

高輝度ガス電界電離型イオン源のための
ナノ構造終端イオンエミッタの作製技術の開発



平成 21 年度

三重大学大学院 工学研究科

博士前期課程 電気電子工学専攻

電子材料工学研究室

小林 祐介

目次

第1章 序論	2
第2章 理論	4
2-1 電界イオン顕微鏡法	4
2-1-1 電界電離.....	4
2-1-2 電界イオン顕微鏡の原理	6
2-1-3 電界イオン顕微鏡の倍率	7
2-1-4 電界イオン顕微鏡の分解能	9
2-1-5 FIM 像からのエミッタ先端曲率半径の計算.....	11
2-1-6 電界蒸發現象	13
2-1-7 放出イオン電流.....	15
2-1-8 エミッタシャンクが放出イオン電流に与える影響.....	16
2-2 電界誘起酸素エッチング法.....	18
2-2-1 電界誘起酸素エッチングの原理	18
第3章 実験装置および実験手順	20
3-1 電界電離型イオンエミッタ評価装置(FIM).....	20
3-2 イオンエミッタの作製	23
3-3 電界誘起酸素エッチング法の手順	28
第4章 実験結果、及び考察.....	29
4-1 エミッタの清浄表面と電界誘起酸素エッチング領域.....	29
4-2 電界誘起酸素エッチング法による先端構造の経時変化	31
4-3 エミッタ先端の曲率半径とビーム開き角	35
4-4 エミッタ先端突起構造の原子配列	37
4-5 He イオン電流のガス圧力依存性	40
4-6 Ar イオン電流のガス圧力依存性.....	42
第5章 結論	46
参考文献	47
謝辞.....	48
付録.....	49

第1章 序論

集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)装置は、数 nm から数 100 nm に集束したイオンビームを試料表面で走査することにより、走査イオン顕微鏡法による表面観察、スパッタリングによる超微細加工、C, W, Pt などの成膜が可能であり、近年、半導体配線変更、マスクリペアー、透過型電子顕微鏡の試料作製など超微細加工装置としてナノテクノロジーを支える装置である。現在、一般的に用いられる FIB 装置は、イオン源として液体金属イオン源(Liquid Metal Ion Source: LMIS)¹⁾を搭載している。LMIS は、針状金属エミッタを低融点金属の Ga などで濡らし、これを加熱融解した状態で、正の強電界を印加するとテーラーコーンと呼ばれる頂角 98.6°の微小な円錐形の突起が形成され、その先端から液体金属が電界蒸発、若しくは電界電離することでイオンを放出するというものである。LMIS は、構造が簡単であり、また点光源、高輝度という特徴があり FIB のイオン源として用いられている。しかし、一方で、照射された Ga イオンの試料表面、及び内部への汚染が問題視されており、次世代 FIB として、試料汚染のない高輝度ガス電界電離型イオン源(Gas Field Ion Source: GFIS)¹⁾の搭載が求められている。

一般的に GFIS は、曲率半径が 5 nm~100 nm 程度に尖らされた金属のエミッタ先端部に、5~60 V/nm 程度の強電界が印加できるような構造になっている。GFIS は、イオン原料ガス中で強電界を印加することによりエミッタ先端でガス原子が電界電離され、エミッタに反発して放出させることでイオンビームを得ている。イオン原料ガスに希ガスを用いた GFIS は、試料汚染の問題がないが、FIB 装置の用途に応じてガス種を交換する必要がある。例えば、顕微鏡として用いるときは質量の小さい He、加工用には質量の大きい Ar を用いる。また一般的な GFIS のイオン放出特性は、ビームの開き角が 10~20°と非常に広角であり、またエミッタ先端 1 原子あたり 10^{-16} A と非常に放出イオン電流が小さいという問題点がある。そのため放出電流を増大させるために、エミッタ先端を原子レベルで形状制御する研究が盛んに行われてきた。

1981 年に Hanson らの研究によって、GFIS のビーム量を向上させるためには、一般的な針状エミッタ上に微小な突起構造を形成し、エミッタ先端の等電位面を変化させビームを集束させるレンズ効果を用いる必要があることが示された²⁾。突起構造の形成の研究に対して、Binh らは W<111>エミッタ先端に、高温・高電界印加による表面原子の移動を用いて先端にナノメートルオーダーの突起構造の形成を報告している³⁾。また Nagaoka らは W<111>エミッタ上に、常温で正電界を印加し、残留ガスを用いた Field-Enhanced Diffusion Growth (FDG)法により、突起構造の形成を報告した⁴⁾。また Tsong らは W<111>エミッタに Pt、Pd、

Ir などの貴金属を真空蒸着や電気化学メッキを用いて 1 原子層堆積し、真空中で加熱することによって先端が 1 原子で終端した三角錐状の突起構造の形成を報告した⁵⁻⁷⁾。そしてまた本研究室の Kishimoto らは、熱電界処理により先端が 3 原子で終端された三角錐形状の突起構造を作製し、そのエミッタの放出イオン特性を報告している⁸⁾。その中で印加電圧の増加に伴い三角錐の稜線部からのイオン放出が発生し先端部からのイオン放出を減少させていることを見出した。

次世代 FIB 装置のための GFIS として、この問題を解決するため本研究では、Mizuno らによって単原子電子源の作製技術として報告された電界誘起酸素エッチング法(O_2 エッチング)⁹⁻¹⁰⁾を用いて、回転対称形状に近い微細な突起構造をエミッタ先端に作製し、イオン原料ガスである He、Ar に対するイオンビームの放射角電流密度($dI/d\Omega$)を向上させることを目的とした。

本論文の構成は以下の通りである。第 2 章に理論として電界イオン顕微鏡法、 O_2 エッチング法について述べ、第 3 章ではエミッタ評価に用いた電界イオン顕微鏡、試料作製、実験手順を述べ、第 4 章ではエミッタ先端に微細な突起構造を作製し、そのエミッタからのイオン放出特性、及び、その突起の構造について調査した結果を述べ、第 5 章で本研究の結論を述べる。

第2章 理論

2-1 電界イオン顕微鏡法

本研究では、針状のエミッタ先端構造を原子分解能で観察し、また突起構造の形成を確認するため電界イオン顕微鏡法(Field Ion Microscopy : FIM)を用いた。このため本節では、まず FIM の理論について述べる。

2-1-1 電界電離¹¹⁾

電界電離の機構には、いくつかの説明がある。図 2.1 には、最も判りやすいものを挙げておいた。正の高電圧がかかっているエミッタ表面原子のうち、突出したものの外側には、最も強い電界が存在するので、結像ガスとして入れてある He 原子は、この突出原子上に分極した状態で吸着される。またこの突出原子の上約 4 Å の離れたところにはイオン化確率の最も高い領域があり、小円盤状をしているのでイオン化ディスクと呼ばれている。エミッタ先端に近づいてくる He 原子は常温に相当した運動エネルギーと、高電界による原子分極に起因する引力で生じた運動エネルギーとの和の運動エネルギーを持ってエミッタ表面に衝突する。衝突した He 原子は一旦はねかえるが、また強電界に引き付けられて衝突する。このようなホッピングと呼ばれるバウンドを何回も繰り返す。エミッタはあらかじめ 80 K 以下の低温に冷却されており、He 原子は衝突毎にそのエネルギーを失い、ホッピングの高さは次第に低くなる。エネルギーの失い方は温度差と適応係数に支配される。ホッピング高さは次第に低くなり、このイオン化ディスクに捕捉されると He 原子はすでに電界吸着している He 原子を通して金属側に電子を渡し自分は正イオンになり、正の高電圧の掛かっているエミッタに反発されてスクリーン方向に飛ばされる。これを電界電離という

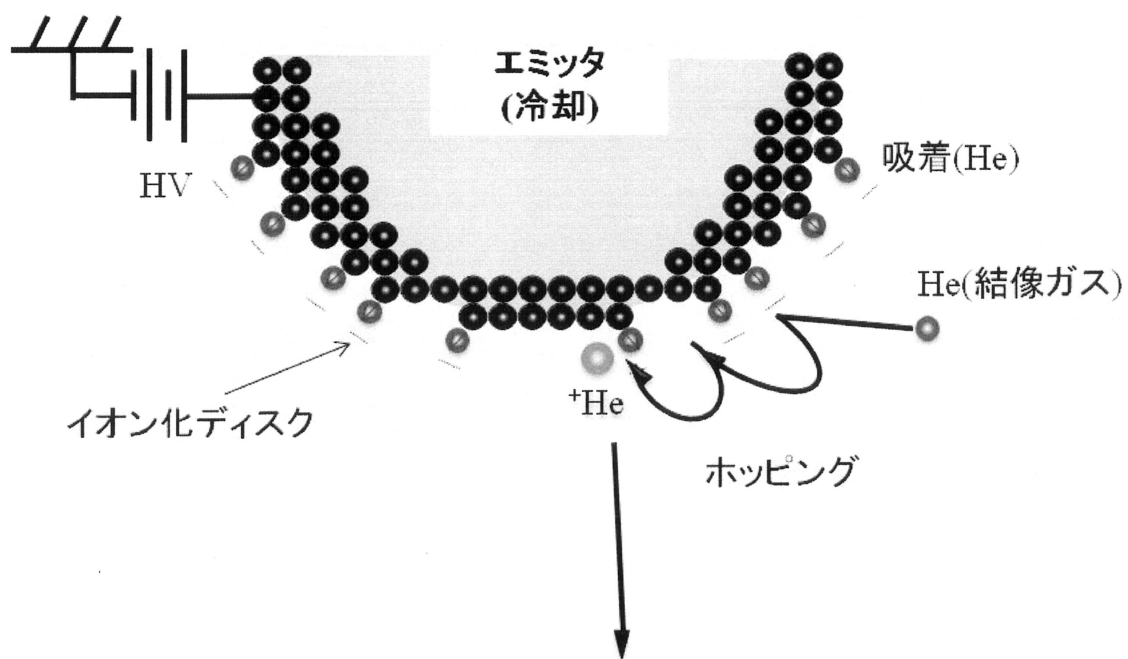


図 2.1 電界電離の機構

2-1-2 電界イオン顕微鏡の原理^{11,12)}

針状の金属エミッタの先端に外向きの強い電界を加えておくとき、そこに入射したガス分子は金属表面で電離して正イオンとなって再放出される。これを電界電離と呼んだ。この現象を利用してエミッタ先端の原子配列を直接蛍光板に投影する方法が FIM である。図 2.1 に、極低温に冷却され、正の高電界が印加された試料エミッタを示した。イオン化ディスクで電界電離し、正イオンとなってエミッタに反発して放出されたイオンは、対向電極である蛍光板に衝突して発光する。各イオン化ディスクは、エミッタ表面に吸着している各 He 原子上に存在しており、イオン化した He 原子は、直線的に対向にある蛍光板に到着するため、各表面原子に対応した原子像を得ることが可能である。

2-1-3 電界イオン顕微鏡の倍率

電界電離は、5~60 V/nm 程度の強電界が必要であり、金属平面においてその強電界を得るのは困難であるため、実際には、電解研磨等で先端を針状に先鋭化したワイヤーをエミッタとして用いることで表面の電界を増強している。先端曲率半径 r のエミッタに電圧 V を印加したときのエミッタ表面の電界は次式で与えられる。

$$F = \frac{V}{\beta r} \quad (2.1)$$

ここで、 V/r はエミッタ形状が球であるときの表面電界である。 β は形状因子 (geometrical factor) と呼ばれ、実際のエミッタに存在するシャンクのための補正因子であり、一般的なエミッタ先端で $\beta \div 5$ である。(2.2)式から、先端曲率半径が数 100 nm の針状エミッタに数 kV の電圧を印加することで電界電離に要する電界が得られることが判る。

ここで FIM の模式図を図 2.2 に示す。もしエミッタと蛍光板が同心球であれば、電気力線はエミッタから放射状に広がっていく。エミッタ表面から放出された直後のイオンの運動エネルギーは十分小さいので、イオンはその電気力線に沿って放射状に加速される。蛍光スクリーンにイオンが衝突すると、エミッタ表面の原子配列を反映した拡大像が得られる。図に示すようにエミッタ先端の中心から蛍光板までの距離を R とすると、この像の倍率は R/r となる。エミッタのシャンクは、先端の電界を減少させるだけでなく、電気力線をエミッタの軸方向に圧縮する。そのため倍率 η は次式で与えられる¹²⁾。

$$\eta = \frac{R}{\rho r} \quad (2.2)$$

ここで、 ρ は電気力線の圧縮因子 (compression factor) と呼ばれ、一般的なエミッタにおいては $\rho \div 1.5$ である。

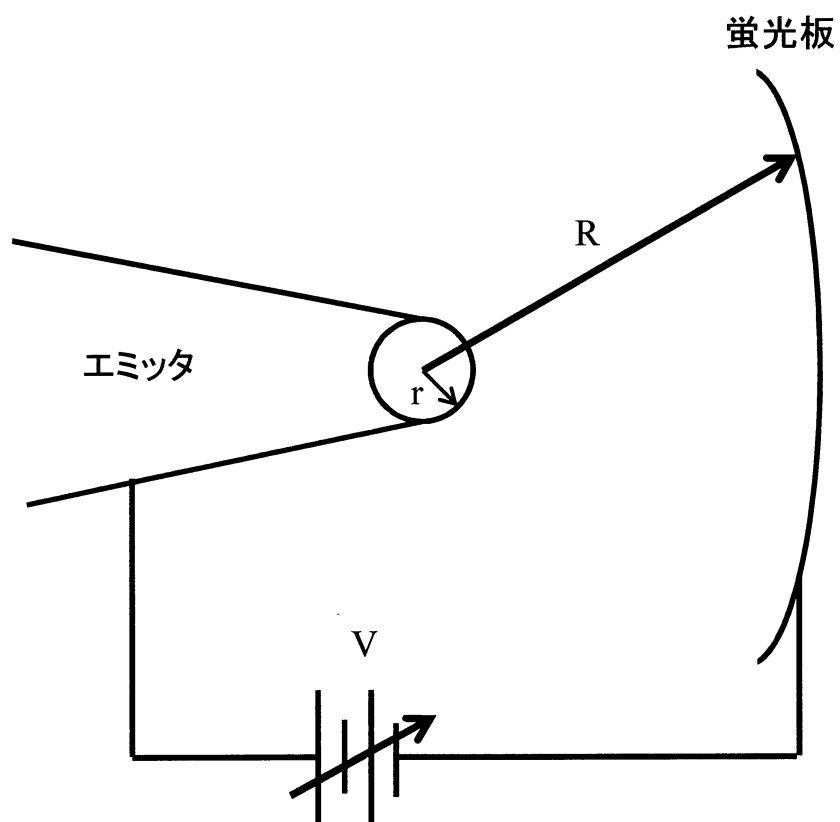


図 2.2 FIM のエミッタと蛍光板の模式図。

2-1-4 電界イオン顕微鏡の分解能

FIM の分解能は識別可能な隣接する原子間の距離で与えられる。図 2.3 に示すように試料エミッタ上の 1 点から出発したイオンが蛍光板で広がる範囲 Δy_s を試料表面上に換算した値、 $\Delta y_s/\eta$ を理論的に計算した結果を整理すると分解能 δ は次式で与えられる¹²⁾。

$$\delta = \delta_0 + \left\{ 4 \left(\frac{\rho^2 r \hbar^2}{10eMF} \right)^{\frac{1}{2}} + 16 \left(\frac{\rho^2 r kT}{5eF} \right)^{\frac{1}{2}} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2.3)$$

