

## 静電引上結晶成長によるPt/Ir探針製作の研究

西村 高志<sup>\*,1</sup>, 松本 乃武<sup>\*\*</sup>

(2025年9月11日受付; 2025年10月30日受理)

## Fabrication of Pt/Ir Probe by Electrostatic Stress-driven Pull-up Crystal Growth

Takashi NISHIMURA<sup>\*,1</sup> and Nobu MATSUMOTO<sup>\*\*</sup>

(Received September 11, 2025; Accepted October 30, 2025)

Pt/Ir probe was fabricated by heating the tip of polycrystalline Pt/Ir wire with a laser irradiation to form a melt and then applying a high voltage to the melt, causing the melt to pull-up grow due to electrostatic stress. When the applied high voltage was -12 kV, the Pt/Ir tip grew into a curved shape with a tip curvature radius of 25.9  $\mu\text{m}$ . As the high voltage was increased from -15 kV to -25 kV, the melt was strongly pulled up by electrostatic stress, resulting in a tip curvature radius of approximately 400 nm. At a high voltage of -19 kV, the tip curvature radius of the Pt/Ir wire reached a minimum of 245 nm, with the tip surrounded by facet surfaces. These results demonstrate that the electrostatic stress-driven pull-up crystal growth can be used to sharpen Pt/Ir wire.

## 1. はじめに

融液からの結晶成長を電磁界場で制御する手法は材料電磁プロセス (EPM) と呼ばれ、融液の攪拌、形状制御、浮遊などが研究され、鉄鋼プロセスや高融点金属の溶融 casting, CZ 法による Si 単結晶製造などへ応用されている<sup>1)</sup>。EPMでは主に磁場によるローレンツ力が用いられる。静電エネルギーは磁気エネルギーより小さいため EMP では電場は融液の流れを直接制御する手段としては利用されておらず、主に融液へ電流を通電するために利用されている。

一方、液体金属イオン源<sup>2)</sup>やエレクトロスプレー法<sup>3)</sup>では、低融点液体金属や液体試料に印加される電界強度を大きくするために試料の曲率半径を小さくし、液体金属や液体を強い静電応力で引き上げる。我々はこの手法を応用し、曲率半径を小さくした材料融液へ高電圧を印加し電界を集中させることで、材料融液を静電応力で一軸方向に引き上げ結晶成長する方法 (静電引上結晶成長) の研究を行っている。これまで半導体融液と金属融液の静電引上結晶成長に

より鋭い探針型の結晶を成長できることを明らかにした<sup>4,5)</sup>。

本研究では静電引上結晶成長により白金イリジウム合金 (Pt/Ir) 探針の製作手法を研究した。Pt/Ir 探針は貴金属のため化学的不活性であり酸化され難く、また白金と比べて硬いのでプローブ顕微鏡の探針として応用されている。プローブ顕微鏡の探針は電解研磨法で製作されることが多いが、Pt/Ir は化学的に不活性であるために電解研磨法での探針製作プロセスが複雑であった<sup>6)</sup>。さらに電解研磨法で探針を作ると電解液により探針が汚れるので洗浄が必要であった。静電引上結晶成長ではクリーンな真空環境下にて、高電圧印加とレーザー照射からなる簡単なプロセスで、表面汚染の少ない Pt/Ir 探針の製作を期待できる。

## 2. 実験方法

実験系の模式図を図1に示した。真空装置 (Base pressure  $1 \times 10^{-5}$  Pa) 内に設置した多結晶 Pt/Ir 線 ( $\phi 0.1$  mm, Pt95 %-Ir5 %) へ円筒形の高電圧電極 (直径 10 mm, 厚さ 5 mm) を距離 2.5 mm 近づけた。高電圧電源には -5 kV から -25 kV までの電圧を印加し、その後、Pt/Ir 線の先端部をレーザー ( $\phi 1.6$  mm) 照射し溶融した。レーザー中心の位置は Pt/Ir 線先端部に合わせた。Pt/Ir 融液の結晶成長過程は長焦点顕微鏡 (UWZ-300F; Union Optical Co., Ltd., Tokyo, Japan) により観察した。また、結晶成長後の Pt/Ir 線の先端部の表面形状は電子顕微鏡 (SEM) (SU8230, Hitachi High-Technologies Corp., Hitachinaka, Japan) にて観察した。Pt/Ir 線の加熱に用いたレーザー照射装置 (L13920-511, Hamamatsu Photonics, Hamamatsu, Japan) は 940 nm の連続波レーザーでトップハット型ビームであった。レーザー強度は 0 W より 60 W まで 6 W ステップずつ加熱し、6 W 増加するごとに

