

平成 30 年 6 月 22 日現在

機関番号：14401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K13615

研究課題名(和文) その場観可能な環境制御・小型走査型プローブ顕微鏡の開発と氷表面測定への応用

研究課題名(英文) Development of environment-controllable compatible scanning probe microscope and its application to ice surface measurements

研究代表者

阿部 真之 (Abe, Masayuki)

大阪大学・基礎工学研究科・教授

研究者番号：00362666

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：結晶成長や化学反応といった現象は、温度や湿度、ガス、液中などの環境要因によって、得られる結果が異なる。環境を精密に制御するには、周辺環境からの影響を低減しなければならないという観点からは、装置サイズを小さくすることが必須であるが、光学系を有する従来型の原子間力顕微鏡(AFM)では実現が難しかった。本研究では、複数の環境を制御できるAFMを実現し氷表面測定へ応用した。光学系を用いない自己検出型のAFMセンサ部分や走査部分、粗動アプローチといったすべてを、密閉された密閉型小型容器に格納された装置を開発した。温度と湿度、圧力といった複数の環境制御を行えるようにして、成長している氷表面の測定を行った。

研究成果の概要(英文)：Phenomena such as crystal growth and chemical reaction have different results, depending on environmental factors such as temperature, humidity, gas, and liquid. In order to precisely control these environments, it is indispensable to reduce the size of the apparatus from the viewpoint that the influence from the surrounding environment has to be reduced. However, in the conventional atomic force microscope (AFM), it was difficult to realize. In this project, AFM capable of controlling multiple environments was realized and applied to ice surface measurements. We have developed a device housed in a hermetically sealed closed compact container, all of self-detecting type AFM sensor part, scanning part, coarse movement approach, without using optical system. Measurement of the growing ice surface was made by enabling multiple environmental control such as temperature, humidity and pressure.

研究分野：アトムテクノロジー

キーワード：氷 原子間力顕微鏡 環境制御 周波数変調方式

### 1. 研究開始当初の背景

結晶成長や化学反応といった現象は、温度や湿度、ガス、液中などの幾つかの環境要因によって、得られる結果が異なることがあるが、これをナノ～原子レベルで現象を捉えることはこれまで非常に難しいとされてきた。例えば、原子間力顕微鏡(AFM)の場合、市販の温度制御セルや密閉セルがすでに存在しているが、「温度のみ」や「ガス種のみ」といった限定的な制御による測定がほとんどであった。特に、ニーズの高い温度制御においては、試料部分だけのコントロールになるため、熱ドリフトの影響が大きく、原子レベルでの測定例は困難とされている。環境を精密に制御するには、周辺環境からの影響を低減しなければならないという観点からは、bf装置サイズを小さくすることが必須であるが、光学系を有する従来型のAFMでは技術的に実現が難しかった。

### 2. 研究の目的

以上をふまえて本研究では、複数の環境を制御できる原子間力顕微鏡(FM-AFM)を実現し、氷表面測定へ応用することを目的とした。

### 3. 研究の方法

具体的には、光学系を用いない自己検出型のFM-AFMのセンサ部分や走査部分、粗動アプローチといったすべてを、密閉された密閉型小型容器に格納された装置を設計・開発した。FM-AFMは自己検出型のセンサを用いた。ステージはPZTモーターで試料の粗動を可能として、外部からカメラで動きを観察できるようにした。温度と湿度といった複数の環境制御が精度良く行えるようになり、空間分解能の向上が期待できる。

### 4. 研究成果

#### (1) 複数環境制御小型FM-AFMの実現

複数環境を制御するための小型FM-AFMを実現した。具体的には、AFMセンサ部分や走査部分、粗動アプローチといったすべてを、高さ5cm程度の密閉型小型容器に格納することに成功した。密閉型小型容器を温度制御用インキュベータに格納できる。特に温度の制御性を高めるために、インキュベータに加えてペルチェ素子を測定試料近傍に配置させる設計とした。このような制御を行うことで、試料部分だけを故意に変化させ、試料表面の水分量を調整することも可能となった(これは氷の結晶化において重要である)。この装置を用いて、アルミナ表面の単原子ステップ測定を行った。その結果、アルミナのステップ&テラス構造の観測に成功し、垂直方向には原子分解能を有していることを実証した。