ここで \hbar はプランク定数、 M はイオンの質量、 k はボルツマン定数、 T は結像ガス温度、 δ_0 は結像ガスの原子半径によって決定される項である。

{ } 内の第 1 項はハイゼンベルグの不確定性原理による速度のばらつきによる項、第 2 項は電離直前の結像ガスの温度によって決まる熱運動に基づく項で、エミッタ温度まで十分下がっている場合は第 1 項に比べて無視できる。実験的に r およびエミッタ温度を変えて δ の変化を求めた実験値と式 2.3 によく一致する。ただ式中の δ_0 の値は電界によって多少変化し、しかも結晶面によっても異なる。このことは、FIM の結像機構に未解決な問題があることを示している。すなわち FIM の結像条件のもとではエミッタ表面に作用する電界によって表面原子及びエミッタに入射する結像ガスが共に分極し、双極子相互作用によって表面原子の上に結像ガスが吸着し、吸着ガスを介して電界電離が起こるという複雑な電離機構が考えられるためである。いずれにしても FIM の分解能は高く、例えば 60K で $r \doteq 500 \text{ \AA}$ の W(112)面の最近接原子間隔 2.74 \AA で接する 2 個の原子を分解することができる。また、FIM によって得られたイオン像における輝点が表面原子をそのまま投射したものであることは多くの実験事実によって裏付けられている。

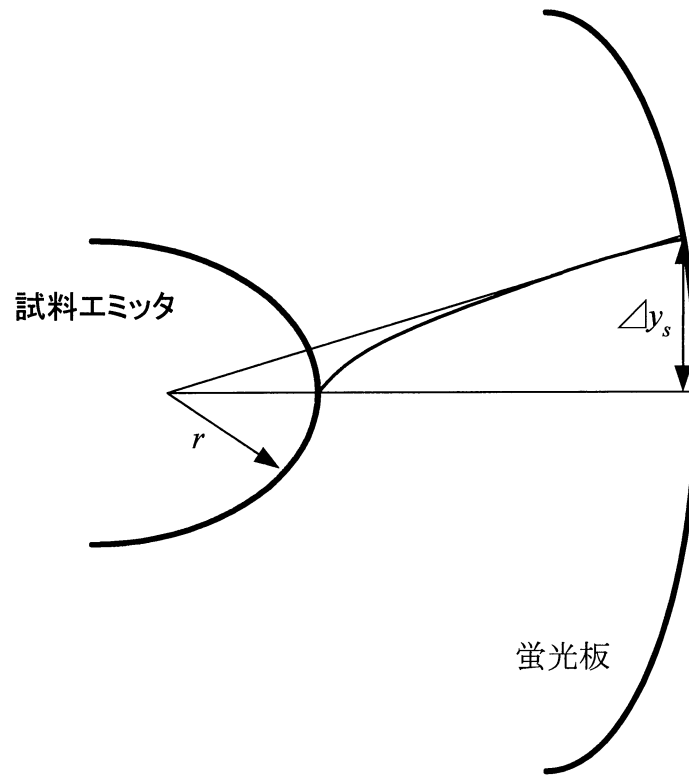


図 2.3 試料エミッタから放出されたイオンの軌道。

2-1-5 FIM 像からのエミッタ先端曲率半径の計算^{11,13)}

試料エミッタの先端は巨視的には半球面に近いと見做すため、各結晶面の原子配列を示す像が蛍光面に投射される。一例として $W<011>$ の各結晶面のステレオ投影図の面指数を図 2.4 に示す。

各結晶面のミラー指数はそれぞれの面を中心とする回転対称性および主要結晶面の間の角度の比較、各結晶面の原子配列等から決定される。なお立方晶系の各結晶面間の角度 γ は各々のミラー指数を $(h_1k_1l_1)$ および $(h_2k_2l_2)$ とすれば、

$$\cos \gamma = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)} \quad (2.4)$$

で与えられる。

FIM 像における主要結晶面 $(h_1k_1l_1)$ の周囲のステップ数はその周辺の結晶面 $(h_2k_2l_2)$ の中心まで数えられ、その値を n とすればエミッタ先端の曲率半径 r は図 2.5 から明らかに、

$$r = \frac{nS}{1 - \cos \gamma} \quad (2.5)$$

で与えられる。ここで S は、結晶面 $(h_1k_1l_1)$ のステップの高さである。例えばタングステンの場合、中心の結晶面 (011) 面から (112) 面の中心までのリングの数を n とすればエミッタの平均曲率半径 r は、

$$r = \frac{n}{1 - \cos 30^\circ} \cdot \frac{a}{2\sqrt{2}} \quad (a \text{ は格子定数}) \quad (2.6)$$

で与えられる。

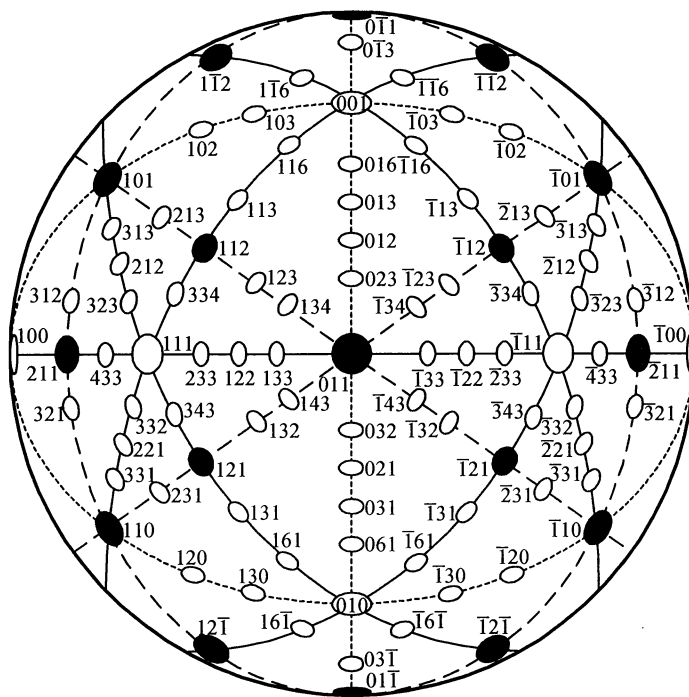


図 2.4 W<011>エミッタの各結晶面のステレオ投影図。

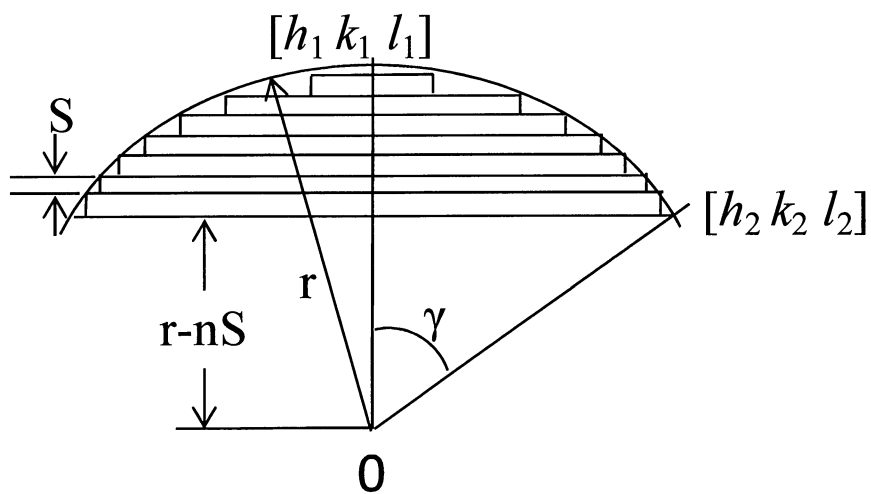


図 2.5 エミッタの曲率半径とステップの関係。

2-1-6 電界蒸発現象

電界が相当に高いと物質表面上の原子の電子が物質内部に移って電離し、そのまま正イオンとして空間中に飛び出す。飛び出したイオンが物質を構成していた原子であった場合、及び表面に吸着した異種原子であった場合、これらをそれぞれ電界蒸発、電界脱離¹²⁾と呼ぶ。

初期の電界蒸発の理論は、FIM が発明された際、鏡像ハンプモデルを用いての説明が試みられ、その後電荷交換モデルが提案されたが、いずれも定量的には実験事実とかなり食い違っていた。その後、多くの研究者によって修正されたが実験結果を十分説明できるに至っていない。

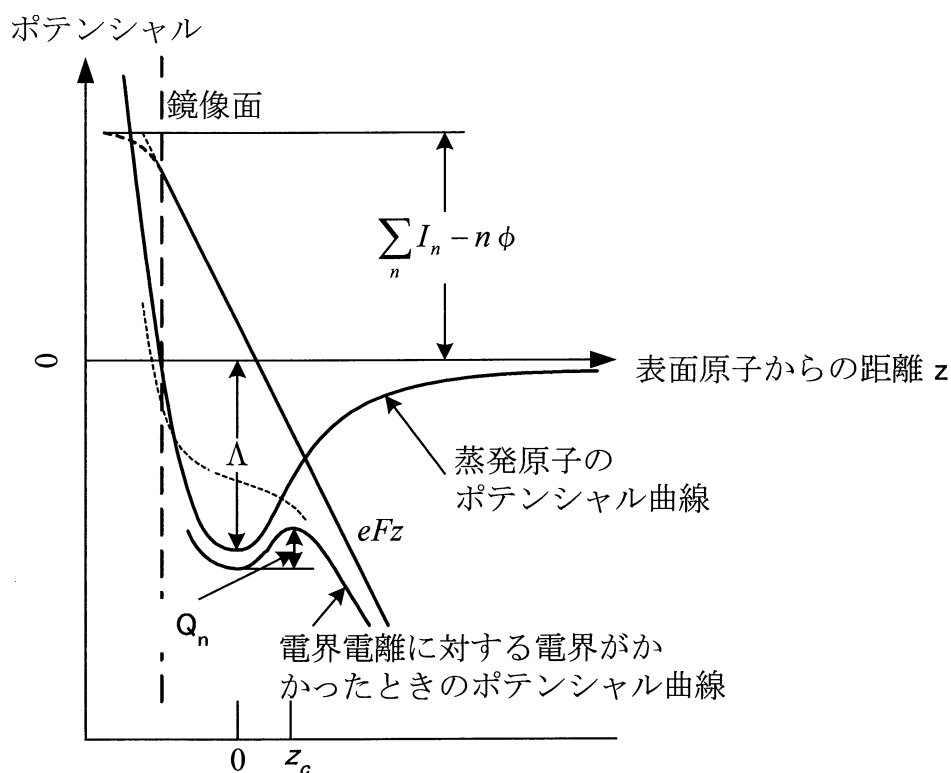


図 2.6 表面原子が電界蒸発する過程におけるポテンシャルエネルギー曲線 (鏡像ハンプモデルを用いた場合)。

物理的意味をつかむため理論の道筋と問題点を述べる。図 2.6 は電界 F が作用する表面近傍にある原子及びイオンのポテンシャルエネルギーを示す。電界強度 F が作用する表面から表面原子が n 価の陽イオンとなって蒸発または脱離するのに必要な活性化エネルギーは、

- (1) 固体表面における電界の侵入
- (2) 表面原子の分極
- (3) 表面から離れる原子の電離エネルギーの変化

等を見捨てる、

$$Q_n = Q_0 - \frac{n^2 e^2}{4z_c} - neFz_c \quad (2.7)$$

となる。ただし $Q_0 = \Lambda + \sum_n I_n - n\phi$ 、 n はイオンの荷数、 Λ は表面原子の結合エネルギー(表面サイトによって異なる)、 $\sum_n I_n$ は中性原子を n 価のイオンに電離

するためのエネルギー、 x_c はポテンシャル障壁の山までの距離で $z_c = (ne/4F)^{1/2}$ であるから、

$$Q_n = Q_0 - \sqrt{n^3 e^3 F} \quad (2.8)$$

となる。しかし一般に $z_c = 0.08 \sim 0.12 \text{ nm}$ 程度で、最近接原子間の距離の 1/2 より小さい場合は $z_c \sim r_a$ (表面原子の半径) として、電界蒸発のための電界強度は式 (2.7) の $Q_n = 0$ なる条件から、

$$F_n = \frac{Q_0 - 36n^2 r_a}{nr_a} \quad (2.9)$$

となる。ただしエネルギーは eV、 r_a は nm の単位で与えられる。種々の金属について式(2.9)から計算値¹³⁾が与えられている。しかし理論と実験とは定量的にもまだかなり食い違いが多い。また半導体のように電気抵抗の大きい物質では表面近傍に浸入する電界が無視できなくなるので更に考慮が必要となる。

2-1-7 放出イオン電流

エミッタ先端から電界電離によって放出されるイオン電流の大きさは、

- (1) 空間から入射するかまたはエミッタのシャンクから表面電界の作用を受けながら表面拡散によって結像ガスが供給される割合。
 - (2) 電界電離の際に起こる結像ガスからエミッタ表面への電子の遷移確率及び表面での滞在時間。
- 等によって決定される。

結像ガスの供給量 G は、経験的に、次式によって与えられる¹²⁾。

$$G = \frac{AP}{2k} \sqrt{\frac{\lambda}{M_g}} \frac{F}{T} \quad (2.10)$$

ここで、 A はイオン化領域の表面積、 P は結像ガス圧力、 F は電界強度、 λ 、 M_g は原子の分極率と質量、 k はボルツマン定数である。また Kishimoto ら⁸⁾や Sugiyama らは、エミッタのシャンク形状がイオン電流に与える影響について調査しており、これは次節で説明する¹⁴⁾。

また単位立体角あたりの放出イオン電流を示す放射角電流密度は、次式で与えられる。

$$\frac{dI}{d\Omega} = \frac{I_p}{\Psi} \quad (2.11)$$

ここで、 I_p はプローブホールを通過してきた放出イオン電流であり、 Ψ はプローブホールの立体角である。

2-1-8 エミッタシャンクが放出イオン電流に与える影響

本節ではエミッタのシャンク形状が放出イオン電流に与える影響について述べる。Kishimoto らは、図 2.7 が示すテーパー角 θ の異なるエミッタに対して、放出イオン電流は θ が小さいほど大きいことを報告している⁸⁾。また Sugiyama らはシミュレーションを用いてエミッタ先端近傍のガス捕獲領域の計算を行い、 θ の小さいエミッタほどガス捕獲領域¹⁴⁾が大きく、放出イオン電流も増加することを報告している¹⁵⁾。ガス捕獲領域の理論を以下に示す。