**キーワード:** 静電応力, レーザ溶融, テイラーコーン, 金属探針, ファセット面

\* 鈴鹿工業高等専門学校電気電子工学科  
(〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町)

Department of Electrical and Electronic Engineering, National Institute of Technology, Suzuka College, Shiroko-cho, Suzuka, Mie, 510-0294, Japan

\*\* 鈴鹿工業高等専門学校総合イノベーション工学専攻  
(〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町)

Advanced Engineering Course of Science and Technology for Innovation, National Institute of Technology, Suzuka College, Shiroko-cho, Suzuka, Mie, 510-0294, Japan

<sup>1</sup> takashi@elec.suzuka-ct.ac.jp

DOI: <https://doi.org/10.34342/iesj.2026.50.1.26>

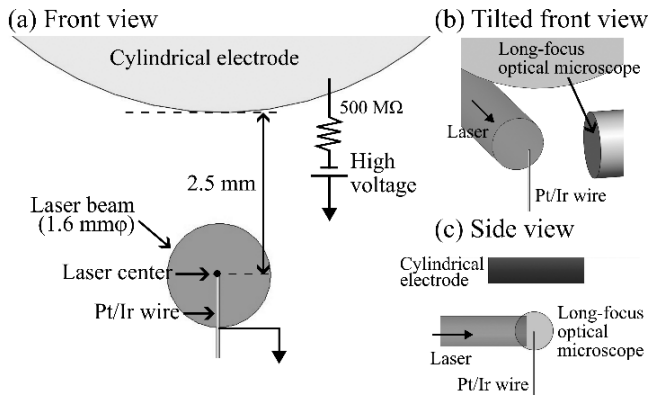


図1 高電圧印加下での Pt/Ir 線溶融のための実験系模式図

Fig.1 Schematic illustration of the experimental system for Pt/Ir wire melting under high voltage.

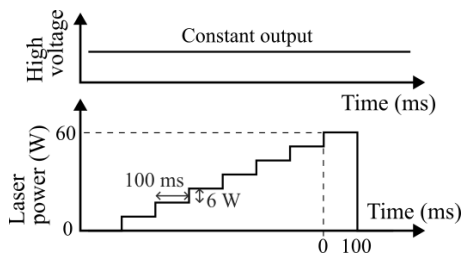


図2 レーザ強度と高電圧の時間変化

Fig.2 Time-dependent variations of the applied high voltage and laser power.

100 ms の間レーザ強度を一定にし、60 W に到達後に 0 W へ下げた（図2）。

### 3. 実験結果と考察

印加電圧が -19 kV での溶融・凝固過程の長焦点顕微鏡によるその場観察の結果を図3に示した。図3中の 0 ms は図2のレーザ出力が 60 W に到達したタイミング（0 ms）と一致している。図3において Pt/Ir 線の右側にレーザが照射されていた。0 ms から 80 ms では Pt/Ir 線の形状は大きく変化しておらず、ほぼ溶融していないと推測される。図3中の点線は 0 ms における Pt/Ir 線先端部の位置を示している。90 ms では先端部が球面状に変形し、100 ms では点線より上部へ先端部が引き上げられた。これらの観察結果は Pt/Ir 線先端部は 90 ms では溶融しており、その融液が引き上げられ 100 ms で鋭く尖った形状になったことを示す。ステファン-ボルツマン則より高温物体から熱輻射される光の強度は温度の4乗に比例するため<sup>7)</sup>、図3(a)の長焦点顕微鏡像で輝度が強いほど Pt/Ir 線の表面は高温である。図3(a)の 0 ms の矢印 a の輝度に対して 120 ms の矢印 b の輝度は暗いので、120 ms の Pt/Ir 線は 0 ms より温度が低い。そのため、120 ms の Pt/Ir 線は 0 ms と同様に凝固していると推測できる。以上から 120 ms における Pt/Ir 線先端部は、100 ms までに引き上げられた融液が

