

超高真空低温原子間力顕微鏡の開発

日高 宏¹、中坪 俊一²、藤田 和之²、池田 正幸^{3,4}、渡部 直樹^{5,6}、香内 晃¹

1. 雪氷新領域部門宇宙雪氷学分野
2. 技術部装置開発室
3. 技術部共通機器管理室
4. 共和暖房工業株式会社
5. 共同研究推進部
6. 雪氷新領域部門宇宙物質科学分野

はじめに

氷表面における化学反応（原子・分子の吸着、拡散、脱離、反応）は、基礎物理化学的な興味だけでなく、工学、環境、宇宙科学といった応用分野においても重要なテーマである。我々はこれまで、星・惑星の誕生の場として知られる星間分子雲内で生じている化学進化に注目して、氷星間塵表面で生じる様々な化学反応について研究を行ってきた。一般に、固体表面で生じる化学反応は、固体の表面を構成する元素の種類や構造に大きな影響を受ける。したがって、表面科学分野では実験条件の単純化のため、清浄な単結晶表面が用いられることが多い。しかし、我々が対象とする星間塵表面は H_2O を主成分とするアモルファス氷であり、規則正しい配列をとる結晶とは異なる。これまでに我々は、星間塵表面反応においてアモルファス氷の触媒効果を見出した。この触媒効果の実態を理解するためには、アモルファス氷のマクロな構造のみならず、ミクロな表面構造も理解する必要がある。

原子・分子レベルの固体表面の構造研究には、走査型プローブ顕微鏡がよく用いられる。氷表面をターゲットとした研究はまだ少ないが、走査型トンネル顕微鏡（STM）および原子間力顕微鏡（AFM）を用いた研究がいくつか報告されている[1-3]。STMは金属表面に作成した氷と探針（導電体でできた先の細い針）の間に流れる微弱電流を検出して表面形状を観察するため、半導体である氷の場合は数-数十分子層程度の厚みまでしか測定できない。ある程度の厚みを持ったアモルファス氷の場合、原理的にカンチレバー（先端の尖った小さなレバー）と H_2O 分子間に働く力を検出することで動作する AFM でなければ、表面構造の観察はできない。星間塵表面反応におけるアモルファス氷の触媒効果の解明をモチベーションとしたアモルファス氷の表面構造研究のためには、超高真空中で動作する低温 AFM が必要になる。

AFM の低温化

我々は日本電子製走査型プローブ顕微鏡 JSPM-4500 を導入し、この装置を低温下で測定ができるように改良を行っている（図 1）。図 1 の a は、冷却用の冷媒容器であり、液体ヘリウム槽を液体窒素槽で取り囲んでいる。b はアモルファス氷作成用の H_2O ガス導入系である。 H_2O ガスを平行ビームにするために、真空内にあるガス導入ラインの先

端にキャピラリープレートを設置した（キャピラリープレートホルダーも技術部装置開発室にて製作した）。ガス導入系には H_2O 以外の混合ガスを用いた固体の作成にも対応できるように、ガス混合用のシステムも導入した。

