

「高度情報処理・通信の実現に向けたナノファクトリーとプロセス観測」
平成14年度採択研究代表者

大門 寛

(奈良先端科学技術大学院大学 教授)

「ナノ構造解析のための立体原子顕微鏡の開発」

1. 研究実施の概要

本研究の目的は、ナノ構造体の原子配列構造を直接解析するための新しい「立体原子顕微鏡」を開発することである。そのために、[検証実験]、[小型分析器の設計・製作]、[顕微鏡機能の開発]という3つの研究を進めている。[検証実験]は立体原子顕微鏡の測定例を増やし、この技術を確認するものである。[小型分析器の設計・製作]は、「立体原子顕微鏡」に使用する分析器を改良し、多くの人にとって使いやすいものにするものである。[顕微鏡機能の開発]は、ナノ構造や微小領域の拡大像を測定できるようにし、その一部からの「立体原子顕微鏡像」を測定できるようにするものである。ただし、3番目の[顕微鏡機能の開発]が完成するには10年程度の時間が必要であるため、本研究期間においては基礎的な部分の開発とテストに留まる。

2. 研究実施内容

[検証実験]

種々の単結晶や薄膜の立体原子配列構造がどのようなときにどのように再現できるかを前年度までに引き続き検証した。エネルギーや元素を変えてみて、普遍性と、最適なエネルギー値を調べた。前年度には、光電子の角運動量が小さいため観測が困難と思われていた1s軌道でも前方散乱ピークの回転が明瞭に観察され、立体写真がきれいに撮れ、測定対象に制限がなくなったという点で意味深いものであった。

今年度は、装置の透過率を上げ、0.5%という低濃度の不純物の立体写真の測定が精度よくできるようにした。これは、測定感度が上がったことを意味しているが、この向上はナノ解析に必須のものである。なぜなら、光の照射スポット径を小さくしても通常は

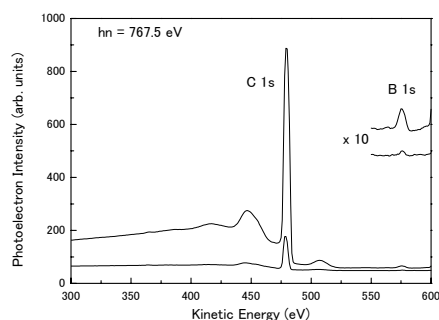


Fig. 1 B1s光電子スペクトル
従来のスペクトル(下)に比べて今回の
スペクトルは強度が一桁強くなっている
ことがわかる。

10ミクロン程度が限界であるが、そのような状況で100nmのものを見ようとすると10000倍の感度が必要になるからである。さらに感度を高める必要があるが、時間を長くすることで対応も可能になる。

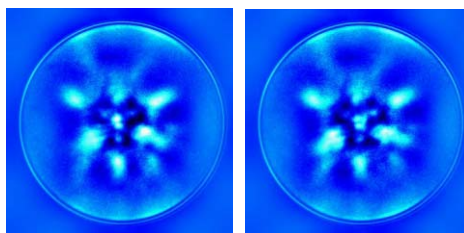


Fig. 2 Si(111)原子立体写真

露出時間の短縮とエネルギー分解能の向上を図るため、電子分析器の電極補修と阻止電位グリッドの交換作業を行なった。電極の金膜が一部剥離したり電極支持部への短絡があったために光電子像の広角側にゆがみが生じていた。金膜の剥離部に絶縁物を塗りその上から金箔を貼って補修した。また、従来の阻止電位グリッドはチタンの板に孔を無数に空け、表裏にメッシュを張ったものであり、透過率が低く、また放電が600V以上で起こっていた。今回はメッシュ単体で構成されるグリッドに交換した。これにより、光電子の透過率の向上と放出角度分布像の歪み除去、放電の軽減が実現し、運動エネルギーの広い範囲で明るくきれいな像が取れるようになった。分解能向上により、数eVのケミカルシフトを利用した立体原子写真撮影が十分可能になった。Fig. 2は光エネルギー950 eV、運動エネルギー845 eVにて測定したSi(111)表面のSi2p円偏光光電子パターンである。広い角度範囲にわたって、きれいな像が撮れるようになったことがわかる。

本年度も、引き続き種々の物質について測定を進めるとともに、普遍性や最適なパラメータについて考察を進める。特に、温度を変えたときなどの動きの観察ができるように、試料の温度を変えられるようにする。

[小型分析器の設計・製作]

