

機器分析センターの概要と利用に関して

センター系（機器分析センター） 沓澤 幸成・宮本 政明

1. はじめに

平成9年にこれまで学内に分散配置されてきた各種の計測・分析に用いてきた共同利用機器を集中管理し、また科学の発展に伴い多様化するニーズに応えるべく機器分析センターが学内に設置された。本報告は、学内の技官の方々へ機器分析センターの概要と建物内に配置されている計測・分析機器を紹介する物である。

2. センターの概要

はじめに機器分析センターの概要について述べておく。機器分析センターの前身は、昭和51年度に教育・研究の発展に資するため学内措置として設置された「共同利用施設」である。この間、各種の高性能大型計測・分析機器を順次導入してきた。これらの機器を集中管理し、より効率的に運用してゆき、時代の進展に見合う機器の整備を計り、日進月歩の分析技術の研究開発を進展させる主旨の下に、平成9年4月に文部省令により設置された。

機器分析センターの主たる業務

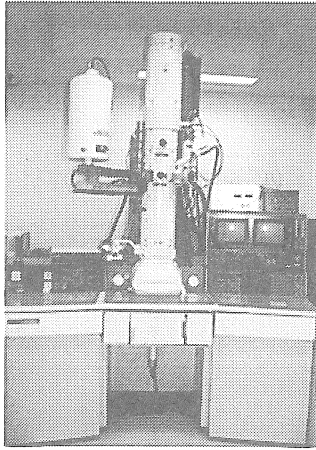
- 1) 機器の管理運営に関すること
- 2) 機器による分析、測定および解析に関すること
- 3) 分析技術の研究開発、情報収集および提供に関すること
- 4) 利用者に対する講習および技術指導に関すること
- 5) その他センターの運営に関すること

3. センターに設置されている機器の紹介

別表に掲げるとおり機器分析センターには、ガラス工作室を含めて29の装置室が設置されている。ここでは、この中から機器分析センター建物に設置されている10装置室内、ガラス工作室を除いて紹介してゆく。

a) 材料微小部同時観察分析装置室

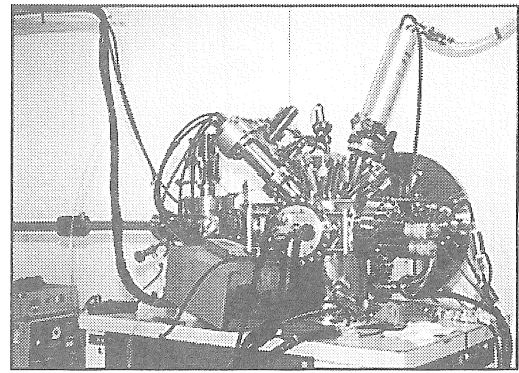
透過型電子顕微鏡が設置されており、主に金属材料の観察に使用されている。一般に電子顕微鏡とはこの透過型電子顕微鏡（TEM）のことを意味する。試料に電子線を透過させて観察するので、試料は電子線が透過できるだけの厚さまで研磨など



により薄くする必要がある。この厚さは 0.1μ 以下でなければならない。試料ホルダー先端に 3mm ϕ 以下に整形した試料を保持し真空中で観察するため、粉体試料は向いていない。透過電子線像から内部構造の観察や、電子線を走査させて得られる二次電子像から表面観察を行ったり、電子線を当てることにより放出される特性X線を調べることにより含有物質の定性分析も可能である。

