C147-3091B

SHIMADZU
Excellence in Science

高分解能 走査型プローブ顕微鏡
High Resolution Scanning Probe Microscope

SPM-8100FM

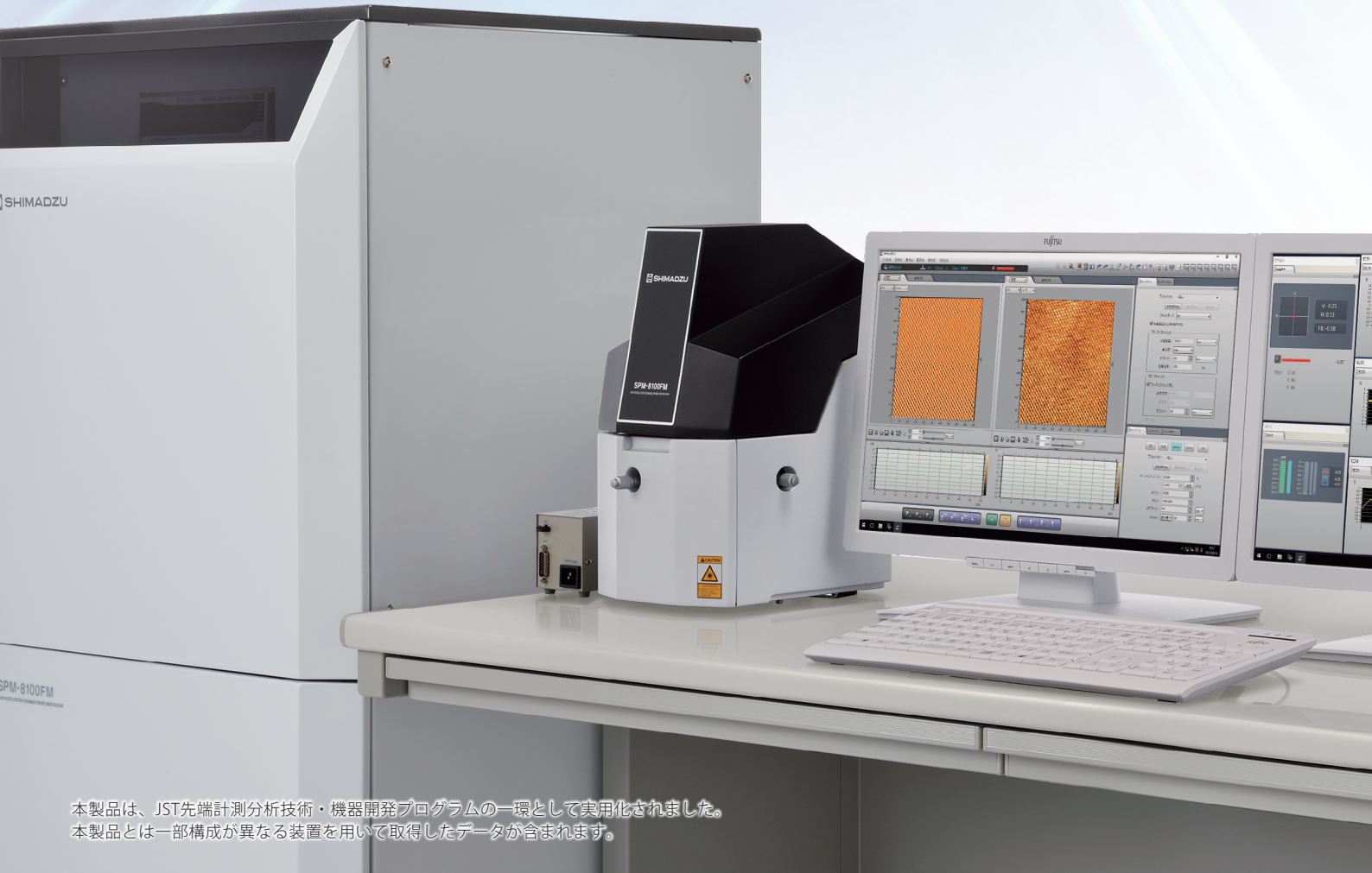
HR-SPM

HR-SPM

活きたナノ世界を観る

HR-SPMは周波数検出方式を採用した
新世代の走査型プローブ顕微鏡です。
大気中・液中における超高分解能観察だけでなく、
固液界面の水和・溶媒和の測定が初めて
可能となりました。

HR-SPM：High Resolution Scanning Probe Microscope



本製品は、JST先端計測分析技術・機器開発プログラムの一環として実用化されました。
本製品とは一部構成が異なる装置を用いて取得したデータが含まれます。

HR-SPMの特長

高分解能

- 》FM方式を採用
- 》大気・液中でのノイズを従来比1/20に低減
- 》真空型SPMの性能を大気中・液中で実現
- 》局所的な固液界面の構造計測が可能

操作性の向上

- 》HTスキャナの搭載により、観察エリアが拡大、さらに高速に！
- 》デュアルモニター、信号表示機能により、フレキシビリティが格段に向上！

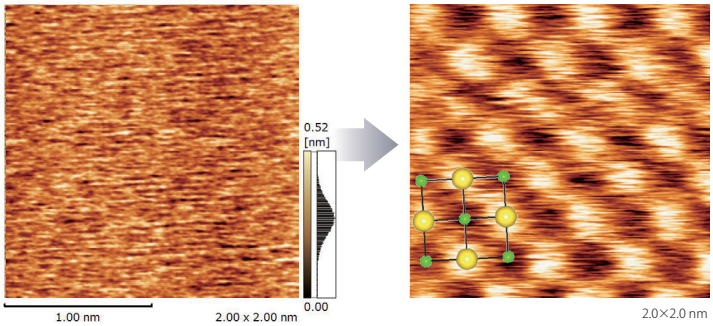
従来のSPM(走査型プローブ顕微鏡)/AFM(原子間力顕微鏡)は、一般にAM(振幅変調)方式ですが、FM(周波数変調)方式は、原理的に高感度測定法であり、より高い分解能での撮像が可能となります。

