

# レーザーアトムプローブによる 絶縁体材料のナノ解析

大久保 忠 勝\* Yimeng Chen\*\*  
小塚 雅 也\*\* 宝野 和 博\*\*\*

## 1. はじめに

3次元アトムプローブは合金を構成する元素の位置を原子分解能で表示することのできる唯一の3次元トモグラフィ法である。トモグラフィ中の個々の原子の質量と位置情報が測定されているので、任意の選択領域から局所濃度を定量できるナノ解析法でもある。従来の3次元アトムプローブ法では、針状試料に印加した定常電圧に ns の電圧パルスを重畳することによって原子を電界蒸発させていたので、その応用範囲は導電性材料に限定されていた<sup>(1)</sup>。高電気抵抗材料をアトムプローブ分析するために、1次元アトムプローブをレーザーパルスで駆動する実験が1980年代に行われたが<sup>(2)</sup>、当時数 10 Hz 程度のパルスレーザーでは実用的なデータ収集速度が得られなかったために、その後、ほとんど普及しなかった。2004年に Deconihout らは3次元アトムプローブ分析に超短パルスレーザーを用いた結果を初めて発表し、金属や表面酸化層から電圧パルス駆動による3次元アトムプローブとほぼ同等の原子トモグラフィの取得が可能であることを実証した<sup>(3)</sup>。その数年後にパルスレーザーは商用装置にも装備されるようになり、最近では半導体などの高電気抵抗材料の解析手法として急速に普及し始めている<sup>(4)</sup>。我々もほぼ同時期に3次元アトムプローブを超短パルスレーザーで駆動する実験を開始し、最近レーザーの波長を紫外域まで短波長化することで、絶縁体物質の3次元アトムプローブ分析が可能であることを示し<sup>(5)</sup>、現在では広範な酸化材料の3次元アトムプローブ解析を行って

る<sup>(6)</sup>。商用アトムプローブで一般的に使われている可視光のピコ秒レーザーに比べて、紫外光のフェムト秒レーザーを用いると、試料破壊頻度が著しく軽減されること、エネルギー補償器なしで高い質量分解能が実現できること、さらにレーザー脱離を用いて絶縁体の解析も可能であることを示してきた。また、これらのレーザー補助電界蒸発のメカニズムを理解するために、種々の半導体・酸化材料のレーザー補助電界蒸発の実験的な検討も行ってきた。ここでは、いくつかの絶縁体材料について著者らが行ったレーザーアトムプローブ解析結果を示しながら、紫外光超短レーザーを用いることにより広がった3次元アトムプローブの応用例を紹介する。

## 2. レーザーアシスト3次元アトムプローブ

3次元アトムプローブ分析を行うには、先端直径 100 nm 程度の針状試料を超高真空容器に導入し、5 kV~15 kV 程度の高電圧を印加することで、試料先端に 30~60 V/nm 程度の高電界を形成する<sup>(7)</sup>。~100 μm に収束されたフェムト秒パルスを針の先端に側面から照射すると、レーザーによる熱励起で電界蒸発が促進される。図1に示されるように、我々の装置では基本波 1030 nm (赤外光) のフェムト秒 (400 fs) レーザーパルスから非線形光学結晶によって変換された 515 nm (可視光)、343 nm (紫外光) を針の側面から試料先端に照射し電界蒸発を誘起する。最短波長として、4倍波の 258 nm (紫外光) の波長も使うことができる<sup>(6)</sup>。金属試料の場合、電界蒸発はこれらのレーザーの熱励起により促進されることが明らかとなっている。そのため、イオン化のタイム

\* 物質・材料研究機構磁性材料ユニット；ナノ組織解析グループリーダー(〒305-0047 つくば市千現 1-2-1)

\*\* 筑波大学大学院数理物質科学研究科物質・材料工学専攻；NIMS ジュニア研究員

\*\*\* 物質・材料研究機構；フェロー

Nanoscale Characterization of Ceramics by Laser Assisted Atom Probe Tomography; Tadakatsu Ohkubo, Yimeng Chen, Masaya Kodzuka, Kazuhiro Hono (National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: laser assisted atom probe tomography, ceramics, insulator, oxide, ultraviolet laser, nanostructure analysis

