

弱ビーム電顕法による GaAs 中の転位ループの型決定

Identification of Dislocation Loops in GaAs by Weak-Beam Method

高 橋 裕*・森 実*・石 田 洋 一*
Yutaka TAKAHASHI, Minoru MORI and Yoichi ISHIDA

1. は じ め に

電子顕微鏡を用いた結晶性材料中の欠陥の観察においては、イメージが欠陥によるひずみ場からの電子線回折により作られているため、観察像から欠陥の形状のみならず結晶が周囲に発生しているひずみに関する情報も得られる。

格子転位の観察において決定すべき基本的量はパーガスベクトル(以下、 \mathbf{b} と略記する)であり、これの測定には像消失法¹⁾が一般に用いられてきた。しかしこの方法では \mathbf{b} と直交する回折条件においても刃状成分による残留コントラストが生じたり、逆に直交に近い条件のときに像のコントラストが弱くなり像が消失したと見誤ることがあり、実際の適用にはかなり困難な点も多い。

これに対して Ishida et al. はブラッグ条件から試料を傾け弱ビーム条件下で転位を観察したとき、その両端で切れる等厚干渉縞の本数から \mathbf{b} を決定する方法を考えた(弱ビーム電顕法²⁾)。この方法は像消失条件を含んでおり($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$)、線型独立な3つの回折波で撮影を行えば \mathbf{b} の方向のみならずその大きさまで決定できる。

転位ループの場合は \mathbf{b} のほかに符号の決定(つまり空孔型または格子間原子型)が重要である。従来この判定には inside-outside contrast 法³⁾⁴⁾がよく用いられたが、ループ寸法の変化が像の線幅程度と小さいため判定が微妙で実際の撮影にあたっては高度な技術を必要とする⁵⁾。これにたいして弱ビーム電顕法を用いると干渉縞の切れる向きから疑義なくループの型が判定できる。

本報では GaAs 中の転位ループを例として弱ビーム電顕法による型判定法を報告する。

2. 等厚干渉縞の切れる方向

弱ビーム条件下での観察において、等厚干渉縞の切れる本数 n は回折ベクトル \mathbf{g} およびパーガスベクトル \mathbf{b} の内積で表される。

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \text{sgn}(s)n \tag{1}$$

ただし、 s はエwald球からのずれを表すパラメーター(偏差パラメータ)でエwald球の内部にあるとき正と定義する。また n は転位の右側が切れたとき正数に、逆の場合は負数に数える(図1)。

このように約束しておくで転位が刃状成分を持つ場合転位の向き \mathbf{u} を試料の薄いほうから厚いほうにとって extra plane の方向は $\mathbf{b} \times \mathbf{u}$ であるが、写真の上では以下のように判断する。図2のような extra plane が試料上部にある刃状転位に対して \mathbf{g} を $s > 0$ の方向にずらせ弱ビーム条件にしたとすると転位の近傍および転位から十分に遠いところでの s は