#### (2) 氷結晶成長環境における氷分子の分子分解能観察

上述した小型FM-AFを、氷結晶成長環境(0°C以下)での測定に最適な環境にできるよ

う装置の整備・調整を行った。具体的には、温度・水蒸気量をコントロールしながら測定することが必須である。これまでの長嶋の氷結晶成長観察装置作製の経験を活かし、ペルチェ素子による測定試料温度の制御と窒素ガス導入による湿度制御を行った。この方法によって、先行研究(例えば、A. Doppenschmidt *et al.*, *J. Phys. Chem. B* **102**, 7813(1998))では不可能であった温度および湿度を制御した環境において氷結晶表面の擬似液体層の分子分解能測定に挑戦できる環境を整えた。測定を行った結果、ステップらしい画像をとることができたが、分子を観察することはできなかった。これは装置の振動による影響がおおきいことがわかったため、改良しながら氷分子の画像化を引き続き行っていくことにした。将来的には、探針の振動振幅や試料との距離を最適化させ、氷分子を画像化する条件を見出す。

### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計8件)

1. D. Katsube, H. Yamashita, S. Abo, and M. Abe: "Combined pulsed laser deposition and non-contact atomic force microscopy system for studies of insulator metal oxide thin films", *Beilstein J. Nanotechnol.* Vol.9, pp. 686-692 (2018), doi:10.3762/bjnano.9.63.
2. A. Yurtsever, M. Abe, S. Morita, and Y. Sugimoto: "An atom manipulation method to substitute individual adsorbate atoms into Si(111)-(7x7) substrate at room temperature", *Appl. Phys. Lett.* Vol.111, 233102 (2017).
3. A. Yurtsever, M. Abe, S. Morita, and Y. Sugimoto: "Role of lateral forces on atom manipulation process on Si(111)-(7x7) surface in dynamic force microscopy", *Physical Review B* Vol. 96, pp. 155412/1-(2017), DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.96.155412>.
4. Ayhan Yurtsever, Delia Fernández-Torre, Jo Onoda, Masayuki Abe, Seizo Morita, Yoshiaki Sugimoto and Ruben Perez: "Local electronic properties of individual Pt atoms adsorbed on TiO2(110) studied with Kelvin probe force microscopy and first-principles simulations", *Nanoscale* Vol. 9, pp. 5812-5821 (2017).
5. S. Jinno, H. Toki, and M. Abe: "Mechanism of common-mode noise and heat generation in an electric

circuit with grounding using multiconductor transmission-line theory”, Chinese Journal of Physics Vol.55, pp.904-915 (2017).

6. S. Jinno, H. Toki, and M. Abe: “Configuration of Three Distributed Lines for Reducing Noise Due to the Coupling of the Common and Normal Modes”, Nuclear Instrumentation and Methods in Physics Research A Vol. 844, pp. 19-23 (2017), <http://dx.doi.org/10.1016/j.nima.2016.11.017>.
7. Shuhei Okawaki, Satoshi Abo, Fujio Wakaya, Hayato Yamashita, Masayuki Abe, Mikio Takai: “Characterization of X-ray charge neutralizer using carbon-nanotube field emitter”, Japanese Journal of Applied Physics Vol.55, 06GF10 (2016).
8. Ayhan Yurtsever, Jo Onoda, Takushi Iimori, Kohei Niki, Toshio Miyamachi, Masayuki Abe, Seigi Mizuno, Satoru Tanaka, Fumio Komori, Yoshiaki Sugimoto: “Effects of Pb Intercalation on the Structural and Electronic Properties of Epitaxial Graphene on SiC”, Small Vol. 12, pp. 3956-3966 (2016) DOI: 10.1002/smll.201600666

[学会発表] (計 3 4 件)

