

# 施設内解析装置説明



## フーリエ変換赤外分光測定システム (Fourier Transform InfraRed spectrometer)

Thermo Fisher Scientific K.K. (旧 Thermo Nicolet) 製 / Nexus470

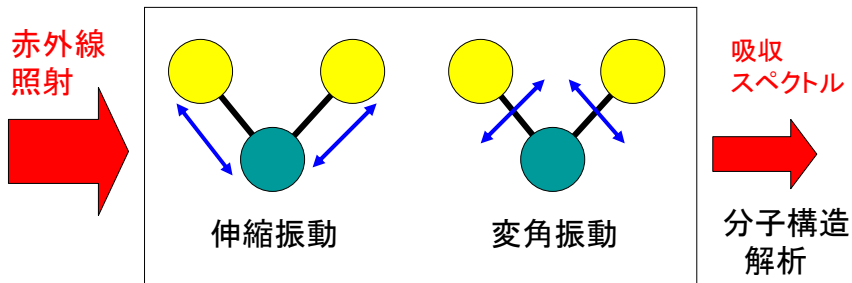
設置場所：電子線利用研究施設 D209

使用時の連絡先：電子情報工学科 高橋芳浩 (内線5459)



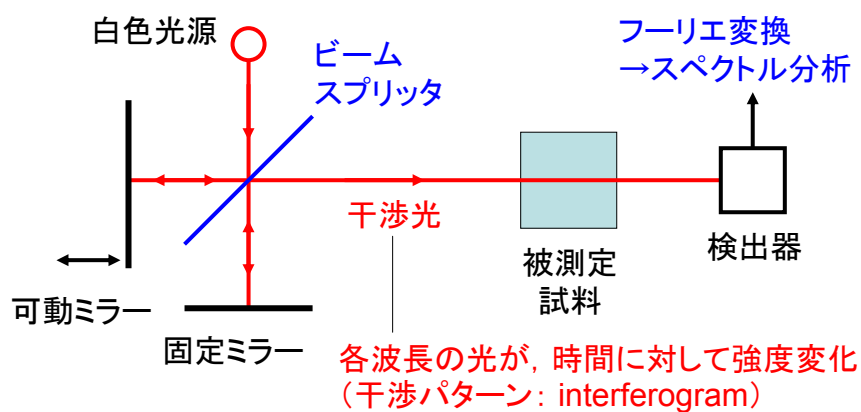
## 赤外分光法について

赤外分光法：測定対象物質に赤外線を照射し、透過or反射光の吸収スペクトルより対象物の特性を知る方法(分子構造, 原子結合状態など).



原子の種類・結合状態により定まる, 特定の波長の赤外線が吸収

## フーリエ変換型赤外分光システム



分析可能波長範囲: 光源, ビームスプリッタ, 検出器に依存

## Nexus 470 仕様 (現状)

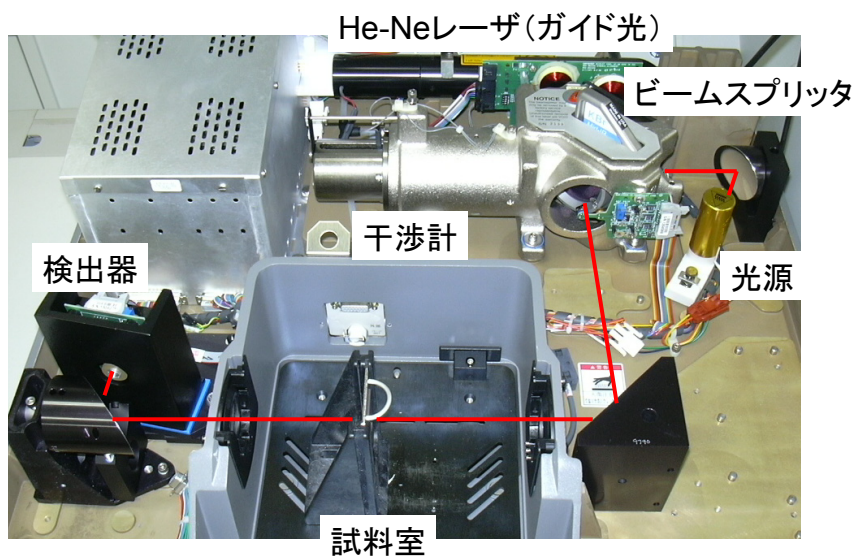
測定波長域:  $7400 - 350 \text{ cm}^{-1}$  ( $1.35 - 28 \text{ }\mu\text{m}$ )

最高分解能:  $0.5 \text{ cm}^{-1}$

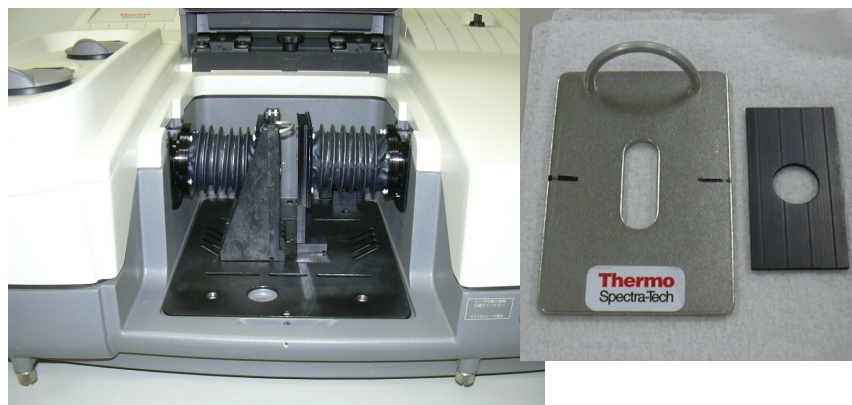
光源: Ever-Glo光源 ( $9600 - 20 \text{ cm}^{-1}$ )  
ビームスプリッタ: KBr/Ge ( $7400 - 350 \text{ cm}^{-1}$ )  
検出器: DTGS/KBr窓 ( $12500 - 350 \text{ cm}^{-1}$ )