$$|s_2| > |s_0| > |s_1|$$

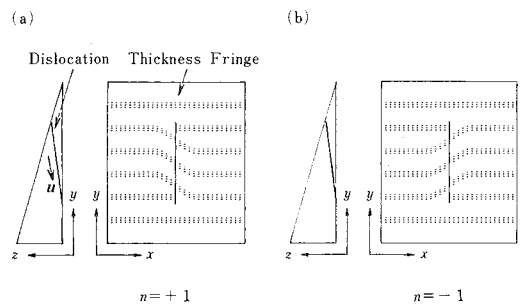


図1 等厚干渉縞の切れる本数 n の定義

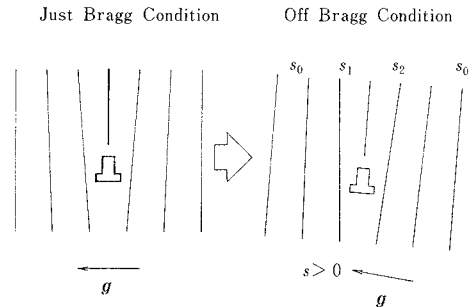


図2 転位近傍および遠方での s の変化

*東京大学生産技術研究所 第4部

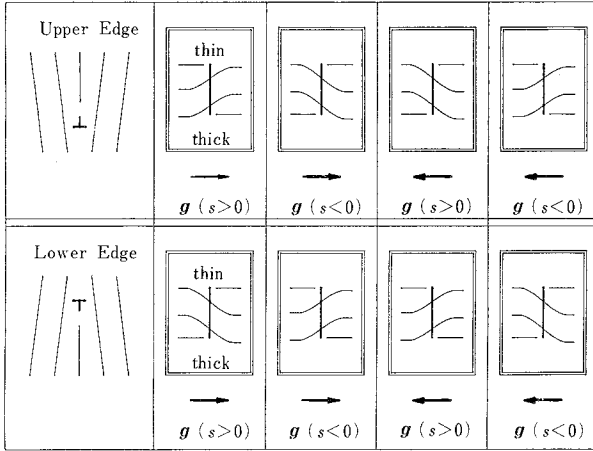


図 3 等厚干渉縞の切れる向きと g および s の関係

であるから図 1 (a) の向きに等厚干渉縞が切れる。下側に extra plane がある場合も同様に考えて g の向きおよび s の符号により等厚干渉縞の切れる向きをまとめると図 3 のようになる。したがって像面上で g の向きおよび s がわかれば、図 3 と比較して extra plane の向きがわかり転位の符号が決定されるが、ここで以下に述べるような重要な問題が生じる。

3. 像面と回折斑点面の重ねあわせ

3.1 回転角の補正

電子顕微鏡は多段のレンズ系で拡大を行うため、観察される像は実際の試料にたいして回転する。同様に回折斑点面 (以下 DP 面と略す) も回転するため像面に g を記入するときこの回転角を補正する必要がある。この補正は試料を傾斜させることによりそれぞれの回転軸を調べて重ねあわせることにより行う。このとき傾斜を行うつまみに対して向きをつけ回転軸を右ネジの方向にとると約束しておく。これらの回転軸の方向は容易に調べることができるが、向きに関しては特別な注意を払わないと定まらない。このことから、以下に述べるように、解析を不注意に行くと g の向きが逆になり転位の型が逆になる。

3.2 DP 面の回転軸の決定 (xy 平面の 180° 回転)

たとえば fcc 系の試料を観察したとして、試料を傾斜させ 0° と 45° で撮影を行い図 4 の DP 写真が得られたとする。左図は $\{200\}$ 面、右図は $\{110\}$ 面であり、回転軸は y 方向を向いているのは容易にわかる。しかし向きに関しては $+y$ 方向であるのか $-y$ 方向であるのかはこの図だけからはわからない。つまり、図 4 (a-1)、(a-2) のように指数を付けると $+y$ 方向であるが、(b

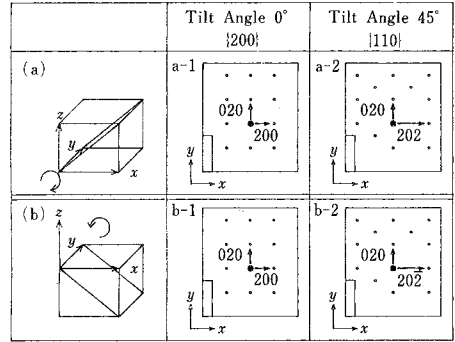


図 4 回折斑点の xy 平面に関する 180° 回転

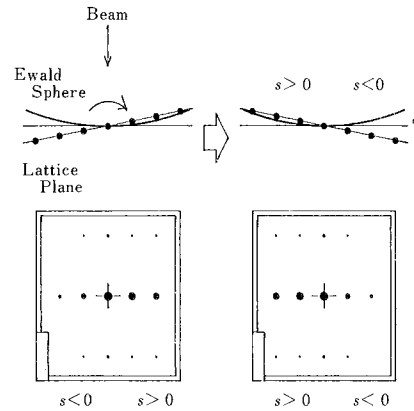


図 5 試料の傾斜にたいする系統反射の強度の移動

-1)、(b-2) の場合は $-y$ 方向である。これは斑点を見る限りにおいて DP 面が xy 平面に関して 180° 回転が許されるために回転軸の向きが定まらないことを示す。

回転軸の向きの決定には、試料を少し $+y$ 方向 (または $-y$ 方向) に傾斜させて菊池線の移動の方向を見る方法もあるが、系統反射を使う方法が最も簡単である。つまり $s > 0$ の側のほうが $s < 0$ 側より斑点が強く出ることを利用して試料の傾斜によりどちらの方向に強く出るかを見ればよい (図 5)。

GaAs を試料とした実際例を図 6 に掲げる (使用した電顕は本学工学部総合試験所に設置してある JEM-1250、加速電圧は 1000keV である)。この場合傾斜角の差から回転軸は $[020]$ であり (図 4 参照)、写真上では 5 時から 11 時の方向である。そして $\{110\}$ 面での系統反射の動きから、回転軸の向きは 11 時方向であると決定される (図 5 参照)。