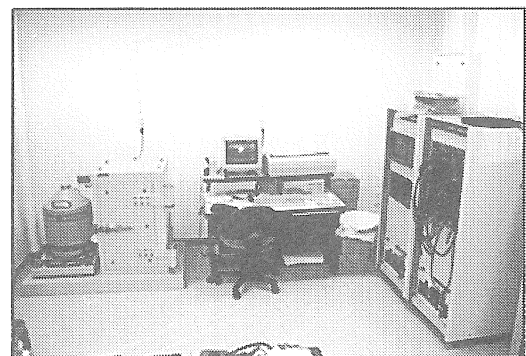
b) 異相界面動的状態分析装置室

ESCA または XPS と称される装置で、試料表面にX線を照射しここから放出される光電子を観察する事により試料最表面の元素組成の同定が可能である。これは放出される光電子が元素固有の運動エネルギーを持つ事による。さらに、エネルギーの検出位置(エネルギースペクトル中のピーク位置)の変化から試料最表面の化学状態も判断可能である。これは光電子が放出される際に必要なエネルギーが化学状態によって変化するからである。測定可能な試料は、試料ホルダー構造から $10\times 15\times 1\text{mm}$ 程度のプレート状または、 $13\phi\times 1\text{mm}$ のディスク形状でなければならない。粉体試料は導電性のテープにしっかりと保持できることが絶対条件となる。測定は高真空中で行われるので試料中のガス放出などにより崩壊しないことも条件となる。この装置にはイオンパツタ銃やハロゲンランプを用いた加熱装置も搭載されており、測定中の酸化・還元挙動の観察も可能である。また、二次イオン質量分析計(SIMS)も付備しており測定環境中の存在ガスの分析も可能である。



c) 極低レベル放射能分析装置室

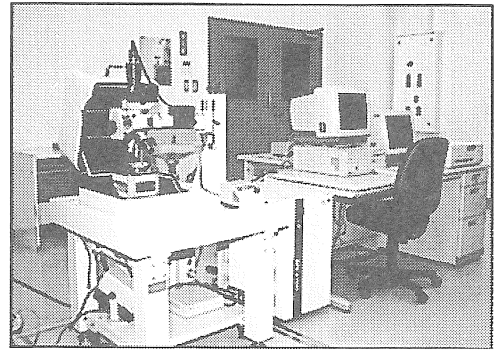
本装置は、高純度ゲルマニウム半導体検出器を装備し、遮蔽体に陸奥鉄と鉛を使用したガンマ線核種分析装置である。陸奥鉄とは、原子力爆弾による被爆の影響が非常に少ない材料(戦艦陸奥-1920年進水/1943年沈没-から切り出した鉄)で、遮



蔽体にこの鉄を利用するため各種環境試料中のガンマ線核種を含む放射性物質を低バックグラウンドで測定できる。また、本装置は 4096 のチャンネルを備える事により高分解能で、ガンマ線放出核種の定性・定量分析を正確かつ迅速に処理することができる。試料は、1 リットルのマリネリ容器に入る形状であれば液体、粉体、個体を問わずに測定可能である。主として地球環境科学や生物の年代測定などに利用されている。

d) 走査型トンネル顕微鏡室

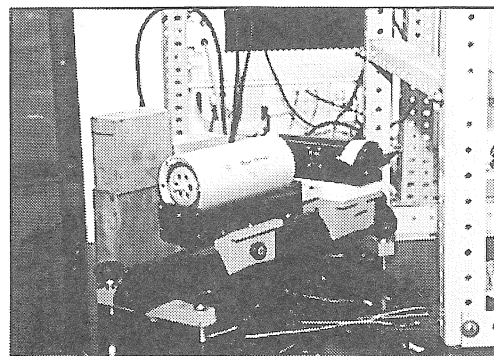
本装置室には、超高真空走査トンネル顕微鏡 (STM) と原子間力顕微鏡 (AFM) が設置されているが、実際には諸々の事情により、走査トンネル顕微鏡は F107 室に設置されており、センター建物内には原子間力顕微鏡のみが設置されている。ここでは、そのうち原子