## Nexus 470 内部

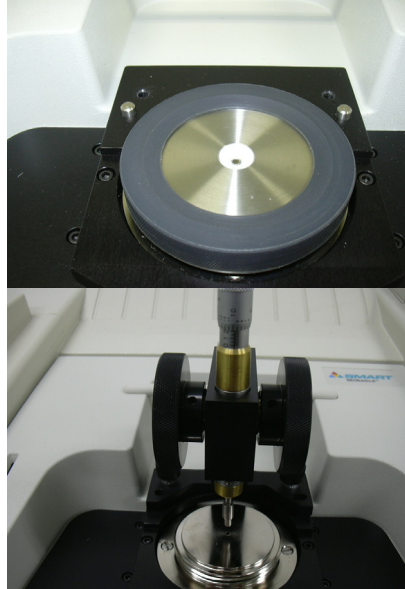


## 透過分析



## 反射(表面)分析

試料  Ge結晶



## 赤外分光システム

### 分散型:

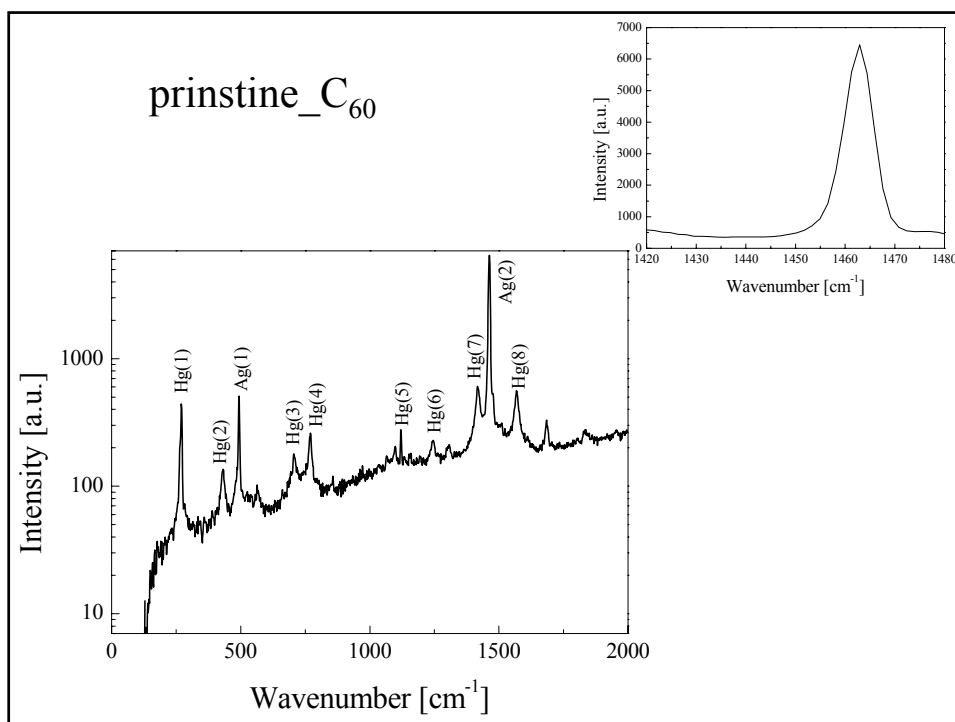
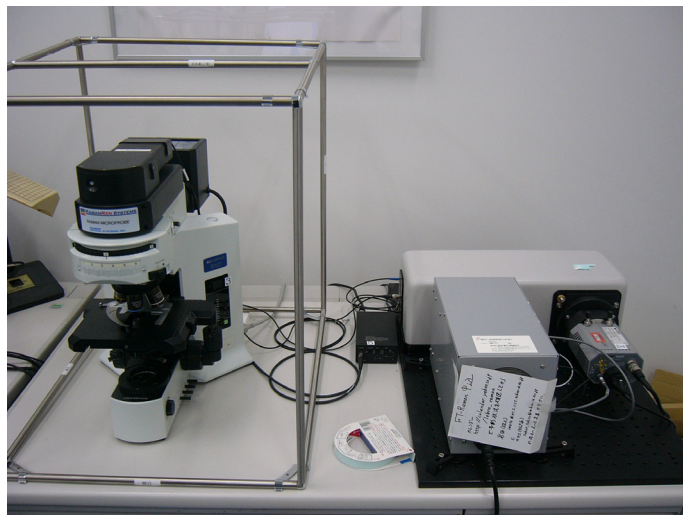
回折格子により分光した単色光を照射. 波長を挿引することにより赤外スペクトル測定.

### フーリエ変換型:

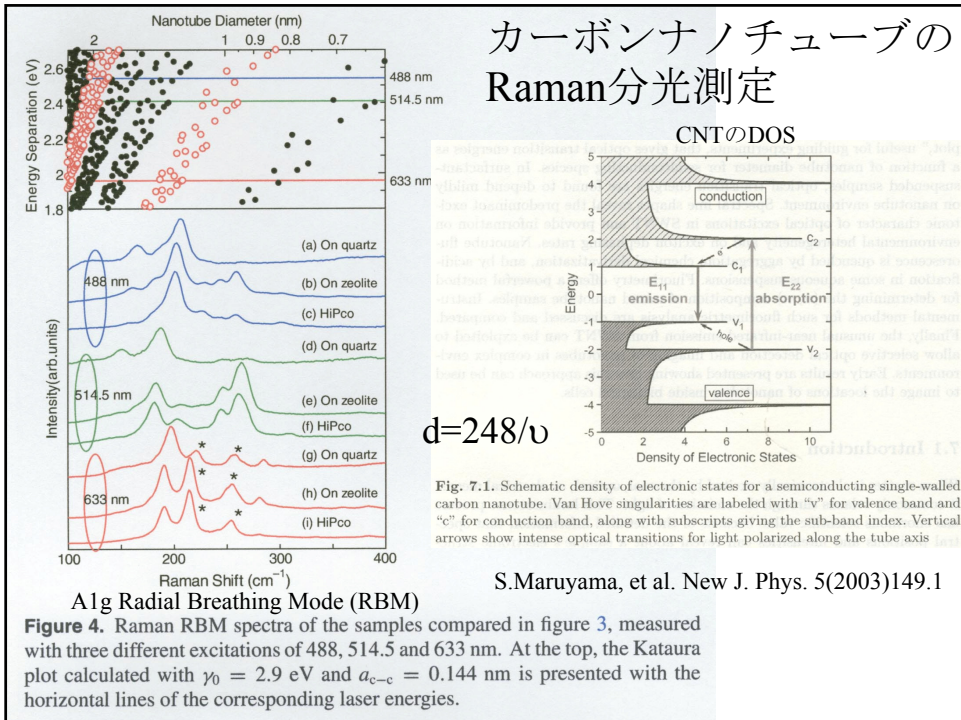
走査型マイケルソン干渉計による干渉パターンを高速フーリエ変換(FFT)処理することにより赤外スペクトルを測定.