SPM：Scanning Probe Microscope
AFM：Atomic Force Microscope
AM　：Amplitude Modulation
FM　：Frequency Modulation

SPM-8100FM
High Resolution Scanning Probe Microscope

従来のSPM/AFMとの違い

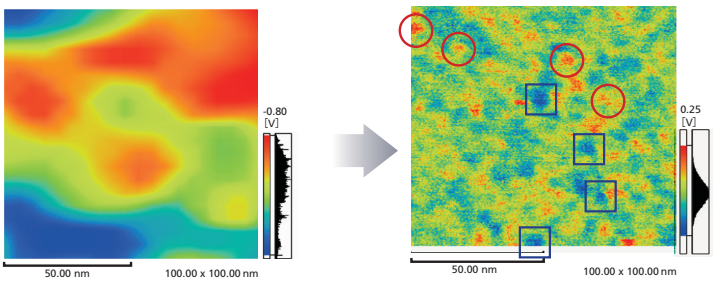
液中原子分解能観察



AM方式　　**FM方式**

NaCl表面の原子配列を飽和水溶液中で観察しています。従来のAFM（AM方式：左）では、ノイズに埋もれている原子が、FM方式（右）では鮮明に観察されます。
FM方式では、真の原子分解能（True Atomic Resolution）が得られます。

Pt触媒粒子の大気中KPFM観察[1)]



AM方式　　**FM方式**

TiO_2基板上のPt触媒粒子を識別し、KPFMにより表面電位を測定しました。数nmサイズのPt粒子の基板との電荷のやりとりが観察されています。右図中、赤○領域は＋電位、青□領域は－電位です。KPFMにおいても、圧倒的に分解能が向上していることがわかります。

