

自己評価報告書

平成 23 年 4 月 20 日現在

機関番号：13301

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2008～2011

課題番号：20310058

研究課題名（和文） 探針-試料間電圧印加チューニングによる結合形成過程の原子分解能・顕微分光解析

研究課題名（英文） Atomic force spectroscopy of chemical bonding process with bias voltage tuning between a tip and a sample

研究代表者

新井 豊子 (ARAI TOYOKO)

金沢大学・数物科学系・教授

研究者番号：20250235

研究分野：ナノ科学

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ科学・ナノ材料・ナノバイオサイエンス

キーワード：走査型プローブ顕微鏡、ナノ力学的顕微分光法、結合形成過程、ナノ表面・界面

1. 研究計画の概要

本研究では、走査型プローブ顕微鏡 (SPM) を基に独自開発した Bias nc-AFM/S 法を進展させ、探針と試料を極接近させたときに試料表面上の特異的原子・分子と探針先端原子との間で進行する結合形成の過程・電子状態の変化を明らかにする。Bias nc-AFM/S では、「探針-試料間印加電圧をチューニングすることによって SPM 探針先端の電子準位と試料表面原子の電子準位の間形成される電子共鳴 (結合) 状態」を、印加電圧に対する相互作用引力の増加として検出する。まず、探針-試料間の相互作用引力・トンネル電流 / (疑似) 接触電流・エネルギー散逸・トンネル障壁の印加電圧に対する変化を高感度で同時計測できるシステムを構築し、清浄な探針及び試料を準備し、それぞれに原子・分子を修飾してそれらの結合形成の原子スケールの顕微分光情報を得る。

2. 研究の進捗状況

(1) Bias nc-AFM/S を基本とした電流・エネルギー散逸等の高感度同時計測システムの構築: 自作電子回路による周波数帯域の最適化、ロックイン法による高感度検出、また、電気的・機械的ノイズの低減により S/N 比を向上させ、[力・電流・散逸]の高感度同時検出を可能にした。大量なスペクトルデータを解析するソフトを構築した。市販音叉型水晶振動子の高感度力センサーへの応用を探った。金属及び、Si 探針を形成しても振動子の Q 値を劣化させない形成法を開拓した。

(2) ナノピラー成長技術に基づく探針調製: 超高真空中で加熱した Si 基板に制御性良く接触させて Si 探針先端に Si 単結晶ナノピラーを成長させる技術、Si 探針を加熱しながら

電界をかけて、探針を先鋭化する技術を開拓した。Ge と Si との格子不整合により Si ナノピラー探針上に Ge クラスタ探針を成長させた。

(3) 水素クラッカー機構、アンモニアガス導入機構を超高真空チャンバーに導入: 清浄化した Si 基板および Si 探針を水素終端化、アミノ化する条件を探った。

(4) 分子系試料の調製と測定: 調整された探針及び試料間の化学結合形成過程の顕微分光情報を得る。シリコン基板上的ダングリングボンドが水素原子で終端されると、その表面原子と清浄な探針間の相互作用引力は弱くなり、nc-AFM 像は水素が終端された原子は凹に観察された。トンネル電流および散逸エネルギーも水素終端原子-探針間は、ダングリングボンドを持つ原子間に比べて小さくなった。この修飾表面に対して、探針試料間バイアス電圧スペクトルの取得をめざしたが、スペクトル計測中に探針が変化し、再現性のあるデータは得られていない。両末端にアミノ基を有するターフェニル分子 (DAT) を Si(111)7x7 と (001)2x1 表面に真空蒸着した。その表面を電圧依存 STM と XPS で解析し、吸着構造の差異を明らかにした。また、(111)面上 DAT の他端のアミノ基に向けて Si を接近させ、結合形成過程を探る実験を進めている。

3. 現在までの達成度

②おおむね順調に進展している。

(理由)

装置・システム構築は予定通りに進んでいる。しかし、当初、東北大・マイクロ・ナノマシニング研究教育センターで水晶振動子高感度力センサーの開発を予定していたが、

当該センターの使用が困難になったため、力センサーの独自開発は中止した。その代わりに市販の水晶振動子を利用した力センサーへの応用に見通しをつけた。

探針及び、試料に分子を修飾できているが、データ取得途中で探針先端の原子・分子が動く問題が起きている。これについては次項で述べる方策により解決しつつある。

4. 今後の研究の推進方策

計測途中で原子・分子が動くことは探針先端の構造に問題がある。これを解決するために、探針先端が安定なファセット面で覆われ、最先端はその稜線の頂点になるように探針の清浄化・先鋭化処理を行う。また、この処理を施した探針でも、計測中の強い探針・試料間引力により探針の構造変化を起こす場合は、印加電圧範囲の最適化、精緻な距離制御、電圧掃引から、距離掃引に変更する等の対策により実効的なデータ取得をめざす。