→ 高速, 高効率, 光分解能

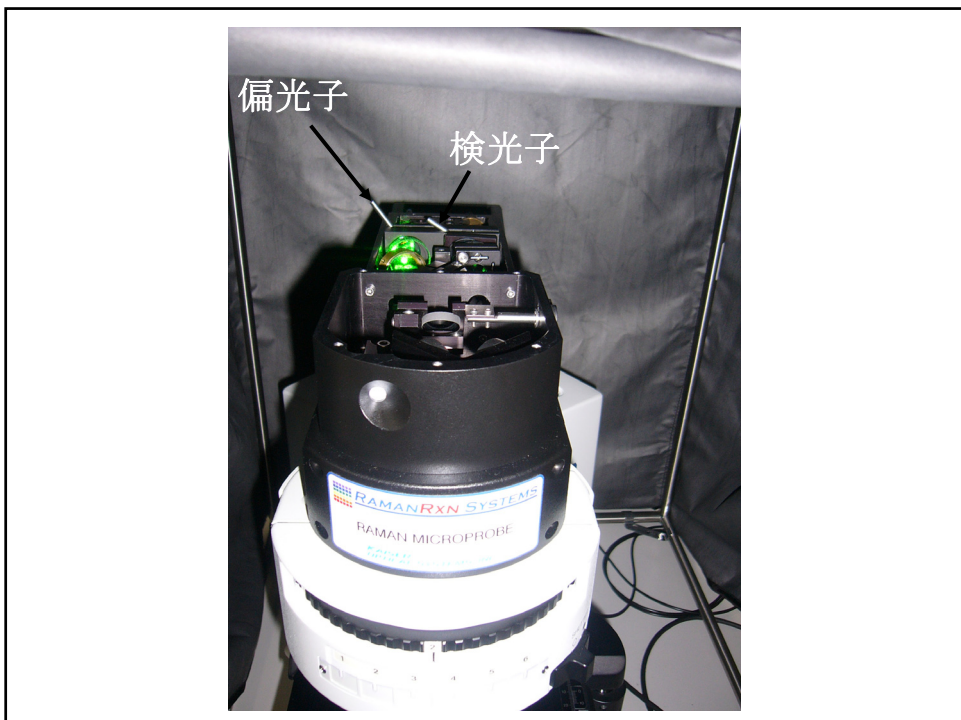
# Kaiser Optical Systems ラマン分光システム



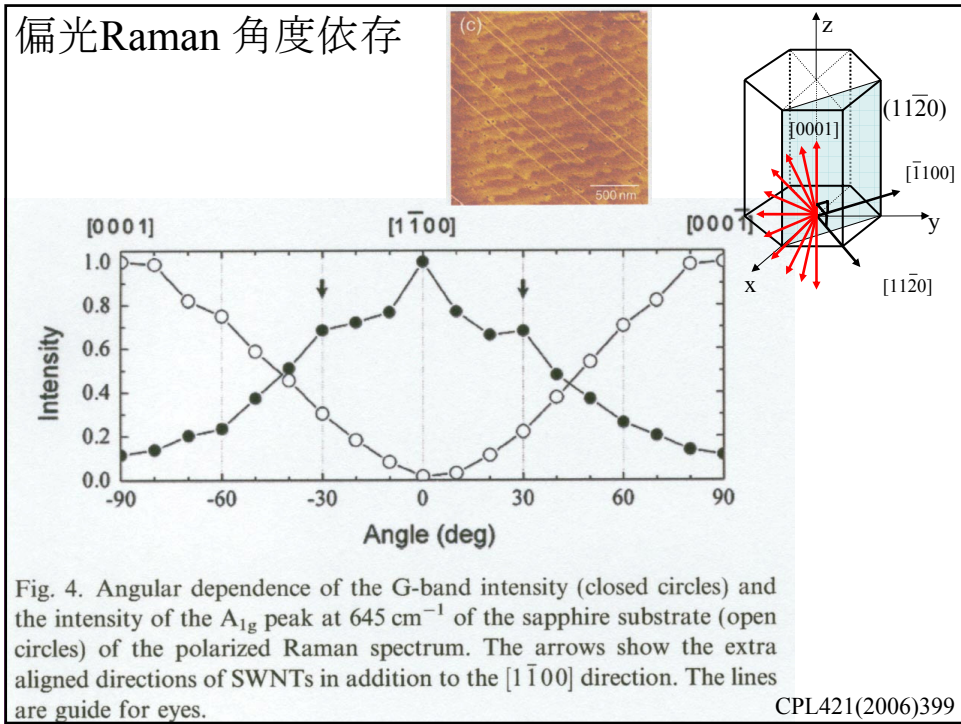
# カーボンナノチューブの Raman分光測定



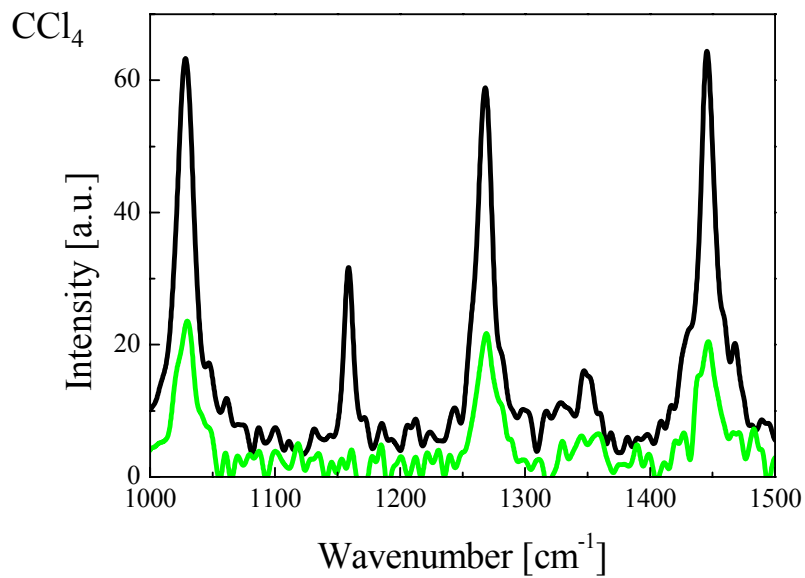
**A1g Radial Breathing Mode (RBM)**  
**Figure 4.** Raman RBM spectra of the samples compared in figure 3, measured with three different excitations of 488, 514.5 and 633 nm. At the top, the Kataura plot calculated with  $\gamma_0 = 2.9$  eV and  $a_{c-c} = 0.144$  nm is presented with the horizontal lines of the corresponding laser energies.







