

# ビームアプリケーションチーム

## Beam Application Team

チームリーダー 目黒多加志  
MEGURO, Takashi

「表面」は、物質の持つ機能を決定する上で非常に大きな役割を果たすものであり、「表面解析」「表面改質」の研究は、物質の高機能化、多機能化を達成するために極めて重要なものとなっている。当チームでは、イオン、電子、光子等のビーム援用技術、ならびに低温プラズマ技術やそれらの関連技術を利用して、「表面を測る（計る、量る）」と「表面を作る（創る、造る）」に関し、先端材料の表面解析・表面制御及び表面改質に関する研究・支援を行っている。研究目標としては、解析法および技術の高度化、ビーム・プラズマ等を利用した先端材料創製の基礎、ビーム・プラズマ技術の新機能材料、生体親和性医療材料への応用等であり、主として炭素系材料を中心に、物質表面の改質や形状・電子状態の制御に関して、マクロスコピックに一括して表面を改質する手法やナノスケールの領域を局所的に改質する手法の両面の検討を行っている。また支援業務として、RBS, TEM, imaging ESCA, FE-AES, FE-SEM, AFM, レーザー顕微鏡, EPMA, Raman, ICP-MS等の共同利用機器の運営・維持・管理、ならびに表面解析・表面分析に関する各種相談、共同利用機器ユーザーへの分析技術指導、通常依頼分析、ならびにユーザーの要求に応じた高度依頼分析を行っている。これらの装置に関して中央研究所所属の研究室、チームに加え、各センター等を含む多くの研究室、グループ、チームの利用実績がある。

### 1. 解析法及び技術の高度化、及び新しい解析技術の基礎

#### (1) 表面解析技術の高度化（目黒、中尾、三瀬、渡邊、小林、神島\*1）

生命科学分野を初めとする最先端の分野において、X線光電子分光法（XPS）の必要性が増加していき、それに伴い、さまざまな形態の試料の分析・解析が必要とされている。粉末、薄膜、絶縁物試料、数十 $\mu\text{m}$ の微小範囲の深さ方向分析など、高度な測定手法が必要とされている。現在の装置の能力を、いかに最大限活用するかという事が、最も重要なポイントである。より感度の高いスペクトルを得るため、モノクロ線源を用いた測定を行い、また、試料へのマスキングによるチャージアップ対策など、試料への前処理を行って、表面加工法の違いによる酸化皮膜の深さ方向分析などの測定手法を確立した。また、金属錯体の中心金属に関して、放射光（Spring-8）を用いたXPSと、ラボで測定したXPSの結果より、金属錯体の結合状態の決定を行った。

磁性物質や有機導体物質あるいは粉末状物質の元素（組成）含有量の測定ツールとして、また、マッピング測定による薄膜の均質性や複合物質の混合の割合の評価ツールとして電子プローブマイクロアナライザー（EPMA）を用いている。通常、波長分散型X線分光器による数ミクロン程度の粒子の測定では、樹脂に埋め込んだり、ペレット状に加工して、形状による測定誤差を減らす方法をとっている。今回、加工時の二次汚染を減らすために、パイロクロア型酸化物（ $\text{A}_{2-x}\text{B}_2\text{O}_7$ ）の結晶性粒子に対しては直接測定を行っても、最適な分光結晶を選び、統計的に取り扱うことにより正確な組成分析を行い、 $x$ の値を決めることができる。現在、埼玉大学理工学研究科との共同研究でフェライトを用いた複合材料（トンネル型磁気抵抗材料など）の研究を行っており、EPMAを用いて、マイクロスケールでの構造を調べている。

二次イオン質量分析計（SIMS）による金属や半導体等の深さ方向極微量分析は、その有用性や測定法について良く知られている。平成18年度に引き続き、チャージアップや成形性等のため測定困難な絶縁性の有機材料（ソフトマテリアル）一般について、金属を含まない導電性物質を加える等、従来とはまったく異なった新しい一般性のある手法を検討した。その結果、導電性ポリマーで表面をコーティングすることで、最大電流値の一次イオンビームを使用した場合でもチャージアップを防止して、ソフトマテリアルの一種である髪の毛の深さ方向分析に成功した。

#### (2) 希土類シリサイドナノ構造体の形成および物性測定（小林、横山\*2, 片山\*2）

微細配線や発光デバイスへの応用が期待されるエルビウムシリサイドナノワイヤー、ナノドットを基板上に塩化エルビウムを用いた自己組織化によって作製し、その構造や成長方向を高分解能TEM観察およびEDXにより観察した。FIB-CVDを用いて電極端子を形成し、ナノワイヤーの電気伝導率を測定した。