5. 代表的な研究成果

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 4 件)

① T. Arai, S. Gritschner, L. Tröger and M. Reichling, Atomic resolution force microscopy imaging on a strongly ionic surface with differently functionalized tips, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 28(6) (2010), 1279-1283, 査読有、リポジトリ: <http://dspace.lib.kanazawa-u.ac.jp/dspace/handle/2297/26229>

② Takashi Nishimura, Atsushi Itabashi, Akira Sasahara, Hideyuki Murata, Toyoko Arai and Masahiko Tomitori, Adsorption State of 4,4'-Diamino-p-terphenyl through an Amino Group Bound to Si(111)-7x7 Surface Examined by X-ray Photoelectron Spectroscopy and Scanning Tunneling Microscopy, *J. Phys. Chem. C*, 114(25) (2010), 11109-11114, 査読有

③ Z.A. Ansari, T. Arai, and M. Tomitori, Low-flux elucidation of initial growth of Ge clusters deposited on Si(111)-7x7 observed by scanning tunneling microscopy, *Phys. Rev. B*, 79(2009), 033302-1-033302-4, 査読有, リポジトリ: <http://dspace.lib.kanazawa-u.ac.jp/dspace/handle/2297/17500>

④ 富取 正彦, 新井 豊子, 走査型プローブ顕微鏡にみる電圧印加のナノ力学的相互作用, *表面科学*, 29 (4) (2008) 239-245, 査読有, リポジトリ: <https://dspace.jaist.ac.jp/dspace/handle/10119/7939>

[学会発表] (計 39 件)

① T. Arai, T. Sakuishi, K. Hori, M. Tomitori,

Development of SPM instruments and tip preparation for force sensors, 13th International Conference on Noncontact Atomic Force Microscopy, 2010.08.02, 石川県立音楽堂 (石川県)

② T. Arai, T. Ikeshima, K. Kiyohara and M. Tomitori, Nanoscale analysis by combined spectroscopies based on noncontact atomic force microscopy under a bias voltage, 13th International Conference on Noncontact Atomic Force Microscopy, 2010.08.02, 石川県立音楽堂 (石川県)

③ T. Arai, K. Kiyohara, T. Sato, S. Kushida and Masahiko Tomitori, From noncontact to atomic scale contact between a Si tip and a Si surface analyzed using an nc-AFM and nc-AFS based instrument, 12th international conference on noncontact atomic force microscopy, 2009.08.10, Yale University (USA)

④ 新井豊子, 富取正彦, 第 70 回応用物理学会学術講演会シンポジウム「非接触原子間力顕微鏡で拓くナノテク最前線」, 非接触原子間力顕微鏡による相互作用力・電流・散逸エネルギー測定による表面解析, 2009.09.08, 富山大学(富山県)

⑤ T. Arai, S. Kushida, K. Kiyohara, M. Tomitori, Surface electron spectroscopy based on nc-AFM with changing bias voltage, 11th international conference on noncontact atomic force microscopy, 2008.09.16, Hotel Rafael Atocha, (Spain)

[図書] (計 1 件)

① 新井豊子 (分担執筆) 共立出版「走査型プローブ顕微鏡—正しい実験とデータ解析のために必要なこと—」(責任編集: 重川秀実、吉村雅満、河津璋) 発展編第 10 章「非接触 AFM の発展」2009 年、357-363

[産業財産権]

○取得状況 (計 1 件)

名称: Positioning mechanism and microscope with the same (ポジショニング機構、及び、それを用いた顕微鏡)

発明者: 富取正彦、新井豊子、中榮穰

権利者: 北陸先端科学技術大学院大学

種類: 特許

番号: US 7,672,048 B2

取得年月日: 2010 年 3 月 2 日

国内外の別: 国外 (米国)

[その他]

ホームページ

<http://www.s.kanazawa-u.ac.jp/~nanophys/>