

## 光電子顕微鏡を用いた界面ナノ構造のイメージング

### Visualization of buried interfacial nanostructures by photoelectron emission microscopy

谷内敏之<sup>a</sup>、脇田高徳<sup>b</sup>、鈴木基寛<sup>b</sup>、河村直己<sup>b</sup>、高垣昌史<sup>b</sup>、小嗣真人<sup>c</sup>、佐藤平道<sup>d</sup>、  
若山貴行<sup>d</sup>、小林啓介<sup>b</sup>、尾嶋正治<sup>a</sup>、秋永広幸<sup>d</sup>、小林啓介<sup>b</sup>、小野寛太<sup>e</sup>  
Toshiyuki Taniuchi<sup>a</sup>, Takanori Wakita<sup>b</sup>, Motohiro Suzuki<sup>b</sup>, Naomi Kawamura<sup>b</sup>,  
Masafumi Takagaki<sup>b</sup>, Masato Kotsugi<sup>c</sup>, Hiramichi Sato<sup>d</sup>, Tkayuki Wakayama<sup>d</sup>,  
Keisuke Kobayashi<sup>b</sup>, Masaharu Oshima<sup>a</sup>, Hiro Akinaga<sup>d</sup>, Kanta Ono<sup>e</sup>

<sup>a</sup> 東京大学、<sup>b</sup> 高輝度光科学研究センター、<sup>c</sup> 広大 HiSOR、

<sup>d</sup> 産業技術総合研究所、<sup>e</sup> 高エネルギー加速器研究機構

<sup>a</sup> The Univ. of Tokyo, <sup>b</sup> JASRI, <sup>c</sup> HiSOR, <sup>d</sup> AIST, <sup>e</sup> KEK

硬 X 線 PEEM による埋もれた界面ナノ構造の可視化を目的として、薄膜中に埋め込んだ Au の界面微細構造の観察を試みた。200 nm の Co キャップ層を堆積した試料においても、明瞭な Au ナノ構造の PEEM 像を観察することが出来た。さらに、ナノ領域の XAFS スペクトルも得ることができた。異なる深さのキャップ層で埋め込まれた試料の X 線吸収スペクトルから、硬 X 線 PEEM のプローブ深さについて見積もったところ、nano-XFAS のプローブ深さは 25 nm である一方、化学コントラストについては 300 nm 程度と大きいことが分かった。この結果から硬 X 線 PEEM を用いることによって埋め込まれた微小構造の顕微分光を行うことが出来ると示唆される。

We demonstrate the nanoscale imaging and nano-XAFS using photoelectron emission microscopy (PEEM) with hard x-rays. We have achieved a visualization of the buried interface of Au nanostructures buried by a 200 nm Co capping layer. The buried nanostructures are clearly imaged, and x-ray absorption spectra of Au nanostructures with nano-scale area were obtained. The probing depth of the nano-XAFS was estimated to be 25 nm. The probing depth of the chemical contrast was about 300 nm. These results indicate the possibility of spectromicroscopy of buried nano-structures.

#### 背景と研究目的

光電子顕微鏡（PEEM）は主に真空紫外・軟 X 線領域での顕微分光法として用いられている。

過去の実験において光電子顕微鏡を硬 X 線領域での顕微分光手法として用いている可能性を探るための実験を行ってきており、硬 X 線領域においても 40 nm という高い空間

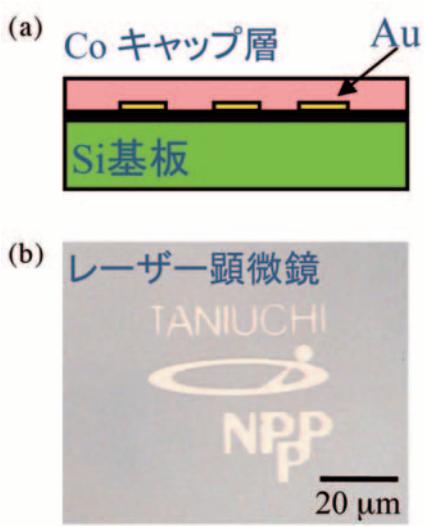


Fig. 1 (a) Cross-sectional schematic image of the samples with buried interfacial nanostructures, and (b) fabricated Au nano-pattern observer by laser microscope before the deposition of the capping layer. The capping layers of Co are 50 nm, 100 nm, and 200 nm thick.