KPFM：Kelvin Probe Force Microscope

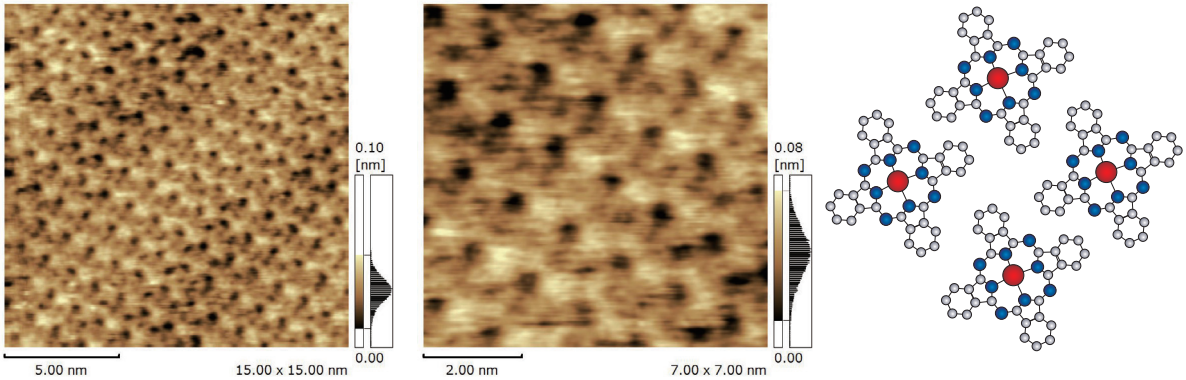
KPFM機能は特注です

大気中観察例

大気中

鉛フタロシアニン結晶薄膜の分子配列構造

有機ディスプレイや色素増感太陽電池に用いられるフタロシアニンの結晶です。分子中央の金属原子を取り囲む四つ葉状の形状が大気中でも観察されました。



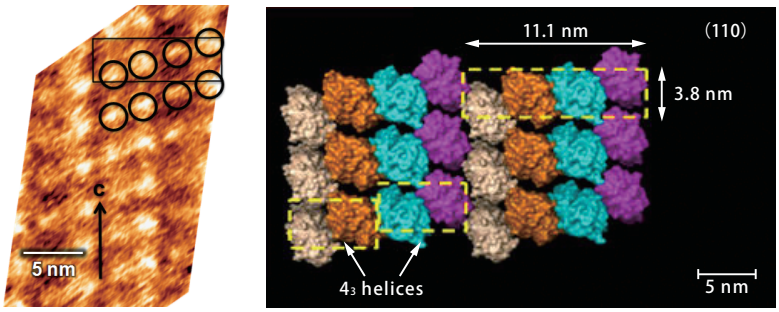
試料：PbPc/MoS_2

液中観察例

液中

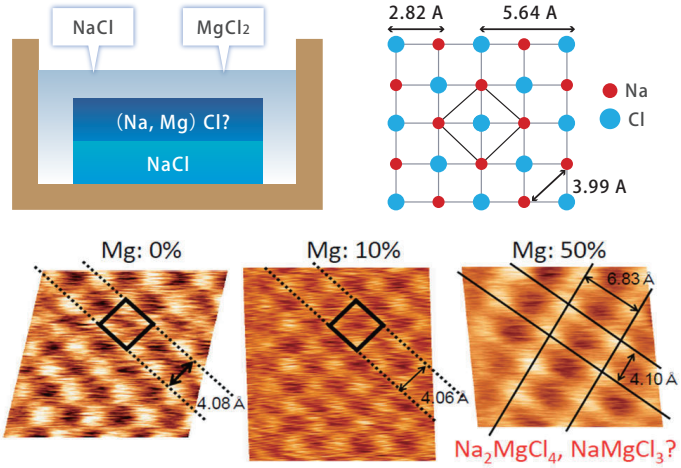
蛋白質結晶の分子配列[2)]

卵白由来のリゾチームを飽和水溶液中で観察しました（左図）。表面ユニットセル（右図中の破線四角）内に、相当する個々の蛋白質分子（左図中の○印）が観察されます。従来の AFM では、ユニットセルの内部までは撮像できませんでしたが、HR-SPM により初めて４つの蛋白質分子が観察され、右のモデル図と一致することが確認できました。



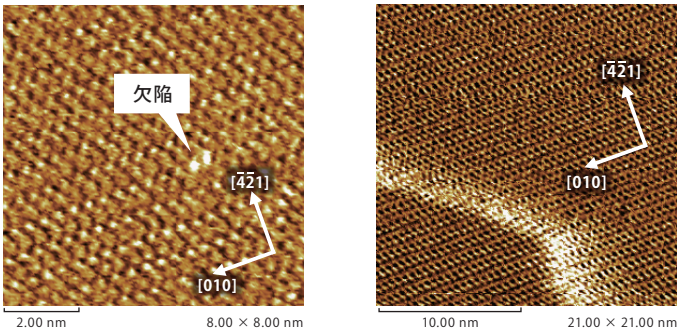
リゾチーム (110) 面の結晶構造モデル

混晶系の結晶構造



混合溶液中で NaCl 単結晶表面にエピタキシャル成長した Na_2MgCl_4 結晶を観察しています。結晶構造が観察できるので、混晶系の試料の構造特定に応用できます。

カルサイト劈開面の原子構造[3)]



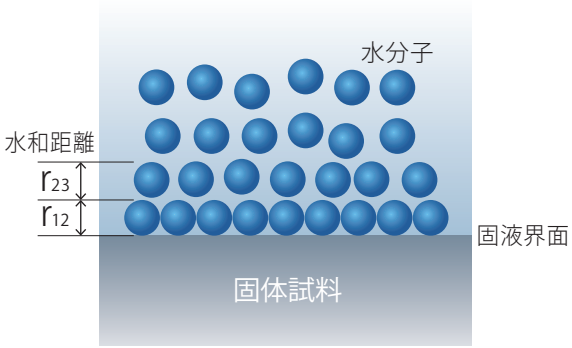
純水中でのカルサイト表面構造の原子分解能観察です。左図の画像にはカルサイト表面の欠陥が見えます。

シャーレ型溶液セル（オプション）を使用

水和・溶媒和構造の測定例

水和・溶媒和とは

固体と接する液体は層状に構造化することが知られており、それを溶媒和、水の場合は水和と呼びます。バルク液体とは異なった特徴的な構造は、液相内での溶解、化学反応、電荷移動、濡れ、潤滑、熱伝導など固液界面が果たす役割を大きく支配していると考えられています。
しかし、水和・溶媒和構造は、非常に薄い層であるため、実験的に計測することは簡単ではありません。とりわけ、表面の面内方向に不均一な構造はこれまで検知できませんでした。

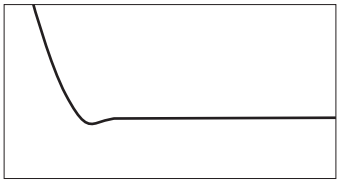


水和構造のモデル図

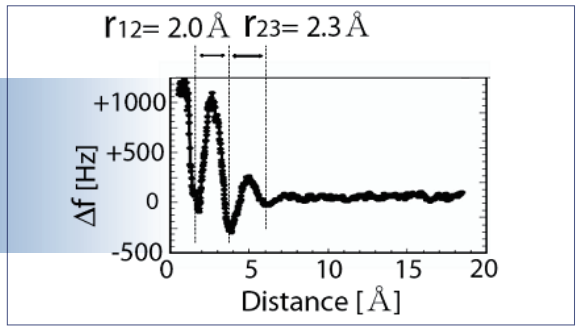
従来のAFMとの違い

水和・溶媒和を計測する際の、カンチレバーが受ける力の変動は非常に小さいため、超高感度なFM方式により初めて計測することが可能となりました。Z-X断面の水和・溶媒和構造計測だけでなく、Z-XYの三次元構造解析も可能です。HR-SPMは表面観察だけではなく、固液界面の構造解析装置に進化します。