3.3 像面の回転軸の決定 (試料の裏表)

試料中に任意の 2 点を考え、一方を固定点とすると他

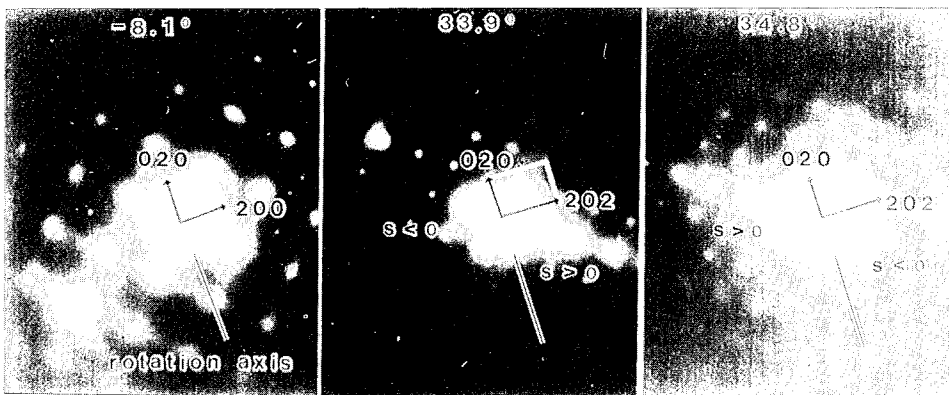


図 6 系統反射の移動による回転軸の向きの決定

方は試料を傾斜させることにより回転軸のまわりを移動する。像面でトレースは直線運動を行い、回転軸はトレースに直交する(図 7)。

しかし回転軸の向きは定まらない。つまり、高さ方向(z方向)の成分の符号を逆にするとも回転軸は逆になるが、そのトレースからは区別できない(図 7(b))。

したがって、回転軸の向きの決定には表裏の区別のある試料をつかって補正を行わねばならないが、すぐ後に述べるように転位の符号に関してはどちらの向きにとっても結果は影響しない。

3.4 像面と DP 面の重ねあわせ

3.2, 3.3 の手続きにより DP 面および像面の回転軸がわかるため、この 2 つが重ねあわせるように回転補正を行って像面に g が書き込まれ、 s の符号と等厚干渉縞の切れる方向から転位の符号が決定できる。このとき DP 面の回転軸は向きまでわかるが像面に関しては方向しかわからない。このため、どちらにとりかて像面をまわして回転補正を行うとき記入された g は 180° 回転する。しかし同時に高さ方向の符号が逆転するため転位の符号は変わらない。このことをもう少し具体的に説明する。

図 8 に示すように一部が切り取られたプリズマチックループを考える。像面の回転軸の方向はトレース解析よりすぐにわかる。DP 面の回転軸は方向、向きを含めて [020] である。

もし転位の両端が試料上部に抜け出ているとすると回転軸は 10 時方向であるから、像面に g を記入するときは 40° 反時計まわりにまわして記入しなければならない。したがっていずれの場合も g は転位の右側を向き $s > 0$ であるから図 3 と比較して extra plane は試料上部から入っている。このことからこのループは格子間原子型であると判断できる。

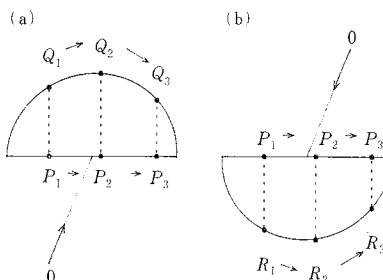


図 7 像のトレースと回転軸の関係

Tilt Angle	0° (002)	45° (101)
Image		
Diffraction Pattern	$g=200$ $s>0$ 	$g=111$ $s>0$

図 8 像面と DP 面の重ねあわせと転位ループの型判定

一方、両端が下部に抜け出ているとすると回転軸は 4 時方向であるから、 g は 140° 時計まわりにまわさなければならない。このとき同様にして extra plane は試料下部から入るため格子間原子型であり、前述と同じ結果を与える。

