

透過電子顕微鏡内におけるナノ領域のトンネル伝導計測

Tunnel Conductance Measurements of Nano-regions Performed in Transmission Electron Microscopes

有田 正志^a, 浜田 弘一^a, 広瀬 龍介^{a, b}, 大窪 洋平^{a, c}, 高橋 庸夫^a
Masashi Arita, Kouichi Hamada, Ryusuke Hirose, Youhei Okubo and Yasuo Takahashi

^a北海道大学大学院情報科学研究科

^b現所属 エスアイアイ・ナノテクノロジー

^c現所属 NTT未来ねっと研究所

要 旨 ナノスケールの先端を持つ電極を取り付けたピエゾ素子搭載型 TEM ホルダー (TEM-STM ホルダー) を用いて, 数個~数十個, 多くとも 200 個程度のナノ粒子からなる電流経路を選択し, TEM 内においてナノ粒子系のトンネル伝導特性を調べた. その結果, 単電子伝導の特徴を室温において確認できた. このように, TEM-STM その場実験はナノ領域の伝導計測に対して有効な方法である.

キーワード: 透過電子顕微鏡, その場計測, TEM-STM ホルダー, ナノ粒子, 単電子トンネル

1. はじめに

四半世紀も前の物理冶金談話会という講演会で見た, 温度上昇に伴う相変態の透過電子顕微鏡 (TEM) ムービー, これを今でも覚えている. 工夫を施した TEM ホルダーを用いれば試料の状態を制御でき, 変化の過程を動的に観察, 記録, 解析することができる. この「TEM その場観察」に関し, 近年においては TEM 外からの試料操作, TEM 外への (像以外の) 信号取り出しが盛んに行なわれている. 例えば環境セルを用いた反応の動的研究¹⁾, 電流測定ホルダーを用いた, 磁場印加時^{2,3)} の抵抗変化研究, ピエゾ素子搭載型ホルダー (フィードバック制御の有無に拘わらずここでは TEM-STM ホルダーと呼ぶ) を用いた研究⁴⁻⁹⁾ など興味深い報告がある. これまでに種々の TEM-STM ホルダーが開発され¹⁰⁻²⁰⁾, 量子コンダクタンス^{4,5,7)}, 破壊・変形^{8,9)} 等の研究が行われてきた. 今回紹介する内容もこの範疇の研究であり, ナノ粒子を流れる nA オーダーの電流計測に注目している.

さて, 電子デバイスの分野においては, 省電力性, 高集積性, 高機能性の観点から単電子トンネル (SET) が研究されている. SET デバイスは, 1 個または複数個の単電子島と呼ばれる小粒子が電極とトンネル的に又は容量的に結合した物である²¹⁾. 電子 1 個 1 個の移動を制御しようとする単電子伝導に関する基本特性の実験的検証が, 種々の回路を用いて

なされているが²²⁾, 室温動作のためにはサイズをナノメートル級にする必要がある. いずれにしても粒子を介したトンネル特性はサイズや分散性, 配置など幾何学的要件に左右される. 従ってトンネル伝導計測と TEM 観察との同時実験は, 幾何学的要素と SET 特性, ひいてはナノスケールの物理現象との直接対比に繋がり, 意義深い.

これを背景に我々は, 1 個または少数個の粒子を介した伝導特性を TEM 内において調べている^{16,18,23-25)}. またそのために必要な TEM-STM ホルダー, ナノサイズの先端を持つ電極 (ナノプローブ)^{26,27)} を作製してきた. 以下にそれらについて紹介する. ナノプローブを用いた TEM-STM 実験に興味がおありの諸兄に対して多少でも役立つ記事になれば幸いである.

2. 実験に用いたシステム

2.1 計測システム概略

実験系の概略図を図 1 (a) に示す. 使用した TEM は加速電圧 200 kV の汎用型装置 (JEM-200CX および JEM-2010) であり, その真空度は 10^{-7} - 10^{-6} torr である. これらに自作の TEM-STM ホルダー, ピエゾ素子制御用電源, 電流-電圧変換用プリアンプ, 市販の STM 測定システムおよび CCD カメラシステムを取り付け, ナノ粒子系の TEM 観察-トンネル測定同時実験を行なった.

2.2 TEM-STM ホルダー

これまでに 4 本の TEM-STM ホルダーを作製した. 基本設計は過去の報告^{12,14)} と同様である. 一例を図 1 (b) に示す. これには 3 つのマイクロメータが内蔵されており, プローブ電極の三次元粗動 (μm -mm) を機械的に行なうことができる.

