

XANAM による Ni ナノ粒子の X 線下 2D フォーススペクトル測定 2D force spectroscopy under X-ray irradiation on Ni nanoparticles by XANAM

名大院工¹、北大触媒研²、ICU³、KEK-PF⁴

○鈴木秀士¹、向井慎吾²、田旺帝³、野村昌治⁴、朝倉清高²

Nagoya Univ.¹、Hokkaido Univ.²、ICU³、KEK-PF⁴

°Shushi Suzuki¹, Shingo Mukai², Wang-Jae Chun³, Masaharu Nomura⁴, Kiyotaka Asakura²

E-mail: shushi@apchem.nagoya-u.ac.jp

異種原子同士が接触する表面／界面は、異なる原子種、原子間距離、価数によって新たな機能性を創発することが見いだされており、活発な研究が行われている。しかし、元素を識別しながら異種原子同士の原子配列や構造的、化学状態を直接、顕微的に分析するのは未だ容易ではない。この問題を克服するために我々は、表面／界面のナノ構造を個々に識別しながら、化学状態を特定する手法として非接触原子間力顕微鏡 (NC-AFM) と放射光 X 線 (SR X-ray) を組み合わせた「X 線支援原子間力顕微鏡(XANAM)」を開発してきた。

NC-AFM の探針-試料間相互作用には、van der Waals 力、静電的相互作用力の他、共有結合力が含まれる事がわかっている。そこで我々は、この共有結合力に局在する占有・非占有電子軌道に X 線励起の内殻光電子が遷移できれば共有結合の電子密度変化から力変化が生じ、この力変化と X 線吸収端エネルギーの関係から、探針下の元素種を同定できると提案してきた。実際、これまで研究から、X 線吸収端で共有結合に由来する成分が変化することを、力成分解析が可能な探針-試料間距離に対する力依存性 (フォーススペクトル) 計測とその解析により示した。

一方、XANAM の水平空間分解能の評価は、いまだ不十分である。通常の探針走査による測定では、X 線照射下で発生する二次電子が遠距離的な静電的相互作用を及ぼし評価の妨げになる。そこで、力成分解析が可能なフォーススペクトルを試料表面で二次元的に計測する技術を適用し、さらに得られたデータの X 線エネルギー依存性を調べることで、空間分解能評価の検討を行った。

実験は、つくばの高エネルギー加速器研究機構の放射光研究施設 (KEK-PF) BL-7C にて、専用に設計・製作した NC-AFM (XANAM) 装置および Nanonis 社 (現 SPECS 社) 製 SPM コントローラで測定を行った。NC-AFM 探針は自作の qPlus sensor 型探針、試料は極微量の Ni を HOPG 基板に蒸着した試料を用いた。本条件では Ni は HOPG 上で粒子状になることが知られている。k の表面に対し、100x100 nm² を 16 x 16 (= 256 区画) に分けた格子平面でフォーススペクトルを二次元計測し、さらに Ni K 吸収端エネルギー ±200 eV の範囲を 20 eV 間隔で X 線エネルギーを変化させてデータを取得した。膨大なデータ量のため、未だ解析は進行中であるが、一例を Fig. 1 に示す。Fig. 1(a)は、通常の NC-AFM の形状像であり直径 10 nm 程度の粒子が観測される。同領域を Ni K 吸収端付近のエネルギーの X 線で照射しつつ取得したデータで、形状像に再構成したものを Fig. 1(b)に示す。鮮明ではないものの、補助線から(b)の凹凸がおおむね(a)の粒子位置に対応すると推定できた。これを測定の土台に、各格子点におけるフォーススペクトルの抽出と詳細を分析しており、当日報告したい。

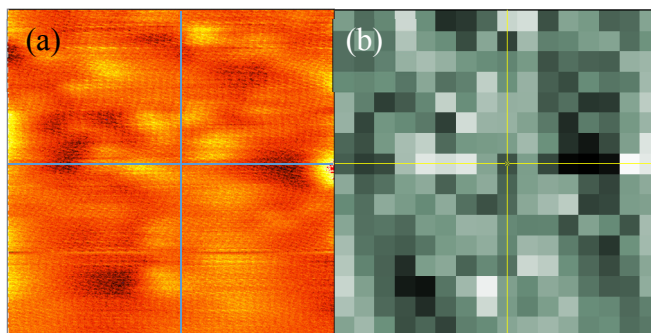


Fig. 1 (a) a NC-AFM image of a small amount of Ni deposited HOPG surface, (b) an image data of topography reconstructed from force spectroscopy data. Range: 100x100 nm², Data points: 16 x16 points, X-ray Energy: 8351 eV (cf. Ni K edge Energy: 8333 eV)