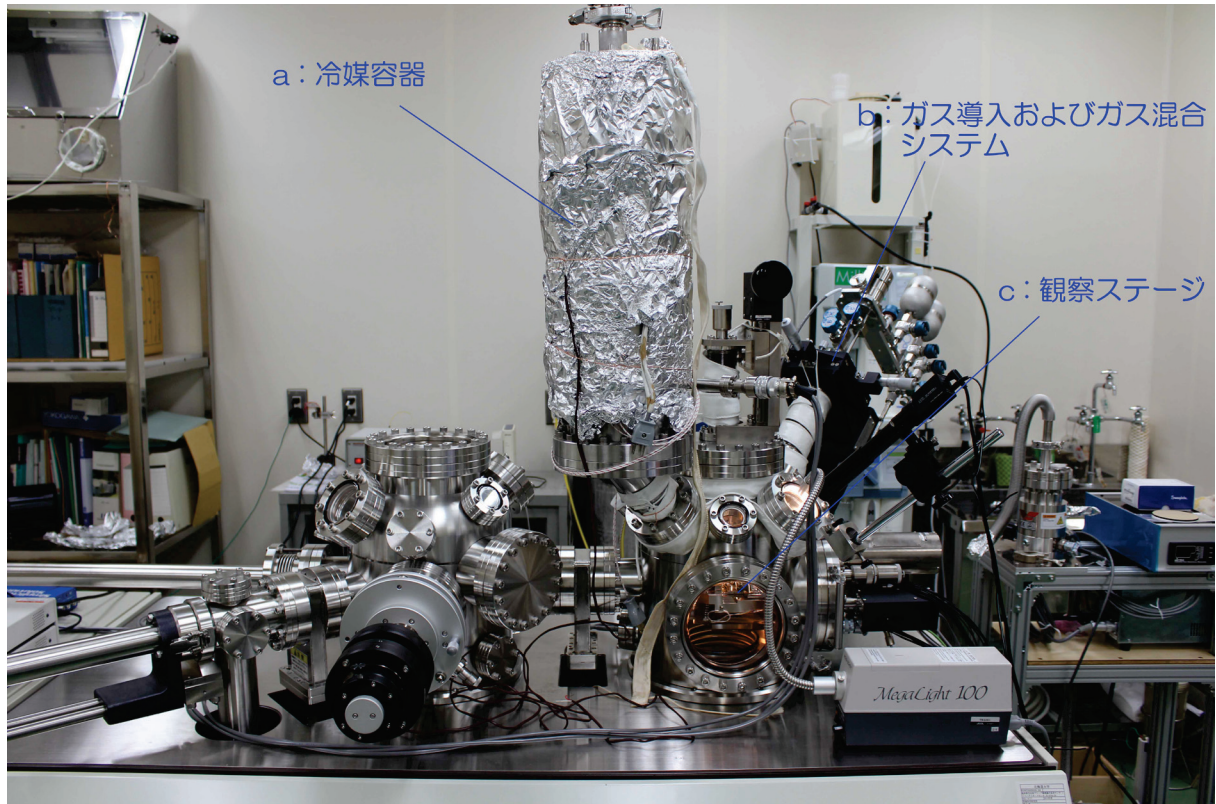


図 1 日本電子製走査型プローブ顕微鏡 JSPM-4500。 a: 冷媒として液体窒素と液体ヘリウムを使用する冷媒容器。 b: ガス導入およびガス混合システム。 c: 表面観察を行う観察ステージ。

図 2 に AFM の中心部となる観察用ステージ部の拡大写真を示す。氷が作成されるサファイア単結晶基板を効率的に冷却するため、サファイア基板をマウントする無酸素銅製のサファイアホルダー、冷却用アーム、および銀の薄膜を使用した冷却用リボンの製作を技術部装置開発室に依頼した。図 3 に製作した部品を示す。

サファイアホルダーは、取り付ける観察ステージとの接触具合が非常に重要であるために、工作精度に細心の注意を払った。サファイアホルダーへのサファイアのマウントは、電気・熱伝導性に優れた超高真空対応の銀エポキシを用いて行った。エポキシによる接着を行った後、脱ガス試験を行い、 2×10^{-9} Torr 以下の真空度でも問題無く使用できることを確認した。

冷却用リボンは熱伝導を確保すること、および外部からの振動がサファイア基板に伝わりにくくすることを両立するため、比較的やわらかく熱伝導性の良い銀の薄膜を数十枚重ね、その両端を無酸素銅の管に挟み込み圧着・固定する構造とした。