一般に、電界 F 中のガス分子は、分極ポテンシャルエネルギー U_{PPE} を持っており、次式で与えられる。

$$U_{PPE} = -\frac{1}{2}\alpha F^2 \quad (2.12)$$

ここで、 α は、ガス分子の分極率である。また温度 T でのガス分子は、熱平衡エネルギー U_{TEE} を持っており、1 自由度当たり次式で与えられる。

$$U_{TEE} = \frac{1}{2}kT \quad (2.13)$$

ガス捕獲領域は、次式

$$|U_{PPE}| > |U_{TEE}| \quad (2.14)$$

の条件を満たす領域である。一度この領域に入射したガス分子は、エミッタに引き寄せられこの領域から出ることはいない。捕獲されたガス分子は、ホッピングを繰り返し最終的にイオン化ディスクで電界電離し放出されるため、放出イオン電流は、ガス捕獲領域の大きさに大きく依存している。またエミッタ先端からシャンクにかけての電界の減衰はエミッタシャンクの形状に大きく依存しているため、エミッタシャンクの形状は放出イオン電流を決定する重要な要因である。

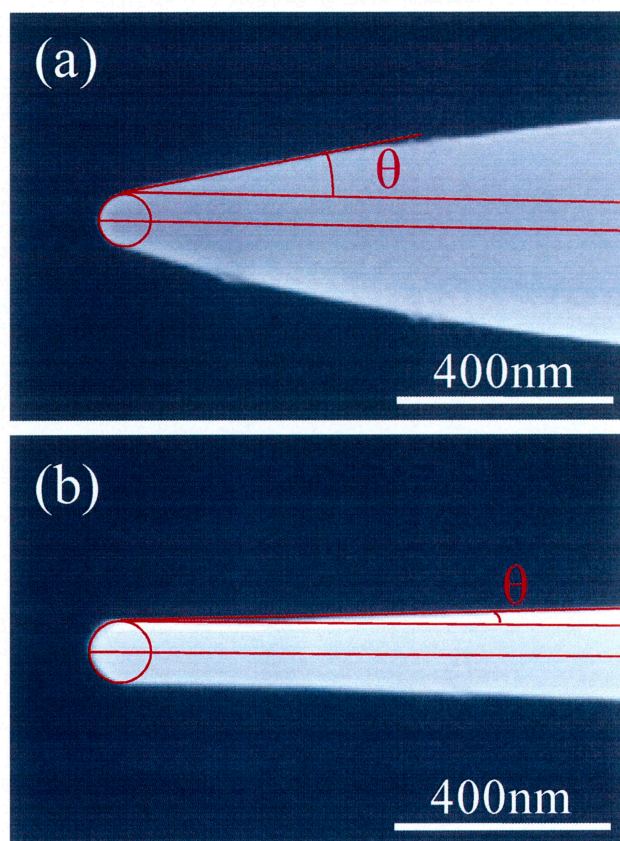


図 2.7 エミッタシャングのテーパ角 θ (a) $\theta=14.5^\circ$ 、(b) $\theta=1.5^\circ$ 。

2-2 電界誘起酸素エッチング法

2-2-1 電界誘起酸素エッチングの原理

電界誘起エッチング法は、Rezeq らによって FIM 像の観察中に N_2 を導入することによりエミッタ先端をさらに先鋭化し突起構造を形成する方法として 2006 年に報告された¹⁶⁾。また Mizuno らは、 N_2 ではなく、 O_2 を導入して、エミッタ先端を先鋭化した電子源を報告している⁹⁻¹⁰⁾。

ここでは、 O_2 エッチングの原理について図 2.8 のタングステンエミッタのモデルを用いて説明する。 O_2 エッチングは、He、 O_2 雰囲気チャンパー内で、エミッタを 80 K まで冷却し、印加電圧を+数 kV 印加した状態で行われる。この状態で、He と O_2 は、高電界により分極し、エミッタ先端に引き寄せられる。ここで表 2.1 に He と O_2 の電離電界を示す。He と O_2 の電離電界の違いから、He は、電離電界が高いため電界の強いエミッタ先端付近で電界電離する。一方 O_2 は、電離電界が低いため、先端表面付近までは近付けず途中で電界電離、もしくは、より電界の低いエミッタのシャンクに電界吸着する。電界吸着した O_2 は、図 2.8 に示すように下地のタングステン原子と反応しタングステン酸化物を形成する。エミッタ先端の周囲に形成したタングステン酸化物は、タングステンよりも蒸発電界が低いため強電界によりエミッタのシャンクから電界蒸発を始め、この電界蒸発に伴い印加電圧を制御することでエミッタ先端に先鋭な突起構造が形成される。 O_2 エッチング法によってエミッタ先端に形成された突起構造は、電界蒸発がシャンクで優先的に起こり結晶面依存性を持たないため回転対称形を示す。

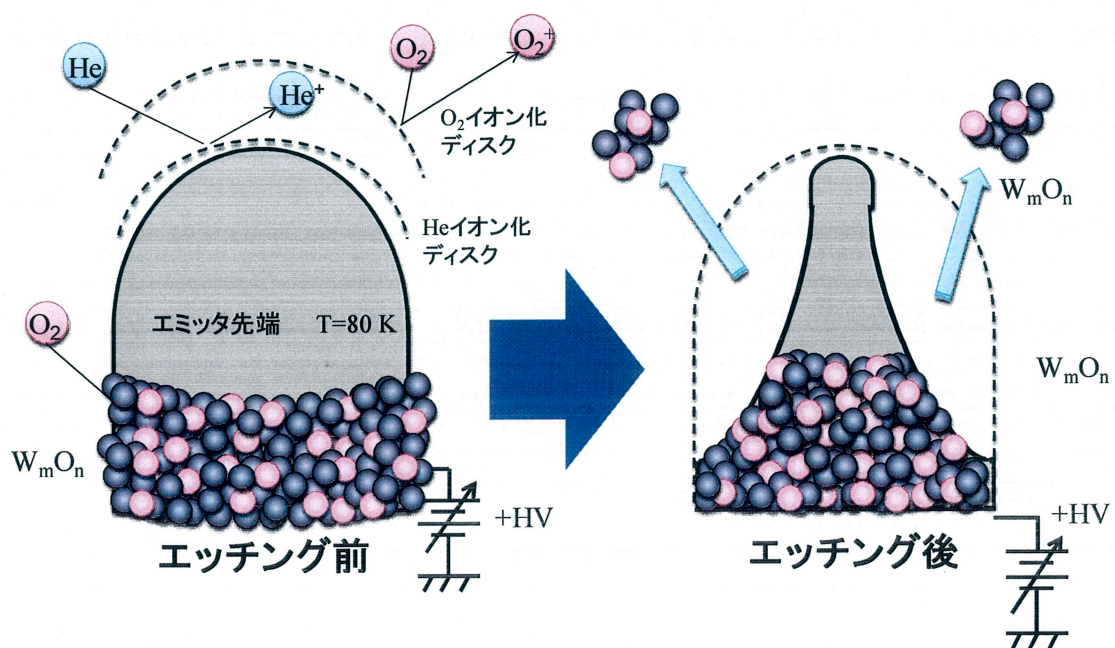


図 2.8 O_2 エッチングによる突起構造形成モデル。

表 2.1 He、 O_2 の電離電界。

	電離電界 [V/nm]
He	44.0
O_2	14.5

第3章 実験装置および実験手順

3-1 電界電離型イオンエミッタ評価装置(FIM)

本研究で用いた FIM 装置を図 3.1 に示す。FIM は、試料室と分析室で構成されており、どちらもターボ分子ポンプで真空排気されており、分析室は 1.0×10^{-8} Pa の超高真空に維持されている。残留ガス分子は、アネルバ社製の四重極質量分析計で測定されている。エミッタに正の高電界を印加するための高圧電源は、Brandenburg 社製であり、30 kV まで出力することができる。また通電加熱用電源を用いて、チャンバー内でエミッタを加熱することができるため、表面の不純物を取り除くことができる。エミッタは、He クライオスタットを用いることで 32 K まで冷却でき、エミッタ温度は、温度調節器で 32~300 K の範囲で調整することができる。温度測定のための熱電対は、エミッタを固定するステージ下部に取り付けられている。結像ガス及び O₂ エッチングに用いる He、Ar、O₂ は、バリアブルリークバルブを用いて少量ずつ分析室に導入することができる構造になっている。エミッタから 50 mm の間隔で対向した蛍光板付きのマイクロチャンネルプレート(MCP)は、浜松ホトニクス社製であり、FIM 像はこれを用いて微小なイオンの信号を増幅することで観察しており、蛍光板に投影された輝点を、観察窓を介してニコン社製の一眼レンズデジタルカメラで撮影される。図 3.2(a)は放出イオン電流の測定機構の概略図を示す。放出イオン電流は、放出されたイオンビームをエミッタに取り付けられている(θ, ϕ)可変ジンバルを用いて MCP 中央に空いた開口半角 30 mrad のプローブホールに入射させ、図 3.2(b)に示すように、MCP 後段にあるリトラクタブルなファラデーカップで検出し、ピコアンメーターで測定される。

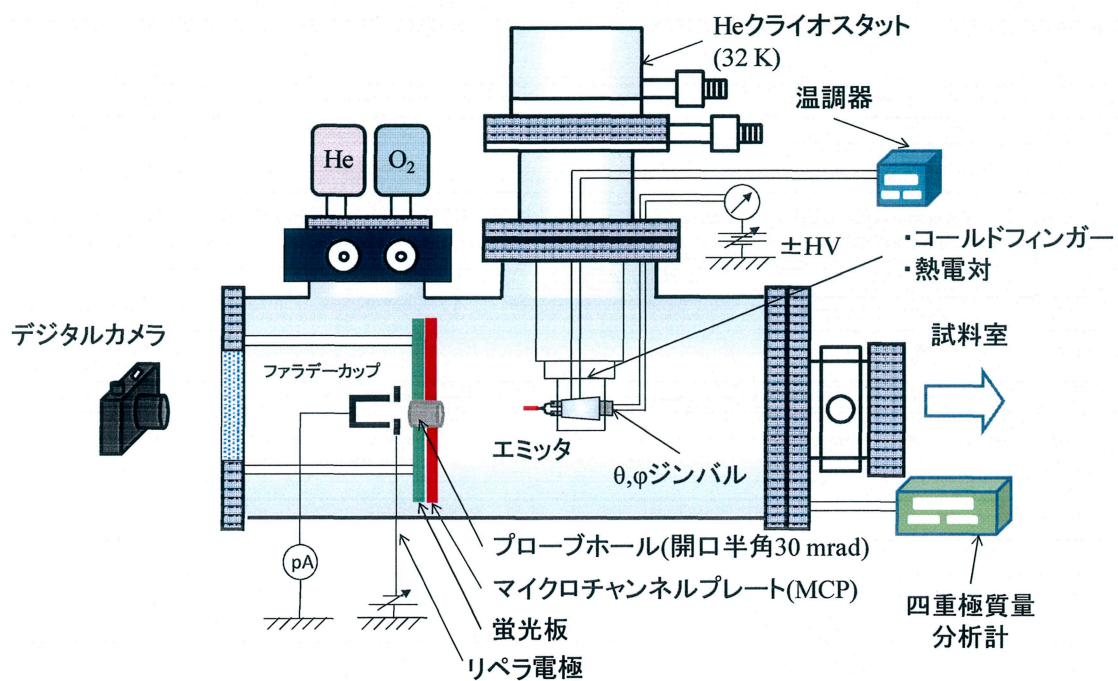
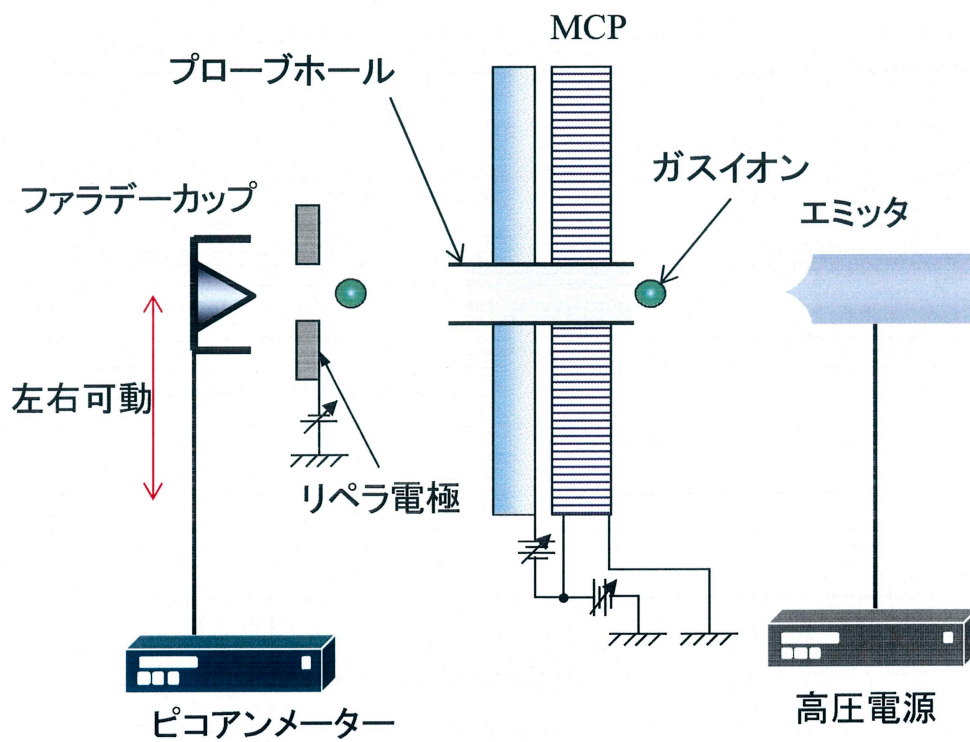


図 3.1 電界電離型イオンエミッタ評価装置(FIM)。

(a)



(b)

