

SPM

走査型プローブ顕微鏡
SCANNING PROBE MICROSCOPE

No.D 4

COガス吹き付けによる
Ni, Co, Pt 表面形態変化のSTM観察 (2)

STM Observation of the Morphology Change of Ni, Co, Pt Surface by CO Blowing(2)

コバルト(Co)はニッケル(Ni)と同じく鉄族元素で、Niに類似した化学的性質を持っています。前号で紹介したNi試料に続き、ここでは、Co薄膜表面が一酸化炭素(CO)と接触したときの反応によるマクロな表面形態の変化を、ガス雰囲気中STM(島津雰囲気制御走査型トンネル顕微鏡WET-901)により観察した例を紹介します。

また、COと反応しにくいプラチナ(Pt)についても、同様の実験を行った結果を報告します。

これらの観察により、真空中で試料を加熱し、ガスの吹き付けを行うという制御雰囲気の中で、刻々と変化する試料の表面形態をSTMによりとらえることに初めて成功しました。

COガス吹き付けによるCo表面形態変化のリアルタイム観察

Real Time Observation of the Morphology Change of Co Surface by CO Blowing

Coは、空気中ではNiよりも酸化されやすいため、表面に存在する酸素を取り除くために、Co試料を約300℃に加熱しながら真空中でH₂ガスを吹き付けました。この還元反応により露出した金属表面を保ったまま常温に戻し、試料表面にCOガスを吹き付けました。

Fig.1に、Co表面の還元処理後のSTM観察像を示します。

Fig.2 ~ Fig.6に、同試料表面にCOガスを、チャンバー内圧力 4.0×10^{-5} Torrで吹き付けているときの同一視野の連続観察像を示します。

Fig.7とFig.8には、その吹き付けを停止した後の像を示します。

Fig.2 ~ Fig.6でわかるように、Co表面はCOガス吹

き付けにより粒塊が成長するとともに、細かい凹凸が失われていきます。また、COガス吹き付けを停止した後のFig.7とFig.8では、大きな変化がないことがわかります。

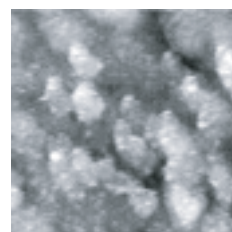


Fig.1 CO吹き付け前のCo(185.6nm)
Co Surface before CO blowing

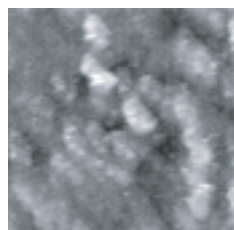


Fig.2

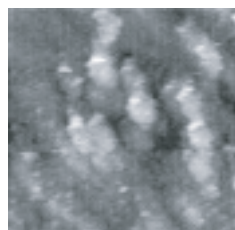


Fig.3

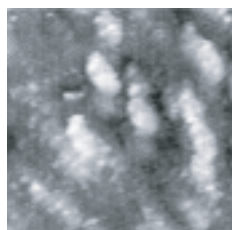


Fig.4

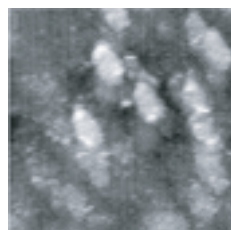


Fig.5

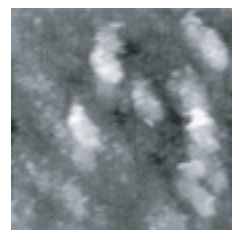


Fig.6

CO吹き付け中のCo(185.6nm)
Co Surface during CO blowing

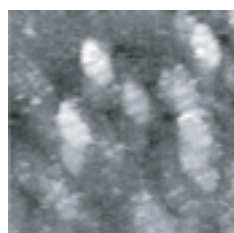


Fig.7

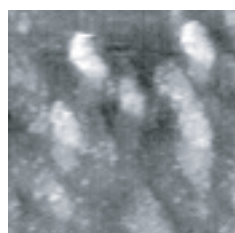


Fig.8

CO吹き付け後のCo(185.6nm)
Co Surface after CO blowing

このように、CO吹き付け中に島状の粒塊が成長していくのは、Co表面にCOが吸着したためではないかと考えられます。

次に、Fig.9～ Fig.12 に、より多流量のCOガス(チャンパー内圧力 1.0×10^{-4} Torr)を吹き付けているときの同一視野の連続観察像を示します。

