

イオンをプローブとするナノ顕微計測の新展開

Frontier of Novel Microscopy Using Nanoscale Ion Probes

藤田 大介

Daisuke Fujita

(独)物質・材料研究機構 先端的共同技術部門

キーワード：電界イオン顕微鏡，ヘリウムイオン顕微鏡，飛行時間型二次イオン質量分析，走査型イオン伝導顕微鏡

光や電子線の回折現象を利用して物体の拡大像を得る光学顕微鏡や電子顕微鏡などの主要な顕微鏡法とは一線を画し、これまで高分解能顕微鏡法としては比較的未開拓であったイオンをプローブとする様々なナノスケールの新しい顕微鏡法が近年、次々と登場している。たとえば、W (111) 探針尖のタングステン三量体原子団とヘリウムガスをを用いたガス電界電離イオン源 (Gas Field Ion Source, GFIS) を搭載した高分解能イオン顕微鏡が2006年に市販された。また、最表面敏感な化学分析手法である飛行時間型二次イオン質量分析法 (Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry, TOF-SIMS) では、一次イオン源のナノプローブ化が進展し、無機系のみならず有機系の物質・材料にも有効な三次元顕微計測法として注目を集めている。このようなナノイオンプローブ顕微鏡群は従来の顕微鏡法にはない特長や機能を有しており、半導体ナノデバイスからナノバイオにいたるまで幅広い応用展開が期待される。

従来のイオンプローブを用いる顕微鏡法としては主に表面科学分野で発展した電界イオン顕微鏡 (Field Ion Microscope, FIM) が知られている。FIMはMüllerにより1951年に発明された先駆的な顕微鏡である¹⁾。ヘリウム、ネオンなどの結像ガス雰囲気において正の高電圧を印加された針状試料の先端表面では、原子スケールの凸部において電界が集中し、表面に近接した希ガス原子は即座にイオン化される (電界イオン化現象)。結像ガスイオンは高電界の電気力線に従って加速され、蛍光板上に試料表面の拡大像 (~100万倍) を投影する。対象は探針先端表面に限定されるが、FIMにより人類は初めて原子を実空間観察することに成功した。FIMの依拠する物理現象である電界イオン化は、近年、開発が進展している単一原子先端を用いた高輝度 GFIS の基本原理でもある²⁾。

本特集では、ナノスケールのイオンプローブを用いた新規顕微計測法の開発と応用を研究されている第一線の先生方に最近の研究を紹介していただいた。新たな装置開発や改良を加えて、これまでに観察が困難であった対象に挑戦し、重要な課題を解決している。

ヘリウムイオン顕微鏡 (HIM) を用いたナノデバイス材料の評価と加工については、我が国で HIM を最初に導入された産業技術総合研究所の小川先生が紹介されている。ヘリウム GFIS からの集束イオンビームを使って拡大像を得る顕微鏡であり、イオンの物質波の波長は電子より短いので、同じ加速電圧の電子顕微鏡より分解能が高く、サブナノメートルの空間分解能が達成されている。さらに、大きな焦点深度、明瞭な物質コントラストなどの利点を有する。高分解能性を利用してナノデバイスの測長 (Critical Dimension) 応用が検討されている。本解説では LSI 製造工程での low-k 膜、レジストパターン、Cu 配線などの高分解能観察や微細加工性を活かした W(CO)₆ ガス雰囲気でのタングステンナ

ノロッド成長技術、イオン照射誘起格子欠陥導入によるグラフェン伝導特性制御など、独自のナノデバイス応用に関して最新成果を紹介されている。

HIM のナノマテリアル評価技術の開発と共用化については、物質・材料研究機構の大西先生に紹介をお願いした。コーティングなしでも絶縁体観察が可能であるため、有機系や生物系試料への興味深い応用例が紹介された。また、その場試料加熱機構の試作による昇温時の高分解能観察、直接リソグラフィ加工も可能である。本装置は、NIMS 微細構造解析プラットフォーム共用装置として、国内外の研究支援に活用されている。

一方、走査型イオン伝導顕微鏡のバイオサイエンスへの応用に関して、新潟大学の中島先生と牛木先生に解説していただいた。走査型イオン伝導顕微鏡 (Scanning Ion Conductance Microscopy, SICM) は内部を電解質で満たしたマイクロガラスピペット電極を探針として、液中に留置した対照電極との間に生じたイオン電流を信号として用いている。このイオン電流は、マイクロガラスピペット電極の先端が試料に近接して遮蔽されることで減少するため、この現象を利用しながらマイクロガラスピペット電極を走査して、試料表面の立体形状を無接触で画像化することができる。SICM は柔らかい生物試料を液中で立体観察するツールとして期待されていることから、カラーゲン細線維の液中観察、化学固定した培養細胞と生きた細胞の形状変化観察などバイオサイエンスへの応用例を紹介された。

TOF-SIMS は、一次イオン照射量が 10^{12} ions/cm² 以下のスタティックな条件で固体表面に一次イオンを照射することによってスパッタされた二次イオン種を飛行時間型質量分析器によりスペクトル計測し、表面化学分析を行う手法である。TOF-SIMS による有機材料の三次元ナノスケールでの化学分析イメージングについて、アルバック・ファイ社の飯田先生に解説していただいた。TOF-SIMS はサブミクロン空間分解能で最表面の分子分布を観察可能な唯一の分析手法である。分子イオンイメージングの二次元から三次元への展開が期待されており、Ar ガスクラスタイオン銃の登場により、低侵襲性での分子イオンイメージングの三次元化が実現し、応用分野が有機ナノバイオ分野へ一気に拡大している。

最後に、ご多忙にもかかわらず、何れの先生方も独創的な研究成果を中心に最新成果を図解や写真等を工夫して理解しやすく解説していただき、新たなイオン顕微鏡法に関心のある研究者にとって誠に有益な特集となったことを深く感謝いたします。

文 献

- 1) Müller, E. and Bahadur, K.: *Phys. Rev.*, 102, 624–631 (1956)
- 2) Kuo, H.S., Hwang, I.S., Fu, T.Y., Lu, Y.H., Lin, C.Y. and Tsong, T.T.: *Appl. Phys. Lett.*, 92, 063106 (2008)