1. 勝部 大樹、ユルトセベル アイハン、阿部 真之、“非接触原子間力顕微鏡によるアナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001) (1×4)再構成表面の原子分解能観察”、第 65 回応用物理学会春季学術講演会、2018/3/17-20、早稲田大学西早稲田キャンパス、17p-P5-1.
2. 宮戸 祐治、大谷 勝樹、長嶋 剣、阿部 真之、“氷の表面構造観察に向けた複合環境制御可能な原子間力顕微鏡の開発(2)”、第 65 回応用物理学会春季学術講演会、2018/3/17-20、早稲田大学西早稲田キャンパス、17p-P5-9.
3. 尾島 章輝、勝部 大樹、宮戸 祐治、山下 隼人、阿保 智、阿部 真之、“非接触原子間力顕微鏡を用いたルチル型 TiO<sub>2</sub>(110) (1×2)再構成表面の原子分解能観察”、第 65 回応用物理学会春季学術講演会、2018/3/17-20、早稲田大学西早稲田キャンパス、8a-F210-7.
4. 樫田 健汰、若家 富士男、村上 勝久、山下 隼人、宮戸 祐治、阿保 智、阿部 真之、“電子ビーム誘起堆積 Pt を用いた自己検出型カンチレバーの変位感度”、第 65 回応用物理学会春季学術講演会、2018/3/17-20、早稲田大学西早稲田キャンパス、20a-B303-8.
5. N. Handa, H. Yamashita, and M. Abe:

“Development of a scanner for high speed scanning tunneling microscopy”, The 25th International Colloquium on Scanning Tunneling Microscopy, November 7-9 (2017), Atagawa Haitzu, Shizuoka, Japan.

6. Daiki Katsube, Yuji Miyato, Hayato Yamashita, Satoshi Abo, Masayuki Abe, “Imaging contrasts of anatase-TiO<sub>2</sub>(001) (1×4) surface using non-contact atomic force microscopy”, 11th International Symposium on Atomic Level Characterizations for New Materials and Devices '17 (ALC' 17), December 3-8, 2017, Aqua Kauai Beach Resort, Kauai, Hawaii, USA, 5p-P-48.
7. Masami HASHIMOTO, Satoshi KITAOKA, Shunsuke MUTO, Takafumi OGAWA, Maiko FURUYA, Hiroyasu KANETAKA, Masayuki ABE, Hayato YAMASHITA, “Control of Bioactivity of Ti Metal by intervening TiO<sub>2</sub> Scale Containing Nitrogen-related Defects”, International Symposium on Biomedical and Environmental Materials, 1-2 November 2017, Nagoya Institute of Technology.
8. 勝部 大樹、宮戸 祐治、山下 隼人、阿保 智、阿部 真之、“非接触原子間力顕微鏡によるアナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001)表面の研究”、第 8 回真空・表面科学若手研究会、2017/10/27、つくばイノベーションプラザ、P7.
9. 杉本宜昭、ユルトセベル アイハン、フェルナンデス デリア、小野田穰、阿部真之、森田清三、ペレツ ルベン、“TiO<sub>2</sub>(110)表面上 Pt 単原子のケルビンプローブ力顕微鏡測定”、第 7 8 回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、7a-C24-1
10. 宮戸祐治、大谷勝樹、前田元康、勝部大樹、阿部真之、“氷の表面構造観察に向けた複合環境制御可能な原子間力顕微鏡の開発”、第 7 8 回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、7p-PB2-3
11. 柴田悠宇、井澤和哉、阿保 智、若家富士男、山下隼人、阿部真之、“ガラスキャピラリを用いた大気中粒子線励起 X 線放出”、第 7 8 回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、6p-S41-3
12. 加藤恭介、山下隼人、阿保智、宮戸祐治、阿部真之、“高速原子間力顕微鏡計測における温度制御デバイスの開発”、第 7 8 回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、6p-C24-6
13. 樫田健汰、若家富士男、山下隼人、宮戸祐治、阿保智、阿部真之、“電子ビーム誘