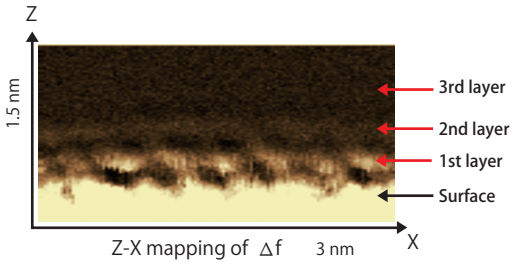
従来のAFMによるフォースカーブ



FM方式によるフォースカーブ [4]



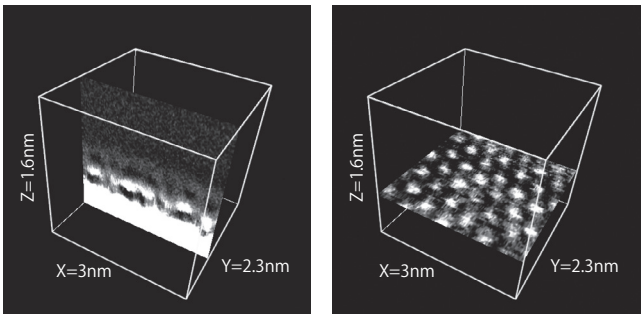
FM方式による水和計測



マイカ表面の層状の水和構造が三層目まで可視化されている。

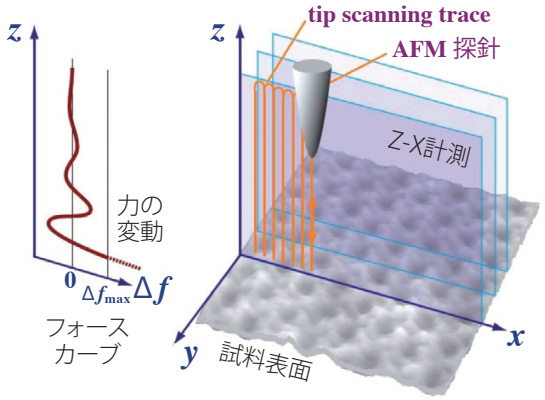
シャーレ型溶液セル（オプション）を使用

固液界面の三次元水和構造観察・解析 [5]

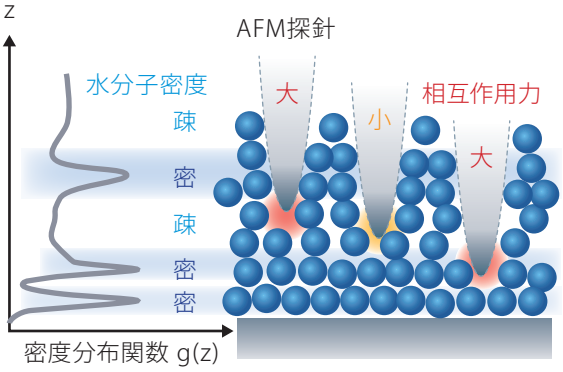


水和・溶媒和の計測方法

1. 液中でHR-SPMを動作させ、カンチレバーを固体試料表面に設定値（Δf_{max}）まで高精度に近づけます。
2. その際にカンチレバー先端の探針が受ける力をフォースカーブ法により計測します。
3. 固液界面のごく近傍において、試料に応じて特徴的な力（Δf）の変動が得られます。
4. 力の変動は水和・溶媒和に起因しており、層状に構造化した液体に関する知見が得られます。
5. X方向に連続取得（Z-X計測）することにより、一断面での水和・溶媒和構造が可視化できます。
6. さらに、Z-X計測をY方向に取得していくことで、三次元マッピングデータの取得が可能です。