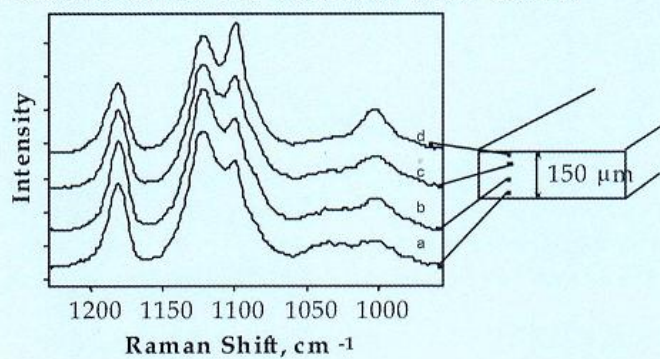
## 偏光Raman クロスニコル



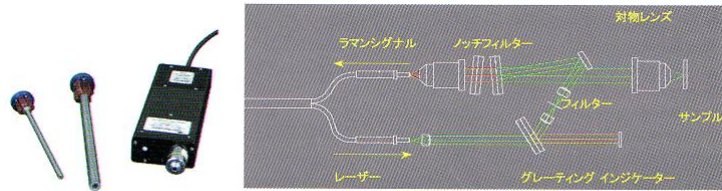
## 深さ方向 Raman分析

### ■ PET フィルムの深さ方向分析

150 ミクロンの PET フィルムをエッジより 5 ミクロンごとに測定。1000cm<sup>-1</sup> と 1096cm<sup>-1</sup> に着目すると、表面と裏の表面との間で変化をしていることが解りました。カイザー社のコンフォーカルな RXN™マイクロプローブにより、試料を破壊することなく深さ方向のプロファイルを作成することができます。



## 他の装置に取り付けてのRaman測定



Keiser社 特許のプロブヘッドの構造

非接触型の光学レンズはワーキングディスタンスが標準タイプで0.1インチから17インチを用意しています。対象となる試料から距離をとっての測定や、窓やボトル等を通し、対象となる試料へ光を照射し測定することが可能です。



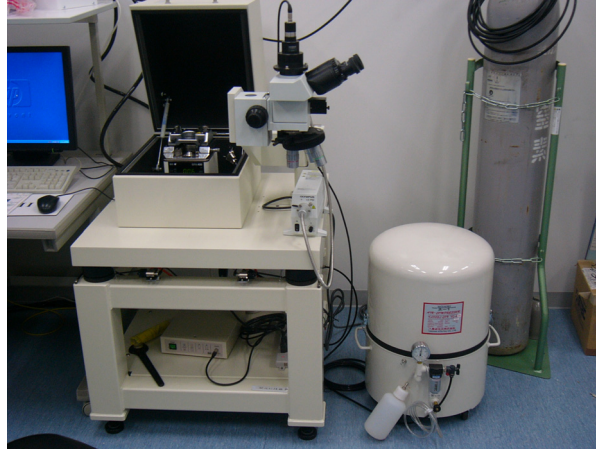
### 非接触型 光学レンズ 可視用

Part Number	ワーキングディスタンス	f 値	価格
NCO-0.3-VIS	0.3 inch/7.6mm	2.0	¥41,500
NCO-2.5-VIS	2.5 inch/63mm	3.0	¥478,000
NCO-5.5-VIS	5.5 inch/140mm	3.0	¥522,000
NCO-17-VIS	17.0 inch/430mm	10.0	¥566,000

## NanoNaviステーション

～走査型プローブ顕微鏡～

(SPM: Scanning Probe Microscope)



## 何ができて、何がわかるか？

### 表面形状：STM、AFM、DFM、液中DFM

STM：トンネル電流 ⇒ フェルミ面形状がわかる。

AFM：原子間力顕微鏡 ⇒ 表面形状がわかる。

DFM：（ノンコンタクト/マイクロコンタクト）⇒ 表面形状がわかる。表面を傷つけない。

液中DFM： ⇒ ex. 培養液中で細胞・生体が見える。

### 機械物性：FFM、LM-FFM、PM(MFM)、VE-AFM/DFM

FFM：摩擦力、LM-FFM：横振動摩擦力、PM：位相（磁気力）

⇒ 表面の摩擦・硬さ（材質・物性）の違いがわかる。

VE-AFM/DFM：粘弾性（縦方向） ⇒ 表面の粘弾性がわかる。

### 電気物性：Nano-Pico CURRENT/CITS、KFM

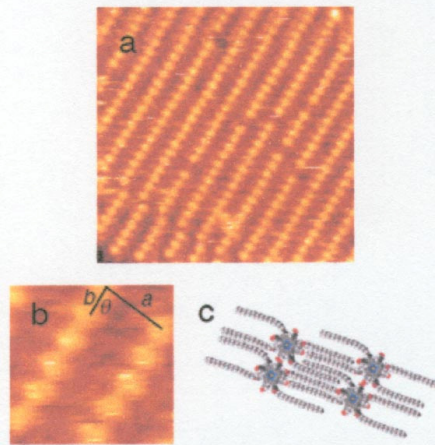
Nano-Pico CURRENT/CITS：I-V特性

⇒ ナノスケールで2次元I-V特性がわかる。

KFM：静電気力 ⇒ 表面電位がわかる。FET素子の電荷分布がわかる。

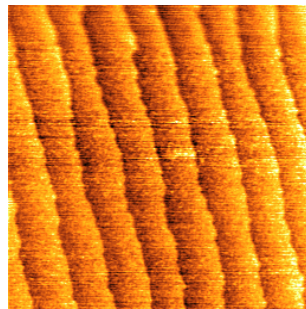
# STM

J.Otsuki et al. Langmuir 22(2006)5708



**Figure 3.** Array of  $\text{Ce}(\text{C}_{22}\text{OPP})_2$  ( $20 \mu\text{M}$ ) at the 1-phenyloctane–HOPG interface. (a)  $50 \times 50 \text{ nm}^2$ ; tunneling conditions:  $I = 2 \text{ pA}$ ,  $V = -1.3 \text{ V}$ . (b) Magnified view ( $10 \times 10 \text{ nm}^2$ ), highlighting the square shaped molecular images. (c) Molecular models consistent with the STM image. Alkyl chains on the upper porphyrin rings are omitted for clarity.