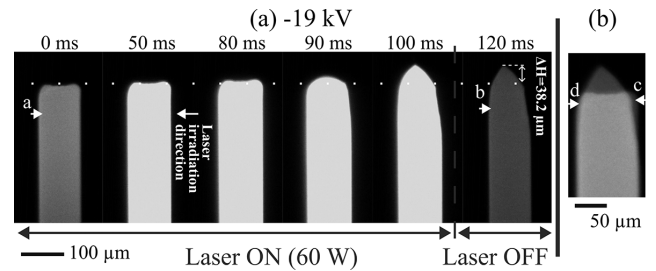


図3 -19 kV を印加した Pt/Ir 線の溶融・凝固過程のその場観察。(a) 0 ms から 120 ms までのその場観察、(b) 100 ms の像へ 0 ms の像を重ねた像

Fig.3 Sequential in-situ optical microscopy images of Pt/Ir wire melting and solidification. Pt/Ir wire heated at -19 kV. (a) Images from 0 ms to 120 ms. (b) Image obtained by overlaying the 0 ms image onto the 100 ms image.

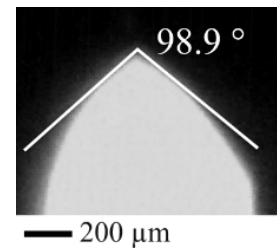


図4 -19 kV 印加した Pt/Ir 線の溶融・凝固過程の 100 ms における先端部拡大像

Fig.4 Magnified in-situ optical microscopy images at 100 ms of Pt/Ir wire heated at -19 kV.

凝固して形成したものである。0 ms から 120 ms の間に引き上げられた融液の距離  $\Delta H$  は  $38.2 \mu\text{m}$  であった。また、図3(b)に 0 ms と 100 ms の像を重ねた像を示した。図3(b)の 100 ms の Pt/Ir 線右側（矢印 c）は 0 ms に比べて凹んでおり、一方で Pt/Ir 線左側（矢印 d）は形状が 0 ms に比べてほとんど変化していない。これらの図3の観察結果は、Pt/Ir 線右側（矢印 c）がレーザで照射され溶融し、点線より上方へ引き上げられたことを示す。

図3の 100 ms における Pt/Ir 線の先端部の拡大像を図4に示した。Pt/Ir 線先端部の角度は  $98.9^\circ$  であった。液体金属イオン源（LMIS）において、タングステン探針先端部をガリウム（Ga）で濡らし高電圧を印加すると、液体 Ga が静電応力により引き上げられ、液体 Ga の表面張力と静電応力がバランスすることで  $98.6^\circ$  のコーンが形成することが知られており Taylor cone と呼ぶ<sup>8)</sup>。Pt/Ir 線先端部の角度が Taylor cone と近い値を取るの LMIS と同様に Pt/Ir 線の先端部では溶融した Pt/Ir 融液が静電応力により引き上げられ先端角度  $98.9^\circ$  を形成したと推測される。

高電圧を印加しない場合（0 kV）と、高電圧を -12 kV から -21 kV まで印加し Pt/Ir 線先端部を静電引上結晶成長させた先端部 SEM 像を図5で示した。高電圧を印加しない 0 kV（図5(a)）では Pt/Ir 線の先端部で溶融した融液は引き上げられることなく溶け落ち、先端部には溶けずに残つ

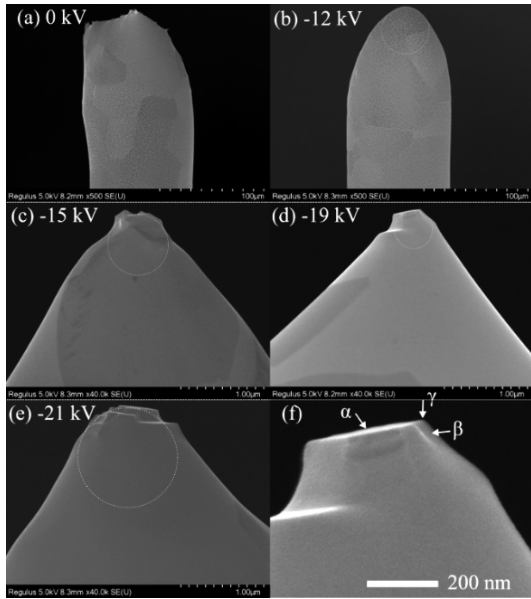


図5 レーザ加熱後の Pt/Ir 線先端部の SEM 像。印加した高電圧の値は、(a) 0 kV, (b) -12 kV, (c) -15 kV, (d) -19 kV, (e) -21 kV. -19 kV 印加して成長した Pt/Ir 線先端部の高倍率 SEM 像を (f) に示した