^a 〒060-0814 札幌市北区北 14 条西 9 丁目
TEL: 011-706-6456; FAX: 011-706-6457
E-mail: arita@nano.ist.hokudai.ac.jp
2008 年 5 月 15 日受付

粗動機構の上にはチューブ型ピエゾ素子（外形：φ4.0 mm，内径：φ3.0 mm，長さ：25 mm，材質：C-82）が搭載されている（図1(c)）。±100 Vの電圧印加により振れ幅が軸平行(z)方向：1.3 μm，軸垂直(x, y)方向：20 μmの微動を担う。電圧-距離特性は150 mV/nm (z方向) および10 mV/nm (x, y方向)であり，0.1 nm オーダーの位置制御が可能である。

今回の実験では，§ 3.2の方法による電極プローブ (Tip) にナノ粒子系を蒸着した物を試料 (Sub.) とする。図1 (d) に示すように，Sub を固定し (位置 A)，これに対向するように Tip をピエゾ素子 (位置 B) にとりつける。いずれもホルダー本体からは電気的に絶縁されている。これらは同軸ケーブルを用いてプリアンプおよび測定用電源に繋がっており，nA オーダーの電圧-電流 (I-V) 曲線の評価に用いられる。この例においてはもう一つのピエゾ素子が設置されているが (位置 C)，こちらは比較的大きな電流測定に用いられる。これら2つのピエゾ素子は一つの粗動機構の上に設置されている。機械的な粗動機構であるために Tip が Sub に対して例えば0.2 nm/s程度でドリフトするが，I-V測定は10 ms以下の間に終了するので，特に問題とはならない。

2.3 ナノプローブ

ナノ粒子系の伝導測定には，先鋭な電極プローブが必要である。その形状は基本的にSTM探針と同じである。STM探針作製法として種々の方法が開発されているが²⁸⁻³⁰⁾，ここではイオンスパッタ法，その中でもスパッタ速度の遅いダイ

ヤモンド粉末をマスク材とするAr⁺スパッタ (イオンシャドー法)を用いた。これはもともとTEM断面試料を簡便に作製する手法として開発されたが³¹⁾，これをナノプローブ作製に応用した。

プロセスの概念図を図2 (a) に示す。まず線状 (または棒状) プローブ材の先端を数十 μm に機械，化学，または電解研磨する。その後，先端部にダイヤモンド粉末を1個または少数個付着させ，軸方向からAr⁺スパッタを行なう。スパッタの進行に伴いマスクされていない部分は削られ，またダイヤモンド粉末サイズが減少する。これが完全に消失したときにほぼ円錐状の突起が形成される。このように簡便な手法でナノプローブを作製できる。

尖鋭プローブを得るためにはスパッタ時間が重要である。これが短いとダイヤモンド粉末が残存し，逆に長ければ先端が鈍くなる。最適時間を得るためにスパッタ装置へ CCD カメラを取り付けて実時間解析を行なった。図2 (b) にスパッタ過程における画像を示す。ダイヤモンド粉末は6 ~ 12 μm，プローブ材はSiである。スパッタには日立 E-3100 フラットミリング装置を用いた。これらの画像からプロセスの進行にともなう針状突起の形成がわかる。スパッタ初期にはダイヤモンド粉末が残存しているため，先端位置変化はダイヤモンドのスパッタ速度に依存する。またダイヤモンド消失の後にはプローブ材のスパッタ速度に従って先端位置が移動する。よって先端位置が急に変化した直後に終了すれば，尖鋭なプローブが得られる (実際には画像平滑化を行なうので多少複雑である^{16,27)})。この例では約50分でダイヤモンドが消失している。

プローブの走査電子顕微鏡 (SEM) 像を図3 (a) ~ (c) に示す。いずれも20 μm程度以上の長く良好な形状である。TEMにより評価した先端曲率半径は，Si：5 ~ 8 nm，Au：20 nm，Fe，Ni-Fe：10 nmであった。形状の違いは各材質に

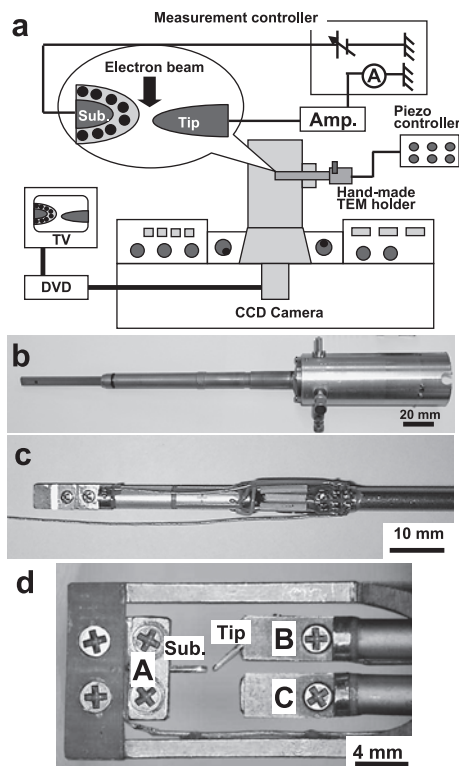


図1 (a): TEM-STM システムの概略，(b): TEM-STMホルダーの概観例，(c): ホルダーに内包されたチューブ型ピエゾ素子，(d): 2つのピエゾ素子を搭載したホルダーの先端拡大写真。

