氷点下近傍における気相成長氷の FM-AFM による表面構造観察

Ice surface structure grown in vapor phase at near freezing point investigated by FM-AFM

阪大院基礎工 [1]，北大低温研 [2]　○大谷 勝樹 [1]，宮戸祐治 [1]，長嶋 剣 [2]，阿部 真之 [1]

Osaka Univ. [1], Hokkaido Univ. [2], °Katsuki Otani[1], Yuji Miyato[1], Ken Nagashima[2], Masayuki Abe[1]

E-mail: abe@stec.es.osaka-u.ac.jp

気相で成長した氷結晶は、いわゆる雪として知られるが、その成長形態が温度により複雑に変化するという古くから知られてきた現象は、未だその理由が解明されていない。氷表面の観察手法には光学顕微鏡や和周波発生分光法などが用いられ、近年、氷点下近傍における氷結晶の単位ステップ成長の様子、及び氷表面に存在する固体と液体の中間的性質を示す擬似液体層の観察が行われてきた。しかし、これらの手法ではナノレベルの高い空間分解能で観察することが困難で、完全な理解には至っていない。我々は、原子間力顕微鏡 (AFM) による気相成長氷の観察により、成長機構解明の一助となることを目的に、 装置内で氷を気相成長させて、その表面を in-situ 観察できる AFM の開発を行ってきた。これまでにサンプル周辺の気温・湿度・気圧、氷成長の種結晶となる基板の温度を高精度に制御できる複合環境制御機構を組み込んだ q-plus 方式の AFM を構築した[1]。また、単結晶の氷と同じ六方晶構造で格子定数も近く、人工雪の種結晶に用いられている AgI 単結晶を育成し、それを基板として氷を成長させて AFM 観察してきた[2]。今回は周波数変調方式の AFM (FM-AFM) によって氷表面の非接触観察を行い、さらに同じ氷表面でフォースカーブ測定も行ったので、その結果を報告する。

AFM 装置自体の温度、及び導入水蒸気ガス温度を -9°C 程度とし、AgI 基板のステージ温度を -24°C 程度にして、ステージ上で過飽和度 3.4 となる条件の下、AgI 基板上に成長させた氷表面を FM-AFM 観察した。その結果を Fig.1 に示す。バンチングしたように見えるステップ&テラス構造が確認できる。更に、この上で測定したフォースカーブを Fig.2a に示す。一方、Fig.2b は対照比較実験として室温・低湿度下において測定した AgI 基板上の結果である。ここで、氷表面上において特異的に観察された大きな負の周波数シフトは、液体層と AFM 探針との間にメニスカスが形成されたことで生じる吸着力によるもので、氷点下近傍において比較的厚い液体層が存在する可能性があると考えられる。

[1] 宮戸 他, 第 78 回応用物理学会秋季学術講演会, 17p-P5-9.
[2] 宮戸 他, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会, 7p-PB2-3.

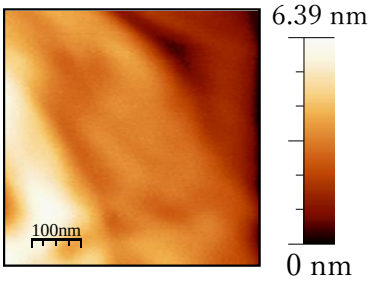

Fig.1 : Topographic image of grown ice obtained by FM-AFM (stage temperature : -24°C).

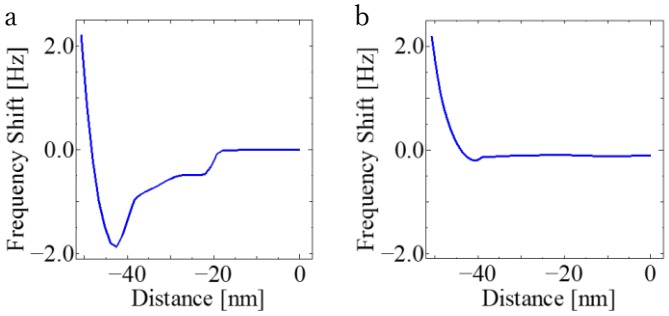

Fig.2 : Frequency shift vs. distance curves (a) on ice at the stage temperature of -24°C and (b) AgI at room temperature.