

走査トンネル顕微鏡探針からの電界放出電子を用いた表面微小構造解析法の開発

水野 清義

九州大学大学院総合理工学研究院

1. 研究のねらい

ナノ材料の物性を理解し、新しい機能の発現につなげるためには、その構成原子の種類と位置を3次元的に決定する必要がある。本研究では、走査トンネル顕微鏡探針からの電界放出電子線を用いて、表面微小領域に低速電子線を照射し、そこからの回折パターンを測定する手法の開発を目標としている。これにより、ナノ材料の物性を原子一個一個の構造をふまえて評価できるようにし、新材料の開発に役立てたい。

2. 研究の成果と考察

本研究で設計・製作した装置の概念図を図1に示す。電界イオン顕微鏡を備えた探針・試料準備部（左）と走査トンネル顕微鏡と散乱電子引き込み電極を組み合わせた散乱パターン検出部（右）で構成されている。

電界放出を利用して試料表面の微小領域に広がり角の小さな電子線を照射するためには、探針先端の形状を原子レベルで制御する必要がある。このため、探針の加熱によるクリーニング機構を設け、電界イオン顕微鏡による先端形状の観察・制御ができるようにした。図2に<111>方位を向いたタングステン単結晶探針の電界イオン顕微鏡像を示す。曲率半径の小さな探針先端の(111)面上に(a)では3原子、(b)では1原子のタングステンを搭載した探針を作ることができるようになった。一方、探針先端周辺部からの電界放出を防ぐために、周囲の酸化物や不純物を完全に除去する必要があり、クリーニング温度の最適化などをさらに進めている。

電界放出パターンを確認した後、探針を散乱パターン検出部へ移動して電子線を試料表面に照射した。一部の電子は後方散乱して真空中へ戻ってくるので、それを検出する。しかし、そのままでは探針-試料間の電場により、再び試料側へ引き戻されてしまう。そこで、探針の周りに探針シールドを設けて、散乱電子を真空側へ引き出すことができるようにした。また、散乱パターンの対称性を損なわないように、試料表面垂直方向へ散乱電子を引き出す構造にした。プローブ電流が0.1nA程度でも、マイクロチャンネルプレートを用いることにより、十分な感度で散乱電子を検出できることがわかった。図3(a), (b)にCu(001)清浄表面からの散乱パターンの例を示す。バイアス電圧82.3V、電流0.15nAである。このとき、試料表面のプローブ領域は40 μm 程度と見積もられた。探針からの電界放出の方向が斜めであったため対称性が損なわれている。図3(a)は全ての後方散乱電子を検出した場合で、図3(b)は弾性散乱電子のみを検出した場合である。図3(b)では5つのスポットが観察され、1つの(0 0)スポットと、4つの(1 0)スポットと帰属される。電子の軌跡を計算した結果とも対応づけることができた。