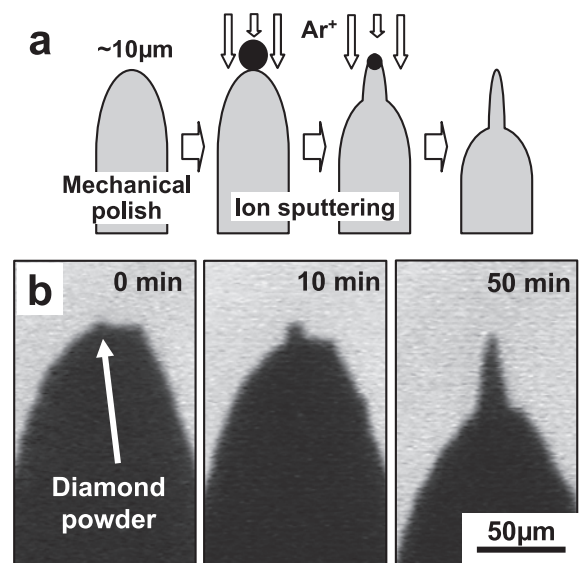


図2 (a): イオンシャドー法の概念図，(b): イオンシャドープロセスの光顕像。数値はスパッタ時間。

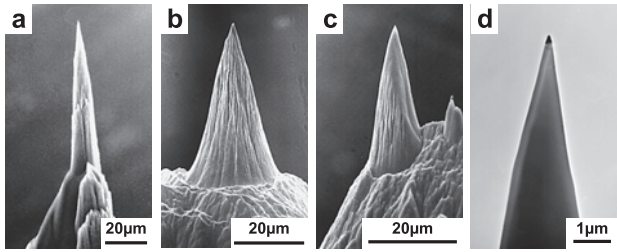


図3 (a):Si, (b):Au, (c):Ni₈₀Fe₂₀ プローブのSEM像. (d): Fe/Si 複合プローブのTEM像. 先端の黒い部分がFe.

おけるスパッタ速度の違い, イオン入射角度依存性の違いからは説明できる¹⁶⁾. また, 強磁性先端を持つ非磁性プローブの作製も試みた. 予備加工SiにFeを蒸着し(500 nm厚), その後イオンシャドー加工した例が図3(d)である. 全体形状はSiプローブと同じであるが, 先端の黒い部分にFeがある. Feの体積は $2 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3$ 程度であり, プローブ全体がFeの場合に比べて非点収差への影響が小さい. このようにイオンシャドー法は複合プローブの作製にも有効である.

今回の測定においては全てAuプローブ(99.95%)を用いた. これを超高真空蒸着機($10^{-11} \sim 10^{-9}$ torr)に挿入した後, 表面清浄化を目的とした熱処理を行なった(420 K, 30分). その後, 絶縁体であるMgO(99.99%), SrF₂(99.9%)および金属Fe(99.95%)が所定の厚さ, 組成となるように, 室温において電子ビーム蒸着を行なった.

2.4 伝導計測

TEM内の電気測定時にプローブは電子ビームに晒されており, これが測定電流に加算される. この値はビーム強度やプローブ形状によって変わるが, 今回の例では2 nA程度であった. ビーム位置が安定してればI-V測定にとって問題にはならないが, これが振動すると致命的影響が生じる. またμAオーダーの計測ではこれを無視できるが, nA測定では注意を要する. 以下では環境磁場に注目してこれを示す. 図4(a)はJEM200CXの対物レンズ付近の磁場を計測した

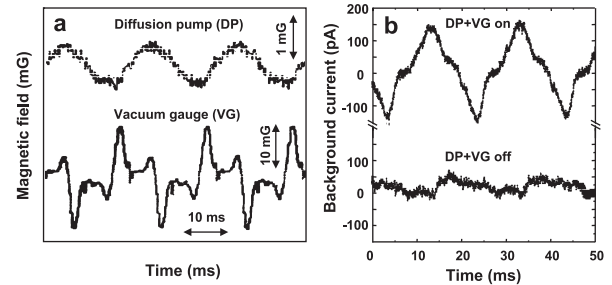


図4 (a): JEM200CXの対物レンズ付近の環境磁場. TEM拡散ポンプ(DP), 電離真空計(VG)の影響, (b): DP+VGのon状態とoff状態におけるバックグラウンド電流.

ものである. 上のグラフは鏡筒背後にあるガン・鏡筒排気用の油拡散ポンプ(DP), 下のグラフは電離真空計による影響であるが, どちらにも50 Hzの磁場変動が観測される. これらによる電流の変動を図4(b)のグラフに示す. peak-to-peakで約300 pAの50 Hzのノイズが確認できる. これらの電源を切るとノイズレベルが大幅に減少した. このように交流磁場発生源となる計測器, 装置を止める, もしくはTEMから遠ざける必要がある. なお影響は使用するTEMシステムおよび実験室の環境により異なるので, 装置ごとに確認する必要がある. ビーム移動は, I-V測定時のバイアス電圧(V_b)変化によっても生じる. これは避けがたい事項であるが, ビーム強度を極力低減することで数十~100 pA程度の変化($V_b=1$ Vの時)に抑えることができた. I-V曲線が多少左右非対称になるが, 今回の目的には対応できるレベルであった.