Fig.9, Fig.10では島状の粒塊がさらに成長しており、Fig.11, Fig.12では、表面形態が大きく変化しているのがわかります。

このように、COガスを吹き付けている際に表面形態が大きく変化した原因として、

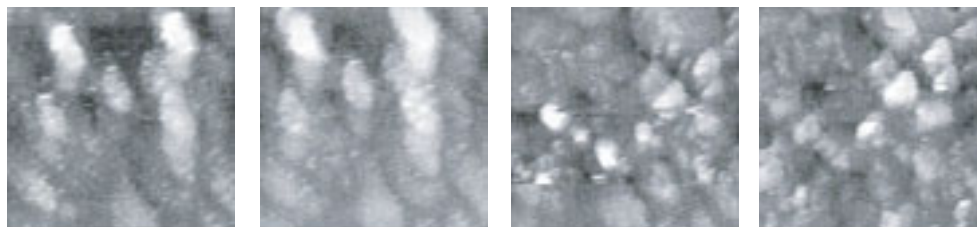


Fig.9

Fig.10

Fig.11

Fig.12

CO吹き付け中のCo (185.6nm)
(185.6nm) Co Surface during CO blowing



の反応によりコバルトカルボニル錯体が生成され、Co表面から移動・脱離し、表面形態が変化したか、あるいは、COが吸着することによりCo表面が形態変化し、表面のCOが移動・脱離することでその変化後の表面が現れたという解釈が考えられます。

Co表面へのCOガス吹き付けによる表面形態変化は、前号で紹介したNi表面のそれと比べて、全般的にゆっくり生じたことから、CoとCOガスの反応性は、NiとCOガスの反応性より悪いことがわかります。

COガス吹き付けによるPt 表面形態変化のリアルタイム観察

Real Time Observation of the Morphology Change of Pt Surface by CO Blowing

Pt表面に対して、表面に存在する酸素を取り除くためにH₂ガスを吹き付け、清浄表面を保ったままCOガスを吹き付けました。

Fig.13に、H₂ガスによる表面還元処理後のCOガス吹き付け前のSTM観察像を、また Fig.14に、チャンパー内圧力 6.0×10^{-5} TorrでCOガスを吹き付けているときの同一視野の観察像を、さらに Fig.15には、COガス吹き付けを停止した後の像を示します。

COガス吹き付け前の Fig.13では、金属薄膜の島状粒塊が観察されていますが、Fig.14は、それに比べてそれぞれの粒塊が成長しているのがわかります。

ここで、COガス吹き付けにより島状の粒塊が成長したのは、Pt表面にCOがほぼ一様に吸着したためであると考えられます。

次に、Fig.16に、より多流量のCOガス(チャンパー内圧力 1.0×10^{-4} Torr)を吹き付けているときの同一視野の観察像を、また Fig.17には、COガス吹き付けを停止した後の像を示します。

これらの像から、COが一様に吸着した後は、より多流

量のCOガス吹き付けを行っても表面形態はほとんど変化しないことがわかります。

Ni, Co, Pt の3つの試料へのCOガスを吹き付けによる表面形態変化を観察した結果、COガスとの反応による表面形態変化の度合いは



といった傾向にあることがわかりました。また、NiはCOの吸着しやすい部分とそうでない部分があるのに対して、Co, Pt はCOがほぼ一様に吸着することがわかりました。

このように、多結晶金属薄膜がCOと接触したときの反応によるマクロな表面形態の変化を、ガス雰囲気中STM(島津雰囲気制御走査型トンネル顕微鏡 WET 901)によりリアルタイムで連続的に直接観察することに成功しました。実際の反応系に近い試料と雰囲気において表面観察が可能となったことにより、雰囲気制御STMは物質の表面形態変化の基本メカニズムを探る手段として、今後の応用が広がることが期待されます。

本実験に使用した試料は、工業技術院 物質工学工業技術研究所様より御提供頂きました。

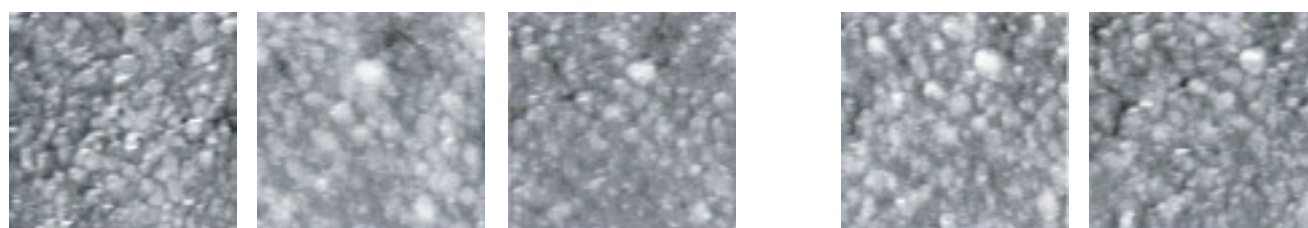


Fig.13 CO吹き付け前のPt (185.6nm)
Pt Surface before CO blowing

Fig.14 CO吹き付け中のPt (185.6nm)
Pt Surface during CO blowing

Fig.15 CO吹き付け後のPt (185.6nm)
Pt Surface after CO blowing

Fig.16 CO吹き付け中のPt (185.6nm)
Pt Surface during CO blowing

Fig.17 CO吹き付け後のPt (185.6nm)
Pt Surface after CO blowing



けいはんな研究所(秦野)

259-13 秦野市堀山下380-1(秦野テクノパーク内) (0463)88-8731

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101, Japan
Phone : 81(3)3219-5641 FAX : 81(3)3219-5710
Cable Add : SHIMADZU TOKYO
Overseas Telex No. : 0232-3291(SHMDT J)