間力顕微鏡について紹介する。原子間力顕微鏡とは、試料表面の原子とカンチレバー (片持ち梁) の先端にある探針の先端部の原子が接触する程度に近接した場合、それらの間に働く微弱な力を測定することにより、試料表面の原子配列を観察することができる装置である。カンチレバーが接近した部分の原子や分子間には、原子結合距離程度の近距離では斥力が働き、それ以上の遠距離では引力が作用する (分子間力)。その力によりカンチレバーに『たわみ』が生じ、その『たわみ』量をカンチレバーの背面に当てられたレーザー光の反射角の変化で検出しながら、X-Y にカンチレバーを走査することにより、試料表面の凹凸情報を高分解能 (0.5nm) で像として得ることができる。原子間力顕微鏡は、絶縁物であっても特殊な前処理なしに測定でき、また、試料を真空中に設置する必要もなく、大気中で測定できるため、迅速な表面観察が可能である。さらに、センターに設置されている原子間力顕微鏡には、原子間力用のプローブの他に、磁気力用プローブや、化学セルなども用意されており、磁気力などの物理的性状や、電気化学反応の変化などの観察もできる。測定する試料のサイズは、 $10\phi \times 2\text{mm}$ までであるが、実際に測定する場所は、試料の中心の極微小部である。

e) メスバウアー効果分析装置室

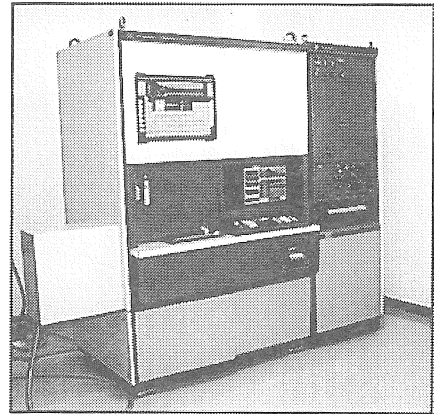
固体中で基底状態にある原子核が、ある特定エネルギーの γ 線を照射されると、共鳴吸収して励起状態になる。この共鳴現象をメスバウアー効果と呼び、測定された γ 線の吸収スペクトルをメスバウアースペクトルと



いう。現在、鉄、金などの約 40 種の同位体元素がこの効果を示すことが知られている。吸収スペクトルを測定することによって、その個体の特に結合に関する電子状態、原子配置、相の分布や比率、電気的、熱的、磁気的狀態を原子スケールで直接観察することができる。本装置は、線源に ^{57}Co 、吸収体（試料）は自然鉄に含まれる ^{57}Fe を用いており、低温より室温までの測定が可能である。

f) 蛍光 X 線分析装置室

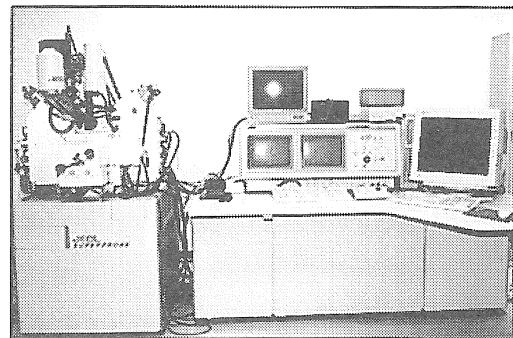
X 線管で発生した一次 X 線を試料に照射すると、一次 X 線の一部は透過し残りは吸収（散乱も含む）される。吸収された X 線エネルギーは二次効果の β 線、X 線（二次 X 線）および熱に変換される。二次 X 線の一種である固有 X 線は、蛍光 X 線と呼ばれ、元素の種類によってそれぞれ固有のエネルギー（波長）を持っている。この蛍光 X 線を分光結晶で分光し、X 線の波長と強度を測定する



ことにより、試料の定性分析および定量分析を行うことができる。蛍光 X 線分析の特徴は、①分析が迅速、②非破壊分析、③分析精度が高い、④試料調整が容易、⑤ X 線スペクトルは発光分析と比べて単純で解析が容易、⑥測定される深さは 0.1mm 以下の表面層である、⑦一度に定性および定量など広い範囲で元素分析ができる、などである。試料の形態は個体、粉体および液体のいずれであっても対応でき、測定できる元素範囲は、F ~ U まで可能である。

g) 知的制御微小部分析室

本装置は、X 線マイクロアナライザー（XMA または EPMA とも呼ばれる）と言い、きわめて細く絞った電子線束を試料表面に照射して、そこから放射される特性 X 線の波長と強度を X 線分光器で測定し、その試料微小部に含まれている元素を定性ま