3. ナノ領域の伝導計測例

3.1 絶縁体薄膜のトンネル伝導

平均膜厚2 nmのMgO層を用いてトンネル障壁高さを評価した. 作成試料を図5(a)に示す. TEMの電子ビームによる再結晶のため多少荒れた表面をもつが, 設計通りの膜が得られている. また002格子縞が観察されており, 結晶相で

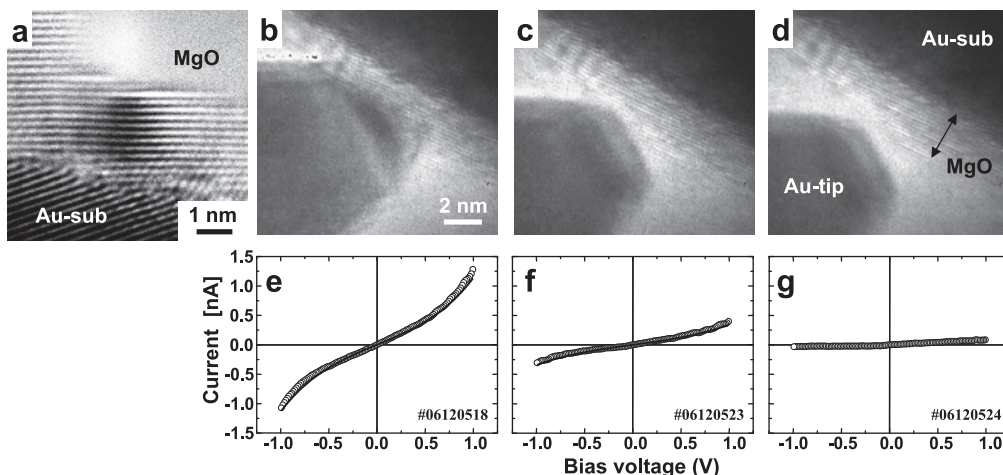


図5 MgO薄膜のトンネル障壁高さ測定. (a):MgO層の格子縞, (b)-(d):プローブ電極を引き離す過程のTEM像, (e)-(g):これらに対応するI-V曲線.

あることがわかる。この試料に対して、ほぼ [001] 方向から Au-tip を接触させ I-V 曲線を測定した。結果を図 5(b)–(g) に示す。まず Au-tip を MgO 表面に接触させた (図 5 (b))。Au-tip には接触による歪コントラストが認識できる。接触位置が紙面の前後方向に多少ずれているため誤差はあるが、約 10 nm^2 の接触面積 (S) であると評価できる。対応する I-V 曲線 (図 5 (e)) は非線形な特性を示し、また $V_b=0.5 \text{ V}$ における電流は 0.45 nA であった。その後 Au-tip を引き離す方向に移動し、S を約 1.2 nm^2 にした (図 5 (c))。その電流値は $V_b=0.5 \text{ V}$ において $I=0.2 \text{ nA}$ であった (図 5 (f))。図 5 (d) では Au-tip が試料から完全に離れており、図 5 (e), (f) に比べて十分に小さいバックグラウンド電流が測定された (図 5 (g))。

トンネル障壁高さ (ϕ) を評価するために、Simmons の式³²⁾を用いて I-V 曲線を解析した。S が MgO 膜厚に比べて小さいので必ずしもこの式に合致した条件ではないが、少なくとも大まかな評価はできるだろう。

$$I = \frac{S}{t} \cdot \left(\frac{e}{h}\right)^2 \cdot \sqrt{2m\phi} \cdot \exp(-D\sqrt{\phi}) \cdot \left\{ V_b + \left(\frac{D^2 e^2}{96\phi} - \frac{De^2}{32\phi\sqrt{\phi}} \right) \cdot V_b^3 \right\} \quad (1)$$

$$D = 4\pi t \cdot \sqrt{2m}/h \quad (2)$$

(I: 電流, S: 接合面積, t: 障壁厚さ, ϕ : 障壁高さ, V_b : バイアス電圧, e: 素電荷, m: 電子質量, h: プランク定数)

TEM で評価した S の値を用いた最小自乗近似を図 5 (e), (f) に対して行なったところ、いずれに対しても $\phi \sim 1.4 \text{ eV}$ が得られた。この値は蒸着膜の質により変化しうるが、通常のトンネル接合における報告例とほぼ合致する³³⁾。

同様の測定を他の絶縁体である SrF_2 に対して行なったところ、 $\phi \sim 2.5 \text{ eV}$ が得られた。 SrF_2 のバンドギャップは 11.25 eV であり、MgO のそれ (7.3 eV) よりも大きい³⁴⁾。

また SrF_2 を母相とする Fe-SrF_2 グラニューラー膜の電気抵抗が Fe-MgO よりも 2 桁程度大きいとの報告がある³⁵⁾。これらを踏まえると、ここで得た値は納得のいくものだと言えるだろう。