# DFM



$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ( $\bar{1}\bar{1}02$ )

テラス幅: 約125nm

ステップ高さ: 約0.3nm

( $1 \mu\text{m}$  □)

# LM-FFM

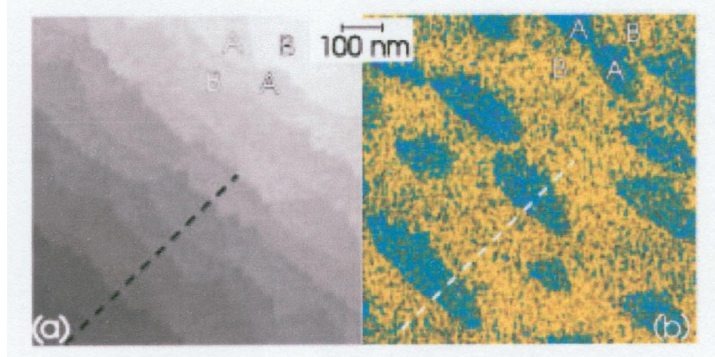


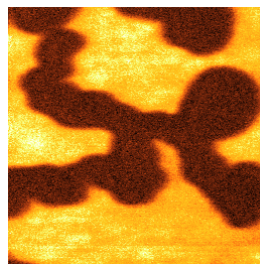
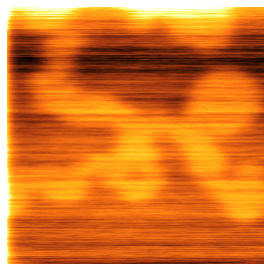
FIG. 2. Simultaneous SFM images of the same surface area of STO,  $T_a = 800$  °C, reveal (a) a map of the topography and (b) the lateral forces. The normal loading applied between the tip and the sample for imaging was estimated to be  $F_n = 17$  nN. The topography data were corrected by fitting a plane along a single terrace to align the terraces horizontally. This allows us to analyze their vertical separations in detail. A profile, outlined by a dashed line perpendicular to six steps, is plotted in (c), beneath which the corresponding friction contrast along the same line is drawn. The lateral force contrast reveals two values, which correspond to a friction contrast of  $90 \pm 20$  pN. Only when the friction contrast changes from one terrace to another are they separated vertically by a  $(n + \frac{1}{2})$ -UC step. The TL of STO is schematically outlined and correlated with the colors according to the atomic model in Fig. 1. Higher friction — the blue area in (b) — corresponds to the SrO TL, and lower friction — the yellow area — corresponds to the TiO<sub>2</sub> TL ( $\mu_{SrO}/\mu_{TiO_2} \approx 3/2$ ). The friction contrast images clearly reveal a map of the lateral distribution of TLs.

SrTiO<sub>3</sub> SrO / TiO<sub>2</sub> / SrO / TiO<sub>2</sub>

J.Fomoeyrine et al. APL72(1998)1697

# VE-AFM

2.5mm<sup>2</sup>



AFM像

VE-AFM像

LB膜

# KFM

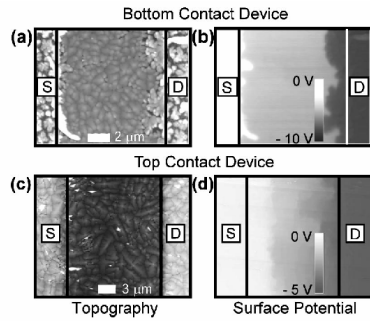


FIG. 2. Topographic (a), (c) and corresponding surface potential images (b), (d) for BC and TC TFTs.  $V_D = -10$  V for (b),  $V_D = -5$  V for (d) and  $V_G = 0$  V for both cases. Labels  $S$  and  $D$  indicate the source and drain electrodes, respectively. The solid vertical lines indicate the edge between the contacts and the conducting channel. For the BC TFT, length ( $l$ )/width ( $w$ ) =  $10 \mu\text{m}/100 \mu\text{m}$ . For the TC TFT, the  $l/w = 16 \mu\text{m}/300 \mu\text{m}$ .

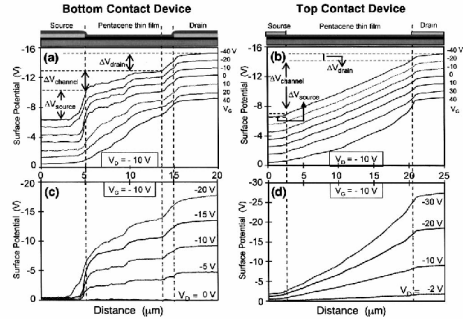


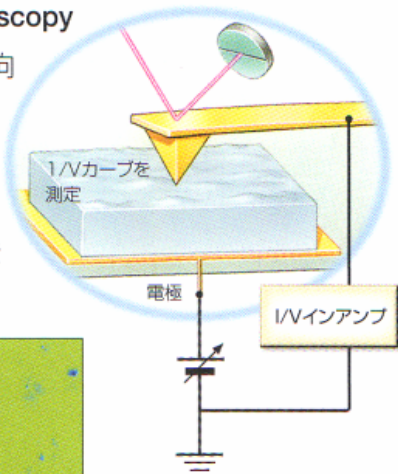
FIG. 3. (a), (c) show a set of surface potential profiles for a BC TFT with a schematic of the device at the top for reference. For (a)  $V_D = -10$  V and  $V_G = 40$  to  $-40$  V. The profiles are artificially offset for clarity of viewing. For (c)  $V_G = -10$  V and  $V_D = 0$  to  $-20$  V. The channel length as defined by the lithography is  $10 \mu\text{m}$ . The outer dashed lines indicate the edge between the contacts and the channel. (b), (d) show a similar set of profiles for a TC TFT. In this case, the channel length was  $\sim 18 \mu\text{m}$ . The profiles in each device were taken at the same spot in the channel. Zero bias profiles are not subtracted from any of the data shown here.