信頼性が高く分解能もよく、使いやすい小型の新しい分析器を作成している。従来のものは分析器本体の大きさが60cm、分析真空槽の大きさが1m以上と大きくて、分析器の位置調整や試料の受け渡しが非常に大変であり、多くの人が使え装置にはなっていない。今年度までに、新しい分析器の設計が終わり製作も完了した。次年度は、電源の作成と励起光源の整備を行い、データの取得テストを行う。

[顕微鏡機能の開発]

この立体原子顕微鏡は原子の立体配列構造は見えるが、倍率が10億倍程度に固定されている。ナノ構造の解析などの応用分野に適用するためには、低い倍率で像も見えるような機能を付加し、見たいところを選べるようにする必要がある。この機能の開発により、微小領域や微小結晶の解析などができるようになり、ナノ構造の解析や基礎物性の解析に適用しやすくなる。レンズシステム(特許申請中)を試料

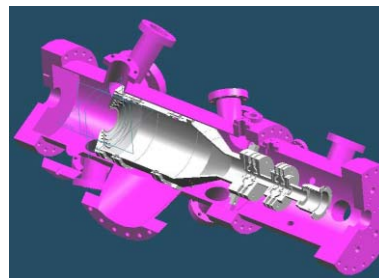


Fig. 3 レンズシステム設計

と分析器の間に挿入する。このレンズシステムは、各レンズの電位のかけ方を変えることで、通常の顕微鏡像と、原子配列の立体写真の像をとりわけることができる。この方法によって、個々のナノ粒子の構造と電子状態の解析が可能になる。

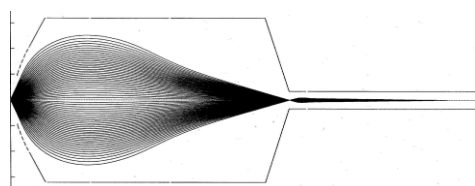


Fig. 4 広角対物レンズ

今年度は、試料の直上の対物レンズ、およびその後ろのレンズのシミュレーションが終わり、そこまでのレンズの製作 (Fig. 3) を行っている。来年度は、試料から $\pm 50^\circ$ という非常に広い角で飛び出した電子を収束し、どの程度の大きさに絞れるかを実験する。全体の顕微鏡システムとしての設計も進め、顕微鏡としての全体の装置の設計を行う。

本年度の大きな成果として、広い取り込み角の対物レンズ (Fig. 4) の発明が挙げられる。上記のレンズシステムを実現するためには、試料から $\pm 50^\circ$ という非常に広い角で飛び出した電子を収束し、細いビームにしてレンズに導く必要がある。従来のレンズでは、電子の運動エネルギーが1keV程度においては $\pm 10^\circ$ 程度が限界であった。半球メッシュを用いた場合、 $\pm 30^\circ$ まで収束できるという特許があったが、収束点のスポットサイズが1mm程度であり、顕微鏡としては使用できないものであった。今回、軌道解析を進めることにより、回転楕円体に近い形状にすることにより、 $\pm 50^\circ$ に出た電子を、数ミクロンに絞れる広角対物レンズ (Fig. 3) を発明することができ、特許を申請し (特願2004-208926)、外国へのPTC出願 (PCT/JP2004/016602) も行った。この対物レンズは、本研究の目的のみならず、通常の電子エネルギー分析器のインプットレンズに使用することによって大立体角の分析器が実現でき、元素の深さ依存性などが一度に測定できるようになる。既に、スウェーデンの会社と実施契約の検討に入っており、インパクトの高い成果である。

3. 研究実施体制

大門 研究グループ

- ① 研究分担グループ長：大門 寛 (奈良先端科学技術大学院大学 物性創成科学研究科、教授)
- ② 研究項目：ナノ構造解析のための立体原子顕微鏡の開発

4. 主な研究成果の発表 (論文発表および特許出願)

(1) 論文発表

- F.Z. Guo, F. Matsui, M. Fujikado, T. Matsushita, H. Daimon
“Stereoscopic photographs of atomic arrangements in MoS₂ single-crystal”
Applied Surface Science **237**, 616–620 (2004)
- F. Matsui, H. Daimon, F.Z. Guo, T. Matsushita

“Visualization of graphite atomic arrangement by stereo atomscope”
Appl. Phys. Lett., **85**, (17), 3737-3739 (2004)

- A.N. Hattori, M. Fujikado, T. Uchida, S. Okamoto, K. Fukumoto, F.Z. Guo, F. Matsui, K. Nakatani, T. Matsushita, K. Hattori, H. Daimon
“Atomic structure of Fe thin-films on Cu(001) studied with Stereoscopic photography”
Applied Surf. Sci, **237**, 311-315 (2004)

(2) 特許出願

H16年度特許出願件数：1件（CREST研究期間累積件数：1件）