3.2 ナノ粒子系の単電子伝導

3.2.1 クーロンブロッケイド

まず Fe-SrF_2 グラニューラー膜の測定例を紹介する (図 6)。Fe 粒子が絶縁体 SrF_2 中に 37 vol.% で分散しており、膜厚は 40 nm である。図 6 (a) の丸い灰色部分が Fe 粒子であり、平均直径は 2.7 nm であった。図 6 (b)–(g) にその場実験の結果を示す。まず図 6 (b) のように Au-tip をゆっくりと試料に押しつけた。ここで Au-sub 表面の濃い層が Fe-SrF_2 である。S $\sim 2000 \text{ nm}^2$ の場合に非線形な I-V 曲線が得られた (図 6 (e))。次に図 6 (c) の矢印方向に Au-tip を引き離して S を減少させると非線形性が強くなった (図 6 (f))。更に引き離し図 6 (d) のように S $\sim 250 \text{ nm}^2$ 以下になると、低バイアス領域での電流がほとんど流れなくなった (図 6 (g)、閾値電圧 $V_{th} \sim 0.4 \text{ V}$)。これはナノ粒子の帯電効果によって生じるクーロンブロッケイド (CB) 現象²¹⁾ であると考えている。S の減少により伝導に寄与する並列 Fe 粒子経路数が少なくなり (図 6 (g) では 20 程度)、しかもそのうち低い抵抗値の経路が主に I-V 曲線の形状を決めるため、CB が観測できたものと思われる。確認のために、Au 平板上に作成した同種の試料を超高真空 STM (10^{-11} torr , W-tip) により評価した。図 7 (a) の STM 像における粒子サイズは $1 \sim 5 \text{ nm}$ であり、TEM の結果とおおよそ一致する。典型的な I-V 曲線を図 7 (b) に示す。電流値は小さいが、TEM 内で計測した I-V 曲線と同じ形状 ($V_{th}=0.4 \text{ V}$) である。なおこのグラフにみられる 1 pA 程度の電流振動は、電気的または機械的ノイズといった、測定系の特性に起因するものだと考えている。

閾値電圧は素電荷 e および Fe 粒子系の静電容量 C を用い

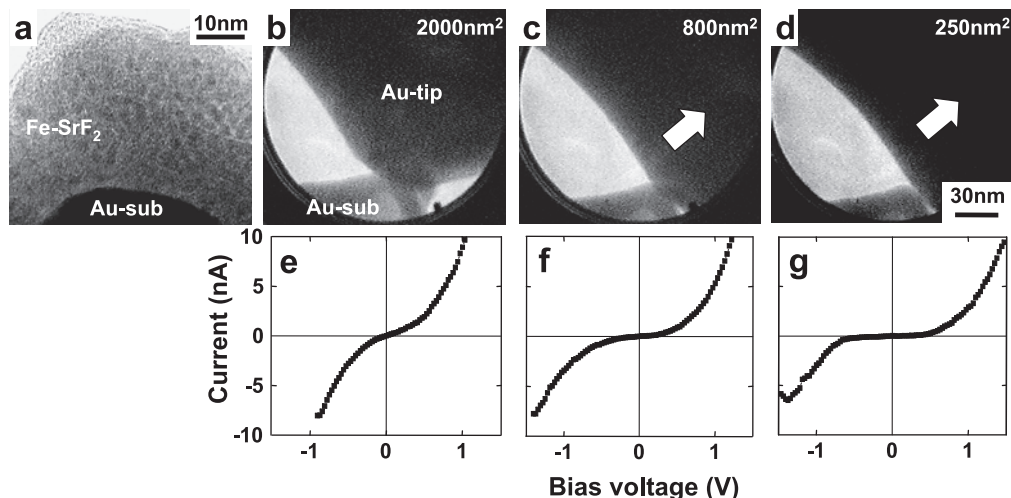


図 6 Fe-SrF_2 グラニューラー膜を用いたクーロンブロッケイドの観測。(a): 試料の微細組織。(b)–(d): プローブ電極を引き離す過程の TEM 像。数値はナノプローブの接触面積を示す。(e)–(g): これらに対応する I-V 曲線。

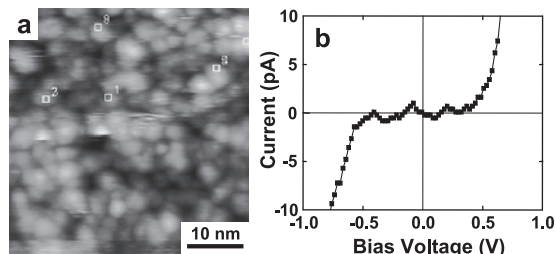


図7 Au板上Fe-SrF₂グラニューラー膜の(a):STM像と(b) I-V曲線.

て $V_{th} = e/2C$ と書ける. 大雑把に評価すると, 電流経路には10個のFe粒子が直列に配置されている. 従って, Fe粒子の自己容量 $C_s = 4\pi\epsilon_0\epsilon_r r$ (ϵ_0, ϵ_r : 真空およびSrF₂の誘電率, r : 粒子半径) を用いると $C = C_s/10$ となる. $2r = 2.7$ nm (TEM結果) および $\epsilon_r = 7.69$ (バルク文献値)³⁴⁾ を用いると $C_s = 1.2$ aF となり, $V_{th} = 0.6$ V と試算される. ここでは周辺Fe粒子の影響などについて考慮していない. これを勘案すると, 測定結果とほぼ一致しているといえるだろう.