K.P.Puntamberkar *et al.* APL83(2003)5539

## Nano-Pico CURRENT/CITS 電流

### Current Imaging Tunneling Spectroscopy

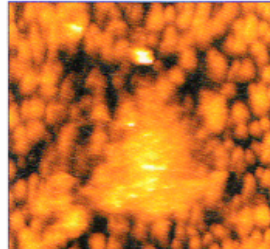
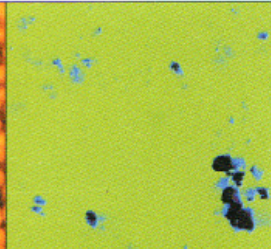
試料にバイアス電圧を印加したまま平面方向に走査し、探針・試料間に流れる電流を検出して、電流分布を観察します (CURRENT)。また、試料面内各点でI/Vカーブを測定することにより、任意の電圧値での電流分布を観察することも可能です (CITS)。



1/Vカーブを測定

電極

I/Vインアンプ

PZT薄膜  $1 \mu\text{m}$   
 左：形状像  
 右：CURRENT像

(理工学部 岩田展幸)

## 【装置説明4】

### LEBRA 電子顕微鏡 (SEM) の取扱

設置場所: 電子線利用研究施設 (物理実験 B 棟) 新棟 2F 実験準備室 1

機種: JSN-5200 (日本電子)



#### 仕様:

- ・ 2次電子検出タイプ
- ・ タングステンフィラメント (熱陰極)
- ・ 真空ポンプ: 水冷式デフュージョンポンプ
- ・ 電圧: 100V
- ・ サンプルホルダー: 4軸ゴニオ
- ・ 検出器: シンチレータ+PMT
- ・ 表示装置: CRT および ポラロイド写真
- ・ 最大倍率: 10万倍
- ・ 到達真空度:  $8 \times 10^{-4}$  pa
- ・ モード: AUTO (前回値に移動。メモリ機能), BI (コントラスト強&暗)
- ・ インターロック: 冷却水が流れていないとポンプ温度で作動

#### 立ち上げ手順:

チラー (水冷) を ON (グリーンボタン) 室温にも依るが、通常は L で十分

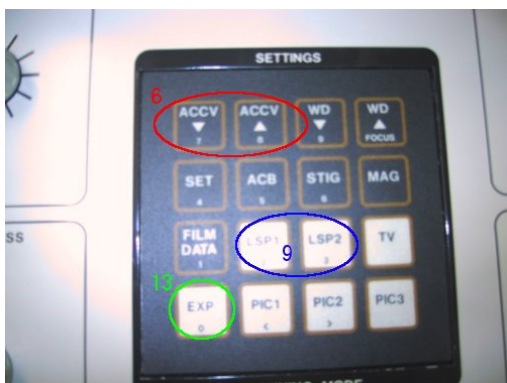


1. 配電盤 (100V) で電源を ON (左下)

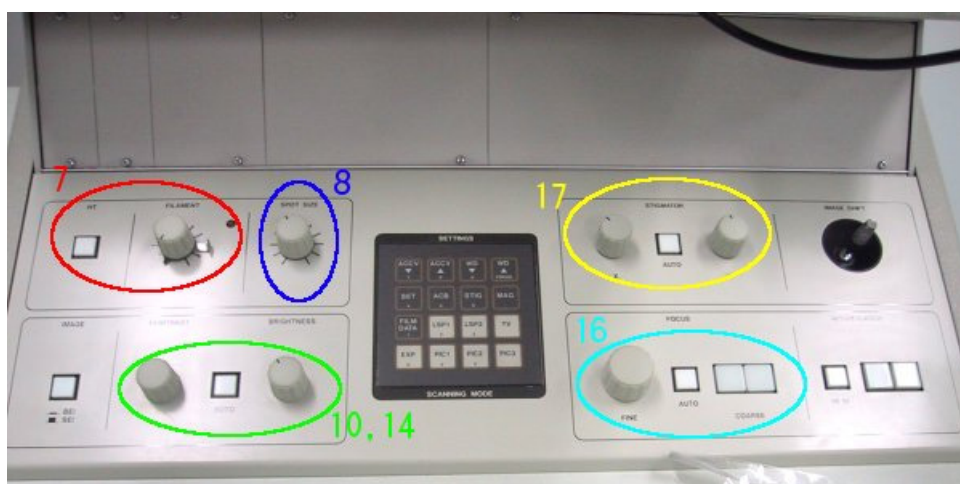


2. 本体キースイッチによりスタート。排気系ウォームアップに 15分掛かる(タイマーが設定されている)
3. サンプルを設置する (VENT 状態)
4. VENT → EVAC (Ready になるまで待つ)
5. 加速電圧を最初は 1kV に設定。真空・電圧は LCD で表示されている