2011年4月11日受理

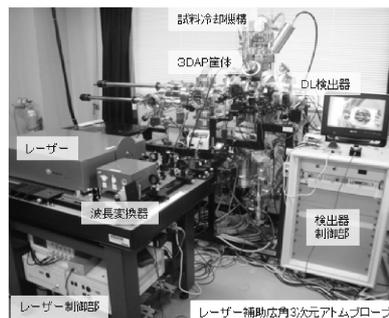
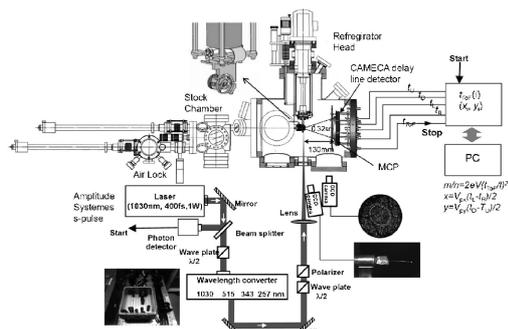


図1 短波長レーザーアトムプローブの原理図と装置外観。

グには試料の熱伝導性が影響し、一般に熱伝導性の高い金属で実用的に最低限の質量分解能  $m/\Delta m$  FWHM $\sim$ 500が得られるが、ステンレス鋼や金属ガラスなどの熱伝導性の低い材料ではその質量分解能は  $m/\Delta m\sim 49$  (試料: ZrCuAg 金属ガラス, 波長: 1030 nm) 程度にまで落ちてしまう<sup>(6)</sup>。レーザー照射に同期して蒸発したイオンは、遅延線型位置敏感型検出器によって検出され、飛行時間測定から質量/電荷比 ( $m/n$ ) を測定し、原子座標と飛行時間、印加電圧をコンピューターに保存し、それらのデータセットから全元素の3次元トモグラフィーを再構成する。ただし、検出効率はマルチチャンネルプレートの開口径積が上限で、現在のところ50%程度である。本機ではデッドタイム1.5 ns、時間分解能70 ps、位置分解能1 mm、有効直径80 mmのディレイライン検出器を採用し<sup>(8)</sup>、試料検出器間距離を120 mmとして30°の開口径 (0.32 sr) を達成しており (従来は10°程度)、面内方向100 nm程度 (従来は20 nm以下) の広領域からの測定が可能となっている。紫外光を用いた場合、 $W^{3+}$  で  $m/\Delta m\sim 680$  程度、飛行距離を280 mmとした場合、 $m/\Delta m\sim 3000$  の実用的に十分な質量分解能が達成される。

### 3. 酸化物のレーザーアシスト電界蒸発

金属試料の場合、フェムト秒レーザー照射による瞬間的な温度上昇が電界蒸発を誘起すると考えられているが、半導体・酸化物試料の場合、レーザーアシストによるイオン化には電子励起によるレーザー脱離によることを示唆するデータが得られている。フォトンのエネルギーは波長に反比例するので、バンドギャップを有する半導体や絶縁体の場合、そのレーザーアシスト電界蒸発が波長に大きく依存するのではないかと考え、GaドープしたZnOのレーザーアシスト電界蒸発によるマススペクトラムのレーザー波長とパルスパワーの依存性を調べた<sup>(9)</sup>。Ga-ZnOのバンドギャップは3.3 eV ( $\lambda = 375$  nm) で、電気抵抗率はおよそ  $10^4 \Omega\text{cm}$  である。Green ( $\lambda = 515$  nm) と UV ( $\lambda = 343$  nm) 二種類のレーザーを用いて得られたマススペクトラムが図2に示されている。UVレーザーで解析した場合  $Zn^+$ ,  $O^+$  の単体イオンと  $ZnO^+$  などの分子イオンが検出されるが、レーザーの強度を強くすると高質量側のバックグラウンドノイズが低減され全体のSN比が向

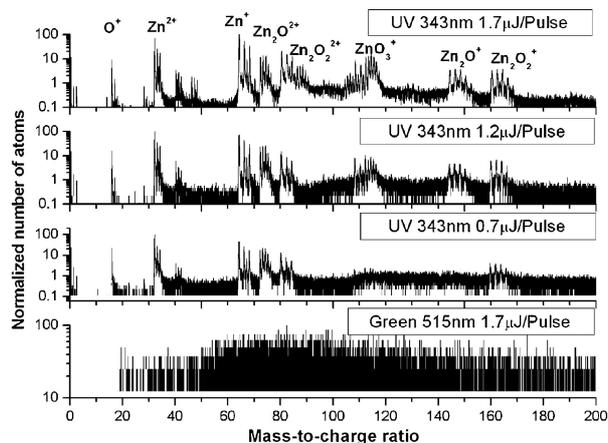


図2 GaドープZnOのマススペクトラム。Adopted from ref. 9, ©2011, with permission from Elsevier.

