

走査型トンネル顕微鏡による 高配向性グラファイト表面の観察

量子物質工学科 大谷研究室 戸室 港

[研究の背景]

我々の研究室では、多価イオン照射によって固体表面に生じる現象に注目し、研究を行なっている。昨年までに積み重ねてきた研究により、多価イオンを高配向性グラファイト (HOPG) に照射すると、表面層に数 nm サイズの構造変態が引き起こされることが走査型トンネル顕微鏡 (STM) による観察によってわかっている。その構造変態は照射イオンの入射エネルギーではなく、多価イオンの持つ膨大な内部エネルギーによって引き起こされると考えられているが、まだその実態は明らかではない。これまでの研究では、価数の異なる (つまり、内部エネルギーの異なる) 多価イオンを照射し、照射痕の大きさの変化を見てきた。しかし、入射エネルギーが内部エネルギーに比べて小さくなるような条件での照射は、まだ行なわれていない。それ故、照射イオンの入射エネルギーを極力小さくして、多価イオンの持つ内部エネルギーのみによる効果をより明らかにすることが必要となった。

[研究の目的]

多価イオンの持つ内部エネルギーによる効果をより明らかにすることが目的である。そのために、HOPG 表面に内部エネルギーの等しい Xe 多価イオンを、入射エネルギーを変えて照射し、照射痕を STM によって大気中観察し、比較する。入射エネルギーが内部エネルギーを下回るまで減速して照射し、入射エネルギー依存性を検証した。

[実験の原理と結果]

・STM の概要

走査型トンネル顕微鏡 (Scanning Tunneling Microscope, STM) は試料表面の原子や分子を直接観察することを初めて実現した。二つの金属間に電圧を数百 mV 加え、両者の距離を 1 nm 以下に近づけると、トンネル効果により電流が数 nA 流れる。この電流は電極間の距離に対し指数関数的に変化する。STM は一方の電極に非常に鋭い探針を用い、探針と試料間に流れるトンネル電流を、走査位置での探針の高さの検出信号として利用し、探針を試料表面上でスキャンさせることで、表面像を得る装置である。適切な STM 像を得るためには、探針の先端が原子数個の鋭さであることと、フィードバック制御回路、ピエゾ駆動回路が安定であること (つまり、ノイズが少ないことや、試料ステージが水平であること) が必要である。

測定方法には、電流一定モードと高さ一定モードの2通りがある。電流一定モード測定では、探針と試料間に流れるトンネル電流を一定に保ちながら探針を走査させ、探針の鉛直方向の位置変化を記録することでサンプル表面形状を観測する。高さ一定モード測定では、探針を一定の高さに保ちながら走査させることで、探針とサンプル間に流れるトンネル電流の変化を記録してサンプル表面形状を観測する。後者はフィードバックを用いないため、スキャン速度を速くできる特徴がある。

本研究には、高さ一定モードを用いた。速くスキャンすることによりベストな条件が見つかりやすいなど、鮮明な画像を得やすいためである。

・STMの整備

本研究で用いたSTMは去年までも使用されていたものであるが研究室の配置換えにより、今年度レーザーセンターの4階から3階に移設された。私の研究は、3階に無雑作に置かれたSTMを一人で立ち上げることから始まった。STMを扱える人が研究室に誰もおらず、参考となる資料も不足していた。まずは、HOPGの原子像観察を予備目的とし、以下のことを行なった。

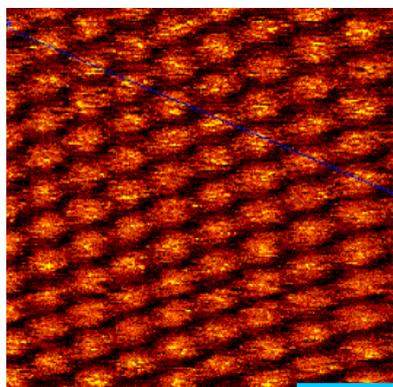
探針作り・・・本研究では白金イリジウムを使った。大気中観察に向いており、ニッパーで切って作ることができる。探針の先端が原子数個のオーダーであることが必要。