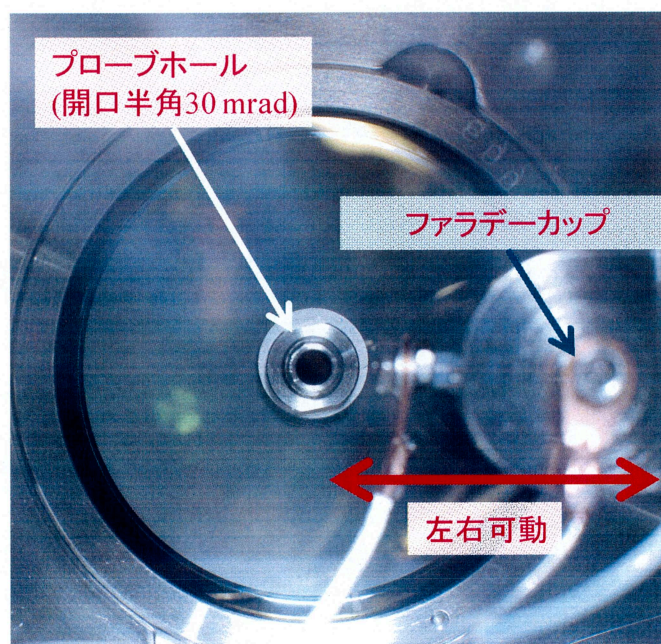


図 3.2 放出イオン電流の測定機構 (a)概略図、(b)MCP、ファラデーカップの写真。

3-2 イオンエミッタの作製

本研究では、FIM を用いて作製したエミッタの評価を行った。一般に FIM の試料は金属や半導体のような電導性のあるものに限られる。また、結像ガスがエミッタ表面で電界電離されるとき電界強度より低い電界強度で電界蒸発してしまう試料や、電界脱離してしまう吸着物の FIM 像は原理的に観察できない。また、結像ガスと試料表面が高電界下で電界誘起反応を起こすような系でも安定した FIM 像は得られない。ここで、いろいろな金属の蒸発電界及び結像気体の電離電界を表 3.1 と表 3.2 に記述する。エミッタ材料には、結像ガスを電離電界する際に電界蒸発しないような高い蒸発電界材料、また熱処理に耐えられる高融点材料のタングステンをを用いた。またイオン放出には、タングステン表面で希ガスを電界電離させる必要があり、電離には He の場合、約 $44 \text{ V/nm}^{11)}$ の高電界印加しなければいけない。このような高電界は平行平板では実現できないため、エミッタ先端を非常に細い針状にする必要がある。

まず始めに、固定用支持線として直径 0.15 mm の多結晶タングステンヘアピンフィラメントを用意する。その先端に直径 0.127 mm の単結晶 $W<111>$ 線を図 3.3 に示すように点溶接する。エミッタ先端に高電界を印加できる形状にするため、図 3.4 の概略図に示す装置と表 3.3 に示す条件で電解研磨¹⁶⁾を行う。手順は、研磨溶液として 5 規定の NaOH 溶液を用意して、単結晶 $W<111>$ 線の先端を 0.5 mm 液中に浸し、研磨電圧を印加し、電流が閾値電流になるまで電解研磨を行う。その後、蒸留水でエミッタに付着した NaOH を洗浄した。作製した典型的なエミッタの走査型電子顕微鏡(SEM)像を図 3.5 に示す。エミッタ先端の曲率半径は、SEM 像から約 50 nm と判り、FIM 像観察可能な電界を発生させることができる。

表 3.1 電界蒸発が起こる電界強度の実験値¹²⁾。

金属	蒸発電界[V/nm]
Be	34
Al	22
Si	30
Ti	25
Fe	35
Co	36
Ni	35
Cu	30
Zr	35
Nb	35
Mo	46
Ru	45
Rh	46
Ag	22
Ta	47
W	57
Re	48
Ir	53
Pt	48
Au	35

表 3.2 結像ガスの電離電界の理論値¹¹⁾。

結像ガス	電離電界[V/nm]
He	44.0
Ne	34.5
Ar	19.0
Kr	15.1
Xe	12.2
H ₂	18.8
H	14.5
N ₂	16.5
CO	15.2
O ₂	14.5
H ₂ O	12.2

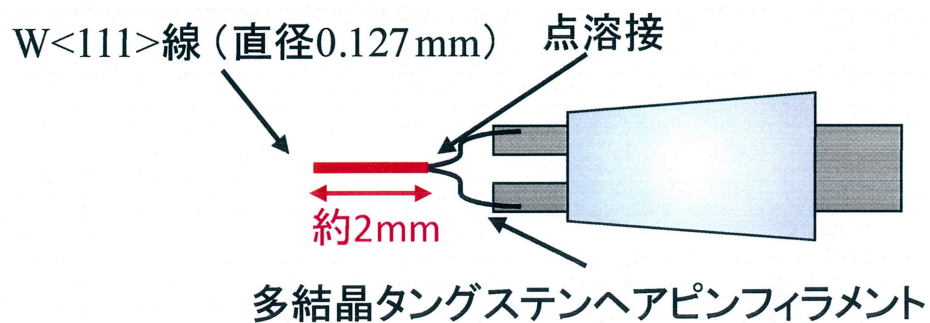


図 3.3 タングステンヘアピンフィラメントに点溶接させた W<111>線。

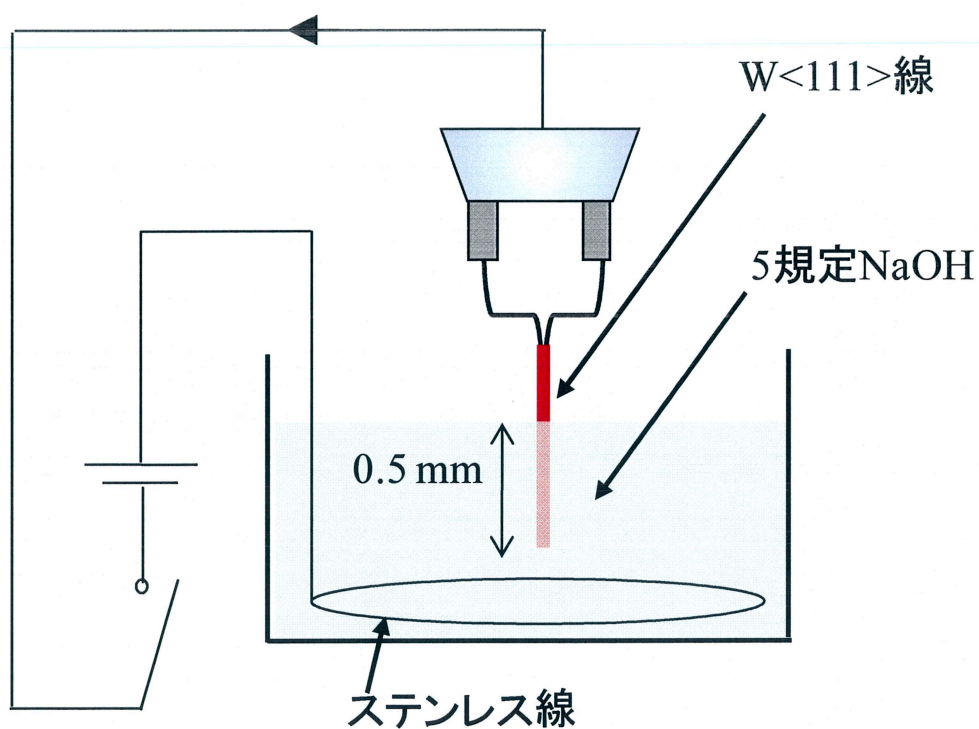


図 3.4 電解研磨の概略図。

表 3.3 電解研磨条件。

研磨溶液	5mol/l NaOH
液中深さ	0.5 mm
研磨電圧	DC 5.0 V
閾値電流	0.5 mA

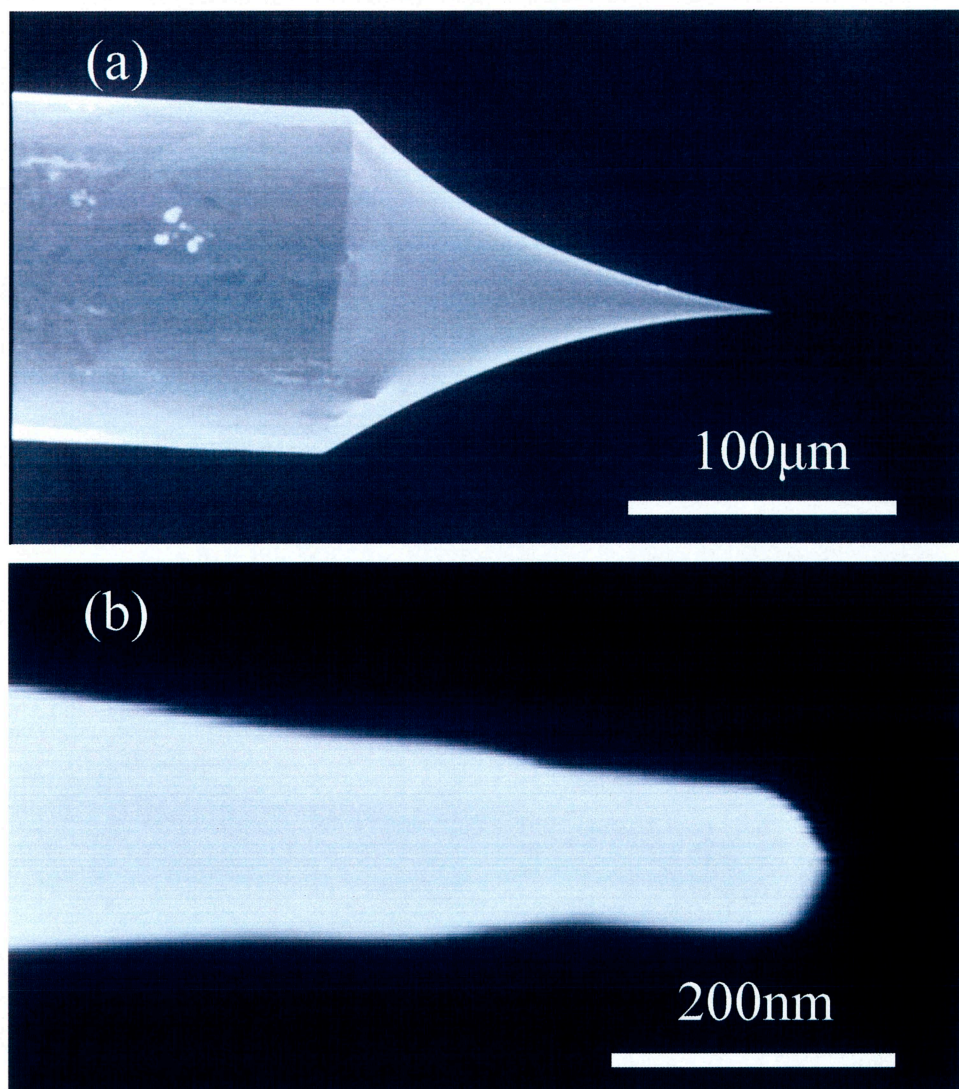


図 3.5 電解研磨されたエミッタの SEM 像 (a)低倍率、(b)高倍率。

3-3 電界誘起酸素エッチング法の手順

前節で述べた手順で作製したエミッタは、試料室内でタングステンヘアピンフィラメントに通電して約 1000 K、1 分間の加熱により表面清浄化を行った。このエミッタを 1.0×10^{-8} Pa まで真空排気された分析室に導入し、 O_2 エッチング法を用いて、エミッタ先端に突起構造を形成する。 O_2 エッチングの手順は、まずエミッタを 80 K まで冷却する。その後、FIM の結像ガスである He を 1.0×10^{-3} Pa 導入し、正の高電圧印加により FIM 像を観察しながらタングステンエミッタ先端の電界蒸発を行う。この状態から印加電圧を減少させ、エミッタ先端の電界が、FIM 像の最も明瞭に観察できる電界(Best Image Field; BIF)に調節することで、原子レベルの清浄な表面が観察できる。そしてこの He の BIF で、 O_2 を 6.0×10^{-4} Pa まで導入し O_2 エッチングが開始される。 O_2 エッチングにより徐々にエミッタ先端が先鋭化していく。その時先端の電界が高くなり先端が電界蒸発することを避けるため、印加電圧を調節することで先端の電界を常に BIF にしておく必要がある。また O_2 エッチングが進行するにつれ、エミッタ構造の変化する速度が増すが、 O_2 導入量を減少させることで速度を調節することができる。最終的にエミッタ先端に突起構造が作製できた時、 O_2 導入を止め O_2 エッチングを停止させる。

第4章 実験結果、及び考察

4-1 エミッタの清浄表面と電界誘起酸素エッチング領域

本節では、 O_2 エッチングを開始する前に行った電界蒸発でのエミッタ表面の清浄化、また O_2 エッチングを開始した直後のエミッタ構造について述べる。

図 4.1(a)は、 1.0×10^{-8} Pa の超高真空の分析室で、エミッタを 80 K に冷却、FIM の結像ガスとして He を 1.0×10^{-3} Pa 導入して電界蒸発を行った後、He の最良像電圧(BIV)条件の印加電圧 8.1 kV で得られたエミッタ先端の清浄表面を示す FIM 像である。この FIM 像で、個々の小さな輝点が、エミッタ先端表面のタングステン原子一つ一つに対応している。また、その輝点がいくつものリング模様を描いているのが判る。これらのリングは、タングステンの結晶面のステップを示している。この FIM 像から、リングが 3 回対称に並んでおり、タングステンは立方晶であることから中心が(111)面であることが判る。

図 4.1(b)に、 O_2 エッチングを開始した時の FIM 像を示す。図 4.1(b)は、図 4.1(a)の FIM 観察中に、 O_2 を 6.0×10^{-4} Pa 導入し、 θ, ϕ ジンバルを用いてエミッタを傾け図 4.1(a)で観察されたエミッタの左上シャンク部を投影した FIM 像である。青の点線で囲まれている部分が He で結像された像であり、赤の点線で囲まれている帯状の輝点は、 O_2 で結像された像である。これは、2-2-1 節の O_2 エッチングの原理で述べたように、He と O_2 の電離電界の違いのため、He は電界の強い先端付近で最も電界電離するのに対して、 O_2 は、先端よりも電界の低いエミッタのシャンク部で電界電離するため、 O_2 イオンが帯状に投影され、このような FIM 像が観察される。同時に、この O_2 で結像した領域付近では、 O_2 が電界吸着しタングステン酸化物が形成されており、この部分でタングステン酸化物の電界蒸発により、電界誘起酸素エッチングが進行していると考えられる。