上する。一方、Greenレーザーの場合、1.7  $\mu\text{J/pulse}$  のパルス強度でも、質量スペクトラムが観察されずノイズしか検出できなかった。この大きな違いはZnO試料の光学特性に関連していると思われる。すなわち、ZnOはバンドギャップ (375 nm) より短い光に対して  $2.0 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$  の高い光吸収率を示しているが、375 nmより長い光を殆ど吸収しない。ZnOのバンドギャップはGreenとUVのフォトンエネルギーの中間にあり、UVレーザーの場合電子励起によりイオン化効率が高く、一方でGreenレーザーのフォトンエネルギーはバンドギャップよりも小さく電子励起によるイオン化が十分に起こらなかったと解釈できる。このことから、半導体、絶縁体などバンドギャップにより光学特性が大きく左右される試料を解析する場合、短波長レーザーによる照射が有効であることが明らかになった。

この実験から紫外光などの短波長レーザーを用いることにより、絶縁性セラミクスでもレーザーアシスト電界蒸発が可能になると期待された。図3は、紫外光レーザーを用いることにより得られた  $ZrO_2\text{-MgAl}_2O_4$  ナノコンポジットセラミクスから得られたAl, Mg, Zr, O原子の3DAPマップと、原子マップ中で選択した領域から得られた組成プロファイルである<sup>(5)</sup>。絶縁体であっても、試料の針の形状とナノ結晶組織を反映した元素分布が詳細に再現されている。Aの選択

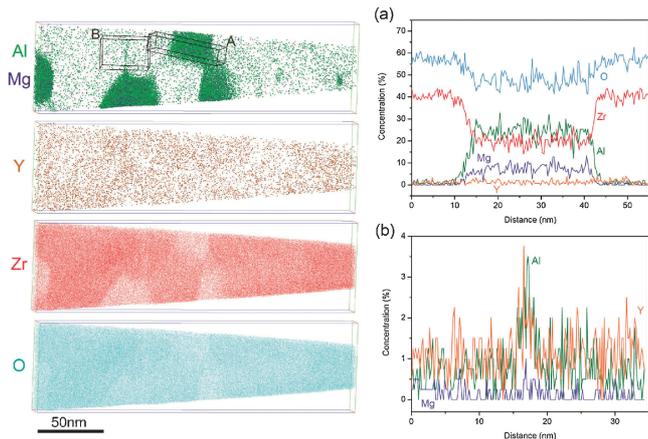


図3 ZrO<sub>2</sub>-MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ナノコンポジットセラミックス試料からUVレーザーアトムプローブによって得られた3D原子マップと組成プロファイル. Adopted from ref. 5, ©2009, with permission from Elsevier.

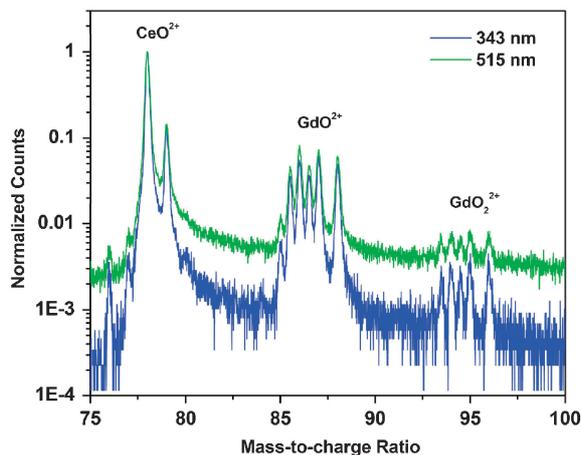


図4 GdドープCeO<sub>2</sub>のマススペクトラム. Adopted from ref. 10, ©2011, with permission from Elsevier.

領域から得られた濃度プロファイルから各酸化物相の組成は約Zr<sub>40.6</sub>O<sub>58.4</sub>Y<sub>1.0</sub>, Mg<sub>10.2</sub>Al<sub>29.8</sub>O<sub>60</sub>であり, ZrO<sub>2</sub>(Zr<sub>33.3</sub>O<sub>66.7</sub>)とMgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(Mg<sub>14.3</sub>Al<sub>28.6</sub>O<sub>57.1</sub>)の組成と定性的な一致を示している. Bの領域から得られた濃度プロファイルでは結晶粒界におけるAl, Yの粒界偏析が検出されている. このデータは, 複相を含む絶縁体材料の3次元アトムプローブによる原子トモグラフィーが可能であることを実証した初めての例である. また, 同時にレーザーを短波長化することで, 試料破壊頻度が低減されるとともに, 質量分解能も向上し, 広開口角の直線型でもエネルギー補償型並の質量分解能が達成され, アトムプローブ解析手法に大きな進展がもたらされた.