- 起堆積 Pt を用いた自己検出型カンチレバーの開発”、第78回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、5p-S41-15
14. 勝部大樹、宮戸 祐治、山下隼人、阿保 智、阿部真之、“非接触原子間力顕微鏡によるアナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001)のイメージングコントラスト”、第78回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、6a-C24-5
  15. 山下 隼人、田岡 東、福森 義宏、阿部 真之、“生細胞膜分子イメージングのための高速 AFM スキャナーの開発”、第78回応用物理学会秋季学術講演会、2017/9/5-8、福岡国際会議場、8a-A503-2
  16. 勝部大樹、山下隼人、宮戸祐治、阿保智、阿部真之、“パルスレーザー堆積/非接触原子間力顕微鏡複合装置による LaAlO<sub>3</sub>(100)表面の原子分解能観察”、日本金属学会2017秋季講演大会、2017/9/6-8、北海道大学、S4.14
  17. 橋本雅美、小川貴史、北岡諭、武藤俊介、古谷真衣子、金高弘恭、阿部真之、山下隼人、“窒素含有欠陥を含む酸化チタンスケールを介した金属チタンの生体活性制御”、日本セラミックス協会第30回秋季シンポジウム、2017/9/21、神戸大学、3N07
  18. 加藤恭介、山下隼人、久富修、阿部真之、“高速原子間力顕微鏡による光転写制御モジュール Photozipper の1分子動態観察”、第64回日本生化学会近畿支部例会、2017/5/27、大阪大学豊中キャンパス、E10
  19. Daiki Katsube, Hayato Yamashita, Yuji Miyato, Satoshi Abo, Masayuki Abe, “Image contrast of anatase-TiO<sub>2</sub>(001) (1×4) reconstructed surface by non-contact atomic force microscopy”, The 8th International Symposium on Surface Science (ISSS-8), October 22-26, 2017, Tsukuba, Japan, 6pD1-3.
  20. Shuhei Takayanagi, Shinya Ohno, Daiki Katsube, Hikaru Yoshida, Akitaka Yoshigoe, Masayuki Abe, “Reactivity of rutile TiO<sub>2</sub>(110) surfaces studied by real-time photoelectron spectroscopy measurements”, The 8th International Symposium on Surface Science (ISSS-8), October 22-26, 2017, Tsukuba, Japan, 4PN-39.
  21. Miyato, M. Maeda, D. Katsube, and M. Abe, “Development of multi-environment FM-AFM using qPlus sensor toward ice surface imaging”, 20th International Conference on Non-Contact Atomic Force Microscopy (NC-AFM 2017), September 25-29 (2017), Garden Hotel Suzhou, Suzhou, China, P-23.
  22. Daiki Katsube, Yuji Miyato, Hayato Yamashita, Satoshi Abo, Masayuki Abe, “Imaging contrast of anatase-TiO<sub>2</sub>(001) using non-contact atomic force microscopy”, 20th International Conference on Non-Contact Atomic Force Microscopy (NC-AFM 2017), September 25-29, 2017, Suzhou, China, P10.
  23. H. Yamashita, A. Kawanabe, Y. Okamura, M. Abe, “Direct observation of voltage-gated proton channels by high speed AFM”, The 54th Annual Meeting of the Biophysical Society of Japan, 2016/11/25-27, Tsukuba International Congress Center, Tsukuba, Japan, 3Pos094
  24. 山崎詩郎、前田 圭亮、杉本宜昭、阿部真之、P. Pou, L. Rodrigo, R. Perez, P. Mutombo, P. Jelinek、森田 清三、“隣接する Si<sub>4</sub> 原子スイッチの相互作用”、2017年 第64回応用物理学会春季学術講演会、2017/3/14、パシフィコ横浜、14p-414-15
  25. 勝部大樹、山下隼人、阿保智、若家富士男、阿部真之、“パルスレーザー堆積/非接触原子間力顕微鏡複合装置による LaAlO<sub>3</sub>(100)表面の観察”、2017年 第64回応用物理学会春季学術講演会、2017/3/14、パシフィコ横浜、14p-419-4
  26. 清水亮太、杉本宜昭、赤木和人、阿部真之、森田清三、一杉太郎、“SrTiO<sub>3</sub>(100)-(√13×√13)-R33.7°再構成表面の NC-AFM 観察”、2017年 第64回応用物理学会春季学術講演会、2017/3/14、パシフィコ横浜、14p-419-3
  27. 阿部真之、“PLD/AFM 複合装置の開発と金属酸化物表面の原子分解能測定”、日本顕微鏡学会走査型プローブ顕微鏡分科会研究会、2017/2/3、産業技術総合研究所臨海副都心センター
  28. D. Katsube, H. Yamashita, S. Abo, F. Wakaya, M. Abe, “Development of Combined System of Pulsed Laser Deposition and Non-Contact Atomic Force Microscopy and High Resolution Imaging of Anatase-TiO<sub>2</sub>(001) Reconstructed Surface”, International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC 2016), 2016/11/8-11, ANA Crown Plaza Kyoto, Kyoto, Japan, 10P-7-68
  29. Daiki Katsube, Hayato Yamashita, Satoshi Abo, Fujio Wakaya, Masayuki Abe, “Development of Combined System of Pulsed Laser Deposition and Non-Contact Atomic Force Microscopy and Imaging of Anatase-TiO<sub>2</sub>(001) (1×4) Reconstructed Surface”, 20th International Vacuum Congress (IVC-20), 2016/8/22-26, BEXCO, BUSAN,

