

OVERSEAS REPORTS (2)

Stanford/NASA Joint Institute
における表面研究

大坂 敏明

早稲田大学理工学部金属工学科
〒160 東京都新宿区大久保 3-4-1
(1983年2月10日 受理)

Surface Studies in Stanford/NASA
Joint Institute.

Toshiaki OSAKA

Department of Metallurgy, School of Science
and Engineering, Waseda University,
Shinjuku-ku, Okubo 3-4-1, Tokyo 160

(Received February 10, 1983)

Research activities at Stanford/NASA Joint Institute for Surface and Microstructure Research are briefly introduced. This institute was set up several years ago by Profs. Pound, Spicer, and Boudart of Stanford University and Profs. Poppa and Heinemann of NASA. In-situ TEM efforts and small particle characterization work using LEED, AES, SAM, and XPS are performed actually at the NASA Ames Research Center. One of these research works, in-situ TEM work on Pd catalytic particles by one of modified Siemens Elmiskop 101 microscopes with uhv-specimen/deposition/reaction chamber is described in some detail.

筆者は、1981年9月から1982年9月までの一年間、米國カルフォルニア州にある Stanford/NASA Joint Institute において研究生活をおくる機会を得た。そこで筆者が従事したいいくつかの仕事を通じて知ったこの研究所の内容の一端を、特に表面研究に話題を絞って紹介してみたい。

この研究所は、正式には Stanford/NASA Joint Institute for Surface and Microstructure Research という。名前からまず考えられるのは、この研究所がスタンフォード大学と NASA の共同研究施設であろうということである。しかし、この研究所の実体は、サテライトセンターとして名高いカルフォルニア州の NASA の中にある Ames Research Center の一部にすぎない。5~6年前に、スタンフォード大学の G. M. Pound (材料科学科)、W. E. Spicer (電気工学科)、M. Boudart (化学工学科) と Ames Research Center の H. Poppa、

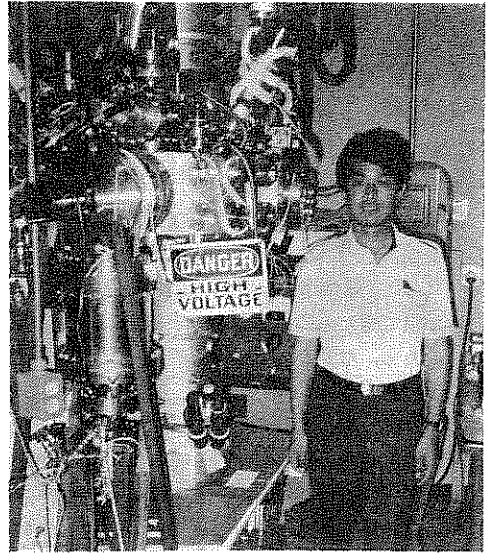


Photo. 1 Transmission electron microscope with uhv-chamber for in-situ experimentation and the author.

K. Heinemann 等が手を結んだ。それは、本誌の Overseas Report の中に登場した海外の名だたる研究所とは、組織もその設立のねらいもひどく違う異色の研究所の誕生であった。一言でいうなら、その設立の趣旨は、スタンフォード大学の Ph.D コースにいる若手マンパワーと NASA の潤沢な装置とのドッキングにあった。レーガン政権による民間優位の政策のしわよせは、米國の代表的な國家機構である NASA にも確実に押し寄せていて、Ames Research Center の予算も盛時に比して大幅削減の憂き目をみていたようだ。専任研究員の増員がかなわぬ中で、研究のアクティビティを下げないために、筆者が所属していた研究グループ(表面物理グループ)のボス Dr. Poppa が、前述のようなスタンフォード大学の表面研究に関係するいくつかの研究室と共同研究の道を開拓し、それが現在の共同研究施設を産んだ。

Poppa は in-situ TEM を用い薄膜の成長過程を研究しているこの道の代表的な研究者であるが、現在は、LEED, AES, SAM や XPS などを使って触媒微粒子の表面研究にも力を注いでいる。彼の引きいるこのグループには、米國內のみならずいろいろな國からの研究者が頻りに訪れていて、毎週火曜開かれるセミナーやスタンフォードの材料科学主催の金曜セミナー(ほぼ毎週開かれ、夏休みを除く期間続く)などで活発な討論が行なわれている。このグループのメンバーは、専任の研究員3人、スタンフォード大からの2人の Ph.D コースの学生、同大からの共同研究者(教授)、筆者を含め8人の