図4に515 nmと343 nmの異なる波長で得られたGdドープCeO<sub>2</sub>から得られたマススペクトラムを示す<sup>(10)</sup>. CeO<sub>2</sub>のバンドギャップは約3.4 eV( $\lambda = 364$  nm)<sup>(11)</sup>であり, 515 nmはバンドギャップ以下, 343 nmはバンドギャップ以上

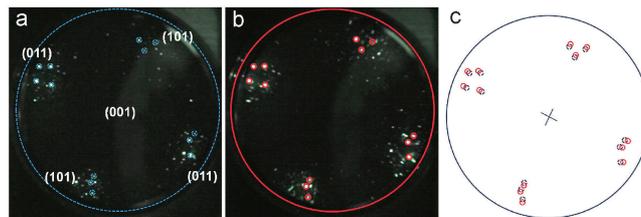


図5 MgOのFIM像. (a)はレーザー照射なし, (b)はレーザー照射あり. Adopted from ref. 9, ©2011, with permission from Elsevier.

の光子エネルギーを有している. いずれの波長でも測定は可能であったものの, 343 nmではバックグラウンドノイズが約1桁少なく, 質量分解能も向上した(CeO<sub>2</sub><sup>+</sup>ピーク:  $m/\Delta m = 390$  FWHM( $\lambda = 515$  nm),  $m/\Delta m = 487$  FWHM( $\lambda = 343$  nm)). すなわち, 酸化物のレーザーアシスト電界蒸発にバンドギャップを超える光子エネルギーは必須ではないが, 短波長レーザーの方がイオン化効率も質量分解能も改善されることが明らかになった. フォトンエネルギーがバンドギャップよりも低くてもレーザーアシストイオン化が起こる原因としては, 熱励起による電界蒸発, 表面準位がバルク準位と大きくことなること<sup>(12)(13)</sup>, さらにレーザー照射によって正孔が試料先端部に集積し, 励起ポテンシャル面上の脱離運動の障壁が比較的低下すること<sup>(14)</sup>などが起因していると考えられる.

レーザー照射された絶縁体試料の電界イオン顕微鏡(FIM)観察において, 正孔蓄積に起因すると考えられる興味深い現象を見出した<sup>(10)</sup>. 図5(a)はMgO試料のFIM像で, 中心の(001)を軸として4回対象の{011}極が観察されている. そこにレーザーを照射すると, (b)のようにFIM像が拡大し, 照射前後の像の比較(c)から, FIM像の倍率が $2.0 \times 10^5$ 倍から $2.05 \times 10^5$ 倍まで拡大したことが分かった. これは, レーザー照射による電子励起により正孔が形成され試料の電導率が変化し, 試料先端部での電界が変化したことに起因すると考えられる. さらに, 試料のレーザー照射による電気抵抗変化はマススペクトラムのピーク位置の移動としても観察された. 図6は強度0.01から0.44  $\mu\text{J}/\text{pulse}$ のUVレーザーで得られたマススペクトラムの拡大図である. レーザー強度を強くするのに従い, Mg<sup>2+</sup>のピーク位置は質量の低い側シフトした. これは, レーザー強度によりイオンの飛行時間が短くなったことに相当し, 0.01  $\mu\text{J}/\text{pulse}$ に比べ0.44  $\mu\text{J}/\text{pulse}$ の場合Mgイオンは0.5 nsほど早く検出器に到着している. 針試料先端に掛かっている電圧を飛行時間から試料先端の電圧上昇量を見積もると, 図7に示されるようにレーザー強度がある程度高くなると電圧変化は飽和し, 0.44  $\mu\text{J}/\text{pulse}$ のレーザー照射で先端電圧は約9 V上昇することが確認された. これらは, 理論計算によって示唆された強電界とレーザー照射による正孔の試料先端部への集積に起因していると考えられる<sup>(14)</sup>.

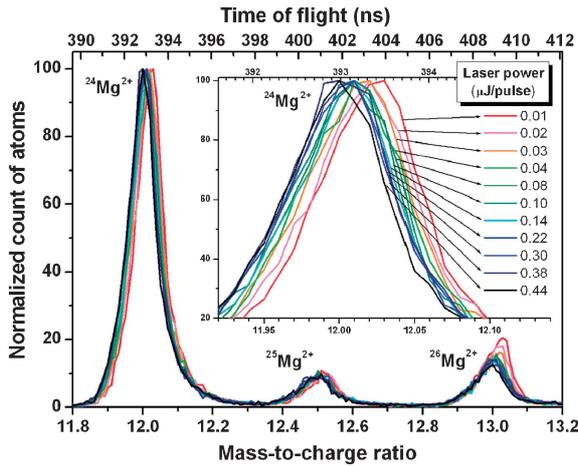


図6 レーザー強度の増加に伴う MgO のマスピークのシフト. Adopted from ref. 9, ©2011, with permission from Elsevier.

