

(527) 鉄ホイスカーの高温電界イオン顕微鏡像

東京大学 工学部 陸 華*, 堂山 昌男, 中村 光弘, 東海大付属高輪台高校 有瀬 忠憲
 東京大学 生研 大蔵 明光 *中国科学院北京物理研究所

1. 緒言 金属表面原子1個, 1個を直接観察しようという試みは Muller 発明の電界イオン顕微鏡により達成された。しかし, 通常の電界イオン顕微鏡は解像力を得るため, 試料を室温以下に冷却しなければならぬ。われわれは, 高温においても尖端の原子配列を観察できる方法を確立した。鉄のホイスカー尖端の原子配列を観察し, 通常の電界イオン顕微鏡像と高温像と比較検討した。

2. 実験方法 塩化第一鉄と塩化第二鉄粉末(10:1)を陶器ポット中に入れ, 水素雰囲気中で $750 \pm 10^\circ\text{C}$ において加熱した。鉄ホイスカーがポットの縁に成長した。本実験に使われたホイスカーの直径は約 $1\mu\text{m}$ であった。鉄ホイスカーを希塩酸により, 直線を引いて電解研磨し, 尖端を細くした。試料を電界イオン顕微鏡にマウントし, 10^{-10} Torr の真空まで引く。イメージ気体として水素を 10^{-4} Torr 程度入れ, 試料を液体窒素温度に冷却する。試料には4KVの正電圧を加え, 4チャンネル・プレートを使用し, 低温電界イオン顕微鏡像を得た。その後試料を960K程度に加熱し, 2×10^{-9} Torr の真空中で16KVの正電圧を加え, 4チャンネル・プレートを使用して原子像を観察した。

3. 実験結果 図1に鉄ホイスカーの低温電界イオン顕微鏡像, 図2に高温電界イオン顕微鏡像を示す。ホイスカーの成長方向は $\langle 111 \rangle$ であった。図2は数枚の高温電界イオン像を重ね焼きしたものである。 $\langle 112 \rangle$ $\langle 122 \rangle$ ホールが見える。ホイスカーの中には図3に示すように双晶を含むものもあった。図2の高温像では孤立に並んだ原子列が中心にむかひ進み, 中心付近で消滅した。図4は図3に示した試料の結晶方位を図解したものである。図3の場合はリング状に並んだ原子環が収縮するものが観察された。原子1個1個を観察しても, 双晶面付近にはあまり原子的歪が観測されなかった。双晶面は $\{112\}$, 双晶の変位方向は $\langle 111 \rangle$ であることがわかった。高温電界イオン像は星がまたたくように明るくなったり, 暗くなったりするが, 何時間でも連続して観察することができた。

4. 結言 高温電界イオン顕微鏡により, 鉄ホイスカーの高温表面の原子が観察できた。高温で原子像が観察できるのは, 試料自身(この場合鉄)原子が電場と温度勾配により, 4つの尖端に表面拡散し, 原子的ステップを登ると, イオン化すると考えられる。この方法は, 通常の電界イオン顕微鏡に比べると倍率が高い。またこの方法は高温で観察できるので, 低温にもたやすくてよい(焼入れできない)高温相の原子的観察にも適している。

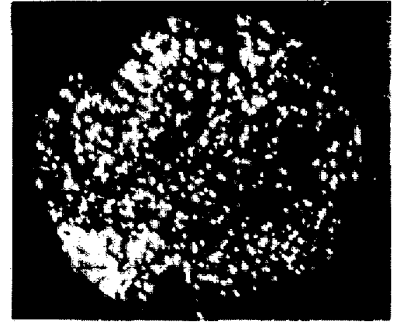


図1. 鉄ホイスカーの低温電界イオン顕微鏡像

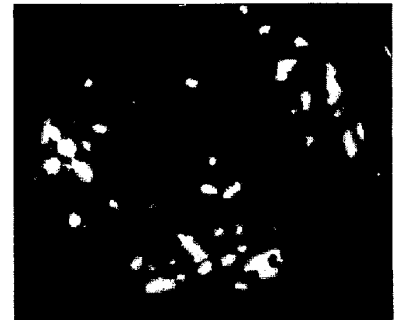


図2. 鉄ホイスカーの高温電界イオン顕微鏡像(2枚重ね焼き)

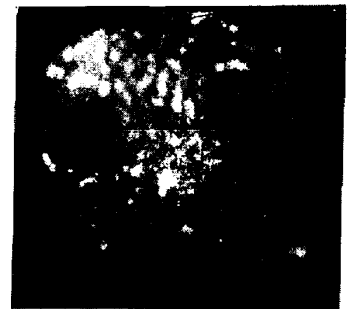


図3. 双晶がある鉄ホイスカーの高温電界顕微鏡像

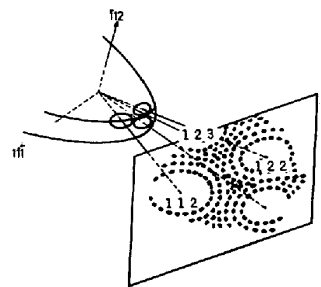


図4. 図3の試料結晶方位と高温像との関係