

課題番号 : F-14-TT-0003
利用形態 : 機器利用
利用課題名(日本語) : プローブ顕微鏡による表面科学計測
Program Title (English) : Surface science study using scanning probe microscopy
利用者名(日本語) : 岡田有史
Username (English) : A. Okada
所属名(日本語) : 京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科 物質工学専攻
Affiliation (English) : Graduate School of Chemistry and Materials Technology, Kyoto Institute of Technology

1. 概要(Summary)

(1) 走査型プローブ顕微鏡 (STM) および非接触原子間力顕微鏡 (nc-AFM) を用い, Si(111) および MgAl_2O_4 (111) 表面への Ga 蒸着および酸素処理の影響を調べた. (2) 真空蒸着装置を用い, 劈開マイカ上に金を蒸着し, 電気化学走査トンネル顕微鏡 (ECSTM) を用いて分子/Au(111) 表面の構造観察を行った.

2. 実験(Experimental)

走査型プローブ顕微鏡の実験では, Si(111) を通常の方法(フラッシング, アニール)で清浄化し, 自作の蒸着源を用いて常温で Ga を蒸着し, アニールして原子を配列させた. 被覆率は 1/3 ML 以下からおよそ 1 ML まで変化させ, 蒸着条件の探索を行った. さらに O_2 導入機構を用いて約 600°C で加熱しながら酸素曝露を行い, 1 ML 付近の構造がどのように変化するかを観察した. これらの知見をもとに, MgAl_2O_4 (111) 表面への Ga 蒸着条件を設定し, nc-AFM 観察を試みた.

真空蒸着の実験では, 劈開マイカを 350°C に加熱しながら 10^{-4} Pa のオーダーで Au を蒸着し, 大気中に取り出した後に切り分け, 裏面をブタンガスバーナーでフレームアニールし, 結晶化させた. これを ECSTM の基板とし, 0.05 M の $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ を支持電解質とする水溶液 (pH 約 9) に 0.2 mM のメラミンを導入し, 表面の吸着構造を観察した.

3. 結果と考察(Results and Discussion)

超高真空装置の実験では, 1/3 以下から約 1 ML までの範囲で Ga/Si 構造が文献通り出現した (Fig. 1 に例を示す). すなわち最表面が Ga-Si でインターミキシングした配列がドメインバウンダリーを隔てて多結晶状に表面を被覆した構造となった. これに酸素曝露を行うとドメインバウンダリーからボイド生成が始まり, ナノクラスター状の構造

物に変化して行く様子が観察された. このクラスターの組成は不明であるが, 熱処理をすると容易に揮発したことから, Ga_2O_3 のようなストイキオメトリックな相ではないと考えられる. MgAl_2O_4 (111) 表面への Ga 蒸着を試みたが, こちらは nc-AFM 探針の発振を安定に行う回路 (easyPLL) を導入しても分解能が上がらず, 高分解能観察は今後の課題となった. 現在は発振条件や探針の先鋭化条件を探索中である.

ECSTM 観察を行ったところ, Fig. 2 に示すように, メラミンが pH 約 9 で文献と同様の周期性を持って二次元ネットワークを作る様子が観察された. この周期構造は水素結合に起因すると考えられる. 今後は, スペーサ分子を導入し, さらに Au とは異なる金属を導入して新規ナノ構造の作製を目指す予定である.

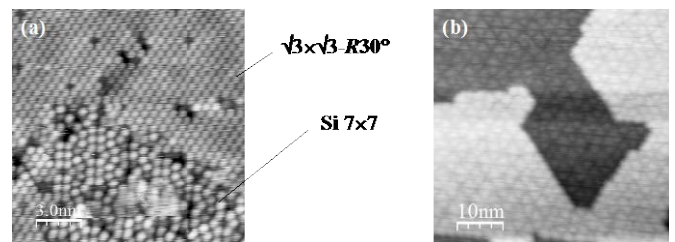


Fig. 1 STM images of Si(111) after Ga deposition with (a) below 1/3 ML and (b) close to 1 ML. $V_s = +2.5$ V, $I_t = 0.1$ nA.

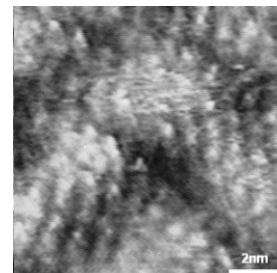


Fig. 2 ECSTM image of melamine/Au(111) surface. $V_{\text{tip}} = +0.1$ V, $V_{\text{sample}} = -0.1$ V, $I_t = 0.3$ nA.

4. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

(1)岡田有史, 西村慶也, 苗代迫拓也, 吉村雅満, 角野広平, ”走査プローブ顕微鏡を用いた酸化物表面の構造および物性の観測”, 日本材料学会セラミック材料部門委員会学術講演会, (2014年7月15日, 京都工芸繊維大学, 口頭発表).

(2)T. Nashirozako, A. Okada, K. Nishimura, M. Yoshimura and K. Kadono, “Scanning Tunneling Microscopy Study on Ga/Si(111): Effect of Annealing and Initial Oxidation”, *The 22nd International Colloquium on Scanning Probe Microscopy* (11 December, 2014, Atagawa Heights, Japan, Poster session).

(3)苗代迫拓也, 岡田有史, 西村慶也, 吉村雅満, 角野広平, ”酸化 Ga/Si(111)表面の熱処理過程の STM 観察”, 第 62 回応用物理学会春季学術講演会 (2015 年 3 月 12 日, 東海大学湘南キャンパス, ポスター発表).

(4)西村慶也, 岡田有史, 苗代迫拓也, 吉村雅満, 角野広平, ”非接触 AFM を用いた Ga/MgAl₂O₄(111)の吸着初期過程の観察”, 第 62 回応用物理学会春季学術講演会 (2015 年 3 月 12 日, 東海大学湘南キャンパス, ポスター発表).