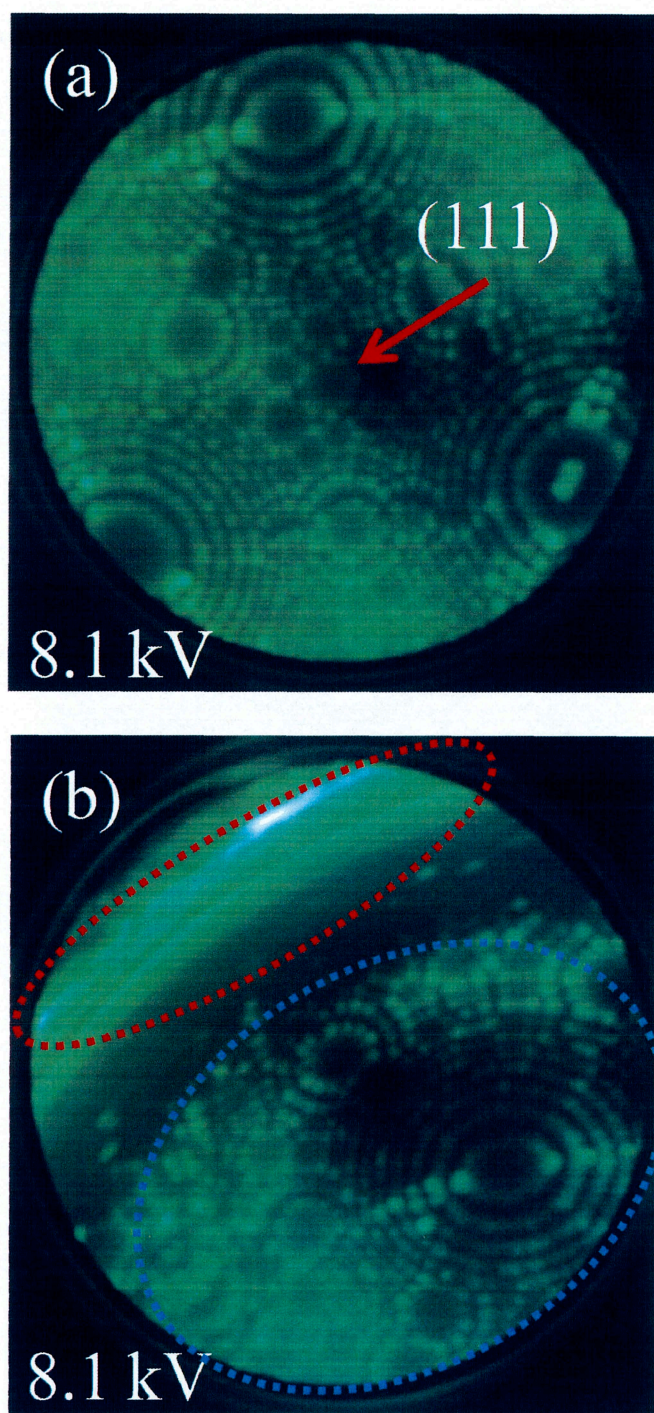


図 4.1 エミッタ先端の FIM 像 (a)エミッタの清浄表面、(b) O_2 導入後の清浄表面。赤の点線で囲まれた領域は O_2 によって結像した帯状の輝点を示す。

4-2 電界誘起酸素エッチング法による先端構造の経時変化

本節では、 O_2 エッチングによって変化していくエミッタ先端の構造を示す。 O_2 エッチングは、エミッタ温度を 80 K、He 分圧を 1.0×10^{-3} Pa の条件で、電界蒸発後、エミッタ先端電界が FIM の He の最良像電界(BIF)になるように設定し、 O_2 分圧が 6.0×10^{-4} Pa の条件で開始した。図 4.2(a)は、 O_2 導入直後、印加電圧 8.1kV で得られたタングステンエミッタ先端の FIM 像である。図 4.2(b)は、 O_2 エッチング開始から 9 時間後の FIM 像である。 O_2 エッチングの進行に伴いエミッタ先端が先鋭化されていくため、先端の電界強度が増加する。この電界強度の増加による先端原子の電界蒸発を避けるため、印加電圧は徐々に減少させた。図 4.2(c)は、 O_2 エッチング開始から 10 時間後の FIM 像であり、印加電圧が 5.1 kV にまで減少している。図 4.2(a)と比較することで、輝点サイズ及び輝点間隔の変化がよく判る。さらに、 O_2 エッチング開始から 11 時間後、印加電圧 4.0 kV で図 4.2(d)に示すエミッタ先端構造が得られた。ここでは、ビームの広がり角も徐々に狭くなっていることが判る。またこの時、 O_2 エッチングが進行し先端構造の変化の速度が速くなったため、 O_2 分圧を 3.5×10^{-4} Pa まで減少させた。図 4.2(e)は、印加電圧 3.5 kV で得られた FIM 像で、中心が 6 原子(hexamer)で終端された先端構造を示している。更に進行した図 4.2(f)は、中心が 3 原子(trimer)で終端された先端構造を示しており、この時 O_2 の供給を止めることで O_2 エッチングを停止させ、3 原子終端した先端構造を持つエミッタの作製を完了した。

また、図 4.3 は、別のエミッタを用いて O_2 エッチングを行った結果を示す。このエミッタでは、図 4.4 のエミッタのモデルが示すように、 O_2 エッチング前に行う、表面清浄化のための電界蒸発を出来る限り低電界で行うことで、エミッタ材料であるタングステン原子の電界蒸発を最小限に抑え、エミッタの先鋭さを保った状態で O_2 エッチングを開始した。図 4.3(a)は、 O_2 エッチング開始直後の FIM 像で、図 4.2(a)よりも低い 4.0 kV という印加電圧で結像していることが分かる。(2.6)式より、初期状態の曲率半径は前述のエミッタが 6.5 nm であるのに対し、このエミッタでは 3.0 nm であった。図 4.3(b)は開始から 40 分後、印加電圧 3.9 kV で得られた FIM 像である。先の O_2 エッチングに比べ構造が変化していく速度が非常に速くなっているのが判る。さらに図 4.3(c)-(f)に示すように O_2 エッチングが進行し、図 4.3(f)の状態で O_2 の供給を停止させ O_2 エッチングを停止させた。このエミッタで 3 原子終端に要した O_2 エッチング時間は 75 分であり、前述のエミッタの O_2 エッチング時間に比べ非常に速く 3 原子終端した先端構造を作製することができた。このことから、 O_2 エッチングにかかる時間は、元のエミッタの曲率半径に大きく関係することが判った。

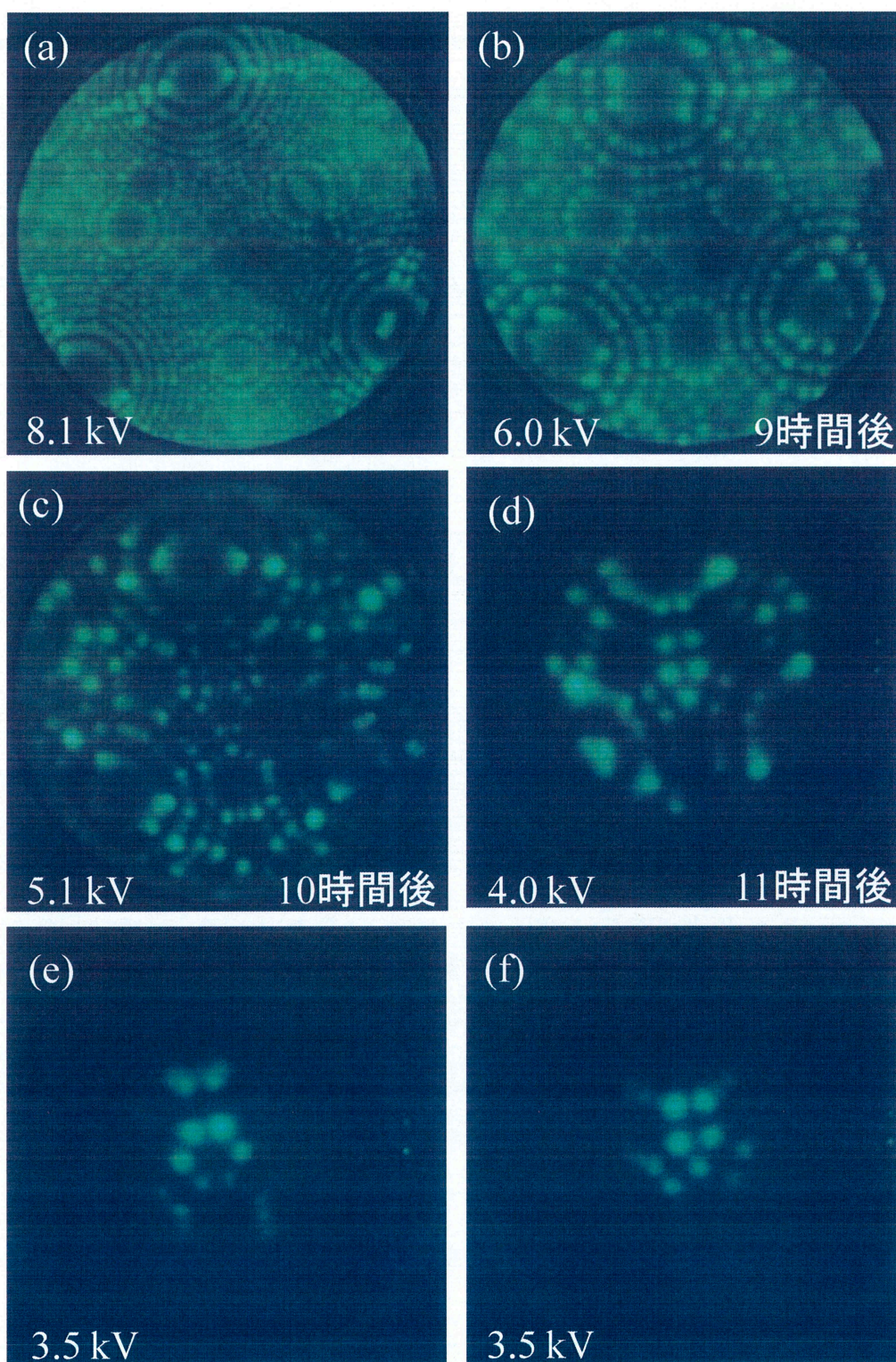


図 4.2 電界誘起酸素エッチングによる先端構造の経時変化 He 分圧 : 1.0×10^{-3} Pa、エミッタ温度 : 80 K, (a)-(c) O_2 分圧 : 6.0×10^{-4} Pa、(d) 3.5×10^{-4} Pa、(e) 8.0×10^{-5} Pa、(f) 3.5×10^{-5} Pa。

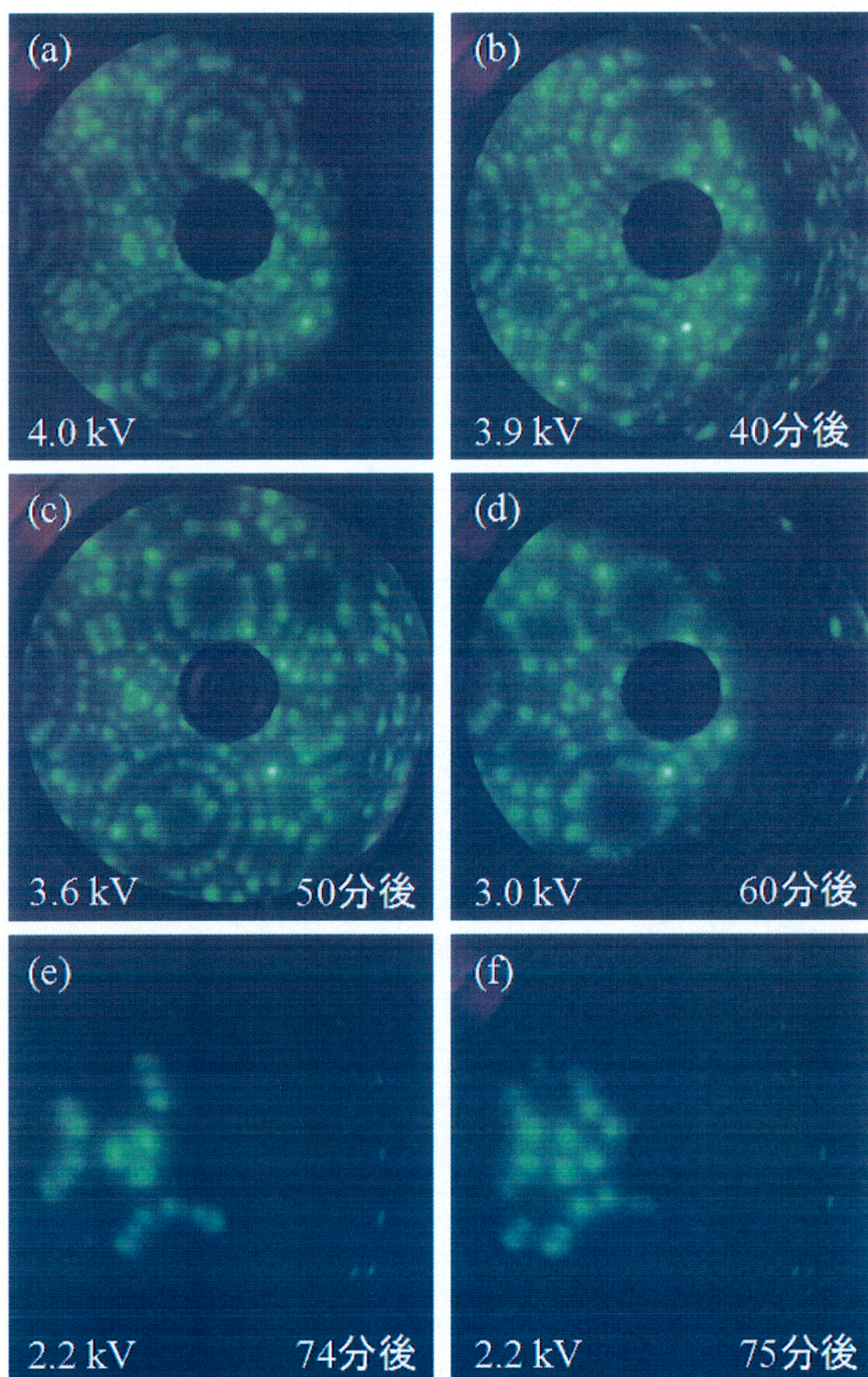


図 4.3 電界誘起酸素エッチングによる先端構造の経時変化 He 分圧 : 1.0×10^{-3} Pa、エミッタ温度 : 80 K, (a)-(e) O_2 分圧: 6.0×10^{-4} Pa、(f) O_2 供給なし。各図において、中央の黒の丸はプローブホールである。