#### (3) 次世代電子顕微鏡利用を目指した電子ビーム源フォトカソードの開発（西谷、目黒、田淵\*3, 竹田\*3, 鈴木(裕)\*3, 元木\*3）

半導体を用いたフォトカソード電子源は、宇宙誕生の謎に迫る次世代線形加速器「国際リニアコライダー」における実用偏極電子源だけでなく、ライナック・ベースの次世代放射光源加速器の超高輝度電子源としても期待されている。一方、半導体デバイスの微細化や機能材料高度化には、既存のナノテクノロジーを超える原子レベルでの詳細な構造解析や元素分析、構造内の電磁界分布評価が可能な次世代電子顕微鏡が不可欠であり、その実現には、電子源の高性能化が鍵となっている。我々は輝度とスピント偏極性能に強力な利点を持つ半導体フォトカソード電子源が、その電子源候補になると考えた。本研究では、高輝度性能化への独自のアイデアとして提案している超格子構造を持つ半導体フォトカソード電子源の結晶構造最適化を追求し、放出電子の極小エネルギー幅と大電流引出しによる超高輝度性能の実証を目的としている。これまでに得た高耐久・高量子効率のAlGaAsフォトカソードの性能評価結果を利用し、更に高輝度性能に最適化した新型フォトカソード半導体結晶を作成した。また、20 mAまでの大電流での耐久試験のために30keV電子銃の開発を進めた。

#### (4) 繊維状微細物質の由来同定とその場観察法の開発（目黒、関谷\*2, 矢野\*3, 神山\*3）

環境中に存在する種々の繊維状微細物質に関して、光を用いてその形状、組成をその場分析する方法の開発を開始した。また、様々な環境下で採取した繊維状物質の詳細な形状及び組成に関して電子顕微鏡分析を行い、データの蓄積、種類の分別を行うとともに、従来法とのデータの定量型に関する議論も行った。これらの手法は大気中に飛散するアスベスト等の繊維状物質の検出等にも応用可能であると考えている。

## 2. ビーム・プラズマを利用した先端材料創製の基礎

### (1) 新規ナノ材料の創製の基礎 (目黒, 辻\*2)

大気圧プラズマを用いた原子層堆積法でナノカーボン創製を行っている。グラファイト電極のプラズマ源を利用し直流パルス電源を用いて生成したヘリウムプラズマを生成した場合に、極めて得意な形状を有する数十nm～数十μmのサイズの真円凸状カーボンが堆積する条件を見出した。またヘキサンを導入することにより、これらの凸状カーボンが極薄の炭素系薄膜によって同心円状にコートされることも分かっている。さらに液体窒素中でのヘリウム放電を利用して構造制御の可能性を示唆する結果も得られており、現在詳細な検討を続けている。

### (2) 超撥水表面の形成と細胞接着制御 (小林, 喜多村\*2)

PTFE (ポリテトラフルオロエチレン) に対するイオンビーム照射により、表面に高アスペクト比のナノ突起をもつ超撥水表面を形成した。超撥水表面にも関わらず、細胞は複数の突起先端に偽足を伸ばした特異的形狀で接着することを示した。パターンニング照射による接着領域の制御により、平面上で細胞が単離出来ることが明らかになった。

## 3. ビーム・プラズマ技術の新しい機能材料、生体親和性医療材料への応用

### (1) イオンビームによる医用高分子材料の高機能化 (鈴木, 小林, 氏家\*1, 杉田\*1, 神尾\*1, 中島\*1, 志賀\*2, 田中\*2, 高橋(克)\*2, 比留間\*2, 大山\*2, 鎮目\*2, 中村\*2)

イオンビーム照射による人工臓器材料の研究では、高分子材料、生体高分子材料へのイオンビーム照射によって血小板粘着制御、細胞接着制御を行うことで人工臓器用材料の研究を行っている。延伸ポリテトラフルオロエチレン(ePTFE)、キトサン、コラーゲン、含フッ素ポリイミド、ポリ乳酸などにイオンビーム照射を行い、脊椎硬膜修復材料、動脈瘤治療用材料、人工肺、細胞チップ、人工血管、冠動脈用ステント、脳神経外科用カバードステント、手術支援材料の形成を目的とした。ePTFE へのイオンビーム照射によって細胞を特定領域に接着させることが可能で、微小血管の吻合の支援材料として十分臨床応用できることが示唆された。また生分解性高分子へのイオンビーム照射で神経細胞チップの形成が可能で再生医療用材料として期待が持てる。