Fig.5 SEM images of the tip of Pt/Ir wire after laser irradiation. Wires heated at (a) 0 V, (b) -12 kV, (c) -15 kV, (d) -19 kV and (e) -21 kV. (f) Magnified SEM image of the tip of Pt/Ir wire at -19 kV.

た構造が存在していた。図5の点線で示した円は先端部の形状に合わせて描いた。この円の半径（先端曲率半径）を用いて Pt/Ir 線先端部の鋭さを評価した。-12 kV から -25 kV までの各電圧にて2回の実験を行い曲率半径の平均値を求めた（図6）。図6にて -12 kV では先端曲率半径は 25.9  $\mu\text{m}$  であったが、印加する高電圧を -25 kV まで増加させると先端曲率半径は 400 nm 程度まで減少した。-12 kV から -19 kV まで高電圧を増加すると先端曲率半径は減少するが、さらに -19 kV から -25 kV まで高電圧を増加させると先端曲率半径は 370 nm 程度増加した。以上より Pt/Ir 線先端部の曲率半径が最も小さくなる最適な高電圧の値が存在し、本実験条件では -19 kV のときの 245 nm であった。図6にて各電圧の曲率半径の標準偏差／平均値は 0.11～0.01 であり、実験データのばらつきを考慮しても曲率半径は -19 kV で最小であった。また、高電圧が -15 kV から -25 kV では Pt/Ir 線の先端部でファセット面が形成された。例えば図5 (f) は -19 kV 印加時の Pt/Ir 線の先端部を示しているが、矢印  $\alpha$  と  $\beta$  で示したファセット面で先端部が囲まれている。一方で、-12 kV の先端部ではファセット面は観察されず、先端部は曲面形状であった。

本実験では高電圧を印加した Pt/Ir 線の先端部をレーザーにて溶融し凝固させた。この先端部の融液には静電応力 ( $P_E$ ) と表面張力 ( $P_\sigma$ ) が生じていると推測される（図7）。 $P_E$  と  $P_\sigma$  は次の式で計算される<sup>9)</sup>。

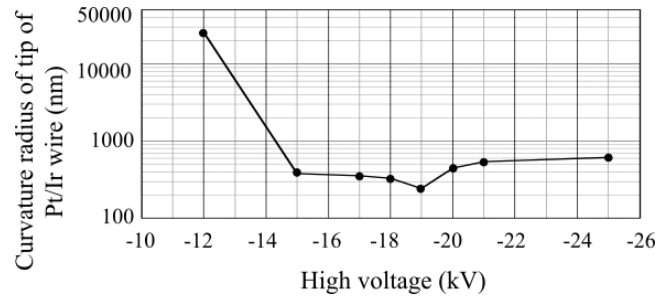


図6 Pt/Ir 線の先端曲率半径の印加高電圧による変化

Fig.6 Curvature radius of tip of Pt/Ir wire vs. High voltage.

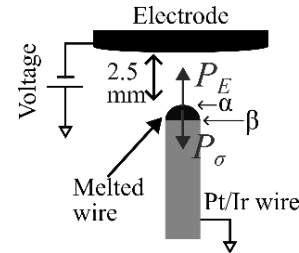


図7 Pt/Ir 線の静電引上結晶成長の模式図

Fig.7 Schematic of model of electrostatic stress-driven pull-up Pt/Ir crystal growth.

