ 同時計測陽電子寿命スペクトロメータは、小型(デスク

トップ)でしかも手軽に測定可能であるため、“材料ナノ構造欠陥非破壊分析装置”として、広く一般の研究機関や企業に普及する可能性を秘めている。

最後に、本稿執筆の機会を与えてくださいました原茂太教授(材料開発工学科)と編集委員会に感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 陽電子計測の科学, (社)日本アイソトープ協会編, 丸善, (1993).
- 2) Construction and performance of a slow positron beam guided by an increasing magnetic field, Y. Shirai, H. Miura and M. Yamaguchi, *Applied Surface Science*, 85 (1995) 138.
- 3) 格子欠陥その場測定のため $\beta^+-\gamma$ 同時計測陽電子寿命測定装置の試作, 白井泰治, 坂村 勝, 矢戸逸郎, 山口正治, 日本金属学会誌, 59 (1995) 679.

