The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	原子間力顕微鏡の材料表面のナノスケール構造解析への応用に関する研究
Author(s)	池宮, 範人
Citation	大阪大学, 1995, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/39614
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、大阪大学の博士論文についてをご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

【 79 】

氏　　名	池　宮　範　人（いけ　みや　のり　ひと）
博士の専攻分野の名称	博　士（工学）
学位記番号	第　12146　号
学位授与年月日	平成7年11月7日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
学位論文名	原子間力顕微鏡の材料表面のナノスケール構造解析への応用に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 原　茂太 教授 柴田　俊夫　教授 山本　雅彦　教授 馬越　佑吉 教授 川合　知二

論文内容の要旨

本論文は，原子間力顕微鏡の優れた原子分解能に注目し，材料開発に際し重要とされる表面構造，反応過程の解明に関する研究分野へ適用するために行った研究成果をまとめたものであり，全8章より構成されている。

第1章では，本研究の背景，その目的と意義，および本論文の構成について述べている。

第2章では，本研究に使用した原子間力顕微鏡の作動原理とその装置の特徴ならびに概要を与えている。

第3章では，原子間力顕微鏡の有する原子レベルの分解能を利用して，機能材料としての用途開発が期待されている一連の黒鉛層間化合物の層間構造を決定した成果について述べている。

第4章では，気相蒸着法による薄膜製造用の基板材料としての用途が注目されている，単結晶マグネシア（MgO），チタン酸ストロンチウム（$SrTiO_3$）雲母など表面構造をナノスケールから原子レベルで観察する場合に必要な条件を明らかにした結果を示している。

第5章では，原子間力顕微鏡によるその場観察から，水溶液中に置かれた金および銅の単結晶の酸化初期反応過程とその表面に生成された酸化物と基板である金属との結晶学的な方位関係を明らかにした結果について述べている。

第6章では電析初期過程のその場観察に原子間力顕微鏡を用い，金単結晶の基板上に銅がエピタキシャル成長する過程を解析し，さらに理想的な膜成長を行わせるための条件に検討を加えた結果について述べ，溶媒中における電気化学的手法による薄膜製造プロセスの提案をしている。

第7章では，原子間力顕微鏡の探針を用いる材料表面の超微細加工に関する試みから，原子間力顕微鏡と超微細加工技術を組み合わせた新超微細加工法の提案をしている。

第8章では，本研究の結果を総括するとともに，今後の展望を述べている。

論文審査の結果の要旨

原子間力顕微鏡は，さまざまな環境下におかれた材料表面をナノレベルから原子，分子レベルの分解能で観察できる潜在能力を持ち，多方面で利用する試みがなされている。本論文は，原子間力顕微鏡を材料開発のさまざまな分野に適用し，その有用性を明らかにしたものである。その内容の重要な点と主要な研究成果は次の通りである。

(1) 原子間力顕微鏡の持つ原子分解能を利用して，黒鉛層間化合物の層間構造を解析し，従来の回折法によっては構造決定が困難であったフッ素－黒鉛層間化合物の層間構造が，C_2Fの組成比を持つ（1x1）規則構造とC4F組成の（1x√3）超周期構造の混在した構造であることを明らかにしている。また，塩化鉄－黒鉛層間化合物では，層間に存在する塩素が，大気中でへき開されて表面上に露出すると再配列を起こすのに対し，塩化銅－黒鉛層間化合物ではこのような再配列を起こさずに層間構造をそのまま保つことを明らかにしている。

(2) 原子間力顕微鏡を非導電性材料であるセラミックスの表面観察に適用し，へき開されたMgO（100）面では，原子の再配列ではなく，（1x1）構造をとることが，一方，$SrTiO_3$（100）へき開面では酸素雰囲気化で1100Kで加熱処理することにより原子レベルで平坦なテラスとステップより成る構造が得られることを明らかにしている。また，溶媒との反応性の少ない雲母では，探針にメニスカス力が働かない純水やシリコーンオイルのような溶媒中においては，大気中におけるよりも鮮明な原子像が得られることを明らかにしている。

(3) 溶液中の金および銅の電気化学的酸化初期反応の過程を明らかにしている。すなわち酸性溶液中で金（111）面上での酸化初期過程では，先ず表面に起状の激しいAu（OH）が形成され，次いでAuOの形成に伴い平坦化するが，基板に対して規則的な構造を取らない。他方，アルカリ溶液中における銅の（111）面と（100）面上に生成される酸化物層はCu_2O（111）[110]／／Cu（111）[110]およびCu2O（100）[001]／／Cu（100）[011]の結晶方位関係を満たしながらエピタキシャル成長するが，層界面で発生する歪緩和のため基板の方位から4°から12°程度傾斜したCu2Oのファセット構造を取ることを明らかにしている。

(4) 硫酸水溶液での単結晶金の基板上への銅の電析過程のその場観察からは，ネルンスト電位より貴な電位で，基板金属の影響を受けて電析が始まるが，この単原子吸着構造は，存在する陰イオンの影響を受けて被覆率の低い構造を取る。また，ネルンスト電位に近づくと被覆率1の（1x1）構造を経過してバルク電析に至ることを明らかにしている。さらに，銅バルク電析の薄膜の成長過程は，成長速度が早い場合には，島状成長（Stranski－Krastanovモード）で進行するが，ゆっくり成長させた場合では，層状成長（Frank－vander Merweモード）に変化することを明らかにしている。本研究結果は，溶媒中において原子レベルで平坦な薄膜を製造する新しい材料開発手法の途を開くものである。

(5) Si_3N_4探針を用いて，雲母の表面の任意の位置に直径20nm程度のドットを形成し，その3次元形状を明らかにしている。この研究は超微細加工に新しい手法を与えるものである。

以上のように，本論文は原子間力顕微鏡を材料開発の多くの分野に適用し，その有用性を具体的例を通して示したものであり，その研究成果は示唆に富むものである。特に溶液中における結晶成長に関する本研究成果は，原子レベルで制御された新材料創製に向かって新しい道を開拓するものだと考えられる。よって，本論文は博士論文として価値あるものと認める。