$$P_E = \frac{1}{2} \epsilon_0 E^2 \left[ \frac{\text{N}}{\text{m}^2} \right] \quad (1)$$

$$P_\sigma = \frac{2T}{r} \left[ \frac{\text{N}}{\text{m}^2} \right] \quad (2)$$

$E$  は Pt/Ir 線先端部の融液へ印加される電界強度、 $\epsilon_0$  は真空の誘電率である。また  $T$  は融液の表面張力、 $r$  は先端部融液の先端曲率半径である。Pt/Ir 融液に印加する電圧が小さく、 $\Delta P = P_E - P_\sigma < 0$  のときは  $P_\sigma$  の影響により融液の形状は球面状になる。また  $\Delta P > 0$  のときは  $P_E$  の影響が強くなり融液が引き上げられると考えられる。図7にて Pt/Ir 線の先端部を曲率半径 25  $\mu\text{m}$  として先端部の電界強度  $E$  を 3 次元静電場解析ソフト (HiPhi; Field Precision LCC, New Mexico, USA) を用いて計算し、 $T$  を Pt の融点付近の値 (1.71 N/m) を用い  $\Delta P = 0$  となる電圧を計算すると、9.4 kV であった。また、融液の引上距離 ( $\Delta H$ , 図3 (a)) の平均値は、0 kV で 0.7  $\mu\text{m}$ 、-5 kV で -1.2  $\mu\text{m}$ 、-12 kV で 23.7  $\mu\text{m}$ 、-19 kV で 35.4  $\mu\text{m}$ 、-21 kV で 50.4  $\mu\text{m}$  であった。 $\Delta P < 0$  となる 9.4 kV 以下では  $\Delta H$  は小さく 1  $\mu\text{m}$  程度であるが、 $\Delta P > 0$  となる 9.4 kV 以上では  $\Delta H$  は 20  $\mu\text{m}$  以上で融液が引き上げられており、融液の引き上げには  $\Delta P$  が効いていることが分かる。

また、-19 kV から -25 kV まで電圧を増加させると  $\Delta P$  は増加するが、Pt/Ir 線先端部の曲率半径は減少せずに 370 nm 程度増加した。印加する高電圧の増加により Pt/Ir 線先端部にて引き上げられる融液量が増加すると、融液の質量による重力の影響が大きくなり、融液を図7の  $P_\sigma$  の方向

に引っ張る作用が生じると推測できる。そのため、高電圧が -19 kV より大きくなると融液量の増加による重力の影響が -19 kV より大きくなり Pt/Ir 線先端部の曲率半径が -19 kV より増加したと推測できる。

静電引上結晶成長時に高電圧電源の出力電流を測定（最小検出電流 100 nA）したが放電電流は測定されず、さらに長焦点顕微鏡観察にて放電時に観察される発光現象<sup>10)</sup>も観察されなかった。よって静電引上結晶成長では放電は起こっていないと考えるが、上記の手法で観測できない微小な放電が Pt/Ir 線先端部で生じていた可能性も考えられる。もし放電が起こっていた場合、高電圧が -19 kV より大きくなると Pt/Ir 線先端部の放電により  $E$  が飽和または減少し、そのため  $P_E$  も減少することで Pt/Ir 線先端部の曲率半径が -19 kV で成長した場合より増加した可能性も考えられる。

真空中で Pt/Ir 線先端の融液を静電応力（ $P_E$ ）で引き上げながら凝固させる過程では、真空断熱のため融液の先端部（図 7 矢印  $\alpha$ ）より線材側（図 7 矢印  $\beta$ ）の方が低温であり、融液は線材側から先端部に向かって一軸方向に結晶成長が進んでいたと推測される。先行研究より、多結晶シリコン（Si）が Si 融液中で一軸方向に結晶成長すると結晶方位により結晶成長の速さが異なるため、成長が進むと特定の結晶方位のグレインが大きく成長する<sup>11)</sup>。高電圧を印加した Pt/Ir 線先端の融液の一軸方向結晶成長においても、結晶成長が進むと特定の結晶方位のグレインが大きくなり、その結果、図 5 (f) で示した結晶成長後の Pt/Ir 線先端部では単結晶グレインのファセット面（図 5 (f) 矢印  $\alpha$ ,  $\beta$ ）が形成されたと推測できる。-19 kV で成長した Pt/Ir 線の先端部にはファセット面稜線の交点（図 5 (f) 矢印  $\gamma$ ）があり極めて鋭い構造となっていた。この -19 kV におけるファセット面とその稜線の交点の構造は -19 kV で静電引上結晶成長した 2 つの Pt/Ir 探針で再現していた。

