

氏名・(本籍)	おく やま ふみ お 奥 山 文 雄
学位の種類	理 学 博 士
学位記番号	理博第 1 2 6 号
学位授与年月日	昭和 4 2 年 3 月 2 4 日
学位授与の要件	学位規則第 5 条第 1 項該当
研究科専門課程	東北大学大学院理学研究科 (博士課程)物理学専攻
学位論文題目	W単結晶の Field Emission Microscope による研究
論文審査委員	(主査) 教授 日 比 忠 俊 教授 林 威 教授 山 本 美喜雄

論 文 目 次

- 第 1 章 緒 論
- 第 2 章 実験方法
- 第 3 章 ひきながらの真空中の W tip の高温パターンと低温パターン
- 第 4 章 高温パターンに対する空気もしくは酸素の効果
- 第 5 章 低温パターンに対する空気もしくは酸素の効果
- 第 6 章 結果の考察
- 第 7 章 総 括

論 文 内 容 要 旨

第 1 章 緒 論

W の pointed cathode を超高真空中に封じ切った球を用いて常温もしくは低温で、その emission pattern の観察、それに対するガスの影響及び熱処理による W 単結晶上のガスの吸着、脱離に関する結晶面の依存性についての研究は、Müller^① が F.E.M. を試作し、それを用いて研究を始めて以来、数多くの研究が為されたが、ひきながらの真空、すなわち、 $10^{-4} \sim 10^{-5}$ Torr 程度の真空で温度を上げた場合の emission pattern の研究は殆んど行なわれていない。この意味から、著者はひきながらの真空中に於ける W pointed cathode の、結晶面に依存する emission の様子を F.E.M. を用いて研究した。またその結果を基にして、今迄得られなかった異常方向をもつ W tip を作る新しい方法を知ることができた。

第 2 章 実験方法

直径 0.126 mm の W 線を、1 規定の NaOH 水溶液を用いて、数ボルトの直流で電界エッチし、尖端の曲率半径が $0.1 \sim 1 \mu$ 程度の pointed cathode を作製した。本実験で使用した F.E.M. には、すり合わせが用いられたので、カソードの交換及びアノードの清掃が可能であり、また、実験の途中、カソードを取り出してその光学顕微鏡による観察が可能であった。排気には回転ポンプとヒックマンブを用い、約 10^{-5} Torr の真空中で実験を行なった。印加電圧は 3 ~ 5 kV であった。

第 3 章 ひきながらの真空中の W tip の高温パターンと低温パターン

油拡散ポンプでひきながら真空中で、W tip を約 $2,300^\circ \sim 3,000^\circ \text{K}$ の比較的高い温度で熱処理すると、Müller^② が超高真空中に封じ切った球の中で高温 W tip に少量の炭素を蒸着して得たパターンと全く同じパターンが得られる。以下、このパターンを“高温パターン”と呼ぶ。高温パターンは拡散ポンプの真空油が tip で加熱分解して炭素ができ、それが W 表面に吸着して表われたものと考えられる。tip の中心方向は $\langle 011 \rangle$ 方向である。

これに対し、約 $1,500^\circ \sim 2,300^\circ \text{K}$ の温度で熱処理した場合には、六回対称性をもったパターンが得られる。以下、このパターンを低温パターンと呼ぶ。このパターンは、Müller^③ が超高真空の球の中で比較的低温の Mo tip に多量の炭素を蒸着して得たパターンと同じパターンである。Müller はこれをモリブデンカーバイドのパターンとしているが、この場合の低温パターンも恐らくタングステンカーバイドもしくはグラファイトのパターンと考えられる。

高温処理と低温処理を交互にくり返して、高温パターンと低温パターンの現われ方を観察した結果、高温パターンはかならず再現性をもって現われるのに対し、低温パターンは処理の度毎に変化することが分かった。また、高温パターンから低温パターンへの移行の様子を連続的に観察したが、その結果、低温パターンをタングステンカーバイド（もしくはグラファイト）のパターンとし、

cubic のW上に hexagonal のタングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の膜ができるとすると、fundamental surface として cubic の atomic packing の最も密な (0 1 1) 面上に、hexagonal の atomic packing の最も密な (0 0 0 1) 面が来ることが分った。