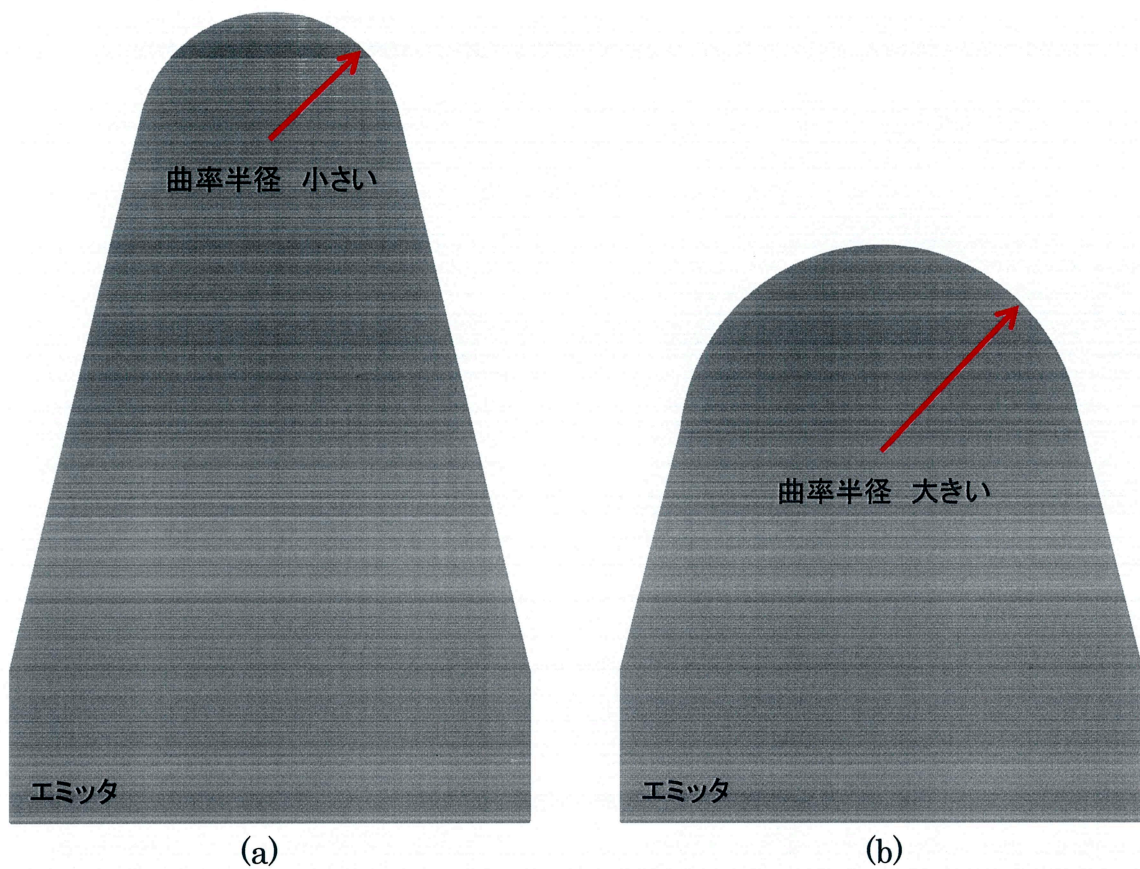


図 4.4 エミッタ先端のモデル (a)低電界で電界蒸発後のエミッタ、(b)高電界で電界蒸発後のエミッタ。

4-3 エミッタ先端の曲率半径とビーム開き角

本節では O_2 エッチング前後のエミッタ先端形状、及びイオン放出特性の違いについて述べる。

図 4.5(a)、(b)は、それぞれ、 O_2 エッチング前と後のエミッタ先端構造を示す FIM 像である。注目すべき点は、一つ一つの輝点のサイズ、輝点間隔が O_2 エッチングの進行に伴い大きくなっていることである。FIM の倍率は、2-1-3 節で述べたように、主にエミッタの曲率半径とエミッタ-スクリーン間の距離で決定される。本実験装置では、後者のエミッタ-スクリーン間の距離は 50 mm で一定であるため、エミッタ先端の曲率半径が、小さくなったということが判る。エミッタ先端の曲率半径は、FIM 像の(111)面から(110)面までのリング状に並んだ層の数を数えることで、式(2.5)を用いて計算することが出来る。図 4.5(a)、(b)の O_2 エッチング前後の FIM 像から、層の数は、それぞれ 13 層と 2 層であるため、曲率半径は、6.5 nm から 1.0 nm に減少したことが判る。

また、 O_2 エッチングによって 3 原子終端微された先端構造から放出されるイオンビームは、 O_2 エッチング前に比べ細く集束しており、エミッタ先端の trimer から放出されたビームの開き角は 2.7° であり、FIB 装置に搭載の際には、ビームを細く絞るために有利な平行なビームが得られた。

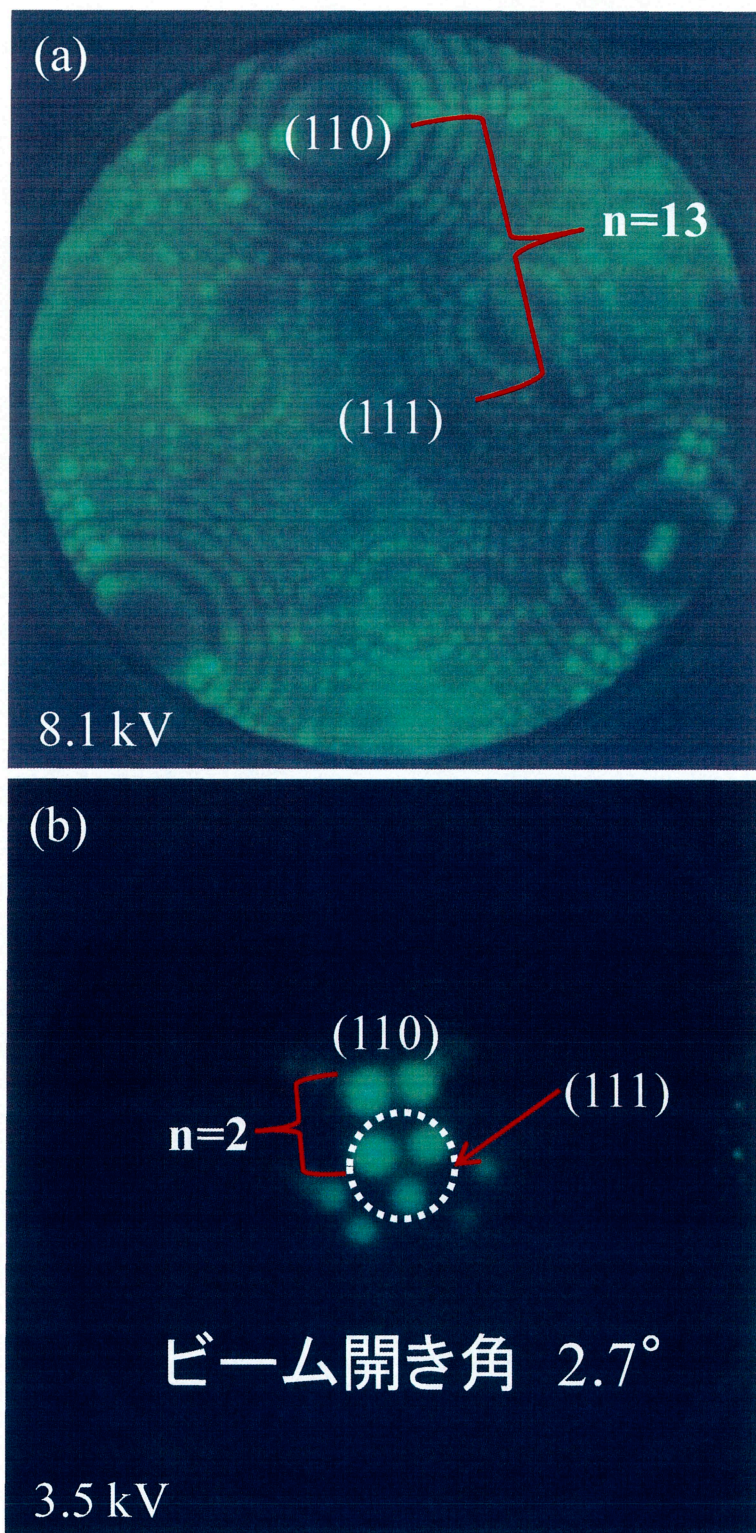


図 4.5 電界誘起酸素エッチング前後の先端構造の比較
 (a)曲率半径：6.5 nm、(b)曲率半径：1.0nm。

4-4 エミッタ先端突起構造の原子配列

本節では O_2 エッチングを行ったエミッタの先端を電界蒸発により数原子層ごとに剥がしていき、先端構造内部の原子配列の観察を行った結果について述べる。

図 4.6(a)は、He 分圧 2.5×10^{-3} Pa、エミッタ温度 80 K、印加電圧 2.4 kV で得られた O_2 エッチング後のエミッタ先端の FIM 像である。この構造は先端が hexamer で終端していることが判る。図 4.6(b)は、この状態から印加電圧を増加させ、先端数原子層を電界蒸発した瞬間に再び印加電圧を 2.5 kV に戻した時に得られた FIM 像である。この時の構造は、逆三角形の形状を持つ trimer が観察された。さらに数原子層電界蒸発させると図 4.6(c)に示すように再び hexamer が現れ、さらに数層原子電界蒸発させると図 4.6(d)に示すように、図 4.6(b)とは上下逆の trimer が現れた。その後も電界蒸発を繰り返すと hexamer と上・下 trimer で終端した 3 種類のエミッタの先端構造が繰り返し現れた。この繰り返し構造は、図 4.7 に示すタングステンの結晶構造である体心立方格子の $\langle 111 \rangle$ の模式図から理解することができる。W(111)の平面は、3 原子層を 1 周期とする、繰り返し構造となっている。図 4.7(a)は、緑の 6 原子が最表面で hexamer 構造を作る面を示している。これから 1 原子層剥がすと図 4.7(b)の逆三角形の trimer が出現し、さらにその下層には、図 4.7(c)が示す trimer が出現し、さらにその下層で再び hexamer が出現する構造になっている。また、このことから電界蒸発を用いて hexamer、上・下 trimer の 3 種類で終端したエミッタを原子レベルで制御し作製することが可能であることが判った。