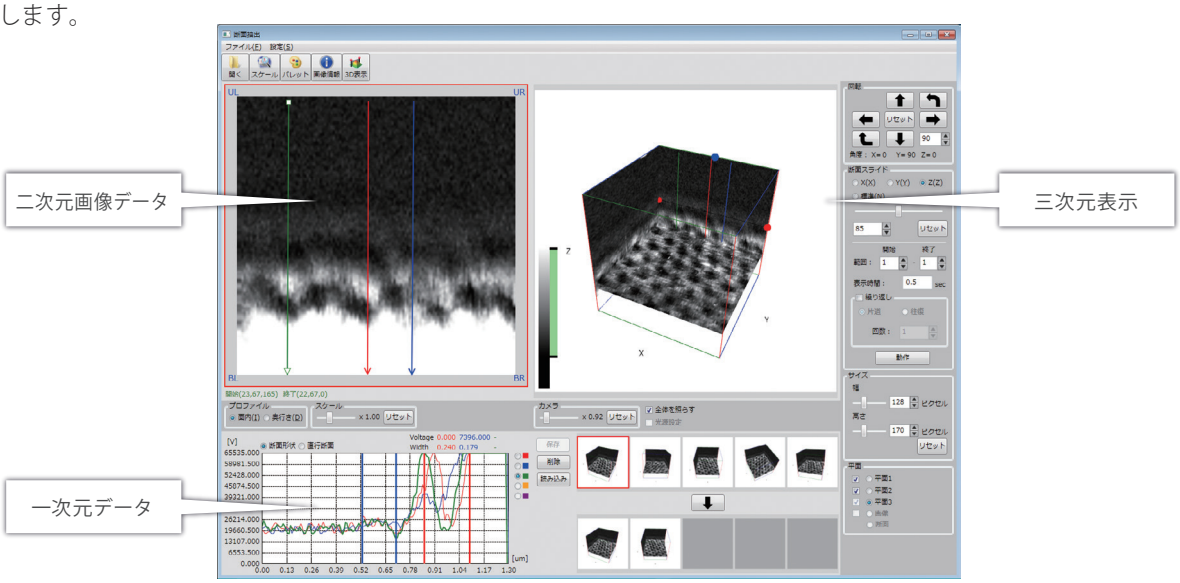
水和・溶媒和計測の模式図



水和・溶媒和計測の概念図

解析ソフトウェア

三次元マッピングデータの解析専用のソフトウェアです。水和・溶媒和構造のデータの解析を強力にサポートします。

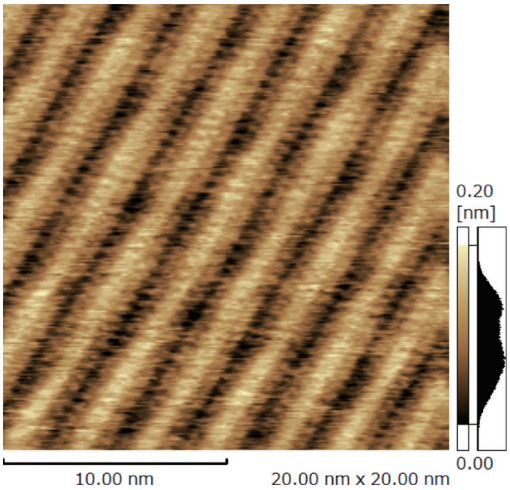


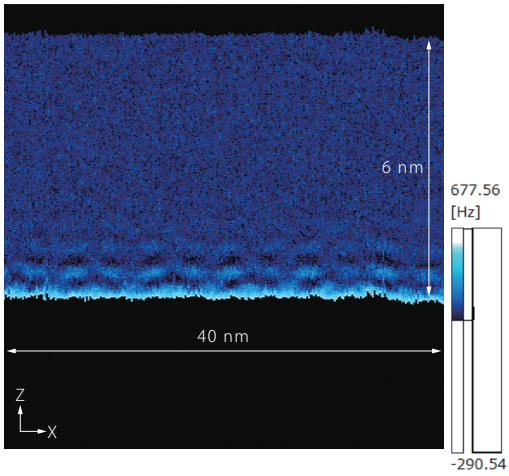
- マッピングデータの三次元表示
- マッピングデータから二次元画像データの抽出・表示
- 二次元画像データ上で指定した一次元データの表示・解析

水和・溶媒和構造の計測例

グラファイトに接する1-デカノールの界面構造

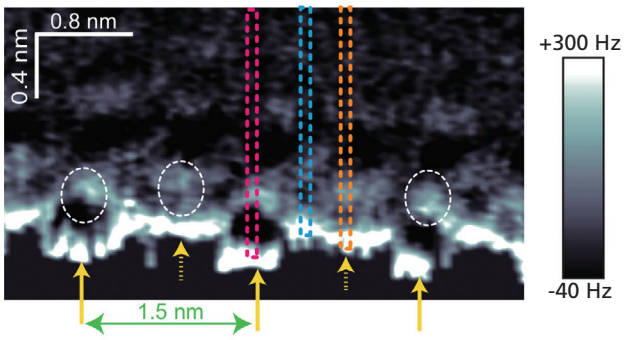
グラファイト上に形成された1-デカノール分子膜を観察しました（左図）。デカノール2分子が一つの組となり帯状の分子膜が形成されている様子が観察されています。吸着分子層に接したデカノール液体の断面構造を計測しました（右図）。液体のデカノールが層状に構造化していることや面内方向に不均一な分布が存在することが分かります。



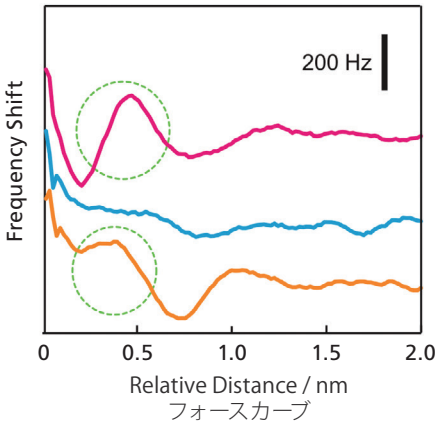


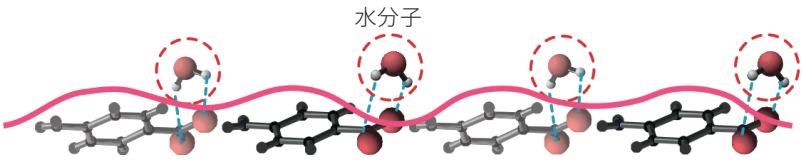
p-ニトロアニリン結晶に接する飽和水溶液[6)]