外国からの研究者、1人の専属技術員で構成され、1年のうち3~4名の研究者の出入りがある。米国は我国と違い新年度のスタートは10月であるから当然新予算を基盤にした研究のスタートもこの時期になる。筆者らが我国において毎年度の終り頃経験するように、ここでも旧年度の終り、すなわち8月~9月には研究費が底について、この時期装置が故障した人など青くなっているのをみると他人事とは思えない。特に筆者が滞在した一年の終りには、VG社製XPS購入のため消耗品にまで締め付けが出てきたのには驚いた。予算全体の動きが皆目判らないため、なぜこのような事態になるのかは推し量りかねたけれども。

筆者が一年一緒に仕事をしたのがスタンフォード大の研究教授 K. Heinemann である。この人は NASA がスタンフォード大と共同研究を開始した時に Ames Research Center からスタンフォード大に移った人である。所属は材料科学科で、筆者の米国における身元引受場所もここであった。研究教授というのは、我国でいえば大学の付属研究所の教授のようなもので、学部の講義はやらないが、大学院の講義と Ph.D コースの学生の面倒と所属する科の諸々の雑用はやはりやらされるようである。Heinemann はスタンフォード大に研究室をもち、研究はもっぱら NASA でやるため一日のうちでスタンフォード大と NASA を結ぶフリーウェイ 101 上にいる時間が最も長いといわれる忙しい人であった。彼はボスの Poppa と同じ in-situ TEM を主武器にして仕事をしており、電子顕微鏡のハードに滅法強い人であった。筆者が NASA に到着した時は、丁度彼の手になる反応槽を備えた超高真空その場観察用電顕が完成したところで、機はまたとない程に熟していた。この電顕は、写真に示すように、Elimiskop 101 透過電顕をその場観察用に改良したものである。超高真空槽（反応槽も兼ねている）は、クライオポンプによる排気と約8時間のベーキングで 2×10^{-9} torr の真空に達する。電子ビーム蒸着源、QMS、膜厚計、反応ガス導入用パイプライン、deflection system、試料加熱用電源、2基の真空ゲージ、イメージンテンシファイヤー等を内蔵したこの装置はとてども電顕にはみえない。この電顕を使用して、

(1) 単結晶 Al_2O_3 上に CVD 蒸着した Si 薄膜の核形成と成長過程のその場観察。

(2) 単結晶 Al_2O_3 および MgO 上で成長した Pd 超微粒子の触媒挙動。

の仕事を行なった。

電顕に関して言えば、その他にも2台のその場観察用電顕 (Siemens) があり、それらを使ってグラフィオエビタキシーの研究が勢力的になされていた。筆者がいた時は、MIT の Smith 一派と組んで、超高真空電顕内で電子線アニールによる非晶質下地上での単結晶金属薄膜の作製というテーマが進展しつつあった。共通用の電顕としては分析電顕 (Hitachi) があり、日程のやりくりによる苦労なくゆったりと使われていた。電顕以外の仕事はもっぱら AES, SAM, LEED, XPS による触媒粒子の表面界面の研究に焦点が当てられていた。これらの装置を用い、 $10^{-9} \sim 10^{-10}$ tor の超高真空中で、種々の下地 ($\alpha-Al_2O_3$ や MgO などの単結晶下地, SiO_2 , Al_2O_3 の非晶質下地, SiO_2 , Al_2O_3 の多結晶下地など) 上に蒸着した平均粒径 20 Å 程度の Pd 粒子の触媒挙動 (メタンおよびメタノール合成がねらい) を追求していた。また、上記下地の中で、超高真空中で清浄表面の得られる $\alpha-Al_2O_3$ および MgO (いずれも電子線によるフラッシュ加熱を利用して得られる) については、できるだけ実験条件の類似した中で、上記(2)で述べたような TEM 観察を行ない。それら結果の比較検討を行っていた。筆者が最も興味深く思ったのは、分光学的手法で研究しているテーマを、TEM という構造解析の手法と結び付けているという点にあった。鮮明でかつ美しくもある格子像撮影を中心に仕事をしているプロの電顕屋が、本気で触媒のような系に取り組むことが、我国でもそろそろ必要になってきているのではないだろうか。

以上、スタンフォード大学と NASA の共同研究の様子を、一部の研究者の紹介も含めて簡単に述べてきたが、残念ながら、筆者は Ames Research Center の全体像について知る機会をもたなかった。現在の NASA は往時と異なり、人の出入りのチェックが殊の外厳しい。筆者の場合も、人物調査にはじまる検査は驚くほど念入りであり、出入り許可を与えられた研究棟はたったの2つであった。丁度この頃、例の産業スパイ事件があったりした不運はあったが、とにかく米国の国家機密漏洩に対する神経質さを垣間見たような気がしたものである。