分解能が PEEM で得られることを示してきた。また Co や Fe, Ni を含む試料に対し、各元素の K 吸収端近傍で光子エネルギーを変化させて像を得ることにより、コントラストからナノ領域の XANES,ESAFS を得ることができた。また X 線磁気円二色性 (XMCD) と組み合わせることによって磁気イメージングが可能であることも示してきた。

我々は今回、PEEM を硬 X 線領域で用いることにより、その大きな 2 次電子の脱出深さから、薄膜の界面などに埋め込まれた微細な構造の観察・分光が可能であると考えた。

本研究では硬 X 線 PEEM による埋もれた界面ナノ構造の可視化を目的として、薄膜中に埋め込んだ界面微細構造の観察を試みた。さらに異なる深さのキャップ層で埋め込まれた試料の X 線吸収スペクトルから、硬 X 線 PEEM のプローブ深さについても見積もった。

## 実験

試料は Si 基板上にリソグラフィーにより Au の微細構造を作製した後、Co 薄膜でキャップすることで Au の微細構造を埋め込んだ。Co キャップ層の膜厚がそれぞれ 50nm, 100nm, 200nm の 3 種類の試料を作製した。用いた光電子顕微鏡システムは、小型で移動可能なものであり (Elmitec PEEM SPECTOR)、ナノテクノロジー支援プロジェクトにより導入された。実験は SPring-8 の BL39XU で行った。またビームライン（挿入光源ギャップ、分光器等）の制御と光電子顕一括して行うシステムを構築して行った。

## 結果および考察

Fig.1(a) に作製した Au の微細構造の断面模式図を示す。Co キャップ層下に Au の微細構造が埋め込まれた構造になっている。Fig.

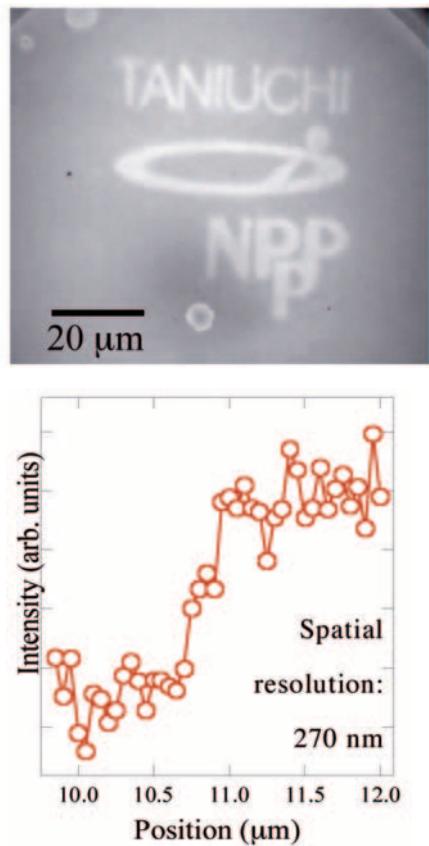


Fig. 2 Hard x-ray PEEM image of the buried Au nanostructure with capping layer of 50 nm thickness. The photon energy corresponds to Au L3 edge.

l(b) はキャップ層堆積前にレーザー顕微鏡によって観察した Au のパターンである。本研究で用いた試料のキャップ層厚は 50nm, 100nm, 200nm の 3 種類である。Fig.2 に PEEM によって観察したキャップ層 50nm 試料を示す。測定は Au L 吸収端近傍の X 線を用いて行った。図の明るい部分は埋め込まれた Au の微細構造である。50nm のキャップ層で埋め込まれていても、界面の Au の微細構造を明瞭に観察できていることが分かる。さらに、Au 吸収端の上下で得られた像の差分をとることにより、Au に由来するコントラストのみを抽出することができた。このときの空間分解能を見積もったところ、約 270nm 程度であることが分かった。本研究で用いた PEEM システムの空間分解能が約 35nm であることから、このような空間分解能の低下は界面構造から放出された電子が薄膜中を広がって表面に達しているためと考えられる。また 100nm, 200nm の厚いキャップ層で埋め込んだ試料においても同様に Au

の微細構造を明瞭に観察することに成功した。また像の任意の微細な領域から X 線吸収スペクトルを得ることができた (Fig.3a,b)。以上の結果から、硬 X 線領域で PEEM を用いることにより、埋め込まれた界面微細構造の元素選択的なイメージおよび X 線吸収スペクトルを得られることが分かった。