詳細な検討を行なうためには, より単純なナノ粒子配置の試料が必要である. そのためにMgO (2 nm) / Fe (1 nm) / MgO (2 nm) 三層膜を作製した (図8 (a)). 図8 (b) の高分解能像からはFe層がナノ粒子で構成されていることが, また図8 (c) の平面TEM写真からは粒子サイズ約2 nmの分散粒子膜であることがわかる. この三層膜はナノ粒子層を介した2重トンネル接合になっており, 粒子サイズがnmスケールであるために室温でCBが観測されるはずである. 結果を図8 (d)-(g) に示す. Au-sub, Au-tip間に観察される暗いコントラストはMgO層に挟まれたFe粒子に対応する. まず図8 (d)においてAu-tipを試料に押しつけた. 接触は矢印で示す箇所 ($S \sim 13$ nm²) で生じているものと見える. この領域には数個程度のナノ粒子が存在する. もしこれが過小評価であるとしても, 粒子数は30個程度以下である. 対応するI-V曲線はトンネル伝導に特徴的な非線形なカーブになっている (図8 (f) の曲線 (d)). この非線形性が単層MgOのそれ (図5 (e), (f)) よりも強いので, Fe粒子を挟んだ効果であるといえる. 次に, 図8 (e) に示すようにAu-tipを試料から引き離す方向に移動した. S が7 nm² 程度に減少し, 電流値は減少した (図8 (f) の曲線 (e)). 図8 (f) の曲線 (d), (e) における電流はそれぞれ0.8, 0.25 nA ($V_b = 1$ V) であった. 最終的にAu-tipを離すと, 図8 (f) のBackgroundレベルになった. これらから微分コンダクタンスを計算して図8 (g) にまとめた. 曲線 (d), (e) では, それぞれ $V_b = -0.1 \sim +0.05$ V および $-0.25 \sim +0.1$ V における値がほぼゼロである. 粒子数をかなり制限したことにより, このように明瞭なCBが観測されたと考えられる. また, 曲線 (e) においては低バイアス領域での電流が測定限界程度 (~ 3 pA) であるため, CB領域を広く評価したと思われる. よって $V_{th} \sim 0.1$ V 程度であるといえる. TEM像から見積もった粒子直径 (2 nm) およびMgO比誘電率の文献値 (9.65)³⁴⁾

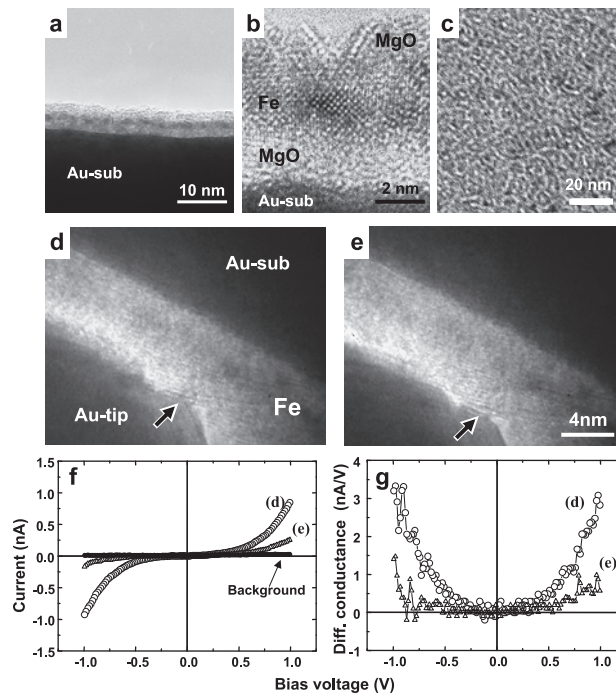


図8 MgO/Fe/MgO三層膜を用いたクーロンブロッケイドの観測. (a)-(b):断面TEM像と(c):平面TEM像. (d)-(e):プローブ電極を引き離す過程のTEM像と, 対応する(f):I-V曲線および(g):微分コンダクタンス.

を用いると, 静電容量は1.1 aFとなる. 上記と同様に V_{th} を見積もると0.07 Vとなり, 実験値とほぼ同程度であった.

3.2.2 クーロンステアケース

上の例では両MgO層の厚さが同じ (つまり抵抗が同じ) であるために, クーロンステアケース (CS) と呼ばれる階段状のI-V曲線²¹⁾ が観測されなかった. ここではCSを室温において観測することを目的とした. そのために, 図9 (a) に示す非対称な形状の三層膜を用いた. これは上述の三層膜にAu-tipを軽く接触させた状態で10 Vのパルス電圧により膜を剥ぎ取り, 伝導経路を狭窄化した物である. 図9 (a) に3個の粒子が認識できる. 測定に際しては太い矢印位置にAu-tipを接触させ, 直径2.9 nmの粒子を選択した. この位置におけるMgO厚さは最表面層, Au-sub側の層に対してそれぞれ2.4 nm, 0.8 nmであった.

結果を図9 (b)-(g) に示す. ここでAu-sub表面中央部の薄いコントラスト部分が図9 (a) の箇所である. まずAu-tipを軽く接触させた (図9 (b)). 次に図9 (c) の矢印方向に1.3 nm押し込んだ後, 図9 (d) の矢印方向に0.5 nm引き離した. 最表面のMgO層のみが変形するという仮定の下, 図9 (b)-(d) におけるtip-sub間の距離からtip-粒子間隔を求めた (図10). 表面に出張った図9 (a) の形状からすると, この仮定は大枠において成立すると思われる. 対応するI-V曲線をそれぞれ図9 (e)-(g) に示す. それぞれに対応する図10 (a)-(c) の模式図を参照しながら見ていただきたい. 図9 (e) では, 広いtip-粒子間隔のために電流量が