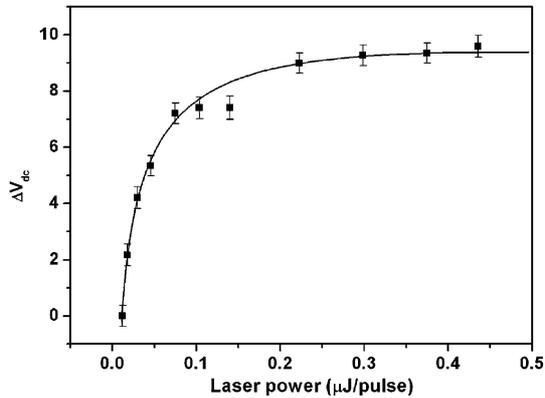


図7 レーザー照射による試料先端の電圧増加量. Adopted from ref. 9, ©2011, with permission from Elsevier.

#### 4. 酸化物セラミクス解析の応用例

以上のように、紫外光の短波長レーザーを用いることで、絶縁体であっても、試料のナノ組織を反映した元素分布が詳細に再現することができ、さらに、粒内の組成の同定や、粒界偏析の定量解析が可能になってきた<sup>(15)</sup>。前述の絶縁体材料以外にも、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  や  $\text{MgO}$  などの絶縁体やさまざまな酸化物セラミクスの 3DAP 解析に成功している<sup>(6)</sup>。

イットリア安定化ジルコニア (YSZ) は酸素空孔を含むために、高温で高いイオン導電性を有し、固体燃料電池の固体電解質として期待されているが、 $1000^\circ\text{C}$  程度の長時間使用でイオン伝導率が低下することが知られている。 $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$  擬二元平衡状態図によると、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  を 4 mol% 以上含むジルコニアは  $965^\circ\text{C}$  以上で、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  固溶度の低い正方晶と  $\text{Y}_2\text{O}_3$  固溶度の高い立方晶  $\text{ZrO}_2$  の 2 相が平衡状態にある。よって、この共析温度以上で長時間使用されると準安定相である立方晶ジルコニアから正方晶ジルコニアが相分離により析出すると予測される。図8は焼結材と  $1000^\circ\text{C}$  2000 h 熱処理された 8 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  試料のレーザー 3 次元アトムプローブ解析結果である。焼結後では均一に分散していた Y は、高温長時間熱処理によって分布に揺らぎが生じている。これは、立法晶ジルコニアと正方晶ジルコニアの相分離により各相の  $\text{Y}_2\text{O}_3$  の固溶度が異なるためであると考えられる。平衡状態図によると t- $\text{ZrO}_2$  中の Y 濃度は約 1.7 at%、c- $\text{ZrO}_2$  の Y 濃度は 6.9 at% であり、本実験結果で得られた Y 濃度揺らぎは、長時間熱処理 ( $1000^\circ\text{C}$  2000 h) によって 3~7 at% と、平衡組成に向かって拡大傾向を示した。これは、正方晶ジルコニアが相分離して立方晶ジルコニアが析出する過程に対応すると考えられる。

リチウムイオン電池の陽極材料の基本化合物は  $\text{LiCoO}_2$  であるが、実際の陽極材料は低コスト化を図るために、Co の一部を Ni で置換されている。また、充放電寿命の向上のた

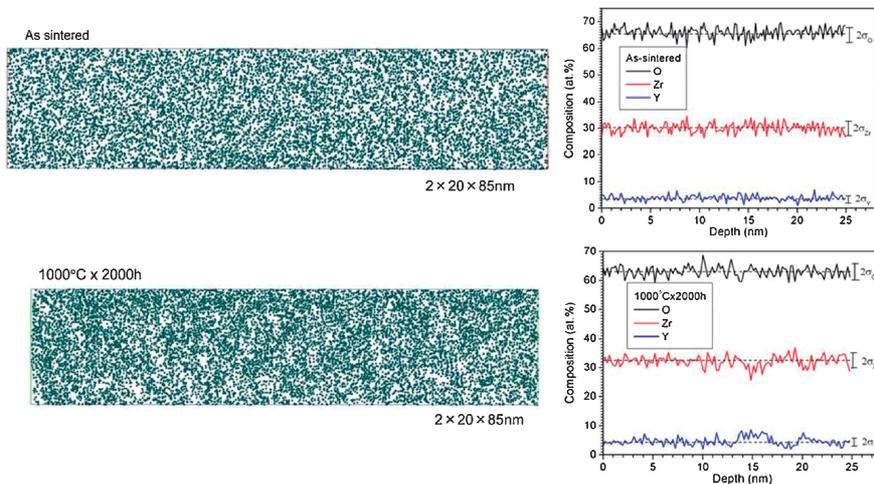


図8 焼結後と熱処理後のジルコニア中の Y アトムマップと各元素の組成プロファイル(アトムマップ中央部  $4\text{ nm} \times 4\text{ nm} \times 25\text{ nm}$  から計算). Adopted from ref. 6, ©2011, with permission from Elsevier.

