

# 走査型光電子顕微鏡”3D nano-ESCA”を利用した機能性微小クラスターのピンポイント分析とそのオペランド分析への展開

## *Operando* and pin-point analysis of functional nanomaterials using a high spatial resolution scanning photoelectron microscopy with synchrotron radiation soft X-rays

物材機構 永村 直佳

NIMS Naoka Nagamura

E-mail: NAGAMURA.Naoka@nims.go.jp

nm レベルへの微細化が進む半導体機能素子や触媒材料において、マクロなバルク材料では気にならなかった最表面での反応や形状効果、異種接合界面の状態を知るためには、イメージング分析技術が有効である。X 線をプローブとする顕微分光法は、非破壊で埋もれた界面の分析が可能であり、スペクトルから元素選択的な化学結合状態や電子状態の豊富な情報が得られるというメリットがある。X 線光源として輝度・指向性の高い放射光を用いると、高い空間分解能・エネルギー分解能の解析を迅速に行うことができる。

SPring-8 の BL07LSU (東京大学放射光アウトステーション物質科学ビームライン)では、走査型光電子顕微分光装置”3D nano-ESCA”の開発が行われてきた[1]。放射光軟 X 線(250 eV-2000 eV)をフレネルゾーンプレートで集光し、ピエゾ駆動で走査する試料に照射して、光電子の 2 次元イメージングを取得している。角度分解アナライザー(Scienta R3000wide)によって深さ方向の組成分析も可能である。面内方向には 100 nm 以下の空間分解能を有する。このシステムを用いて、グラフェン電界効果トランジスタ(GFET)のチャネル/電極界面における電荷移動領域の直接観測[2]や酸硫化物光触媒クラスターのピンポイント電子状態解析[3]などに取り組んできた。

昨今デバイス分析の観点では、均質なモデル系の静的分析から発展して、不均質な構造を持つ実デバイスの「動作中その場状態分析=オペランド分析」への需要が高まっている。そこで我々は 3D nano-ESCA に電圧印加機構を導入し、分光分析と I-V 測定や CV 測定の同時測定を可能にした。例えば有機半導体薄膜をチャネルとした有機 FET の分析では、ゲート電圧を印加しつつ C 1s コアレベルスペクトルをチャネル内ピンポイントで測定することで、局所的なキャリア密度を反映したコアレベルシフトを検出することができ、分光によるポテンシャルマッピングが可能なことを示した[4]。

エネルギーデバイスは粉末合剤で使用することが多く、半導体デバイスよりさらに煩雑な構造をとる。現在我々はリチウムイオン 2 次電池正極活物質クラスター[5]について充放電サイクルを回しながらオペランドマッピングするセル開発に取り組んでいる。

講演では 3D nano-ESCA の装置詳細から、現在進行中のものも含めていくつか具体的な研究例について紹介する。

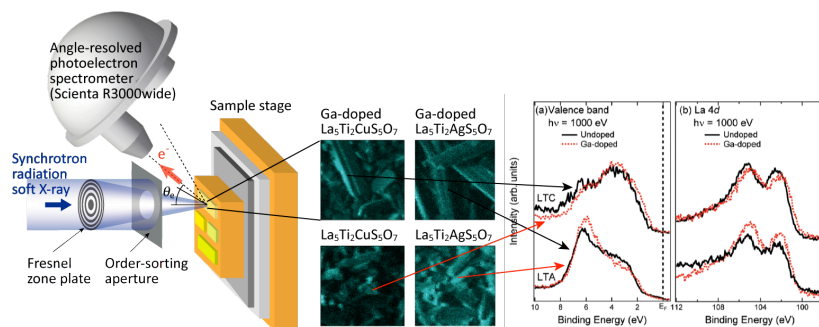


Fig. 1. 3DnanoESCA システムによる酸硫化物光触媒クラスターのピンポイント解析。クラスター依存性(サイズ、面方位など)を調べることができる[3]。

- [1] K. Horiba *et al.*, Rev. Sci. Instrum., **82** (2011) 113701. [2] N. Nagamura *et al.*, Appl. Phys. Lett., **102** (2013) 241604. [3] E. Sakai *et al.* Nanoscale, **8** (2016) 18893. [4] N. Nagamura *et al.*, Appl. Phys. Lett., **106** (2015) 251604. [5] N. Nagamura *et al.*, J. Phys. Conf. Ser. **502(1)** (2014) 012013.