Z-X計測（左図）で凸部がベンゼン環、凹部が親水性官能基の位置にあたります。それぞれの位置でのフォースカーブ（Z-Δf曲線）から、親水基がある凹部では水分子の局在による強い水和が見られます。このデータから、下図のモデルのように、水分子は極性基と水素結合し、安定化していると考えられます。



p-ニトロアニリン界面のZ-X計測

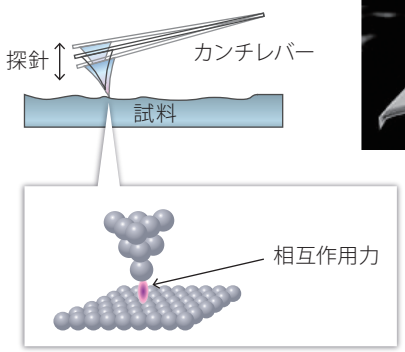




シャーレ型溶液セル（オプション）を使用

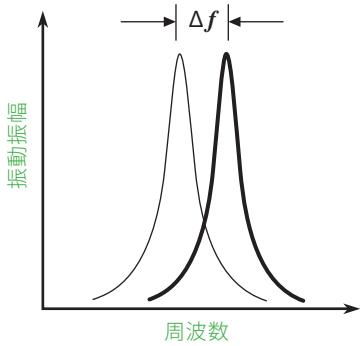
FM方式 AFMの原理

ダイナミックモードで振動しているカンチレバーの周波数を計測して試料との相互作用を検出します。具体的には、カンチレバーの周波数シフト（Δf）が一定になるように、カンチレバーを非接触状態で動作させます。従来よりも20倍以上高感度な力検出が可能となり、像の分解能が向上します。



カンチレバー

カンチレバーの共振カーブ



参考文献

引用文献

1) Ryohei Kokawa, Masahiro Ohta, Akira Sasahara, Hiroshi Onishi, Kelvin Probe Force Microscopy Study of a Pt/TiO_2 Catalyst Model Placed in an Atmospheric Pressure of N_2 Environment, Chemistry – An Asian Journal, 7, 1251-1255 (2012).
2) K. Nagashima, M. Abe, S. Morita, N. Oyabu, K. Kobayashi, H. Yamada, R. Murai, H. Adachi, K. Takano, H. Matsumura, S. Murakami, T. Inoue, Y. Mori, M. Ohta, R. Kokawa, Molecular resolution investigation of tetragonal lysozyme(110) face in liquid by FM-AFM, Journal of Vacuum Science and Technology B 28 (2010) C4C11-C4C14
3) Sebastian Rode, Noriaki Oyabu, Kei Kobayashi, Hirofumi Yamada, and Angelika Kuhnle, True Atomic-Resolution Imaging of (1014) Calcite in Aqueous Solution by Frequency Modulation Atomic Force Microscopy, Langmuir, 2009, 25 (5), pp 2850–2853
4) K. Kimura, S. Ido, N. Oyabu, K. Kobayashi, Y. Hirata, T. Imai, H. Yamada, Visualizing water molecule distribution by atomic force microscopy, Journal of Chemical Physics, 132, 19, 194705 (2010).
5) Kei Kobayashi, Noriaki Oyabu, Kenjiro Kimura, Shinichiro Ido, Kazuhiro Suzuki, Takashi Imai, Katsunori Tagami, Masaru Tsukada and Hirofumi Yamada, Visualization of hydration layers on muscovite mica in aqueous solution by frequency-modulation atomic force microscopy, Journal of Chemical Physics, 138, 184704 (2013).
6) Rina Nishioka, Takumi Hiasa, Kenjiro Kimura, and Hiroshi Onishi, Specific Hydration on *p*-Nitroaniline Crystal Studied by Atomic Force Microscopy, J. Phys. Chem. C, 117, 2939－2943 (2013).

装置関連

- 粉川良平, 大田昌弘, 大気中・液中で動作する高分解能FM-AFMの開発, 顕微鏡, Vol.47, No.1 (2012).
- Kei Kobayashi, Hirofumi Yamada, and Kazumi Matsushige, Reduction of frequency noise and frequency shift by phase shifting elements in frequency modulation atomic force microscopy, Rev. Sci. Instrum., 82, 033702 (2011).

応用例

- Shinichiro Ido, Kenjiro Kimura, Noriaki Oyabu, Kei Kobayashi, Masaru Tsukada, Kazumi Matsushige and Hirofumi Yamada, Beyond the Helix Pitch: Direct Visualization of Native DNA in Aqueous Solution, ACS Nano, 7, 1817-1822 (2013).
- Takumi Hiasa and Hiroshi Onishi, Competitive Adsorption on Graphite Investigated Using Frequency-Modulation Atomic Force Microscopy: Interfacial Liquid Structure Controlled by the Competition of Adsorbed Species, Langmuir, 29, 5801-5805 (2013).

本装置は、京都大学 山田グループ、大阪大学 森田グループ、神戸大学 大西グループ、北陸先端大 富取グループ、金沢大学 新井グループ との共同開発を元に製品化されました。

主な仕様

1.SPMユニット

分解能	XY:0.2 nm、Z:0.01 nm	
SPMヘッド	変位検出系	光源／光てこ／検出器
	光源	レーザーダイオード (635 nm、5 mWmax、On／Off可能) 試料交換中もカンチレバーに対して連続照射
	検出器	フォトディテクター
	変位換算ノイズレベル	20fm/√Hz以下
スキャナ	駆動素子	チューブ型ピエゾ素子
	最大走査範囲	10.0 μm × 10.0 μm × 1.0 μm(X・Y・Z)
ステージ	試料最大形状	ø38 mm × 8 mm
	試料交換方式	ヘッドスライド機構
	試料固定方式	マグネットによる固定
	XYステージ	10 mm × 10 mm
Z軸粗動機構	方式	ステッピングモーターによる全自動機構
	最大可動範囲	10 mm
光学顕微鏡	CCD	素子サイズ:1/3インチ
		有効画素数:1024×768
	レンズ	作動距離:65 mm
		光学倍率:4倍
	照明	同軸落射照明
除振機構	除振台	SPMユニットに内蔵