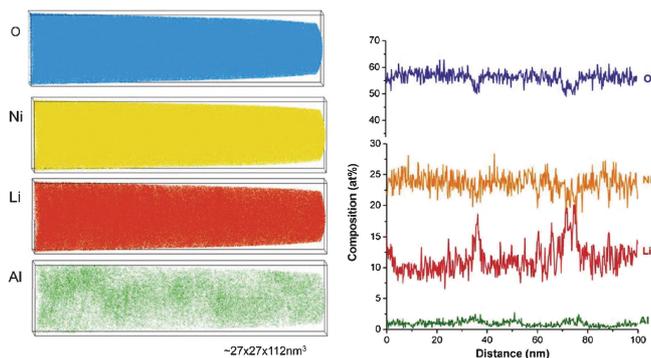


図9 Li(Ni<sub>0.75</sub>Co<sub>0.15</sub>Al<sub>0.05</sub>Mg<sub>0.05</sub>)O<sub>2</sub>の粉体試料から得られたO, Ni, Li, Alアトムマップと組成プロファイル. Adopted from ref. 6, ©2011, with permission from Elsevier.

め, MgやAlなどの元素も一部置換されていることが多い. しかしながら, MgやAlなどの添加元素の分布状態とその役割については十分な解析結果がなく良く理解されていない. 図9はLi(Ni<sub>0.75</sub>Co<sub>0.15</sub>Al<sub>0.05</sub>Mg<sub>0.05</sub>)O<sub>2</sub>の粉体試料から得られたレーザー3次元アトムプローブによる解析結果である. 解析結果として得られた組成はLi<sub>0.24</sub>Ni<sub>0.17</sub>Co<sub>0.04</sub>Al<sub>0.01</sub>Mg<sub>0.02</sub>O<sub>0.52</sub>であり, 試料の公称組成(Li<sub>0.26</sub>Ni<sub>0.19</sub>Co<sub>0.04</sub>Al<sub>0.01</sub>Mg<sub>0.01</sub>O<sub>0.49</sub>)に近い値が得られた. 得られた3D原子マップでAlの組成揺らぎが観察されており, 組成プロファイルから, Alが濃化した領域ではLi組成も増加, NiとO組成が減少していることが確認された. また, O組成がLiMO<sub>2</sub>相から期待される組成から大きく変動している領域の存在は, 異なる第2相の存在を示唆している. このように, 紫外光レーザーを用いることにより, バルク絶縁体中の組成変動等の定量的な原子レベルの3DAP解析が可能になり, 3DAPによる絶縁性酸化物解析はフィージビリティ研究から実用的なレベルに到達したといえる.

#### 4. 絶縁体基板に成膜された金属薄膜の解析

3次元アトムプローブによる薄膜材料の微細組織解析例はこれまでも多数報告されているものの, それらの多くは金属針, シリコンポスト, ドープシリコンなどアトムプローブ測定用に特別に作製された“ポスト”上に成膜されていた. 薄膜基板は薄膜との格子整合性などを考慮して選択されることから, 実デバイスの作製に多用されている絶縁性酸化物基板, 特に熱酸化Si基板上に成膜された薄膜の解析がデバイス解析者から求められていた. このような実際に使われている平坦基板上に作製された薄膜から針状試料を作製し, それをアトムプローブ分析することにより, 初めて薄膜の構造と特性の因果関係を解明できる. そこで, 熱酸化Siに成膜された金属薄膜から集束イオンビーム法(FIB)により針状試料を作製し, それをレーザー3次元アトムプローブで解析した例について紹介する<sup>(16)</sup>.

測定試料は, 熱酸化Si基板(amorphous-SiO<sub>2</sub>)上に薄い

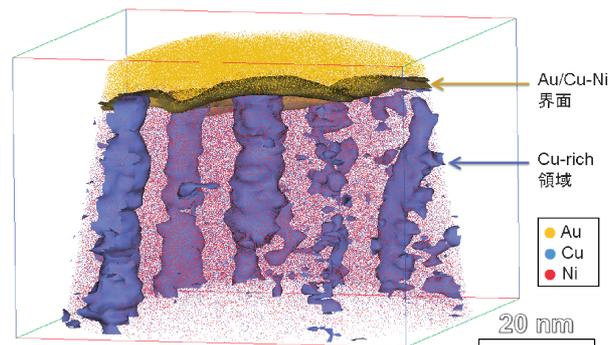


図10 Cu-Ni/Auジャンクションのレーザーアトムプローブによる解析結果.