空圧除震台のセットアップ・・・STMの重心がテーブルの奥側に存在したため、空気圧によって浮かない箇所があった。テーブル手前側におもりを置くことで、重心をテーブルの中心に持ってくることができ、正常に浮くようになった。床からのノイズを抑えるために、テーブルが浮いた状態で水平度を調節した。

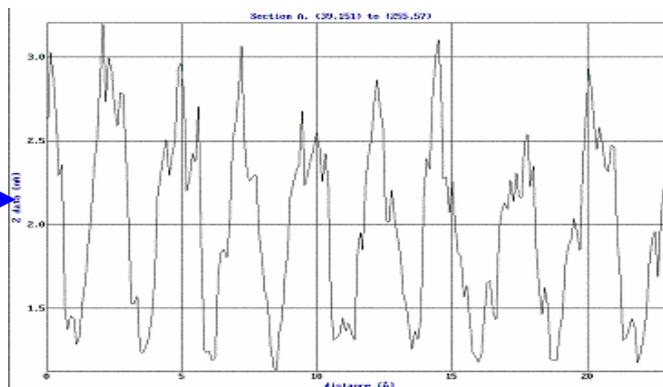
試料ステージの水平度調整・・・試料ステージをつるしているバネの長さを調節し、水平度を調節した。これにより、探針が試料の中心にアプローチするようになった。

電氣的ノイズの低減・・・調整前は50Hzのノイズがひどく大きかったが、アースの取り方を変える事などにより大幅に低減できた。

これらにより、HOPGの原子像を見ることができた。(図1、図2)



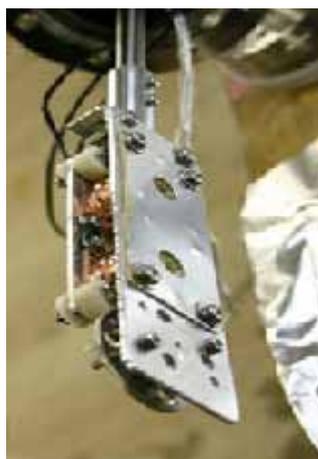
[図1] 原子像



[図2] 断面図

・低速多価イオン照射

多価イオン源EBITで生成される多価イオンの引き出し効率、引き出し電圧が大きい程よい。今年度のEBITの改造により、引き出し電圧を5 kVまで向上させることに成功している。本研究では早速、現在最高の5 kV引き出しでXe⁺⁴⁶の多価イオンを引き出し、利用するが、そのまま照射しては入射エネルギーが大きいので、減速照射用試料ホルダーを作成した。(図3、図4)



[図3]



[図4]