プローブ顕微鏡の探針はファセット面稜線の交点を先端に持つ構造が適しており<sup>12)</sup>、このような構造であると探針先端部がプローブ顕微鏡観察により破壊してもファセット面の再成長により自己修復することができる<sup>13)</sup>。電解研磨法で作られる Pt/Ir 線の先端部ではファセット面が確認できず丸い構造となっている<sup>6)</sup>。本研究では多結晶 Pt/Ir 線材から静電引上結晶成長により先端部がファセット面で囲まれた探針を製作できた。

#### 4. まとめ

本論文では多結晶 Pt/Ir 線の先端部をレーザ加熱して形成した融液へ高電圧を印加し、静電応力で引き上げ成長させ Pt/Ir 探針の製作を行った。印加した高電圧が -12 kV では Pt/Ir 先端部は曲面状に成長し先端曲率半径は 25.9  $\mu\text{m}$  であった。高電圧を -15 kV から -25 kV まで増加させると静電

応力により融液が引き上げられ、一軸方向に結晶成長が進み先端曲率半径は 400 nm 程度まで鋭くなった。高電圧が -19 kV のとき Pt/Ir 線の先端曲率半径が最小の 245 nm となり、先端部はファセット面で囲まれ、ファセット稜線の交点により鋭い構造を形成していた。以上の成果により静電引上結晶成長法により Pt/Ir 線の先鋭化が可能であることを示せた。

#### 謝辞

本研究はフジクラ財団、立松財団、JSPS 科研費（25K08497）、JKA 補助事業（競輪 2024M-421）より助成を受けて実施した。

#### 参考文献

- 1) 浅井滋生：入門材料電磁プロセッシング，p. 46，内田老鶴圃（2000）
- 2) 日本学術振興会第 132 委員会：電子・イオンビームハンドブック第 2 版，p. 222，日刊工業新聞社（1986）
- 3) A. M. G. Calvo, J. M. L. Herrera, M. A. Herrada, A. Ramos and J. M. Montanero: Review on the physics of electrospray: From electrokinetics to the operating conditions of single and coaxial Taylor cone-jets, and AC electrospray. *J. Aerosol Sci.*, **125** (2018) 32
- 4) T. Nishimura: Electromagnetic force-driven pull-up growth of surface-melted silicon by laser irradiation and resistive heating current. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **64** (2025) 035502
- 5) T. Nishimura: Electrostatic stress-driven pull-up growth of molten titanium via laser irradiation. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **64** (2025) 055506
- 6) Y. Nishiwaki, T. Utsunomiya, S. Kurokawa and T. Ichii: One-step fabrication of sharp platinum/iridium tips via amplitude-modulated alternating-current electropolishing. *Appl. Phys. Lett.*, **126** (2025) 081902
- 7) Z. M. Zhang and G. Machin: Overview of Radiation Thermometry. *Experimental Methods in the Physical Sciences*, **42** (2009) 1
- 8) L. Bischoff, P. Mazarov, L. Bruchhaus and J. Gierak: Liquid metal alloy ion sources—An alternative for focussed ion beam technology. *Appl. Phys. Rev.*, **3** (2016) 021101
- 9) P. Lozano, M. M. Sánchez and J. M. L. Urdiales: Electrospray emission from nonwetting flat dielectric surfaces. *J. Colloid Interface Sci.*, **276** (2004) 392
- 10) Z. Zhou, A. Kyritsakis, Z. Wang, Y. Li, Y. Geng and F. Djurabekova: Direct observation of vacuum arc evolution with nanosecond resolution. *Sci. Rep.*, **9** (2019) 7814
- 11) K. Fujiwara, Y. Obinata, T. Ujihara, N. Usami, G. Sazaki and K. Nakajima: Grain growth behaviors of polycrystalline silicon during melt growth processes. *J. Cryst. Growth.*, **266** (2004) 8
- 12) T. Nishimura, A. M.-A. Hassan and M. Tomitori: Electrochemical etching of metal wires in low-stress electric contact using a liquid metal electrode to fabricate tips for scanning tunneling microscopy. *Appl. Surf. Sci.*, **284** (2013) 715
- 13) M. Tomitori, K. Sugata, G. Okuyama and H. Kimata: Reproducibility of scanning tunneling spectroscopy of Si (111)  $7 \times 7$  using a build-up tip. *Surf. Sci.*, **355** (1996) 21