2.制御ユニット

コントロールユニット	フィードバック	デジタル制御方式
	通信インターフェイス	1000Base-T、TCP／IPプロトコル
ドライバユニット	X・Y軸制御	−211〜+211 V／16 bit
	Z軸制御	−211〜+211 V／16 bit
アナログユニット	入力電圧	−10〜10 V
	分解能	16 bit
	サンプリング周波数	200 kHz
	入力信号	8系統

3.データ処理装置

ホストコンピュータ	メインメモリ	16 GB以上
	外部記憶装置	内蔵ハードディスク 250 GB以上 CD-RWドライブ 1基
	通信インターフェース	1000Base-T、TCP／IPプロトコル
	OS	Windows®10 Professional 64 bit 日本語版
モニター	パネル	21インチワイドTFT液晶 表示画素 1920 × 1080ピクセル

4.ソフトウェア

オンライン	観察画面	最大8画面　同時表示可能 走査中の断面形状の表示が可能
	走査モード	XY、ZX、ZXY　切替可能
	コントロール画面	観察条件の設定が可能
オフライン	一覧表示	サムネイルによる一覧表示が可能
	画像表示、解析	画像データの表示、画像処理・解析が可能 三次元マッピングデータの表示、解析が可能

オプション

狭域スキャナ(2.5 μmスキャナ)

より狭域の範囲の観察ができます。
X・Y:2.5 μm　Z:0.3 μm

中域スキャナ(30 μmスキャナ)

より広い範囲の観察ができます。
X・Y:30 μm　Z:5 μm

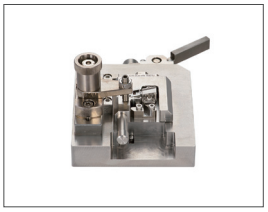
ファイバーライト

同軸落射照明(標準付属)以外に斜めからの照明が必要な時に使用します。

シャーレ型溶液セル

液中観察に使用します。専用カンチレバーホルダが付属します。

カンチレバー取り付け治具



カンチレバーの取り付けが簡単・確実に行えます。

空気ばね式除振台

床置きのパッシブ除振台です。空気源が必要です。

アクティブ除振台

卓上型のアクティブ除振台です。電源のみで動作します。

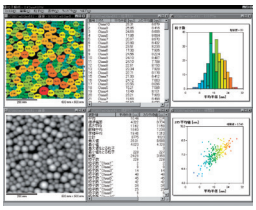
専用架台付きアクティブ除振台

専用の架台をセットしたアクティブ除振台です。

増設モニター

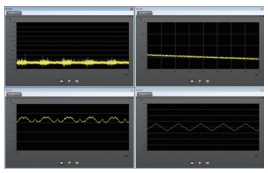
デュアルモニター仕様に変更するためのセカンドモニター。接続ケーブルを含みます。

粒子解析ソフトウェア



画像データから複数の粒子を抽出し、各粒子に対する特徴量を解析できます。

信号モニター

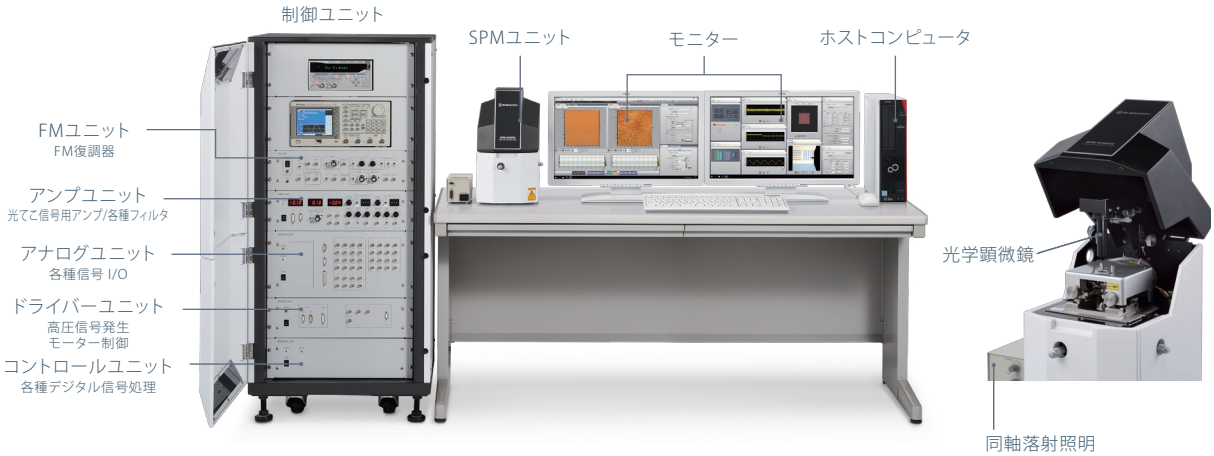


任意の信号を取り込み、オンラインソフトアエアで表示できます。

静電気除去器

試料やカンチレバーの帯電を除去する際に使用します。

装置外観



※OAテーブルはオプションです。
※デュアルモニター仕様は、オプションです。

設置仕様

設置室の環境

設置室の望ましい空調条件は
以下の通りです。
　温度:23℃±5℃
　湿度:60%以下(結露しないこと)