### (2) (医療用高分子材料の表面改質) (小林, 河合\*2)

プラズマイオン注入 (PBII) 法により、長期留置用シリコンカテーテル表面の細胞接着性向上を目指した研究を行っている。表面積増大を目的としてサンドブラスト処理を併用し、細胞接着率 95%以上と高い効果を得た。凹凸形成によってイオン入射角が減少し、表面の改質効果が高まったためと考えられる。

---

\*1 客員研究員, \*2 研修生, \*3 共同研究

“Modification” and “Characterization” of solid surfaces are important to control various functions of materials. The beam application team has been promoting researches on modification and characterization of solid surfaces by using ion, electron, photon, and plasma techniques. Current research topics are “Development of methods and technologies for characterization”, “Fundamental studies on development of advanced materials by beam/plasma technologies”, and “Application of beam/plasma technologies to bio/medical and new functional materials”, and our main targets are “macroscopic collective modification” and “microscopic manipulation” of surface structures and properties mainly for carbon related materials. The beam application team has also managed the institute instruments such as RBS, TEM, imaging XPS, FE-AES, AFM, laser confocal microscopy, EPMA, and Raman spectroscopy.

## 1. Development of methods and technologies for characterization, and fundamental researches of new analytical method

(1) X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) analysis become necessary in extremely front field, especially for Life Science area. According to this phenomenon, many kinds of specimens form, such as powder, insulator, thin film, micro size specimen, ceramic tube become necessary for analysis. XPS analyses for insulator need high-level technique to avoid the charge-up effects. The analysis method for insulator using monochromate X-ray has investigated. Analysis for oxidation films for Aluminum materials according to the different surface modification methods were also investigated using monochromate X-ray.

The electron probe X-ray micro analyzer (EPMA) is used to analyze the element contents of magnetic material and organic conducting material, element distribution of thin film, and so on. When using the wavelength dispersive X-ray spectrometer (WDS), the particles of a few  $\mu\text{m}$  are usually embedded in the resin and polished, or pressed and pelletized with the intention of decreasing the measuring error by the shapes. The WDS can exactly analyze crystalline particles of pyrochlore oxide ( $\text{A}_2\text{-xB}_2\text{O}_7$ ) without the advance process as a result of optimum spectrum crystal and statistical technique, and we can obtain the X-value. Moreover, we observe the microscale structure of the ferrite complex materials, as the tunneling magneto resistance materials, by EPMA.

The secondary ion mass spectroscopy (SIMS) is a well-established and useful technique for depth profiling analysis of metals and semiconductors with high sensitivity. In SIMS analysis of insulating soft materials such as polymer or biomaterial, charging up would be a serious problem, which disturbs the collection of secondary ions. In order to resolve the problem, we have attempted a new approach for preventing charging up of thick soft materials by coating with nonmetallic conductors. The depth profile of the hair sample coated wholly with a conducting polymer was successfully measured in longer time without any charging up even in the maximum current of the primary ion beam..

### (2) Structure analysis of self-assembled $\text{ErSi}_2$ nanowires

$\text{ErSi}_2$  nanowires were synthesized by self-assembling on silicon substrates using  $\text{ErCl}_3$  solution. The structures and growth direction were investigated by high-resolution cross-sectional TEM and EDX. The conductivity of the wires was observed by forming micro-electrodes attached on both ends of a wire using FIB-CVD.

### (3) Development of a next-generation electron source

GaAs semiconductor photocathodes with negative electron affinity surface (NEA-GaAs photocathodes) have been used as polarized electron source in high-energy physics. The only candidate for the polarized electron source of the future linear collider (ILC Project) is the combination of a DC-gun and a GaAs semiconductor photocathode with negative electron

affinity (NEA) surface. On the other hands, NEA-GaAs photocathodes is considered as the most promising electron source with high-brightness performance for a next-generation X-ray light source based on a linac. We consider NEA-GaAs photocathodes to be suitable electron source for a next-generation electron microscopy, because an electron gun producing an e-beam with high-brightness is a key component to realize a next-generation electron microscopy. We are developing new type of semiconductor photocathode for a future electron microscopy and a photocathode DC gun for photocathode surface lifetime estimation under large current operation.