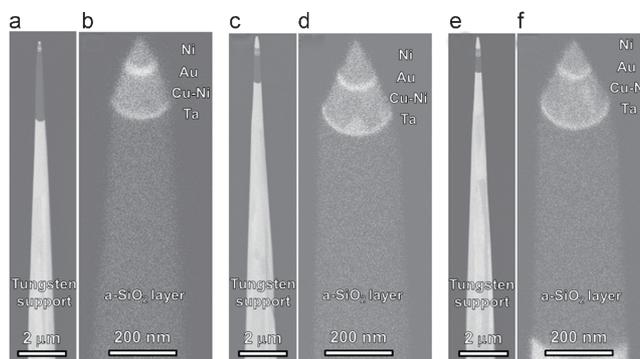


図11 残存基板厚さの影響評価のために作製した針状試料. 異なる残存基板厚さを持っている. ~3 μm(a, b), ~1 μm(c, d)~0.6 μm(e, f). Adopted from ref. 16, ©2011, with permission from Elsevier.

Ta ボンド層を介して成膜されたCu-Ni/Auの二層膜である. この薄膜試料を用い, UVレーザー(343 nm)およびGreenレーザー(515 nm)による解析を行った. 図10に示すようにCu-Ni/Auジャンクションの解析結果では, 明らかなCuとNiの組成揺らぎが観察され, 膜面に対して垂直方向にピラー状のCu濃化相が確認された<sup>(17)</sup>. この薄膜試料からアトムプローブ試料をリフトアウト法により作製する際に, SiO<sub>2</sub>の残存基板厚さを変え, 図11に示すよう~3 μm(a, b), ~1 μm(c, d), ~0.6 μm(e, f)と異なる絶縁膜厚さを持つ試料をタングステン針状に固定し, レーザーアトムプローブ測定結果に対する絶縁膜厚さの影響を調べた.

図12にそれぞれの試料から得られたマスペクトラムと, Cu-Ni層のCu<sup>65+</sup>ピークから算出された質量分解能 $m/\Delta m$ およびSN比を示す. 比較のために, Cu<sub>0.55</sub>Ni<sub>0.45</sub>合金試料からのデータも示されている. 絶縁性基板を含む試料から得られた $m/\Delta m$ およびSN比はいずれも合金試料から得られた値に比べて低くなっているものの, 半値幅から算出した $m/\Delta m$ は380に達しており, 十分に実用的な値となった. ここで, 残存基板が最も薄い(~0.6 μm)試料において最も低い $m/\Delta m$ とSN比を示していることがわかる. 一般にレーザーアトムプローブの質量分解能は熱(電気)伝導度の良い試料で

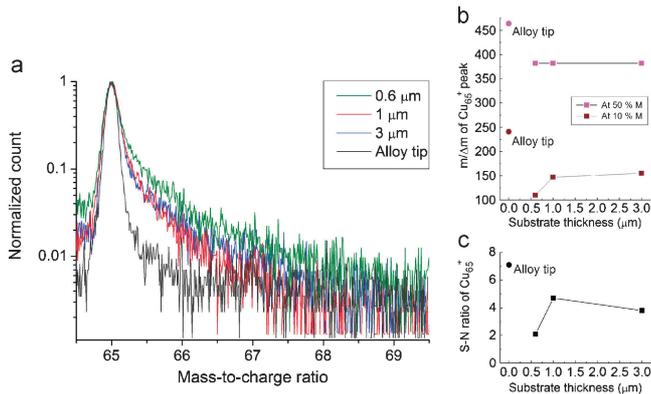


図12 (a)それぞれのCu-Ni層から得たCu<sub>65</sub>ピーク(シグナル: 64.80~65.25 u/e, ノイズ: 65.26~69.00 u/e). ~0.6 μm(緑), ~1 μm(赤), ~3 μm(青)a-SiO<sub>2</sub>基板バルクCu-Ni(グレー). (b)と(c)はそれぞれ質量分解能とSN比. Adopted from ref. 16, ©2011, with permission from Elsevier.

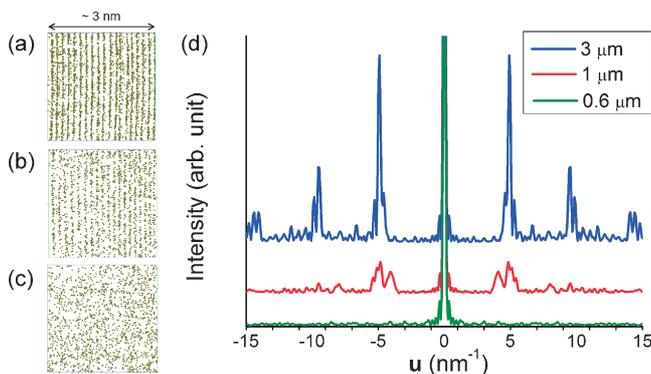


図13 (a)-(c)それぞれの試料から得られたAuマップ((a)3 μm, (b)1 μm, (c)0.6 μm). (d)フーリエ変換図形の<001>軸に沿った強度プロファイル. 0.6 μm厚のa-SiO<sub>2</sub>層を持つ試料から得られたAuマップは(002)面を分解できていない. Adopted from ref. 16, ©2011, with permission from Elsevier.