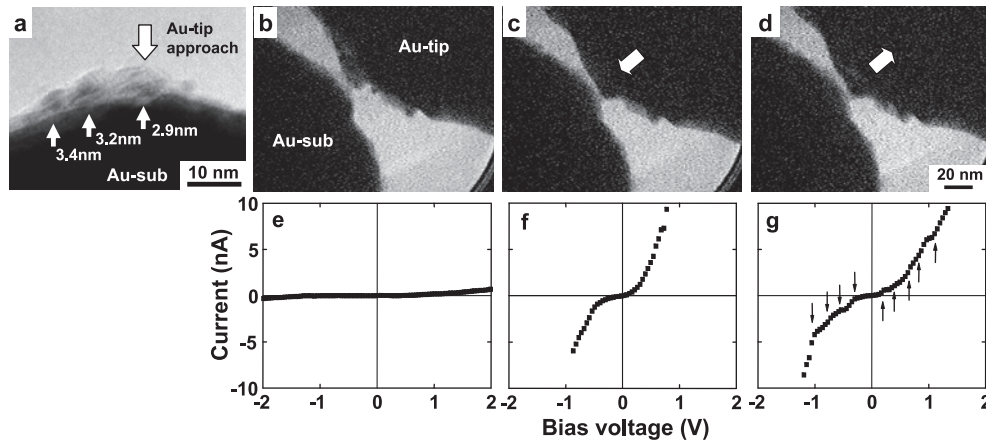


図9 非対称MgO/Fe/MgOを用いたクーロンステアケースの観測。(a):試料のTEM像。測定は2.9 nmのFe粒子に対して行なった。(b)-(d):プローブ電極の移動過程におけるTEM像と、(e)-(g):対応するI-V曲線。(g)の矢印位置に弱いステップが見られる。

小さい。tip-粒子間隔が減少した状態の図9(f)では電流が増大し、概ねスムーズで明瞭な非線形曲線が得られた。この場合にはtip-粒子間隔と粒子-sub間隔がほぼ等しく、トンネル抵抗は互いにほぼ等しい。低バイアス領域においては、(リーク電流の重畳はあるが)ほとんど電流が流れていない。これはCBによると考えられる。それに対しtipを少し(0.5 nm)引き離れた状態の図9(g)においては電流が減少し、矢印で示した位置に弱いながらもほぼ周期的なステップ(周期:約0.25 V)がみられる。このときtip-粒子間隔は粒子-sub間隔の2倍になっており、トンネル抵抗が互いに大幅に異なると思われる。2重トンネル接合におけるCSは、ナノ粒子を挟む絶縁層の抵抗値に大きな違いがある場合に観測されるといわれている²¹⁾。つまり今回の測定結果からCSの室温における観測ができたと言ってよいであろう。

最後に、CS周期について簡単に議論する。今回の実験では、Fe粒子を挟む2つの電極(tipとsub)は粒子に比べて十分大きい。従って、ナノ構造の静電容量CはFe粒子(直径2.9 nm)の自己容量 C_s (=1.3 aF)の半分であると近似できる。一般にCS周期は e/C で与えられる。これらを使うと周期は0.25 Vと計算され、実験結果と合致している。

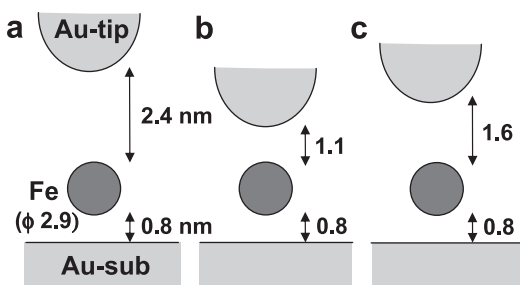


図10 Feナノ粒子と電極との位置関係の模式図。(a)-(c):それぞれ図9(b)-(d)に対応。

4. おわりに

以上、最近6,7年間に我々が行なった研究内容を紹介した。ナノプローブを搭載したTEM-STMホルダーを用いると、画像を見ながらナノメートル領域を選定でき、また場合によっては変形を行ないながら、微小電流を測定できる。今回の例ではこれを単電子伝導研究に応用し、CB、CSという特徴的な事象を室温において(実際にはTEM電子ビームによって昇温しているはず)確認できた。この装置に圧力センサーを取り付ければ力学的同時計測ができるし^{8,9)}、先端に小さな磁石を取り付ければ試料に局所磁場を印加できる¹⁹⁾。アイディアによって色々なバリエーションが考えられそうである。最近では市販品も売り出されているようだが、我々としては自作にこだわりたい。それ程費用をかけずに種々の研究ができることもあるが、何より楽しいと感じるからである。

謝 辞

本研究はいくつかの科学研究費補助金を得て行なわれたものである(No. 587, 13650708, 16206038, 17201029, 18560640)。ここに感謝の意を表したい。