以上のように得られた PEEM 像のプローブ深さについて議論した。Nano-XAFS のプローブ深さの見積もりは Fig.3c の上段のような式から行っている。Au の L3 吸収端の前後のエネルギーでの強度からエッジジャンプを求め、バックグラウンドで規格化した。結果を Fig.3(c) に示すように、nano-XAFS のプローブ深さはおよそ 25nm と見積もられた。一方、化学コントラストのプローブ深さについては、Au の存在する領域と存在しない領域のそれぞれのコントラストを選択し (Fig.3a) 前者を後者で規格化することによって求めた。その結果、nano-XFAS のプローブ深さとは大きく異なり、Fig. 3(d) のように

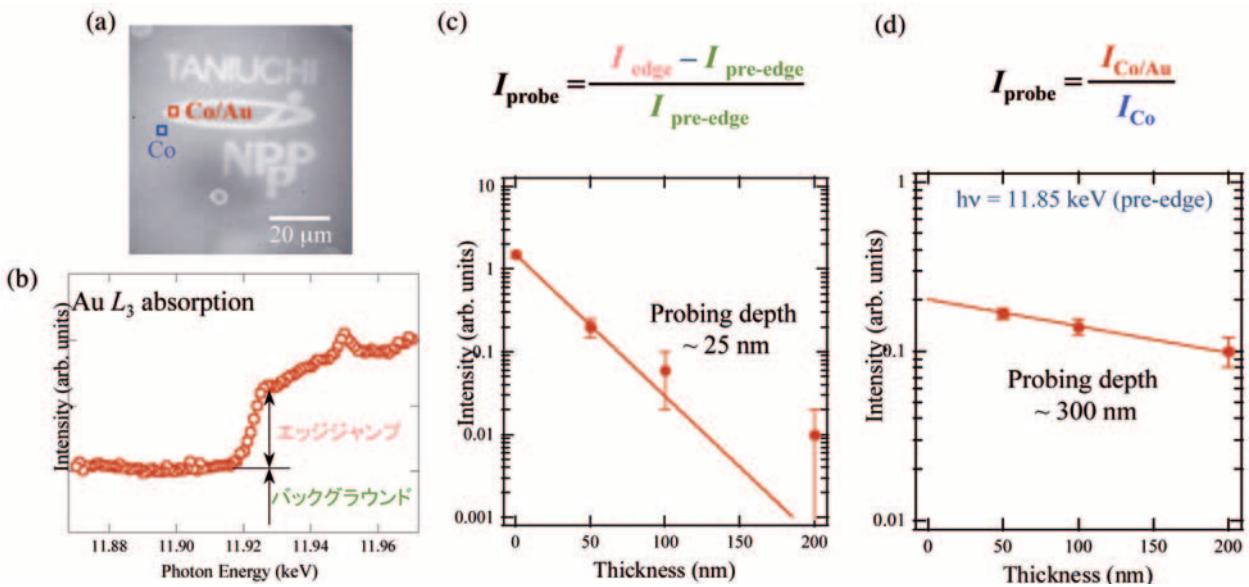


Fig. 3 Nano-XAFS by PEEM and its probing depths. (a) PEEM image of the buried Au nanostructure with a capping layer of 50 nm thickness. (b) X-ray absorption spectrum of the Au area indicated by red square in Fig.3(a), which is 3 square micrometers. (c) The probing depth of nano-XAFS is about 25 nm. (d) The probing depth of chemical contrast is about 300 nm. These depths are normalized by the background intensity and Co capped area, respectively.

300nm というプローブ深さを有していることが分かった。以上の結果より硬 X 線領域で PEEM を用いることによりナノ領域の埋め込まれた界面構造を可視化することが可能で、さらにその領域の nano-XAFS が得られることが示せた。

## 発表状況

谷内敏之、脇田高徳、鈴木基克、河村直己、高垣昌史、小嗣真人、佐藤平道、若山貴行、小林啓介、尾嶋正治、秋永広幸、小野寛太、第 18 回日本放射光学会年会（口頭発表・学生会員発表賞）

## キーワード

・光電子顕微鏡

真空準位より高いエネルギーの光を入射したときに放出される光電子を加速し、電子レンズによって拡大、結像させる電子投影型顕微鏡。