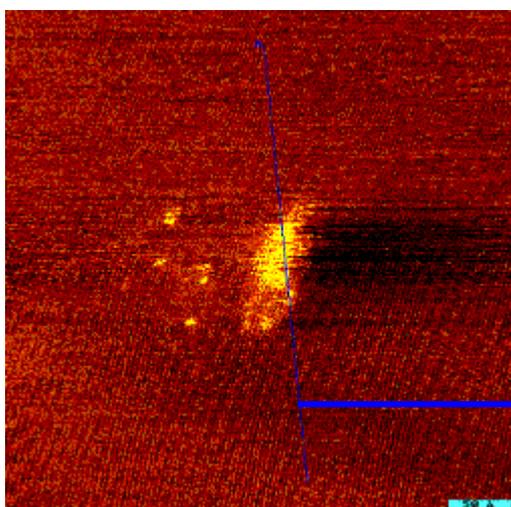
減速電圧を印加

0V

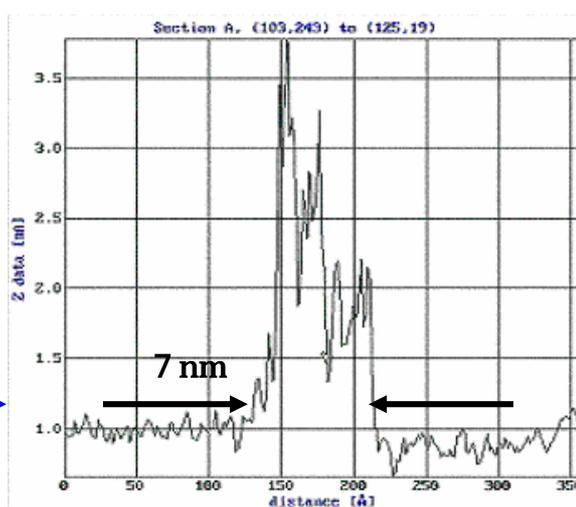
減速電圧として4 kV 印加することにより、1 kV 照射を可能にした。

この試料ホルダーをEBITのビームライン上に設置し、Xe⁺⁴⁶を5 kV加速と1 kV加速の2つの条件で、2つの試料に照射した。Xe⁺⁴⁶の内部エネルギーは66 keVである。5 kV加速の入射エネルギーは230 keV (図5、図6)、1 kV加速の入射エネルギーは46 keV (図7、図8)である。この1 kV加速が、今回の研究目的である「内部エネルギー > 入射エネルギー」の条件を満たす、研究室初のデータである。

Xe⁺⁴⁶ 230 keV HOPG

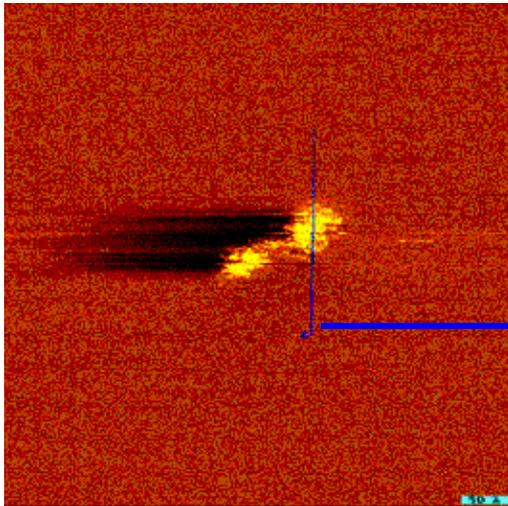


[図5] 照射痕

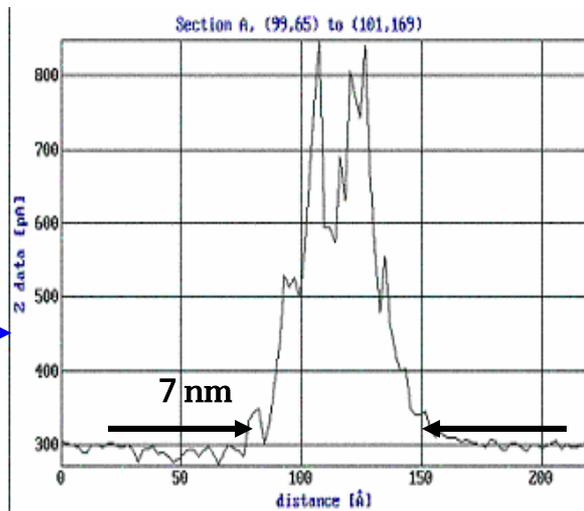


[図6] 照射痕断面図

Xe⁺⁴⁶ 6.6 keV HOPG



[図7] 照射痕



[図8] 照射痕断面図

[まとめ]

・多価イオン照射後の HOPG 表面 STM 像を比較すると、照射痕の大きさはほとんど変わらなかった。これは、入射エネルギーによる効果がほとんどなく、内部エネルギーに依存して照射痕ができているものと考察できる。

・STM を整備したことにより、様々な固体表面の解析を再び行なうことができるようになった。さらに、本研究室の STM では、白金イリジウムを探針とした大気中観察は困難とされてきたが、今回の調整で大気中観察が可能となり、容易に HOPG 上の照射痕観察が行なるようになった。

[今後の展望]

入射エネルギー依存性をさらに細かく測定する。より多くの照射痕を観察し、データの統計的信頼性を向上する、などにより、多価イオンの内部エネルギーによる効果を、より定量的に調べていきたい。