KOREA, SS-P1-207

30. 勝部 大樹、山下 隼人、阿保 智、若家 富士男、阿部 真之、“パルスレーザー堆積/非接触原子間力顕微鏡によるアナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001)表面の観察”、日本表面科学会関東支部 第 4 回関東支部セミナー表面・薄膜分析シリーズ Vol.2 走査型プローブ顕微鏡のフロンティア～実用材料表面計測入門から最新物性問題への挑戦まで～、2016/10/18、東京大学本郷キャンパス、P-9
31. 勝部 大樹、山下 隼人、阿保 智、若家 富士男、阿部 真之、“アナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001)表面の非接触原子間力顕微鏡測定”、日本金属学会 2016 年秋季(第 159 回) 講演会、2016/9/21-23、大阪大学、S6-11
32. 勝部 大樹、山下 隼人、阿保 智、若家 富士男、阿部 真之、“アナターゼ型 TiO<sub>2</sub>(001)表面のフォースカーブ測定”、第 77 回応用物理学会秋季学術講演会、2016/9/13-16、朱鷺メッセ(新潟県新潟市)、15p-P4-10
33. 小野田 穰、Yurtsever Ayhan、阿部 真之、Pang Chi Lun、杉本 宜昭、“TiO<sub>2</sub>(011)-(2×1)表面の AFM/STM による研究”、第 77 回応用物理学会秋季学術講演会、2016/9/13-16、朱鷺メッセ(新潟県新潟市)、15p-P4-9
34. 稲見栄一、浜田幾太郎、上田啓一、阿部 真之、森田清三、杉本宜昭、“走査プローブ顕微鏡を用いた原子スイッチの組立と制御”、日本物理学会 2016 年秋季大会、2016/9/13-16、金沢大学、13aBA-2

[図書] (計 3 件)

1. M. Abe: Compendium of Surface and Interface Analysis (Eds. The Surface Science Society of Japan), Chapter 34 "Frequency Modulation Atomic Force Microscopy", pp.201-204, Springer, ISBN-10: 9811061556, ISBN-13: 978-9811061554 (2018).
2. 阿部真之、土岐博: 電気回路と伝送線路の基礎, 丸善, ISBN-10: 978-4-621-30206-4 (2017).
3. 阿部真之: ナノ材料解析の実際 (編著: 米澤徹, 朝倉清高, 幾原雄), 第 14 章 “原子間力顕微鏡 (AFM)”, 講談社, ISBN: 978-4-06-154392-8 (2016).

[産業財産権]

○出願状況 (計 2 件)

名称: スキャナ及び走査型プローブ顕微鏡  
発明者: 山下隼人, 阿部真之  
権利者: 国立大学法人大阪大学  
番号: 特願 2017-002183  
出願年月日: 2017/1/10

国内外の別: 国内

名称: スキャナ及び走査型プローブ顕微鏡  
発明者: 山下隼人, 阿部真之  
権利者: 国立大学法人大阪大学  
番号: PCT/JP2017/044060  
出願年月日: 2017/12/7  
国内外の別: PCT

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.ae.stec.es.osaka-u.ac.jp/wp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

阿部 真之 (ABE, Masayuki)  
大阪大学基礎工学研究科・教授  
研究者番号: 00362666