(4) Consideration on the origin of micro-fiber materials and development of their *in-situ* observation techniques

Development on *in-situ* observation techniques of micro-fiber materials existing in human living environments have been started. Structural and compositional analyses of micro-fibers has been also studied by electron microscopic techniques in comparison with conventional analytical methods. It is expected that results from these researches will be used in real-time monitoring of various micro-fiber materials such as asbestos.

## 2. Fundamental studies on development of advanced materials by beam/plasma technologies

(1) Fabrication of nanomaterials by beam/plasma technologies

Nanocarbon creation has been being studied by atomic layer deposition technique employing atmospheric plasma. DC voltage was supplied between an outer cap electrode and an inner electrode which were made by graphite, and novel convex-shaped carbon disks deposit on (001)Si in nano/micro scale. It was also found that very thin carbon films were grown in He plasma generated by the pulsed DC voltage and graphite electrode system with hexane feeding as a precursor.

(2) Cell attachment on super-hydrophobic surfaces

Nano-sized protrusions are formed on polytetra-fluoroethylene (PTFE) surface by ion-beam irradiation. Although the surfaces were super-hydrophobic, cells attached at the tops of protrusions with formation of pseudopodia. The cells can be cultured at the surface one by one by using patterning irradiation controlling the attaching area.

## 3. Application of beam/plasma technologies to novel functional materials

(1) Ion beam modification of materials for the application of medical devices

Polymeric materials have contributed significantly to the development and improvement of medical devices and systems. Various interactions take place between biomaterials and a body when polymeric biomaterials come into contact with a living organism. Ion implantation is a physicochemical surface modification process that results from the impingement of a high-energy ion beam. The chemical characteristics of expanded polytetrafluoroethylene (ePTFE), chitosan, collagen, and poly-L-lactic acid (PLLA) surfaces are changed when ion implantation is performed. Therefore, alteration and manipulation of the thrombogenicity and control of the cell-attachment properties of a material surface are potentially possible and could be advantageous. Newly designed polymers using ion-beam modification methods have been studied to improve blood and tissue compatibility for the fabrication of cellular sheet, artificial dura matter, wrapping material for therapy of aneurysms, artificial lung, artificial vascular grafts, cellular sheet, cellular chip and coronary stent.

(2) Surface modification of medical polymers

Silicone catheter tubes were irradiated with noble gas ions by PBII method to improve the cell attachment ratio. It increased to 95% by combination use of sandblasting to increase the surface area. The modification effects at the surface was enhanced by decrease of ion incidence angle due to the microasperity formed by sandblasting.

### *Staff*

#### *Head*

Dr. Takashi MEGURO

#### *Members*

Dr. Aiko NAKAO

Dr. Yoshiaki SUZUKI

Dr. Takaya MISE

Dr. Tomohiro KOBAYASHI

Mr. Kowashi WATANABE

#### *Special Postdoctoral Researcher*

Dr. Tomohiro NISHITANI

#### *In collaboration with*

Dr. Tetsuya AOYAMA (Supramolecular Sci. Lab.)

Dr. Kenji YAMAZAWA (Advanced Eng., Team)

Dr. Naoki KANO (Antibiotics Lab.)

Dr. Masashi ISHII (JASRI Quantum Nanoscale Materials Research Team)

Dr. Yoshihisa HARADA (JASRI Quantum Nanoscale Materials Research Team)

Dr. Richard VENDAMME (FT Topochemical Design Team)

Dr. Kazutoshi KATAHIRA (Materials Fabrication Lab.)  
Dr. Fumiko YAMAMOTO (Magnetic Materials Lab.)  
Dr. Yoshio IWAI (Atomic Physics Lab.)  
Dr. Tokihiro IKEDA (Atomic Physics Lab.)  
Dr. Takao SHIOKAWA (Advanced Device Lab.)  
Prof. Eiji YANO (Teikyo Univ.)  
Prof. Norihiko KOHYAMA (Toyo Univ.)