第4章 高温パターンに対する空気もしくは酸素の効果

まず完全に炭素が吸着しているW tipに、少量の酸素を導入することにより、W表面が必ずしも清浄ではないが、“比較的清浄”な表面になることが分った。次に、<0 0 1>方向をもった特殊な tip について少量の酸素を導入し、clean-up の中間の状態及び少しずつ炭素が吸着して行く様子を連続的に観察した。その結果、酸素による clean-up と共に 0 0 1 region に暗いリングが表われることが分った。また、<0 1 1>方向をもった正常な tip について同様の観察を行なった結果、1 1 1 region 及び (1 3 3) 面には次第に炭素が吸着し、他の領域では次第に clean-up された後に炭素が吸着して行くことが分った。なお、0 0 1 region は他の region に比べて特徴的な変化をすることが分った。これらの 0 0 1 region に於ける特異な変化は、残留ガスに因るものであることが、残留ガスが残存する状態と残存しない状態での field desorption の実験によって実証された。

第5章 低温パターンに対する空気もしくは酸素の効果

タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の膜がその表面にできたW tip、すなわち、低温処理を行なった tip に対するガスの影響を調べた。低温処理によって低温パターンを得た後、いったんカソードの加熱電流を切って実験球内に空気もしくは酸素を導入し、そのまま排気を続けて約 10^{-3} Torr の真空が得られた後に低温処理、続いて高温処理を行なった。その結果、<0 0 1>又は<1 1 1>方向をもった特殊な tip のパターンが現われた。どのような方向をもった tip が得られるかは低温パターンを観察することにより完全に予測することができる。なお、0 0 1 oriented tip の方が 1 1 1 oriented tip よりも得られ易く、比較的頻度は少ないが、正常な 0 1 1 oriented tip も現われた。従って、ある程度人工的に種々なる方向をもったW tip を作ることができることが明らかになった。ただし、この方法で得られる unusual tip は二千数百度Kでは数時間不変であるが、三千度K程度の高温では数分間で normal tip にもどる。これに対し、空気もしくは酸素導入後の低温処理で unusual tip が得られた後、直ちに加熱電流を切って tip を急冷し、次いで段階的に高温処理を行なう場合には、三千度K程度の高温でもかなりの長時間不変な unusual tip を得ることができた。

unusual tip を得るのには、窒素導入ではなく空気もしくは酸素の導入が重要であることを確かめた後、カソードの光学顕微鏡及び電子顕微鏡観察を行なった結果、normal tip をもったカソードは、その shank が常に正常であるが、unusual tip をもったカソードの shank は常にゆがんでいること、その tip は正しく各々の結晶方向をもつ単結晶から成っていることが分った。また、

カソードの shank のゆがみは低温処理の段階で時間の経過と共に生ずること、unusual tip は空気もしくは酸素導入後の低温処理だけで得られること、その後的高温処理は tip 表面からカーバイド（もしくはグラファイト）を完全に取り去ってパターンをきれいにすることに寄与するだけであることが分った。また、カーバイド（もしくはグラファイト）の膜が厚くもしくは薄く表面にできた tip に対する field desorption の実験及び薄いカーバイド（もしくはグラファイト）膜に対する空気導入の実験を行なった。

第 6 章 結果の考察

以上の実験の結果について多少の考察を行ないたい。

- 1) Müller が主要面の仕事函数を測定し、(111), (001), (112), (011) の順に大きくなり、atomic packing もこの順に密になっていると述べているが、本研究からも、主要面について炭素吸着がこの順序になっていることが分った。
- 2) 今迄の研究者が全く注意していなかった zone lines が、極めて特異な性質をもっていることが分った。
- 3) zone lines の特異性と、(011), (112), (001), (111) の各主要面に極く近い領域が、各々の主要面にほぼ近い形の、数層の積み重ねから成っていると仮定すると、今迄全然説明されていない、本研究で得られた炭素吸着パターン及び在来得られたパターンの多くを説明することができる。
- 4) また、種々なる方向をもった tip が得られるメカニズムについては次の如く考察した。
 - イ) 低温処理でカーバイド（もしくはグラファイト）の膜がカソードの表面にでき、低温処理の時間が長くなるとそれに伴ってカソードの shank にゆがみが生じて base の W は unusual orientation をもつようになる。従って、空気もしくは酸素を導入して低温処理を行なうことの意味は、カソード表面のカーバイド（もしくはグラファイト）の膜を取り去って unusual tip を得ることである。その後的高温処理は、表面からカーバイド（もしくはグラファイト）を完全に取り去ってきれいなパターンを得るためのものである。従って、膜のでき方によっては長時間の低温処理を行なっても shank はゆがまず、膜を取り去った後には normal tip が得られることになる。
 - ロ) タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の (0001) 面が W の中央の (011) 面と一致する場合は、酸素もしくは空気導入後の熱処理で (011) 面が中央に来、shank がゆがまない normal tip が得られる。この場合、カーバイド（もしくはグラファイト）の $[10\bar{1}0]$ zone, $[2\bar{1}\bar{1}0]$ zone と W の $[011]$ zone, $[001]$ zone がそれぞれ一致し、W の二つの $\{011\}$ 面とカーバイド（もしくはグラファイト）の二つの $\{10\bar{1}0\}$ 面が、また W の二つの $\{001\}$ 面とカーバイド（もしくはグラファイト）の二つの $\{11\bar{2}0\}$ 面が一致する。
 - ハ) 酸素もしくは空気導入後の熱処理によって 001 oriented tip が得られる場合は、カーバ

