

SPM 探針への応用に向けたタングステン酸化物の針状結晶成長法

Growth of tungsten oxide needles for SPM tips

金沢大院¹, 北陸先端大院² °永島 一樹¹, 富取 正彦², 新井 豊子¹Kanazawa Univ.¹, JAIST.², °Kazuki Nagashima¹, Masahiko Tomitori², Toyoko Arai¹

E-mail: kazuki-n@stu.kanazawa-u.ac.jp

【はじめに】タングステン酸化物は気相成長によって針状やベルト状に成長することが知られ¹、種々のデバイスに利用されている。また、針形状で高い電気伝導性を示すことから走査型プローブ顕微鏡(SPM)の探針としての利用も期待されている²。我々は、このタングステン酸化物の針状結晶を SPM の探針として利用するため、その成長部位、形状(太さ・長さ)、方向を制御性良く成長させる手法を検討してきた³。本報告では、SPM の探針として一般的に使われる先鋭化した W 線先端に、針状結晶を成長させ、結晶の成長条件を調べた。

【実験】タングステン酸化物成長機構の概念図を図 1 に示す。タングステン酸化物を成長させる基板として、W 線(φ0.1)を電解エッチングによって先端を鋭利にした W 線を用いた。この W 線を加熱するために、W 線の根元に W-Re(3%)線をコイル状に巻きつけた(図 1 の W 線加熱ヒーター)。また、別に W-Re(3%)線でコイル状ヒーター(図 1 の供給ヒーター: 径 約 1 mm)を作製し、WO₃ 粒子を分散させたエタノールを滴下し、粒子をヒーターに付着させた。それを加熱し、タングステンと酸素の供給源とした。これらをインレンズ方式の超高分解能 SEM のサンプルホルダー上に図 1 のように配置した。このとき供給ヒーターと、W 線の先端との距離は 1 mm 程度とした。W 線先端を SEM 観察しながら W 線加熱ヒーター、供給ヒーターを通電加熱することで、結晶成長をその場観察した。

【結果と考察】供給ヒーターを加熱し、エッチングした針状 W 線を 800 °C で 5 min 加熱した後、室温まで冷却した。その後、W 線先端の SEM 像を取得した(図 2)。針状結晶が成長し、その太さは 10~40nm、長さは数百 nm であった。W 線の加熱温度が 700 °C 以下のときは、タングステン酸化物は針状にはならず、大きさが数十 nm 程度の粒形状で W 線先端に堆積した(図 3)。一方、W 線の加熱温度を 1000 °C 以上にすると、タングステン酸化物は W 線先端に堆積しなかった(図 4)。結晶の形状は成長基板の温度に依存する。その他、成長条件について詳細を当日報告する。

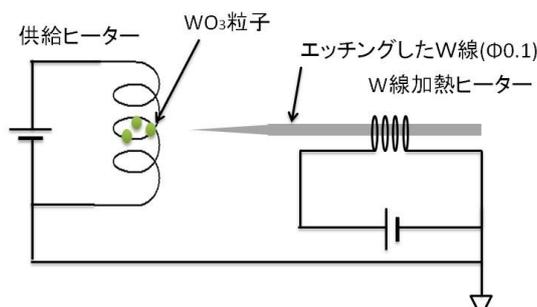


図 1 タングステン酸化物成長機構の概念図

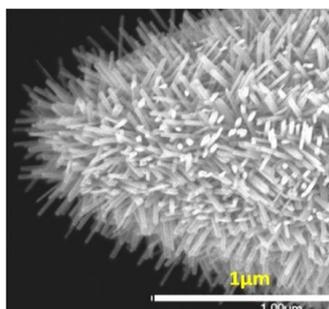


図 2 W 線先端に成長した針状結晶 SEM 像(加熱温度 800°C)

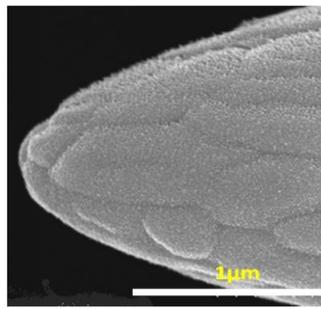


図 3 W 線先端の SEM 像(加熱温度 650°C)

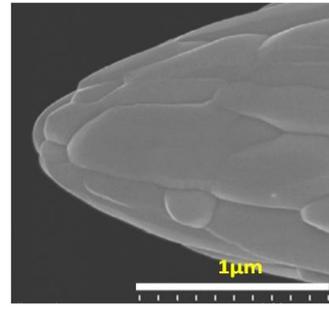


図 4 W 線先端の SEM 像(加熱温度 1000°C)

- 1) Y.B. Li et al., *Chem. Phys. Lett.* **367** (2003) 214.
- 2) O. Kubo et al., *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 254101.
- 3) 永島 他 2013年 応物 北陸・信越支部 学術講演会 23a-A-3