文 献

- 1) 竹田精治他(環境セル特集): 顕微鏡, 43, 3-23 (2008)
- 2) Portier, X., Petford-Long, A.K., Anthony, T.C. and Brug, J.A.: *J. Magn. Magn. Mater.*, 187, 145-153 (1998)
- 3) Arita, M., Hamada, K., Ono, T. and Okada, A.: *Trans. Magn. Soc. Japn.*, 4, 9-12 (2004)
- 4) Ohnishi, H., Kondo, Y. and Takayanagi, K.: *Nature*, 395, 780-783 (1998)
- 5) Poncharal, Ph., Frank, St., Wang, Z.L. and de Heer, W.A.: *Eur. Phys. J. D.*, 9, 77-79 (1999)
- 6) Erts, D., Olin, H., Ryen, L., Olsson, E. and Thölnén, A.: *Phys. Rev. B*, 61, 12725-12727 (2000)
- 7) Kizuka, T., Umehara, S. and Fujiwara, S.: *Japn. J. Appl. Phys.*, Pt. 2, 40, L71-L74 (2001)

- 8) Minor, A.M., Morris Jr., J.W. and Stach, E.A.: *Appl. Phys. Lett.*, **79**, 1625–1627 (2001)
- 9) Matsunaga, K., Ii, S., Iwamoto, C., Yamamoto, T. and Ikuhara, Y.: *Nanotechnology*, **15**, S376–S381 (2004)
- 10) Iwatsuki, M., Murooka, K., Kitamura, S.-I., Takayanagi, K. and Harada, Y.: *J. Electron Microsc.*, **40**, 48–53 (1991)
- 11) Lutwyche, M.I. and Wada, Y.: *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 2807–2809 (1995)
- 12) Kizuka, T., Yamada, K., Deguchi, S., Naruse, M. and Tanaka, N.: *Phys. Rev. B*, **55**, R7398–R7401 (1997)
- 13) Wall, M.A. and Dahmen, U.: *Microsc. Res. Tech.*, **42**, 248–254 (1998)
- 14) Oshima, Y., Mouri, K., Hirayama, H. and Takayanagi, K.: *Surf. Sci.*, **531**, 209–216 (2003)
- 15) Svensson, K., Jompol, Y., Olin, H. and Olsson, E.: *Rev. Sci. Instr.*, **74**, 4945–4947 (2003)
- 16) 広瀬龍介：透過電子顕微鏡を用いたナノ構造体の伝導特性評価に関する研究（博士論文），北海道大学，札幌，2005
- 17) 有田正志，田尻隆幸，浜田弘一，宮城裕人：日本応用磁気学会誌，**29**，120–123 (2005)
- 18) Hirose, R., Arita, M., Hamada, K., Takahashi, Y. and Subagyo, A.: *Japn. J. Appl. Phys.*, **44**, L790–L792 (2005)
- 19) Takeguchi, M., Shinjo, M., Che, R. and Furuya, K.: *J. Mater. Sci.*, **41**, 2627–2630 (2006)
- 20) Murakami, Y., Kawamoto, N., Shindo, D., Ishikawa, I., Deguchi, S., Yamazaki, K., Inoue, M., Kondo, Y. and Suganuma, K.: *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 223103 (2006)
- 21) 岩渕修一：メゾスコピック系の物理，丸善，東京，1998
- 22) Takahashi, Y., Ono, Y., Fujiwara, A. and Inokawa, H.: *J. Phys.: Condens. Matter*, **14**, R995–R1033 (2002)
- 23) Arita, M., Hirose, R., Hamada, K. and Takahashi, Y.: *Mater. Sci. Eng. C*, **26**, 776–781 (2006)
- 24) Arita, M., Hirose, R., Hamada, K. and Takahashi, Y.: *Japn. J. Appl. Phys.*, **45**, 1946–1949 (2006)
- 25) Arita, M., Okubo, Y., Hamada, K. and Takahashi, Y.: *Superlattices and Microstructures*, doi:10.1016/j (2008)
- 26) Arita, M., Takei, R., Yoshida, M., Hamada, K., Okada, A., Mukasa, K. and Takahashi, H.: *Int. J. Jpn. Soc. Prec. Eng.*, **33**, 215–217 (1999)
- 27) Hirose, R., Arita, M., Hamada, K. and Okada, A.: *Mater. Sci. Eng. C*, **23**, 927–930 (2003)
- 28) Biegelsen, D.K., Ponce, F.A., Tramontana, J.C. and Koch, S.M.: *Appl. Phys. Lett.*, **50**, 696–698 (1987)
- 29) Musselman, I.H. and Russell, P.E.: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **8**, 3558–3562 (1990)
- 30) Vasile, M.J., Biddick, C. and Juggins, H.: *Appl. Phys. Lett.*, **64**, 575–576 (1994)
- 31) 吉岡忠則：黒田光太郎，坂 公恭（引用），まてりあ，**34**，769–774 (1995)
- 32) Simmons, J.G.: *J. Appl. Phys.*, **34**, 1793–1803 (1963)
- 33) Wulfhekel, W., Klaua, M., Ullmann, D., Zavaliche, F., Kirchner, J., Urban, R., Monchesky, T. and Heinrich, B.: *Appl. Phys. Lett.*, **78**, 509–511 (2001)
- 34) Gray, D.E. (Ed.): American Institute of Physics Handbook, 3rd ed., MacGraw-Hill, New York, 1972, Sect. 9c
- 35) Hosoya, H., Arita, M., Hamada K., Takahashi Y., Higashi K., Oda K. and Ueda, M.: *J. Phys. D*, **39**, 5103–5108 (2006)