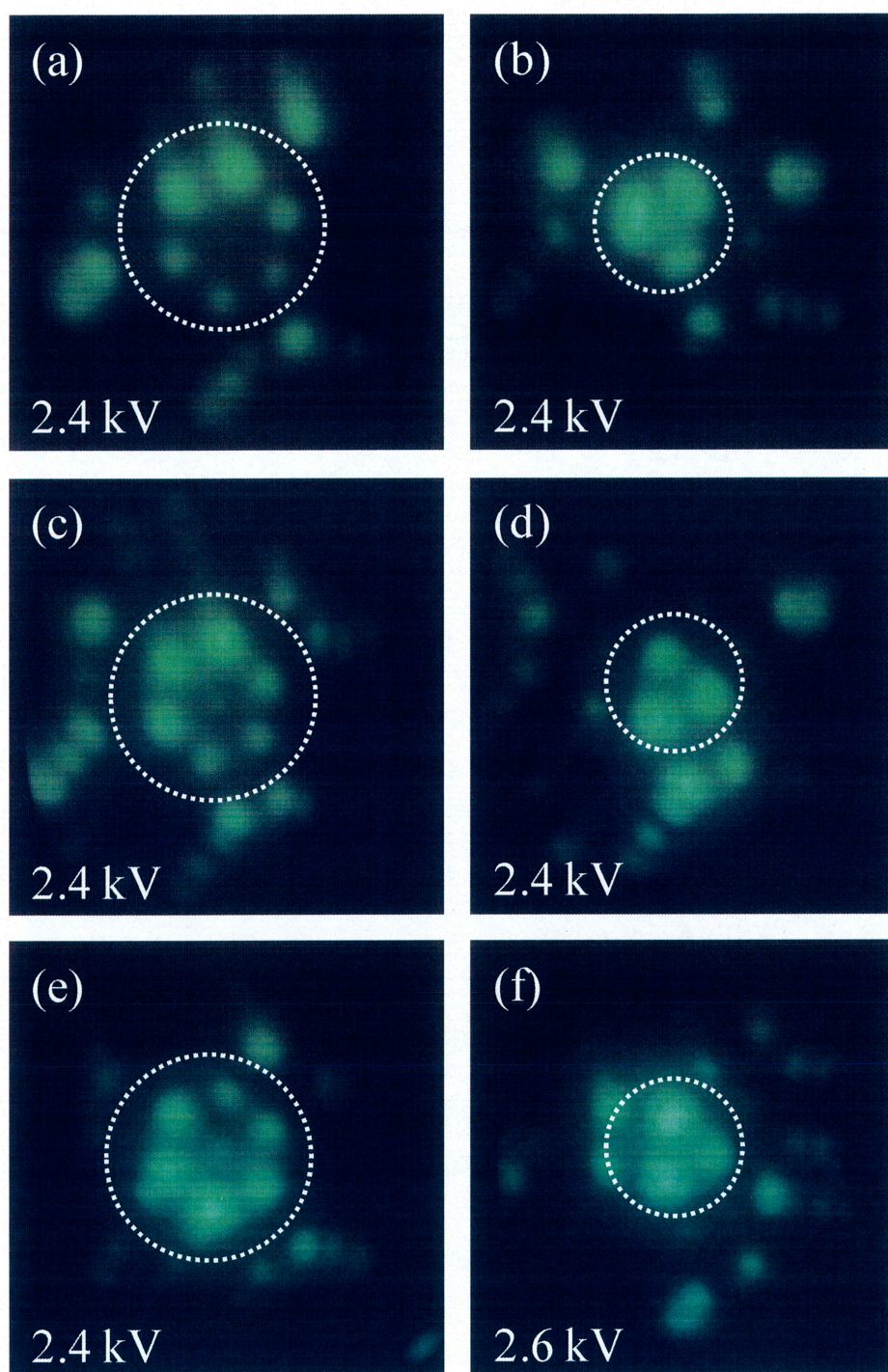


図 4.6 エミッタ先端の原子配列 (a)1 層目、(b)2 層目以下、(c) 3 層目以下、(d) 4 層目以下、(e) 5 層目以下、(f) 6 層目以下。

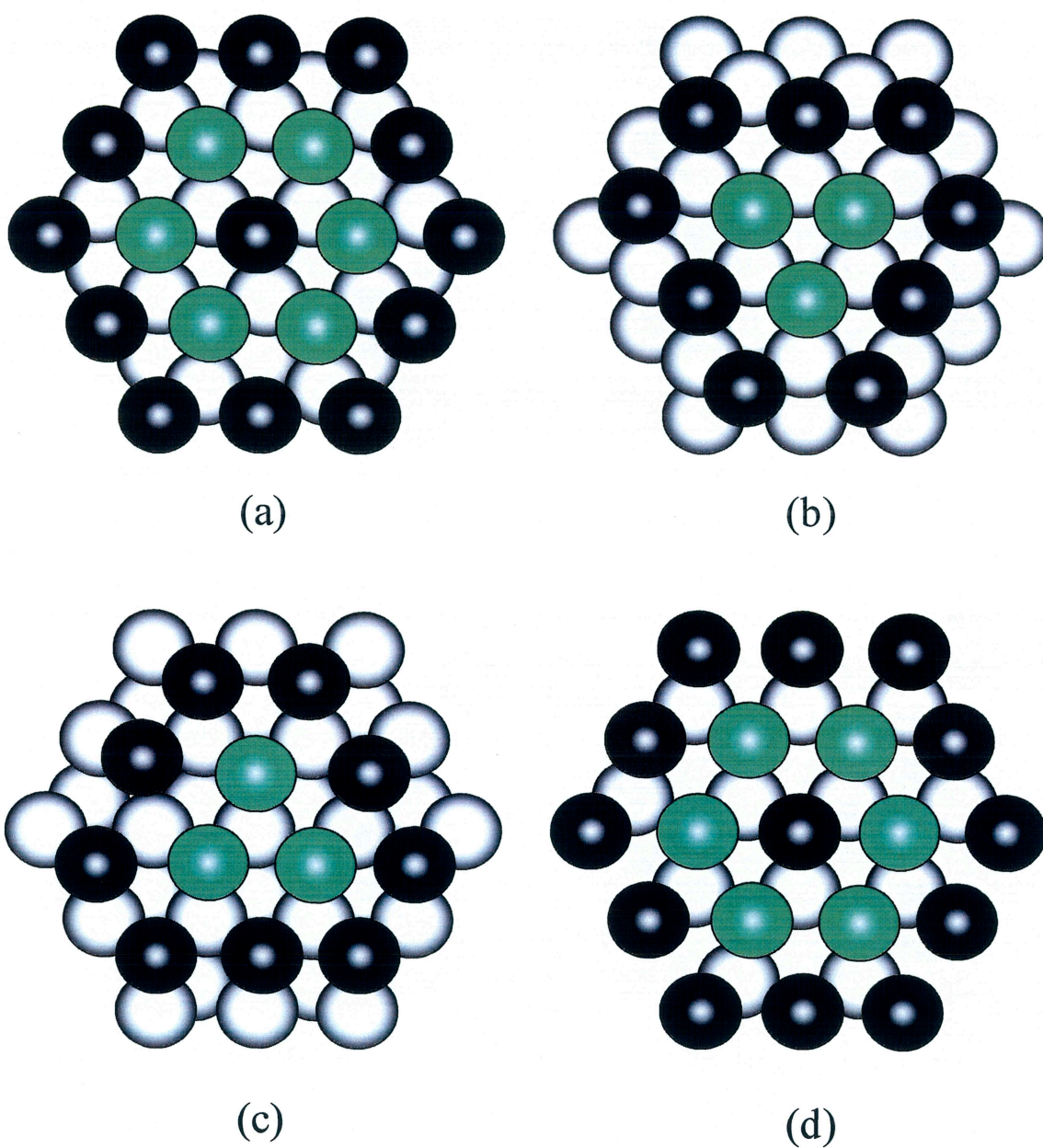


図 4.7 W(111)の原子配列を示すボールモデル 緑と黒は最表面であり、白は下の層を示す。

4-5 He イオン電流のガス圧力依存性

本節では、 O_2 エッチングにより作製された 3 原子終端エミッタを用い、He イオン電流のガス圧力特性について述べる。

図 4.8(a)は、 O_2 エッチングによって先端の突起構造が trimer で終端したエミッタの FIM 像である。図 4.8(b)は、He 圧力に対するエミッタからの He イオン電流をプロットしたものである。測定条件は、BIF が得られた印加電圧 5.0 kV、エミッタ温度は 32 K に固定されている。He 圧力の増加に伴い、He イオン電流が比例して増加しており、He 分圧が 4.2×10^{-2} Pa の時、得られた He イオン電流は 7.4 pA であり、対応する放射角電流密度は 2.5 nA/sr であった。従来の GFIS は FIM 観察を目的としたエミッタを使用しており、表面原子 1 個当たり毎秒約 1000 個のイオンを放出している。これを放出イオン電流に換算すると約 10^{-16} A であり、得られた He イオン電流は、従来の GFIS の先端 3 原子から得られる放出イオン電流よりも約 4 桁向上していることを示す。また得られた He イオン電流は Kishimoto らの報告したリモルディングによって先端に突起構造を形成したエミッタからの放出イオン電流とほぼ同じ値であった。

さらに He イオン電流を増加させるためには、曲率半径に伴うガス捕獲領域の範囲を考慮しなければならない。即ち我々の結果から、 O_2 エッチングで 3 原子終端されたエミッタ先端の曲率半径は元のエミッタの約 1/6 から 1/3 である。エミッタ先端の電界が BIF に保たれているとすると、曲率半径の小さいエミッタはエミッタ先端からシャンクに沿っての電界強度の減衰が速く、ガス捕獲領域が小さいと考えられる。 O_2 エッチングしたエミッタの印加電圧を上昇させることは、先鋭化したエミッタ先端が電界蒸発してしまうため不可能であるため、 O_2 エッチングの条件を改良してエミッタシャンク形状を最適化することによって電界強度の減衰を緩やかにし更にガス捕獲領域を増加させることで、より大きな放出イオン電流を得ることが期待できる。

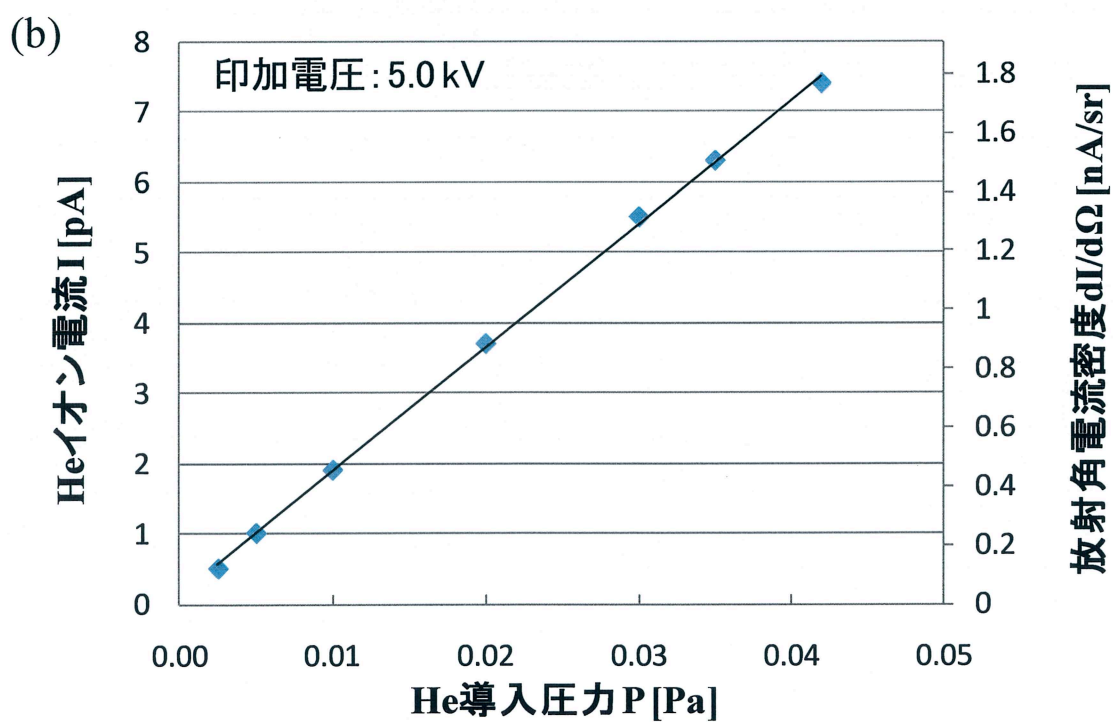
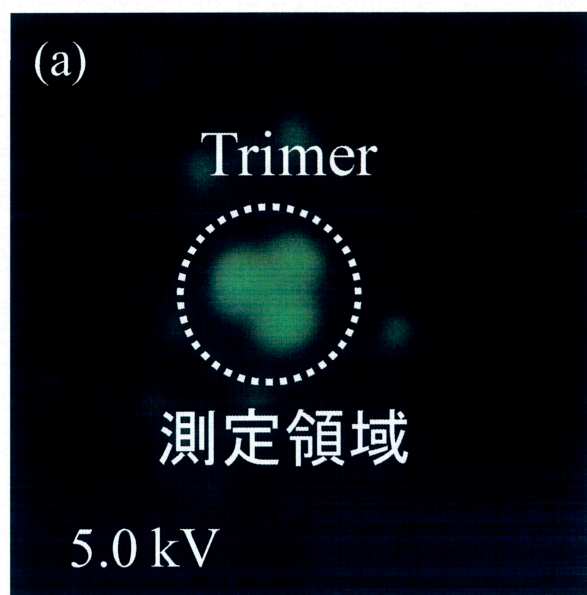


図 4.8 He イオン電流依存性 (a) 測定に使用した 3 原子終端したエミッタの FIM 像、(b) He 圧力に対する He イオン電流特性(左縦軸)および放射角電流密度 $dI/d\Omega$ (右縦軸)。

4-6 Ar イオン電流のガス圧力依存性

本節では、Ar イオンの放出特性測定についての実験結果を述べる。図 4.9(a)に、O₂ エッチングによる 3 原子終端エミッタの FIM 像を示す。撮影条件は、He 分圧 2.5×10^{-3} Pa、印加電圧 4.2 kV、エミッタ温度は Ar の三重点が約 83 K であることから、110 K に設定した。エミッタ先端の原子構造が trimer で終端していることを確認した後、印加電圧を固定したまま He の供給を止め、Ar 分圧を 2.5×10^{-3} Pa に設定した時に図 4.9(b)の FIM 像が得られた。この FIM 像は、O₂ エッチングの際の O₂ がリング状に結像したのと同様に Ar は先端ではなく、エミッタシャンクで電界電離していることが判る。これは、先端の電界強度が強すぎるため Ar が近づけず、より電界強度の低いエミッタシャンクで電界電離したためである。図 4.9(c)は、図 4.9(b)から印加電圧を 2.2 kV に減少させることで、エミッタ先端で Ar を電界電離させた時に得られた FIM 像である。図 4.9(a)と図 4.9(c)のエミッタ先端構造を比較すると先端の trimer の向きが変化していることが判る。この原因としては次のことが考えられる。まず表 3.1 に示した He、Ar、O₂ の電離電界の実験値から、Ar と O₂ の電離電界が非常に近いということが分かる。これは Ar をエミッタ先端で電界電離させるために印加電圧を減少させたときに装置内に残留していた O₂ も同時にエミッタ先端に引き寄せられることを示唆している。その結果として、再び O₂ エッチングされ、先端構造が変形したものと考えられる。O₂ エッチング後の先端構造は非常に微細な構造であるため、微量の残留 O₂ 分子でも先端構造に損傷を与えるので、酸素を十分に排気することが必要である。この対策として、O₂ エッチング後エミッタ温度を 150 K まで昇温し、エミッタ付近に吸着した O₂ 分子を脱離させて、排気することで O₂ がエミッタ先端に与える影響を防いだ。

図 4.10(a)は、Ar 分圧を 2.5×10^{-3} Pa、エミッタ温度 90 K、印加電圧 2.2 kV で得られた 3 原子終端したエミッタの FIM 像である。この trimer からのビーム開き角は 2.3° であり、とても集束したビームが得られた。また図 4.10(b)はこのエミッタから得られた Ar 圧力に対する Ar イオン電流をエミッタ温度 50 K、60 K、70 K、90 K でそれぞれ プロットしたものである。すべてのエミッタ温度で Ar 圧力に比例して増加し、エミッタ温度 50 K、Ar 分圧が 0.039 Pa の時、Ar イオン電流は 3.0 pA であり、 $dI/d\Omega$ は 0.71 nA/sr であった。

またエミッタ温度が 83 K より下がるにつれ Ar イオン放出電流が増加していく傾向がみられた。これは真のエミッタ温度と測定点との温度の差が原因と考えられる。一般に、ガス分子は三重点を下回ると凝結し放出イオン電流を減少させる。また超高真空内での放電の原因となる。本実験では、測定温度 50 K で放電は起こらなかった。これは、真のエミッタ温度が三重点の 83 K より高い

温度であったことが考えられる。さらに放出イオン電流を向上させるためには、**He** の際と同様、エミッタシャンク形状、またエミッタ温度、イオン原料ガス温度を最適化することが必要である。