イド（もしくはグラファイト）の (0001) 面が中央にないWの $\{011\}$ 面の一つと一致し、カーバイドの $[2\bar{1}\bar{1}0]$ zone はWの $[111]$ zone と一致する。このような状態から熱処理により、カーバイド（もしくはグラファイト）の $[2\bar{1}\bar{1}0]$ zoneの下にWの $[001]$ zone が来るようにカーバイド（もしくはグラファイト）膜の下のWが回転すると、 001 oriented tipになる。このような回転が行なわれるためにカソードの shank がゆがむと考えられる。

二) 二方向の回転を考えることで 111 oriented tip の生ずるメカニズムを説明することができる。その際当然カソードの shank がゆがむと考えられる。

第7章 総 括

ひきながらの真空中で高温に於けるW tipのF.E.M. 観察を行ない、

- 1) $2,300^{\circ}\sim 3,000^{\circ}\text{K}$ の熱処理では carbon-adsorbed W tipが、また $1,500^{\circ}\sim 2,300^{\circ}\text{K}$ の熱処理ではタングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の膜が表面をおおっているW tipが得られることを明らかにした。
- 2) carbon-adsorbed W tip に少量の空気もしくは酸素を導入すると、一定のルールに従って、再現性をもって adsorbed-carbon の脱離が、放置すると carbon-adsorption がおこることが分かった。
- 3) タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の膜がW tipをおおっている場合に、空気もしくは酸素を導入し、低温処理を行なうと、カーバイド（もしくはグラファイト）の膜のつき方によって、 (011) , (001) , (111) を中心にもつ tip が得られるが unusual orientation の tip をもったカソードの shank は必ずゆがんでいること、但しカーバイド（もしくはグラファイト）膜が薄い場合には、必ず (011) を中心とする normal tip が得られることが分かった。

論文審査結果の要旨

金属のWork function の測定は、これまで多結晶についてひきながらの真空中に於て行なわれた。また単結晶については、わずかに超高真空中でField Emission Microscopeでその像を観察しながら主要面のWork function の測定が行われたにすぎない。なおF.E.M.による研究も超高真空中で常温もしくは低温で封じ切った実験球を用いて行なった研究にかざられてきた。

本研究は今まで殆んど研究の行なわれていないひきながらの真空中で高温のW単結晶につきF.E.M.を用いてその電子放射の主要面への依存性およびガスの影響を研究し、多くの新しい知見を得ると共に、今まで得られなかった異常方向をもつWチップを作る新しい方法を見出した。すなわち

- 1) 2,300°~3,000° Kの熱処理ではカーボンが吸着したW単結晶が得られること、1,500°~2,300°Kの熱処理では、タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の薄膜が表面をおおっているW単結晶が得られることを明らかにした。
- 2) カーボンが吸着したWに少量の空気もしくは酸素を導入すると一定の法則に従って再現性をもって吸着カーボンの脱離が生じ、ひきながらの真空中に放置すると、カーボン吸着がおこることがわかった。
- 3) タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の薄膜がW単結晶をおおっている場合に空気もしくは酸素を導入し低温処理を行なうと、タングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の出来方によって(011), (001), (111)を中心にもつW単結晶が得られるが、異常方向をもつW陰極のshankは必ずゆがんでいること、ただしタングステンカーバイド（もしくはグラファイト）の膜が薄い場合には必ず(011)を中心とする正常なWチップが得られることがわかった。

以上の結果はまったく新しい実験事実であり、金属のT-F emission 機構および結晶成長機構の解明に貢献する所が大きいのみならず、任意の異常方向をもつWチップを人工的に作ることに成功したことは、将来ポイント陰極を用いる実験装置の改良に資する点で極めて重要である。よって奥山文雄提出の論文は理学博士の学位論文として合格と認める。