高くなることが報告されており<sup>(18)</sup>, 絶縁体基板をタングステンサポートと薄膜に挟んだ試料で, 絶縁体層が厚い方が高い質量分解能が得られるのは非常に興味深い結果である.

さらに, 絶縁膜基板厚さに依存してアトムマップの空間分解能が変化することも確認された. 図13(a)-(c)にはそれぞれのAu層から得られたアトムマップを示す. 残存基板厚さが3 μmの試料では明瞭であったAu(002)格子面が, ~0.6 μm試料では消失してしまっている. また, それぞれのアトムマップのフーリエ変換図形の<001>軸に沿った強度プロファイル(d)において残存基板厚さの減少に伴い, 格子縞に起因する強度ピークが減少しており, 空間分解能の減少は明らかである. 空間分解能の減少は試料温度の上昇による表面拡散の促進によるものと考えられ, これは金属薄膜とa-SiO<sub>2</sub>層との界面周辺の熱伝導に起因している可能性がある. レー

ザーの照射径は半値幅で150 μmほどであり, UVレーザーを使用したために熱吸収はSiO<sub>2</sub>層では起きず, 金属薄膜とタングステン接合部のみで起こると考えられる. それぞれの試料の先端形状がほぼ同じであるので, 金属薄膜部分の発熱は同等であると考えられる. 従って, SiO<sub>2</sub>層が厚くなると, タングステン接合部から試料先端部への熱拡散を抑制する効果が大きくなり, 金属薄膜に接するSiO<sub>2</sub>層はより低い温度に保持され, 金属薄膜の冷却効果が増大したと考えられる.

## 5. ま と め

従来の電圧パルスや, Greenレーザーパルスを用いたアトムプローブでは, 絶縁薄膜材料の解析は非常に困難であり, バルク絶縁体材料の原子トモグラフィーの解析例は報告がなかった. これに対して, 我々が最近行ったUVレーザーを用いたアトムプローブ解析により, これら絶縁体のトモグラフィー解析が実用的なレベルで可能であることが実証された. 同時に, レーザーによる絶縁体電界蒸発機構についても理解が進んできた. 今やレーザーアトムプローブの解析対象が全ての無機材料に広がり, またFIB/SEMを用いた試料作製により, 粒界や薄膜といった任意の注目箇所から試料が作製可能になってきている<sup>(19)</sup>. 異なる電界蒸発閾値を有する材料の積層膜, コンポジット材等は依然として成功の歩留まりが低いものの, 今後, 測定条件を最適化することで克服できるものと考えられ, レーザーアトムプローブの活躍の場は大きく広がってくるものと期待できる. さらに, 実際の薄膜デバイスに常用される絶縁性基板上的薄膜材料のアトムプローブ解析が一般的なリフトアウト法によって作製した針状試料から実用的なレベルで行うことができることが示されたことで, 今後, アトムプローブ法の応用範囲はモデル薄膜の微細組織解析手段にとどまらず, 実際のデバイス用薄膜の微細組織と特性との関係を解明するための手段として広がっていくものと思われる.

本研究は, CREST-JSTの研究領域「物質現象の解明と応用に資する新しい計測・分析基盤技術」の研究課題「レーザー補助広角3次元アトムプローブの開発とデバイス解析への応用」の支援により行った.

## 文 献

- (1) M. K. Miller: Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic Level, Kluwer Academic, New York, (2000).
- (2) G. L. Kellogg and T. T. Tsong: J. Appl. Phys., **51**(1980), 1184-1193.
- (3) B. Deconihout, F. Vurpillot, B. Gault, G. Da Costa, M. Bouet and A. Bostel: IFES04 Program and Abstracts, (Graz, 2004), 84.
- (4) T. F. Kelly, D. J. Larson, K. Thompson, R. L. Alvis, J. H. Buntton, J. D. Olson and B. P. Gorman: Annu. Rev. Mater. Res., **37**(2007), 681-727.
- (5) Y. M. Chen, T. Ohkubo, M. Kodzuka, K. Morita and K. Hono: Scripta Mater., **61**(2009), 693-696.