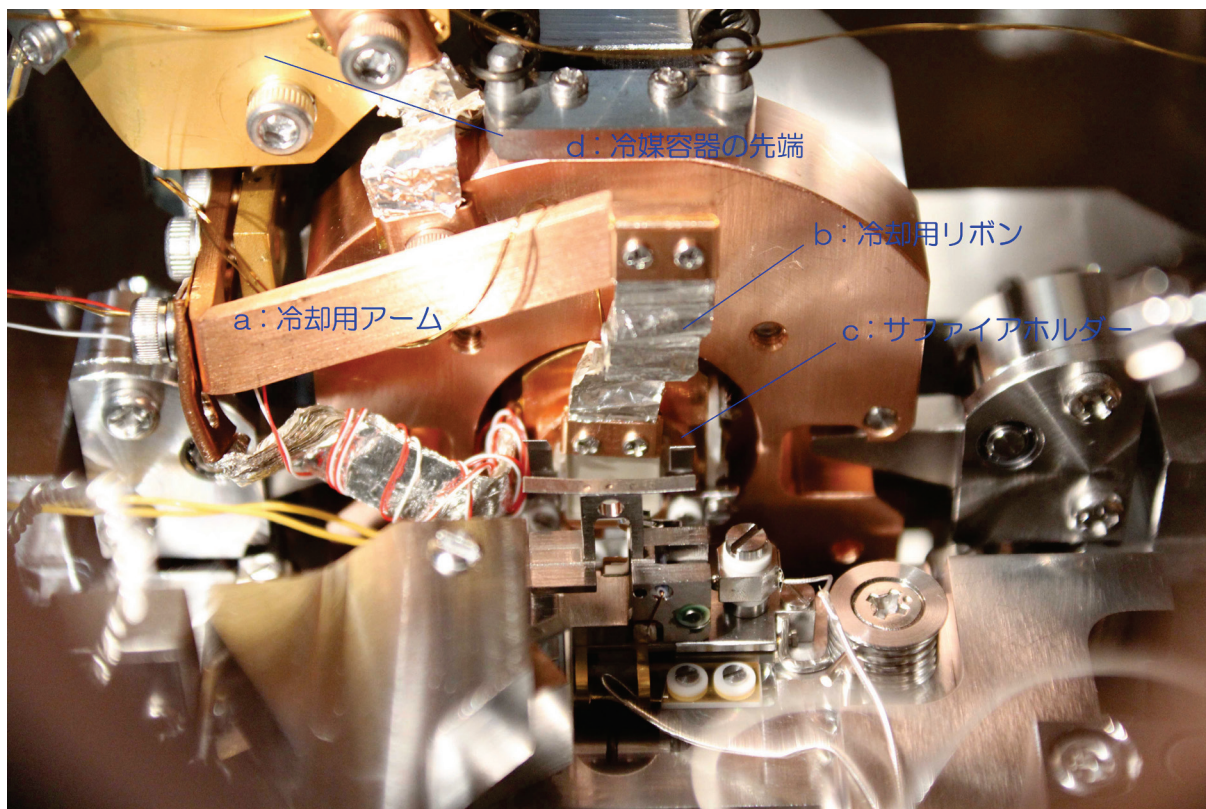


図 2 観察ステージ部の拡大写真。サファイア基板を効率よく冷却するため、a：冷却用アーム、b：冷却用リボン、c：サファイアホルダーの製作を技術部装置開発室に依頼した。



図 3 今回製作した冷却用部品。

おわりに

現在、冷却用部品を装置に組み込み、AFM の冷却テストを行っている。先日行ったテストでは、冷媒として液体窒素と液体ヘリウムを使用したときの最低到達温度はそれぞれ、100.1 K と 32.1 K であった。極低温領域での原子・分子レベルの観察には、まだ低温部品の熱収縮の安定化問題や、振動問題等の課題は残っているが、改良を続け完成を目指したい。

参考文献

- [1] Thürmer, K and Bartelt, N. C., 2008. Growth of multilayer ice films and the formation of cubic ice imaged with STM. *Phys. Rev. B* **77**, 195425.
- [2] Nie, S., Bartelt, N. C. and Thürmer, K., 2009. Observation of surface self-diffusion on ice. *Phys. Rev. Lett.* **102**, 136101.
- [3] Bluhm, H. and Salmeron, M., 1999. Growth of nanometer thin ice films from water vapor studied using scanning polarization force microscopy. *J. Chem. Phys.* **111**, 6947.