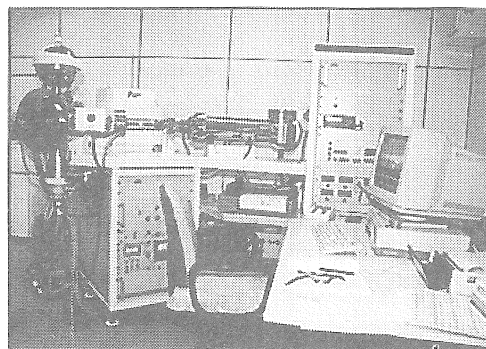


たは定量する分析機器である。センターに設置されている X 線マイクロアナライザーは、従来分析が困難とされていた B, C, N, O などの軽元素に対しても高精度に分析することができる。また波長分散形 X 線分光器（WDS：5 チャンネル）とエネルギー分散形 X 線分光器（EDS）をコンピュータシステムで制御し、それぞれの分光器で収集したデータを 1 つの分析結果としてまとめることができるため、両分光器を同時に使用することによって一度に 13 元素を分析することも可能である。試料サイズは $25\phi \times 20\text{mm}$ 以内を標準とする。試料室内は高真空に保たれていることか

ら、試料中の水分は極力避けなければならない。とくに粉末試料、多孔質試料等は、高真空中で1～2日間排気処理してから使用する。試料の帯電（チャージアップ）防止のため、非導電性試料の場合は、カーボンまたは金などによる蒸着処理またはコーティング処理をほどこしてから使用する必要がある。

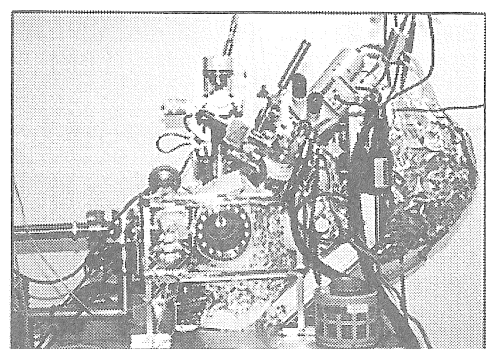
b) 質量分析計室

センターに設置されている質量分析計は同位体比の測定に特化したモデルで、一般的な意味での質量数の測定にはやや不向きである。質量分析計はサンプルを何らかの方法でイオン化し、組成元素の質量数に応じたイオンの数をカウントする装置である。イオン化された元素の飛行軌道は質量数によって異なり、これを利用してその軌道に可変的な磁場を与えることにより振り分け、検出器（コレクター）でその数をカウントする。普通、イオン源から検出器までは真空中に保持されている。イオン化の方法は熱により行われ、フィラメントを用いる方法やグロー放電、高周波誘導プラズマによるものが代表的である。また、気体であればそのまま導入できる装置もある。センターに設置されている表面電離型質量分析計は、イオン源にフィラメントを用いる装置である。サンプルを溶液化し、フィラメントに塗布・乾燥固化させてイオン源にセットし、フィラメントに電流を流して昇華（蒸発）させた元素を電場作用により分析管（磁場）へ導入、質量数に応じて分離し、検出器により計測されるシステムである。このタイプの質量分析計の利用分野としては炭素や鉛の同位体比測定による年代測定を高精度にておこなえることから、考古学や地球物理学が代表的である。



i) 光電子分光分析室

基本的に先出の異相界面動的状態分析装置と同様の装置である。相違点としては励起源であるX線を微少に収束させる事により、より微少領域の分析が可能なことである。また、電子線を利用する事により試料最表面の原子配列が規則正しいときには、低速電子回折による試料最表面の原子配列を観察可能である。試料に対して垂直の方向から電子銃により電子線を照射したとき二次電子が放出されるが、この中に弾性散乱電子とよばれるエネルギー損失を伴わないものがある。弾性散乱電子の回折パターンからその照射面の原子配列のパターンが得られる。本装置には超高真空環境において