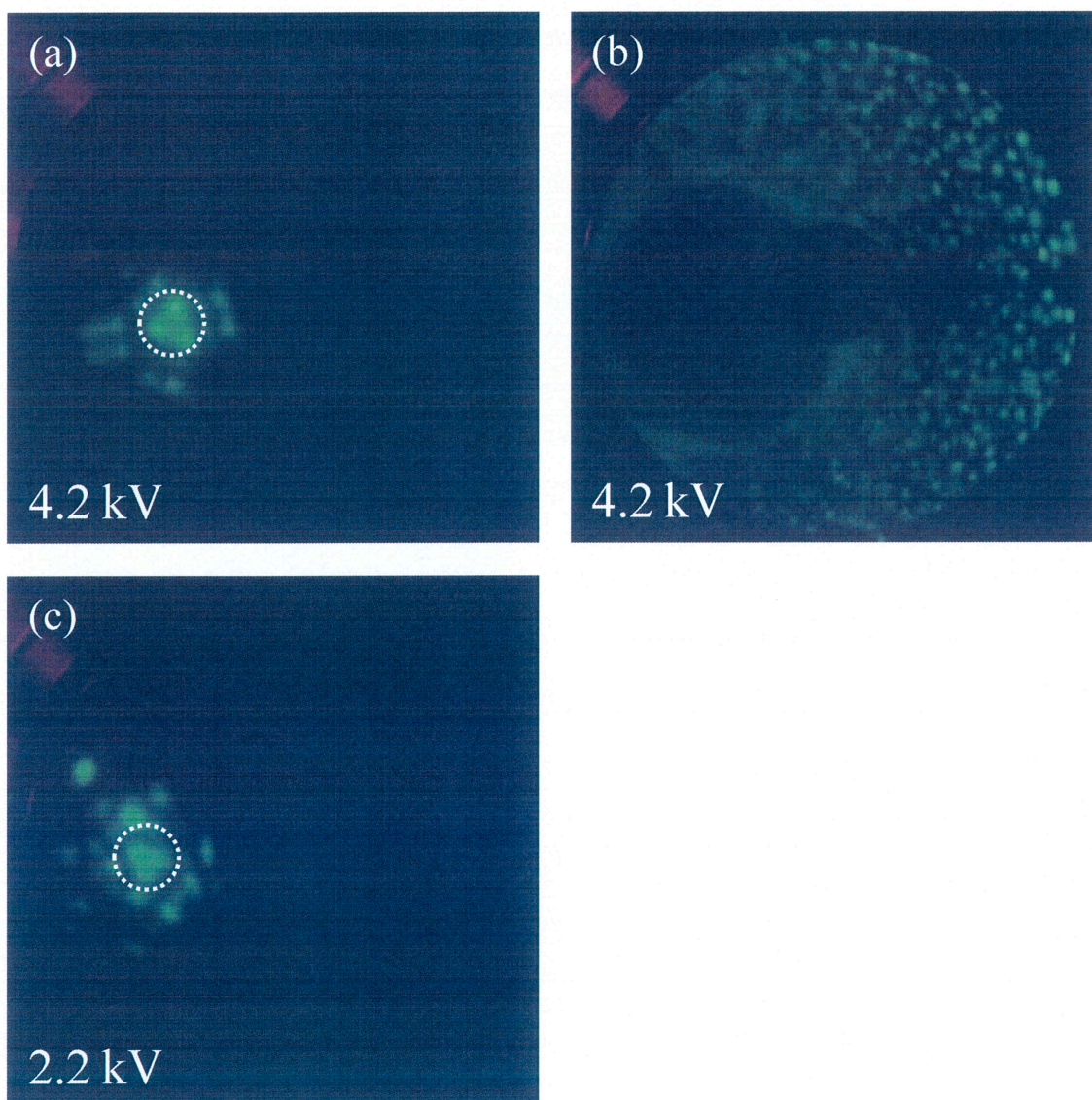


図 4.9 Ar イオン放出特性 (a)He 分圧 2.5×10^{-3} Pa、(b),(c)Ar 分圧 2.5×10^{-3} Pa。

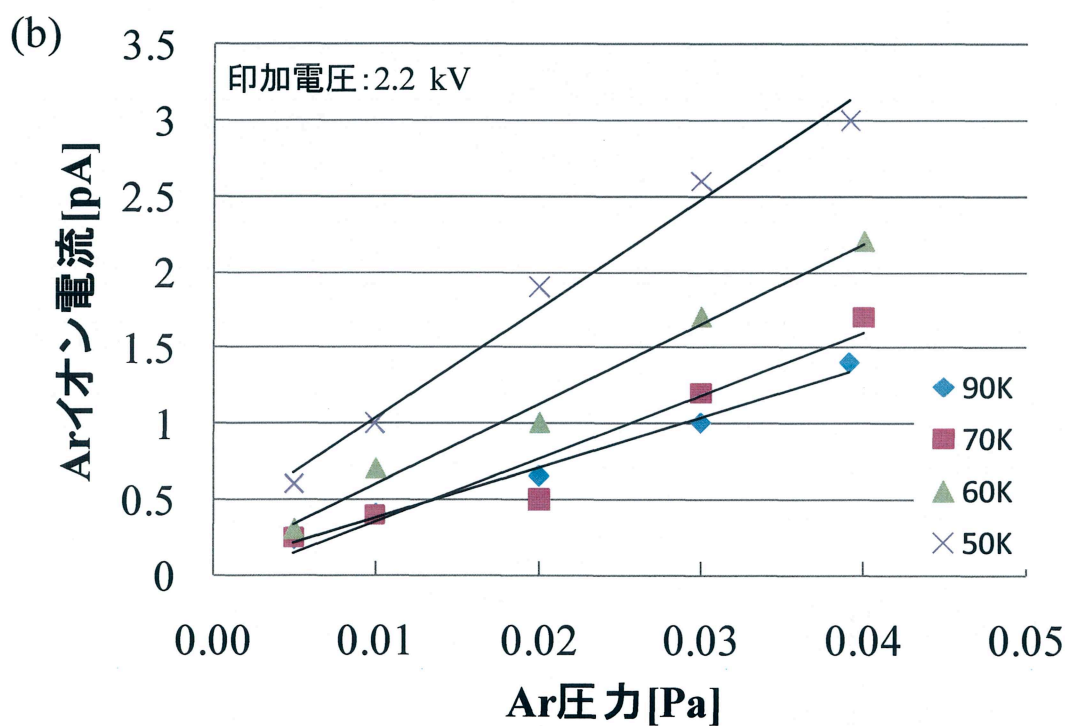
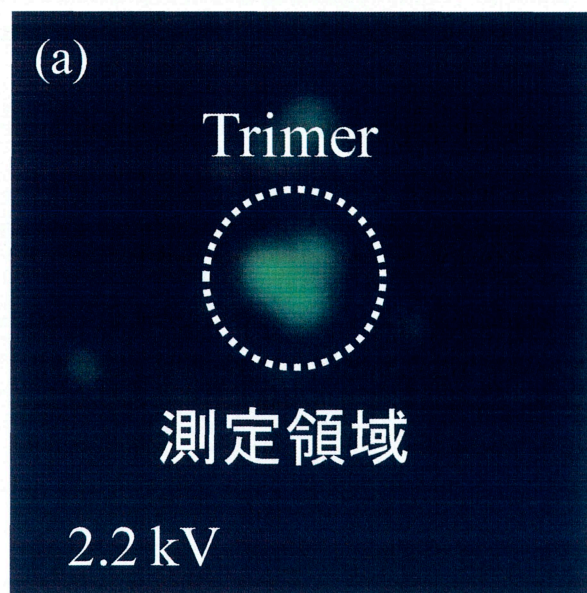


図4.10 Arイオン電流依存性 (a) 測定に使用した3原子終端したエミッタのFIM像、Ar分圧: 2.5×10^{-3} Pa (b) Ar圧力に対するArイオン電流特性。

第5章 結論

本研究では、FIB 装置に搭載するための LMIS に代わり試料汚染のないイオン源として GFIS 用のエミッタを作製し、He、Ar に対して高い放射角電流密度を得ることを目的として実験を行ってきた。エミッタ金属材料には、W<111>線を使用し、電解研磨によりその先端を針状に形成した。さらに電界誘起酸素エッチング法によりエミッタ先端に突起構造を作製し、放出イオン電流特性について調査し以下のことが判った。

- 電界誘起酸素エッチングを開始する前に行う電界蒸発を低電界で行ったエミッタは、高電界で電界蒸発を行ったエミッタよりも曲率半径が小さく、また電界誘起酸素エッチングによる 3 原子終端した先端構造の作製にかかる時間が少ないため、電界誘起酸素エッチングの速度は、エミッタの元の曲率半径に大きく依存する。
- 電界誘起酸素エッチングにより先端に回転対称形状の構造を形成することができた。またその構造の曲率半径は約 1 nm であり、その先端 trimer からのビームの開き角は 2.7° と非常に集束した平行ビームである。
- 電界誘起酸素エッチングにより先鋭化された W<111>のエミッタ先端は、中心に hexamer、trimer、上下反転した trimer が周期的に出現する原子層構造を持っている。
- He に対して、電界誘起酸素エッチングによって形成され先端が trimer 終端した突起からの放出イオン電流は、He 分圧に比例して増加した。また従来の半球状エミッタに比べ、放出イオン電流は、約 4 桁向上した。また $dI/d\Omega$ は 2.5 nA/sr であった。さらなる放出イオン電流の増加のためには、先端部への原料ガスの供給を増加させるため、曲率半径の減少に伴って減少したガス捕獲領域を、 O_2 エッチング条件の改良によるエミッタシャンク形状の最適化する必要がある。
- 電界誘起酸素エッチング後のエミッタから Ar イオンビームを得るためには、残留 O_2 分子による先端部の破壊を防ぐため、一度エミッタを加熱して、残留 O_2 分子を排気する必要がある。またエミッタ温度、イオン原料ガス温度の最適化が必要である

参考文献

- [1] 石川 順三, イオン源工学, アイオニクス株式会社, p137-p139, p501-515.(1986)
- [2] G. R. Hanson and B. M. Siegel, Proc. 28th Int. Field Emission Symp. (Oregon Graduate Center, Beaverton, Oregon, 1981) 62.
- [3] V. T. Binh, S. T. Purcell, V. Semet, F. Feschet, Appl. Surf. Sci. 130-132 (1998) 803-814.
- [4] K. Nagaoka, H. Fujii, K. Matsuda, M. Komaki, Y. Murata, C. Oshima, T. Sakurai, Appl. Surf. Sci. 182 (2001) 12-19.
- [5] T. Y. Fu, L. C. Cheng, C. H. Nien, T. T. Tsong, Phys. Rev. B 64 (2001) 113401.
- [6] H. S. Kuo, I. S. Hwang, T. Y. Fu, J. Y. Wu, C. C. Chang, T. T. Tsong, Nano Lett. 4, (2004) 2379-2382.
- [7] K. Nomura, E. Rokuta, T. Itagaki, C. Oshima, H. S. Kuo, T. T. Tsong, Surf. Sci. Nanotech., 6 (2008) 25-28.
- [8] 小林 祐介、岸本 芳樹, 杉山 安彦, 梶原 和夫, 畑 浩一, 高輝度電界電離型希ガスイオン源の開発(Ⅰ) –放出イオン電流のガス圧依存性-, 第 56 回応用物理学関係連合講演会 (2009) 筑波大学 (2009 年 3 月 30 日).
- [9] F. Rahman, J. Onoda, K. Imaizumi, S. Mizuno, Surf. Sci. 602 (2008) 2128-2134.
- [10] J. Onoda, F. Rahman, S. Mizuno, e-J. Surf. Sci. Nanotech. 6 (2008) 152-156.
- [11] 屋代 雄三, 微小局所の分析および測定 電界イオン顕微鏡 「金属物性基礎講座」 18 巻 別冊, (1991).
- [12] 中村 勝吾, 表面の物理, 共立出版株式会社 (1982) p40-47, p80-84.
- [13] T. T. Tsong, Atom-Probe Field Ion Microscopy, Cambridge University Press (1990) p117-118.
- [14] 杉山 安彦, 岸本 芳樹, 小林 祐介, 梶原 和夫, 畑 浩一, 高輝度電界電離型希ガスイオン源の開発(Ⅱ) –原料ガス捕獲領域のシミュレーション-, 第 56 回応用物理学関係連合講演会 (2009) 筑波大学 (2009 年 3 月 30 日)
- [15] R. G. Forbes, Gas Field Ionization Sources in “Handbook of Charged Particle Optics”, Ed. by J. Orloff, 2nd ed. (2009) CRC Press (New York), 87-128.
- [16] M. Rezeq, J. Pitters, R. Wolkow, J. Chem. Phys. 124 (2006) 204716.
- [17] R. Zhang, D. G. Ivey, J. Vac. Sci. Technol. B, 14 (1996) 1-10.

謝辞

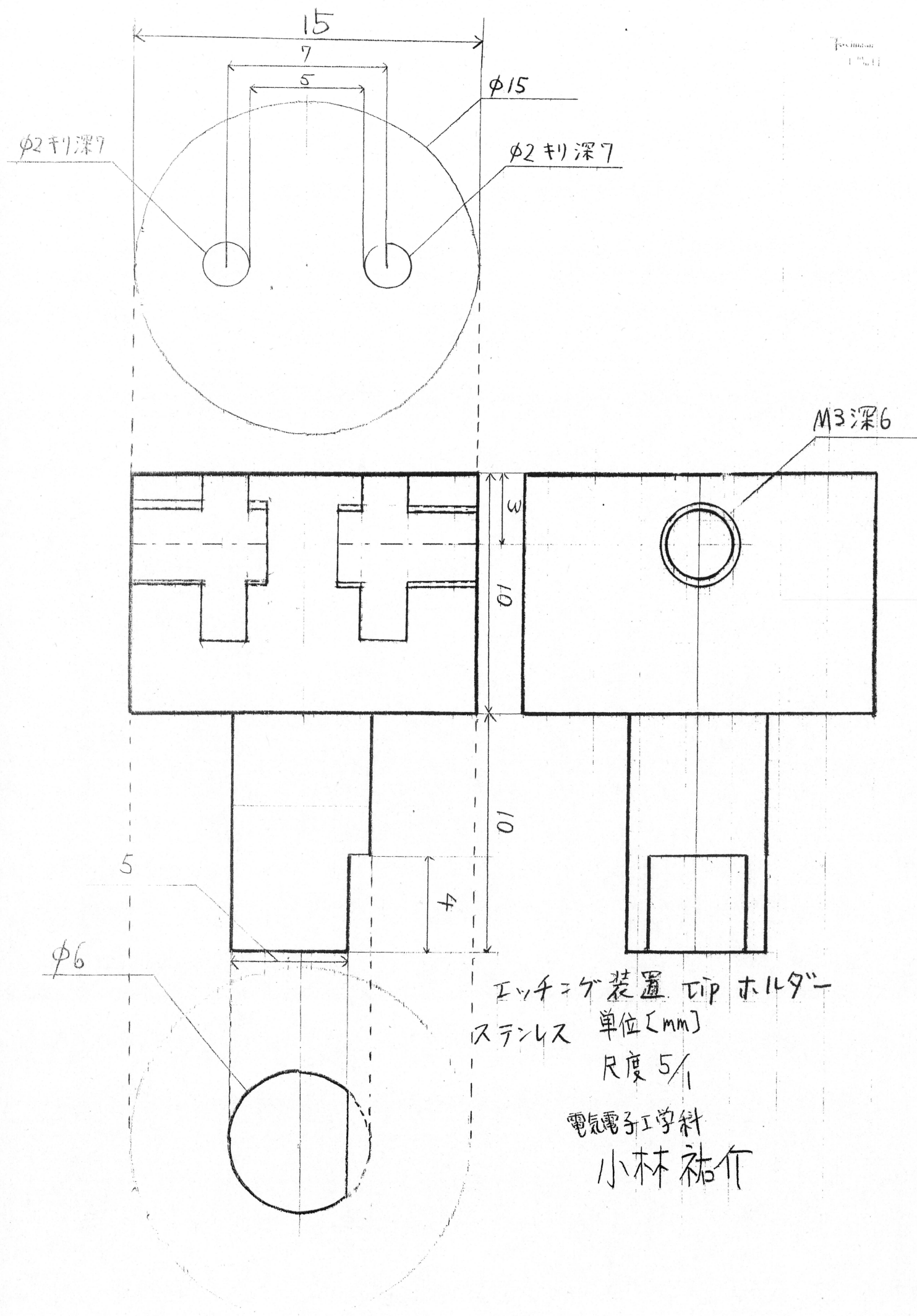
本研究に遂行にあたり、熱心な御指導、激励および貴重な御意見を賜った三重大学大学院工学研究科の畑 浩一准教授に深く感謝致します。梶原 和夫客員教授には研究において大変貴重な御助言を頂き、深く感謝致します。また、本研究の試料作製において、ドラフトチャンバーの利用など本研究の遂行にあたりご協力頂いた、佐藤 英樹准教授に深く感謝致します。小林 嘉技術職員には、実験装置の加工など技術面で多大なご協力を頂きました。

本論文作成および実験に御協力、御助言を頂いた、エスアイアイ・ナノテクノロジー杉山 安彦氏および PD 劉 華栄氏、当研究室 M1 の森川 由基君、B4 杉浦 康史君、D2 の永井 滋一氏に深く感謝致します。また、有益な大学院生活を共に過ごしてくれた M2 の柴原 和樹君、森下 逸平君、南 智之君、研究室のみなさん、卒業生および出会ったすべての人に感謝致します。

付録

本研究を遂行するにあたり製作した部品的设计図を以下に示す。

- ・エッチング装置 tip ホルダー
- ・パイロメータのホルダー



φ13.5 深11キリ

φ24

材料 - アルミ

縮尺 - 1:1

パイロメータのホルダー

電気電子専攻

小林 祐介

120

30

M8

200

φ17.5