#### *Visiting Members*

Dr. Shizutoshi ANDO (Fac. Appl. Phys., Tokyo Univ. Sci.)  
Dr. Norio BABA (Fac. Eng., Kogakuin Univ.)  
Dr. Yasuhiro HASEGAWA (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Dr. Hiroshi KAKIBAYASHI (Hitachi Co., Ltd.)  
Dr. Masami KAMIO (Dept. Neurosurg., Sch. Med., Jikei Univ.)  
Dr. Kenji KAMISHIMA (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Dr. Hiroyoshi KAWAKAMI (Fac. Appl. Chem., Tokyo Metrop. Univ.)  
Mr. Masanari KOGUCHI (Hitachi Co., Ltd.)  
Dr. Kimi KUROTOBI (SONY Corp.)  
Dr. Syouji NAGAOKA (Fac. Appl. Chem., Tokyo Metrop. Univ.)  
Dr. Hiroshi NAKAJIMA (Oomiya Ishikai Shimin Hospital)  
Mr. Kei OKAMURA (Riken Keiki Co., Ltd.)  
Dr. Hajime SHIRAI (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Dr. Youichi SUGITA (Sch. Med., Jikei Univ.)  
Dr. Akihiro SUZUKI (Natl. Inst. Fusion Sci.)  
Ms. Ruriko TSUNETA (Hitachi Co., Ltd.)  
Dr. Hideo ISSIKI (The Univ. of Electro-Communication)  
Dr. Takashi AKATSU (Tokyo Inst., of Tech.)  
Mr. Yuji SEGAWA (SONY Corp.)  
Dr. Hiroshi UJIIE (Tokyo Women's Medical Univ.)  
Mr. Kazumasa SATOH (SONY Corp.)  
Dr. Tomonori MIYASATO (Dojin Hospital)  
Dr. Shinji OMORI (SONY Corp.)  
Dr. Tasuku YOTORIYAMA (SONY Corp.)  
Dr. Koji OGIKUBO (Fac. Edu., Saitama Univ.)  
Dr. Jun ONOE (Tokyo Inst., of Tech.)  
Dr. Yoshikazu TERANISHI (Tokyo Met. Industr. Tech. Res. Inst.)  
Dr. Haruyuki YASUI (Industrial Res. Inst. of Ishikawa)

#### *Trainees*

Mr. Satoshi AOYAMA (Tokyo Metrop. Univ.)  
Ms. Hiromi OHYAMA (Fac. Sci., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Yusuke KATAYAMA (Fac. Appl. Phys., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Yuuki KAWAI (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Ms. Akane KITAMURA (Fac. Eng., Univ. Tokyo)  
Mr. Ho Jin KIM (Tokyo Inst. Technol.)  
Mr. Takehiro KOBAYASHI (Fac. Sci., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Kenji SAITO (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Mr. Shota SAITO (Fac. Eng., Hosei Univ.)  
Mr. Hitoshi SATO (Fac. Sci., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Yuichiro SHIGA (Sch. Sci. Eng., Meiji Univ.)  
Ms. Rumi SHIZUME (Fac. Sci., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Katsunori SUZUKI (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Mr. Satoshi SEKIYA (Fac. Eng., Hosei Univ.)  
Mr. Katsumune TAKAHASHI (Fac. Appl. Phys., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Yuji TAGAMI (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Mr. Toshiyuki TANAKA (Fac. Appl. Phys., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Takumi CHIKADA (Fac. Eng., Univ. Tokyo)  
Mr. Naoki TSUJI (Fac. Eng., Hosei Univ.)  
Mr. Takahiko NAKANO (Fac. Appl. Chem., Tokyo Metrop. Univ.)  
Ms. Miki NAKAMURA (Fac. Sci., Tokyo Univ. Sci.)  
Mr. Ryo NIEDA (Fac. Edu., Saitama Univ.)  
Mr. Koji HARUTA (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Mr. Fumio HIRAKATA (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Ms. Hitomi HIRUMA (Fac. Appl. Chem., Tokyo Metrop. Univ.)  
Mr. Kenji FUKUI (Fac. Appl. Chem., Tokyo Metrop. Univ.)  
Mr. Yuuta FUJII (Fac. Eng., Saitama Univ.)

Mr. Seiichi MIYAI (Fac. Eng., Univ. Tokyo)  
Mr. Daigo MURAOKA (Tokyo Metrop. Univ.)  
Ms. Kazumi YAMAUCHI (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Ms. Arisa YAMASHITA (Tokyo Metrop. Univ.)  
Mr. Satoshi YOKOYAMA (Fac. Appl. Phys., Tokyo Univ. Sci.)  
Ms. Min A YEO (Fac. Eng., Saitama Univ.)  
Mr. Hironori WAKAMATSU (Fac. Eng., Saitama Univ.)