これに対して、不注意に解析して DP 面の回転軸の向

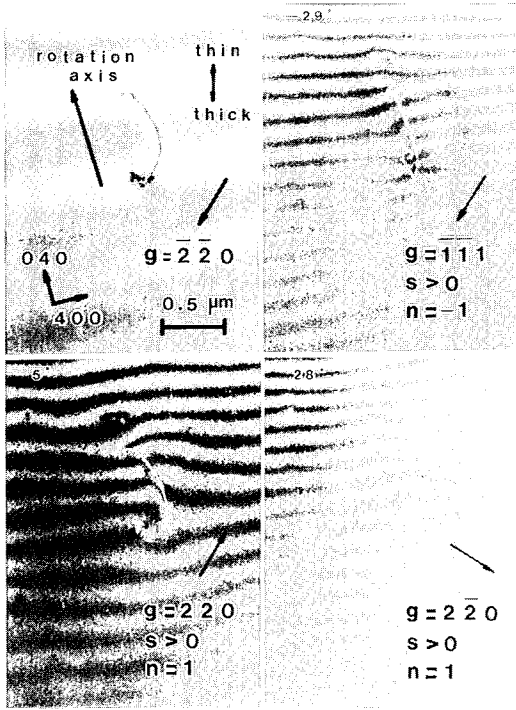


図9 水素雰囲気熱処理したGaAs中の転位ループ

きを逆にすると両端がどちらに抜けていても転位の型は空孔型になる。したがって、DP面の回転軸の向きを誤ると逆の解析結果を与えるため注意を必要とする。

4. GaAs中の転位ループの解析

LEC法で作製されたアンドープGaAsを900°C、1気圧水素雰囲気下で3日間熱処理を行った。この試料をJEM-1250を用いて、観察を行った。図9はこの試料中に存在した転位ループである。

この転位のバーガスベクトルは

$$b = a/2 [10\bar{1}]$$

であり(式(1)参照)、 b がこのループの乗っている(10 $\bar{1}$)面に垂直であるためプリズマチックループである(図10)。

したがって次に問題となるのは空孔型または格子間原子型であるかということである。図中の g はループの両端が試料下面に抜けているとして記入した。これから図3と比較してextra planeが試料下面から入っているため、このループは格子間原子型であると決定される。

5. ま と め

弱ビーム電顕法により転位ループの型を判定する方法

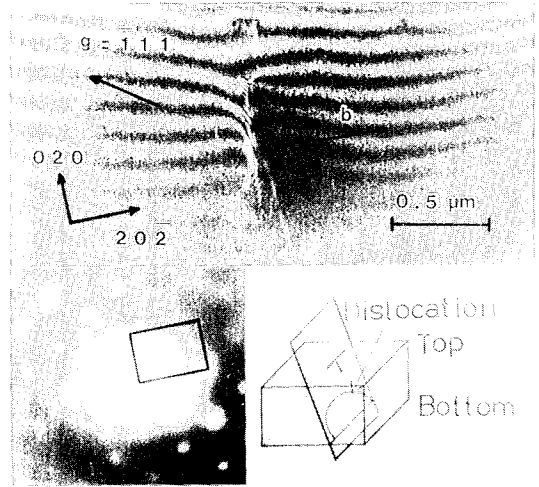


図10 GaAs中のプリズマチックループ

を説明した。原理的には s の符号、 g の転位に対する方向および等厚干渉縞の切れる方向により判定する。

実際の解析にあたっては g を記入するためにDP面および像面の回転軸による回転角補正が必要であり、特にDP面に対しては方向だけでなく向きも決定しなければならない。

この方法は転位が試料表面に抜け出なければ適用できないが、1度標準的な試料により回転軸の方向および向きを決定しておけば、他の試料にたいしてもその解析結果を参考にして等厚干渉縞の切れる方向だけで符号の決定が行える。

熱処理したGaAsを例にしてプリズマチックループの型判定を行った。なお本研究はGaAsの熱処理における雰囲気効果の研究の一部である。

(1986年7月15日受理)

参 考 文 献

- 1) P.B.Hirsch, A. Howie, R.B.Nicholson, D.W. Pashley and M.J.Whelan : Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London, (1965). (諸住ら訳(幸田監修):透過電子顕微鏡法, コロナ社, (1974))
- 2) Y. Ishida, H. Ishida, K. Kohra and H. Ichinose: Phil. Mag. A 42 (1980), 453.
- 3) A. Howie and M.J. Whelan: Proc. Roy. Soc., A 267 (1962), 206.
- 4) D.J.Mazey, R.S.Barnes and A.Howie: Phil. Mag., 17 (1962), 1861.
- 5) 井村, 田中: 固体物理, vol.2 6 (1967), 11.
- 6) 丸川: 日本金属学会報, 23 (1984), 254.