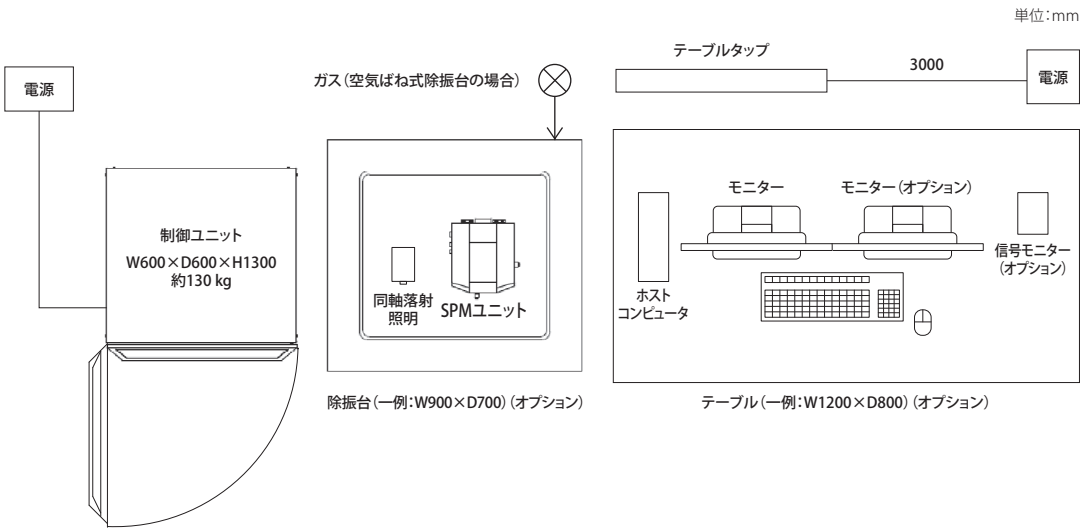
電源

本装置の運転には、次の電源が必要です。
　単相 AC100 V　50/60 Hz　15 A　2口
　接地 D種

装置寸法 及び重量

SPMユニット：幅200 × 奥行き220 × 高さ370（mm）　約10 kg
制御ユニット：幅600 × 奥行き600 × 高さ1300（mm）約130 kg

設置例



Ai Support（保守契約）のご紹介

- ご加入装置にトラブルが発生した際には、優先的な対応を行います。
  また、定期点検時に装置状態を把握しているため、トラブル対処の処置・診断を迅速に行います。
- 定期点検により、機器が正常に稼働しているかどうかの診断を行い、的確な整備によりトラブルを未然に防ぎ装置稼働率を向上させます。
- 定額料金に点検費用・修理費用が含まれていますので、保守費用の予算化が容易に行えます。
  製品ライフサイクルにわたり、計画的に装置維持管理費を予算化できます。

■保守プランの概要

安心のオンコール修理を希望されるお客様へ

- プラチナ：定期点検、整備交換部品（Complete）、オンコール修理作業費、修理部品（消耗部品を除く）のすべてを含んだ充実のサポートプランです。
  特別な場合を除き年間Ai Support料金以外の費用は発生しません。
- ホワイト：定期点検、整備交換部品（Value）、オンコール修理作業費を含んだベーシックプランです。
- シルバー：定期点検、オンコール修理作業費をセットにした部品費を含まないプランです。

プラン内容 ＼ プラン名		プラチナ	ホワイト	シルバー
点検	定期点検（年1回）	○	○	○
	整備交換部品（Value※1）	Completeに含む	○	—
	整備交換部品（Complete※2）	○	—	—
修理	オンコール修理	○	○	○
	修理交換部品※3	○	—	—
	消耗品	—	—	—
その他	交通費	○	○	○

※1 ご契約で定められた必要最低限の整備交換部品を交換します。ご契約以外の部品交換が必要となった場合、別途費用を申し受けます。
※2 定期点検時に上記Value部品に加え、フィールドエンジニアが必要と判断したすべての部品を交換します。
※3 オンコール修理訪問で復旧に使用した部品費を含みます（消耗部品は別途費用を申し受けます）。

詳細は、（株）島津アクセスへお問合せください。　https://www.sac.shimadzu.co.jp/
本サービスの内容、料金は予告なく改定される場合がございます。予めご了承ください。

Windowsは、米国Microsoft Corporationの米国およびその他の国における登録商標または商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。
本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。
治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。
トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3 (03)3219-(官公庁担当) 5631・(大学担当) 5616・(会社担当) 5721
関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階 (06)6373-(官公庁・大学担当) 6541・(会社担当) 6556
札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011)700-6605
東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022)221-6231
郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024)939-3790
つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1 (029)851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515
北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷町ビル8階 (048)646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0082
横浜支店 220-0004 横浜市西区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階 (045)311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615
静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川2丁目1-1 伊伝静岡駅南ビル2階 (054)285-0124
名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階 (052)565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7532
京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1 (075)823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1602
神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町93 栄光ビル9階 (078)331-9665
岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 岡山ニューシティビル6階 (086)221-2511
四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 高松NKビル9階 (087)823-6623
広島支店 732-0057 広島市東区二葉の里3丁目5-7 GRANODE広島5階 (082)236-9652
九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階 (092)283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

https://www.an.shimadzu.co.jp/

初版発行：2017年6月　4701-02001-10AIT