高温に加熱可能なヒーターやイオンスパッタ銃による試料最表面のクリーニングが可能である。主として電子材料・電子デバイスの表面構造、組成の分析や評価を行うことに利用されている。

4. おわりに

近年、計測・分析機器の進歩、発展はコンピューターを含む画像処理・情報通信技術の導入によりめざましいものがある。かつて分析機器はブラックボックス的に評され、ときには実験室において十分に確立された人手による分析手法で確認実験を行うことでデータの信憑性を表すことを余儀なくされた。これは新しい分析手法を開発する上では当然のことである。このようにして機器を用いた分析手法が確立されてきた。さらに、十分に確立されていたと思われる機器を用いた分析手法も例外ではなく、より新しい技術や理論を用いた分析機器の登場に取って代わられることも当たり前となってきた。既知の現象を計測・分析することの積み重ねが決して目には見えない領域のことまでもまるで観てきたかのように知ることが可能となってきた。分析機器は物質のもつ既知の性質を利用してより短時間に、より微小領域を、より具体的・視覚的に観察・表現する道具であり、研究者・実験者の手助けをおこなうもので、最終的な判断は研究者・実験者に委ねられていることは忘れてはならない。

センターに設置されている装置の一覧

機 器 室 名	装 置 名	設置場所
ガラス工作室	ガスバーナー、電気炉	W209
質量分析計室	高分解能表面電離型質量分析計	W304
構造物疲労試験機室	構造物疲労試験機	構造物試験室
高周波真空溶解炉室	高周波誘導真空溶解炉	K164
メスバウア効果分析装置室	メスバウア効果分析装置	W204
超高速撮影装置室	超高速撮影装置	E205
工業材料試験装置室	工業材料試験装置	K152
蛍光X線分析装置室	全自動式蛍光X線分析装置	W205
ヘリウム液化装置室	ヘリウム液化装置	R111-1
異相界面動的状態分析装置室	異相界面動的状態分析装置	W105
生産工程自動化開発装置室	スーパーミニコンピュータ	T303
材料微小部同時観察分析装置室	分析電子顕微鏡	W104
熱流体流動情報処理システム室	二次元レーザ流速計装置、 高速度カメラ装置	A002-1
強力X線回折装置室	強力X線回折装置	A145
知識情報処理装置室	知識情報処理装置	T303
極低レベル放射能分析装置室	低バックグラウンドGe検出器	W108
量子干渉システム室	超伝導量子干渉装置	R111-2
分子構造解析装置室	高分解能FT-NMR装置	H320
材料・構造物強度試験装置室	材料・構造物強度試験装置	B105
走査型トンネル顕微鏡装置室	超高真空トンネル顕微鏡、 原子間力顕微鏡	F107 W109
光電子分光装置室	光電子分光装置	W305
ラマン分光測定装置室	ラマン分光装置	F105
構造物耐衝撃試験装置室	衝撃荷重載荷試験装置、 静的荷重載荷試験装置	耐衝撃試験室
気象衛星ノア受信解析システム室	受信アンテナ、EWS	T201
有機非線形光学材料評価システム室	波長可変固体パルスレーザー、窒素レーザー、 励起色素レーザー、ストリークスコープ、 フーリエ変換赤外分光光度計	K101
遺伝子構造解析評価システム室	DNAシーケンサ、巨大DNA分離装置、 デンストグラフ、プロテインシーケンサ、 遺伝子増幅装置、二次元電気泳動装置	H205
超並列演算システム室	並列データ解析演算装置	V302
超音速風洞室	超音速風洞装置、EWS	A001
知的制御微小部分析室	X線マイクロアナライザ	W207

 は、センター館内に設置されている装置。それ以外は、学内に分散して設置されている。