散乱パターンの帰属を明確にするため、グリッドの電位を掃引し

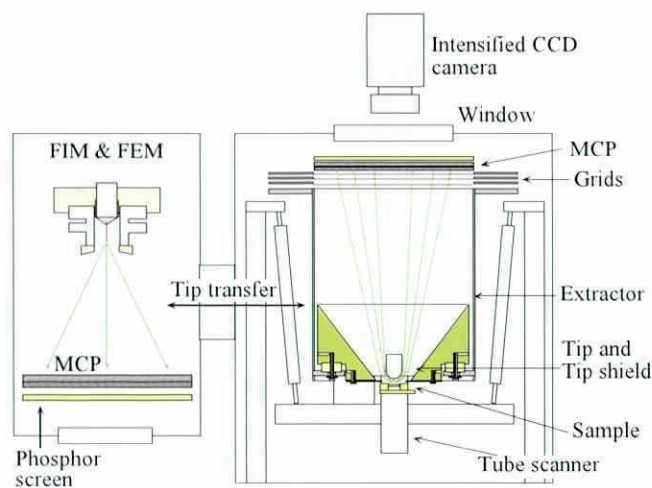


図1. 本研究で製作した装置の概念図。

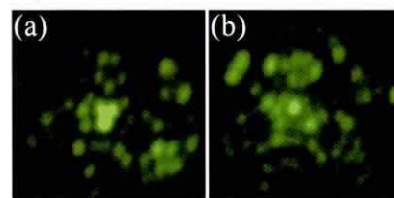


図2. タングステン単結晶探針の電界イオン顕微鏡像。

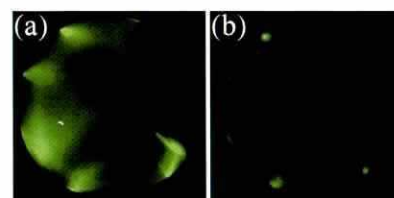


図3. Cu(001) 清浄表面からの散乱パターン。

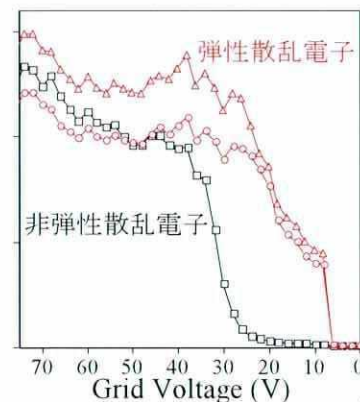


図4. 散乱電子のエネルギー分析。

て阻止電位型のエネルギー分析をおこなった。図4にエネルギースペクトルを示す。赤で示したようにグリッド電圧10V以下で強度が消失するのが弾性散乱電子である。これに対して非弾性散乱電子は黒で示したように高いグリッド電圧で消失する。図3(b)で観察された5つのスポットは全て弾性散乱電子であった。このように、散乱電子の中から回折に寄与する弾性散乱電子を識別できた。また、30eV以下の2次電子はほとんど検出されないことがわかった。これは、探針-試料間の電場により、エネルギーの低い2次電子はすぐに試料へ引き戻されてしまうためであり、回折パターンの観察には好都合であることがわかった。

現時点では、バイアス電圧が80V程度と高く、探針-試料間距離が長いためにプローブ領域がマイクロメートルオーダーとなっている。今後、バイアス電圧50V以下で回折パターンを観察できるようにすることで、表面の微小領域のプローブが可能になると考えられる。バイアス電圧50V以下の測定に最適なSi(001)表面などについて研究を進めていきたい。

今後の試料に用いる予定のSi(001)表面について低温での構造を通常の低速電子回折装置で調べた。その結果、40K以下の低温で電子線照射効果があることを見いだした。図5(a)は24Kで観察直後のLEEDパターン、図5(b)は50秒後のLEEDパターンである。図5(c)は(3/4 1/2)スポット強度の電子線照射時間変化で、電流に比例して電子線照射効果が速くなった。図5(d)は電子線を照射しながら測定した強度の温度変化である。この表面の微小領域の構造変化を本研究手法によって調べ、電子線照射効果の詳細を明らかにしていく研究へとつなげていきたい。

3. 謝辞

本研究にあたっては、九州大学栃原浩教授、白澤徹郎研究員、岩永巨之君、福田淳君、早稲田大学大島忠平教授、東京大学長谷川幸雄教授、京都大学有賀哲也教授、琉球大学西谷龍介教授、山梨大学川村隆明教授、「ナノと物性」領域の方々をはじめ多くのご協力を頂きました。また、さきがけ研究助成およびそれに至る段階において三菱財団、徳山科学技術振興財団、新世代研究所、花王芸術・科学財団のご支援を頂きました。深く感謝いたします。

4. 主な論文

- 1) Extraction of scattered low-energy electrons in field emission conditions
S. Mizuno, J. Fukuda and H. Tochiyama: Surf. Sci. 514 (2002) 291-297.
- 2) Structural determination of indium-induced Si(111) reconstructed surfaces by LEED analysis: $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})R30^\circ$ and (4×1)
S. Mizuno, Y.O. Mizuno and H. Tochiyama: Phys. Rev. B 67 (2003) 195410-1-8.
- 3) Scattering patterns and energy distribution of the scattered electrons under field emission condition of scanning tunneling microscopy
S. Mizuno, J. Fukuda, M. Iwanaga and H. Tochiyama, Jpn. J. Appl. Phys. 43 (2004) 5501-5505.
- 4) Structure determination of Si(001)-c(4x2) surfaces at 80 K and electron beam effect below 40 K, studied by low-energy electron diffraction
S. Mizuno, T. Shirasawa, Y. Shiraishi and H. Tochiyama, Phys. Rev. B 69 (2004) 241306(R).
- 5) Ground state of the Si(001) surface revisited - is seeing believing?
T. Uda, H. Shigekawa, Y. Sugawara, S. Mizuno, H. Tochiyama, Y. Yamashita, J. Yoshinobu, K. Nakatsuji, H. Kawai and F. Komori: Prog. Surf. Sci. 76 (2004) 147-162.

5. その他

特許：出願件数 1 件

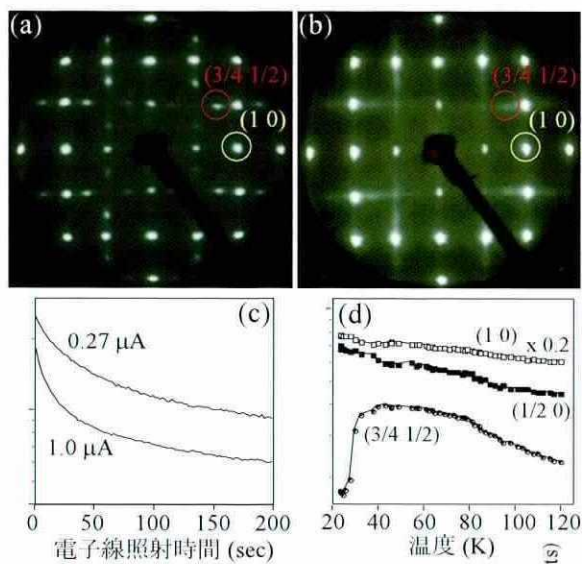


図5. Si(001) 清浄表面の24Kにおける低速電子回折パターンとスポット強度の電子線照射時間変化および温度変化。