6. FILAMENT ダイアルが最小であることを確認して HT ボタンを ON, CRT を ON



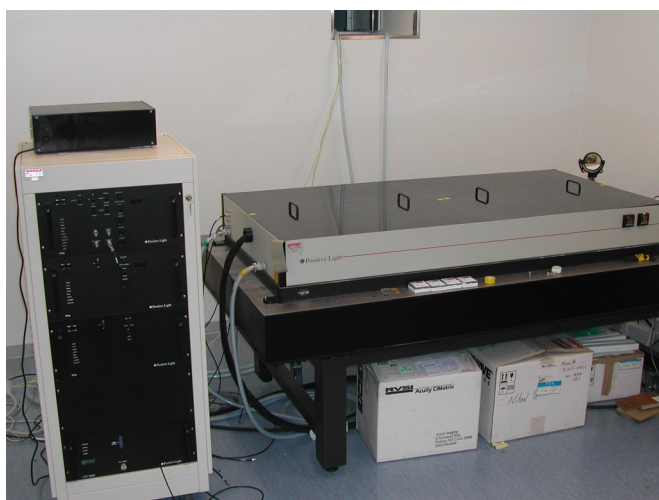
7. 加速電圧をゆっくり上げていく (フィラメントの寿命に影響)  
 サンプルの凹凸が少ない場合は低電圧でよい  
 このとき SPOT SIZE ダイアルは 11 時にしておく (デフォルト)
8. LSP モードにして調整
9. BRIGHTNESS ダイアルを回して、輝線を CRT 中央へもっていく
10. FILAMENT ダイアルを上げていく (3 時で飽和する)  
 (とりあえず 2 時まで上げて BRIGHTNESS 調整)  
 輝線が、上→下→上、とならないときは Gun の位置調整が必要  
 倍率を上げていって輝度が最大になるように位置調整
11. フィラメントは最大より数%小さくして使用 ( 60~100 $\mu$ A @ 25kV )
12. EXP ボタンで照射 (フォーカスを調整する)
13. CONTRAST, BRIGHTNESS を調整する  
 .....  
 .....  
 という形状になるときが最適
14. 視野を広げて (TV, PIC2, PIC3 モード) サンプルの位置合わせ
15. EXP モードで調整  
 "倍率上げ→フォーカス調整" を繰り返し => 10 万倍まで (VIEW モードにすると倍率 x100 で固定)
16. CONTRAST, BRIGHTNESS を調整 => フォーカス調整  
 フォーカスが合わないときは STIGMA を調整 (X,Y 1 軸ずつ行う)
17. PIC3 にしてポラロイド撮影  
 LCD 横の PHOTO SPEED を調整し、シャッターを押す  
 "A>" のように>が 1 つだとゆっくり (90 秒) で綺麗な写真

#### 終了手順

1. VENT にして (30 秒くらい待つ) サンプルを取り出す
2. 酸化防止のため, EVAC → Ready 状態にしておく
3. キースイッチを OFF, 配電盤で電源を OFF
4. 水は 20 分ほど流したままにしておく

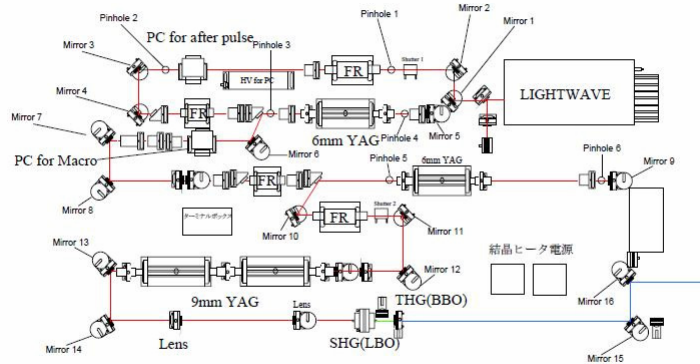
## Nd:YAGレーザー

## レーザー本体とコントローラ

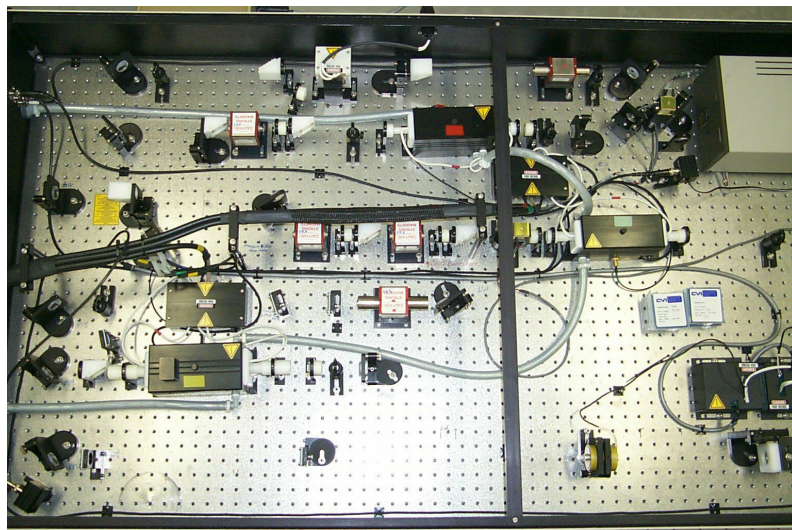


# 部品配置図

Nihon University Macro Pulse Laser Optical Layout



# 光学部品配置



# 仕様

## Input requirements:

### CW modelocked Nd:YAG oscillator

Power:	>200mW
Pulsewidth	50 ps nominal
Wavelength:	1064nm
Stability:	<2% RMS
Beam Diameter:	2-3mm
Polarization:	Linear, horizontal or vertical

繰返し

89.25MHz

加速rfに同期可能

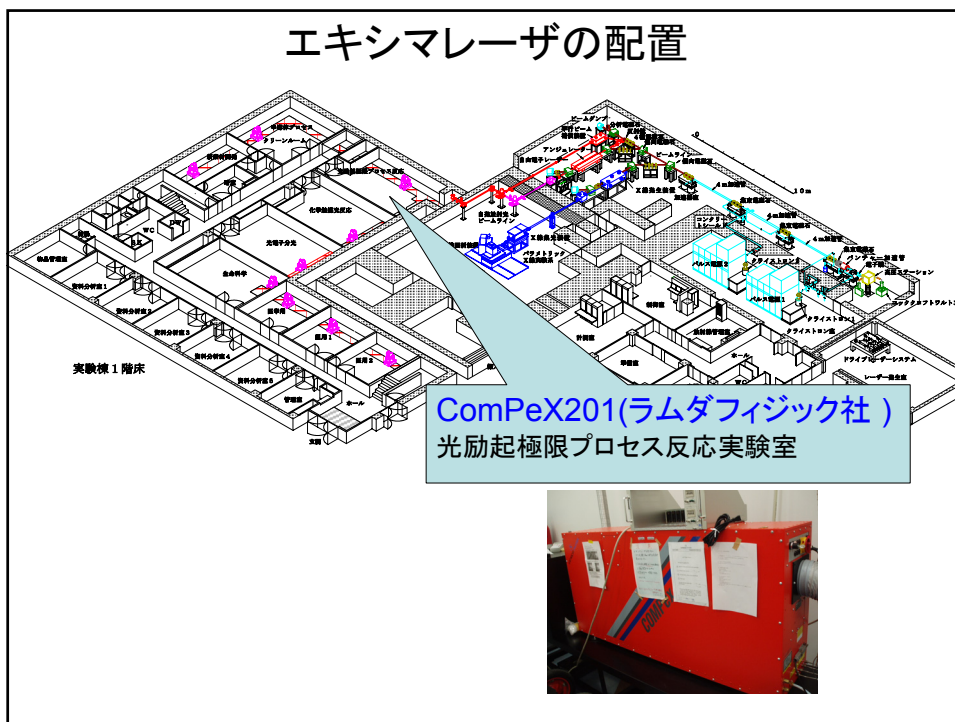
## Output characteristics:

Energy (@ 355 nm)	>71.5 mJ
Macropulse width	20 microseconds
Repetition rate	12.5 Hz
Beam diameter (mm)	2-3mm (nominal)
Polarization	Linear, vertical

# エキシマレーザ

森 啓

## エキシマレーザの配置



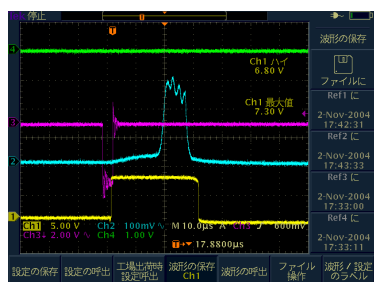
## ComPeX201の仕様

	発振波長 [nm]	パルス出力 [mJ]	最大平均出力 [W]	繰り返し周波 数[Hz]
ArF	193	400	4	~10
KrF	246	600	5	~10

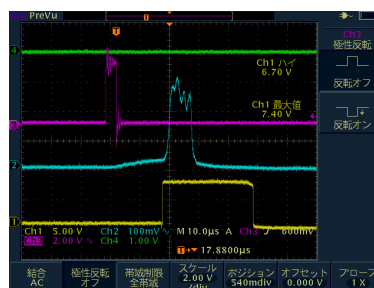
その他:

- 必要なガス: He、F、Ne、Ar or Kr
- ArFとKrFの切り替えはArとKrのガス交換になります
- ビームはレーザ出力口から約1.5m離れた場所で約10×30mmの長形状です
- 広がり角は5mレーザ出力口から離れた場所でφ100mm以上になっていました
- 外部トリガーによる動作可能です(FEL他との同期運転が可能)

## エキシマレーザとFELとの同期



・遅延なし(クライストロンのトリガーで同期)  
FEL出力が生じる約17 $\mu$ sec前からエキシマ  
レーザが発振。



・遅延(17 $\mu$ sec)させた場合  
FEL出力とエキシマ出力の開始時を同期。

黄色:エキシマ出力(パルス幅30 $\mu$ sec)  
シアン:FEL出力

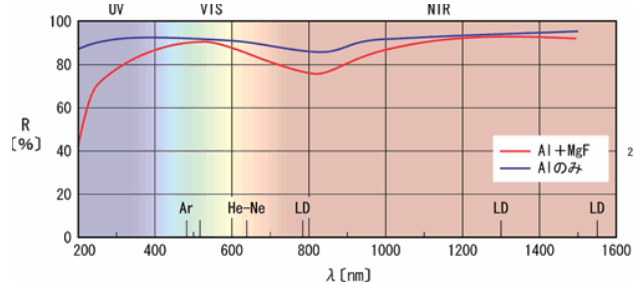
### 立ち上げ時間とガスの交換

- ・立ち上げは約15分程度です
- ・ガスは交換してから約1週間で出力が半減します
- ・同種のガス交換は約30分かかります
- ・異種(ArとKr)のガス交換は3回ガス交換の作業を行ってください

### 使用上の注意

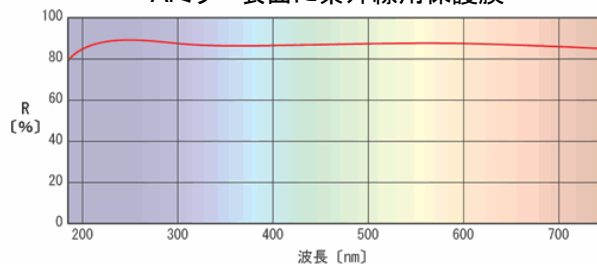
- ・散乱光でも危険ですから保護めがねを着用してください
- ・実験室入口に「レーザ照射中」のかけ看板があります。使用中は表示してください。

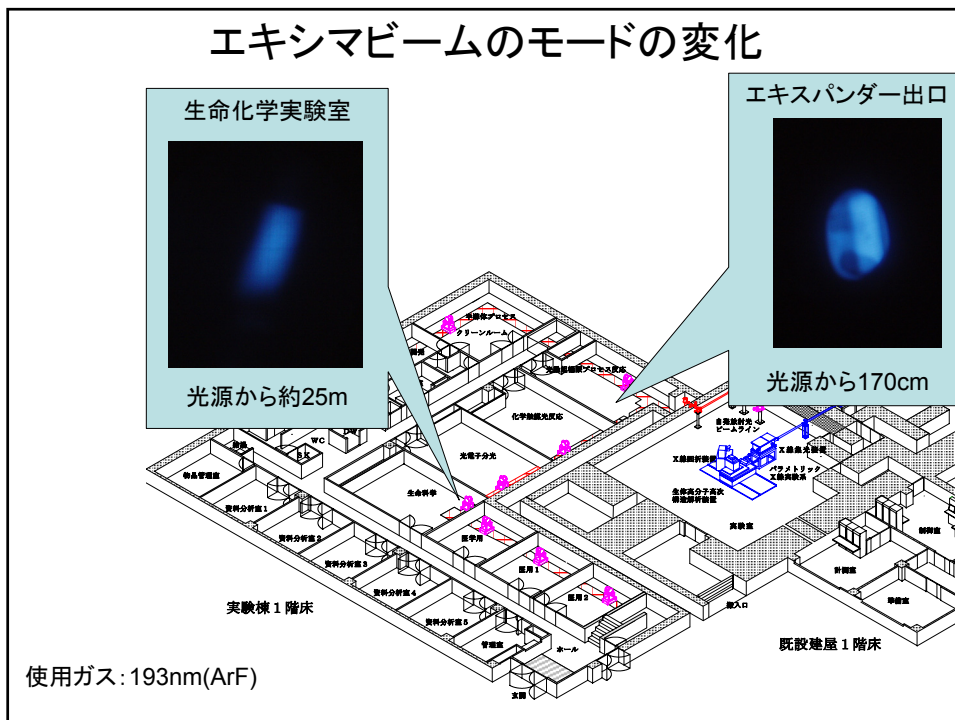
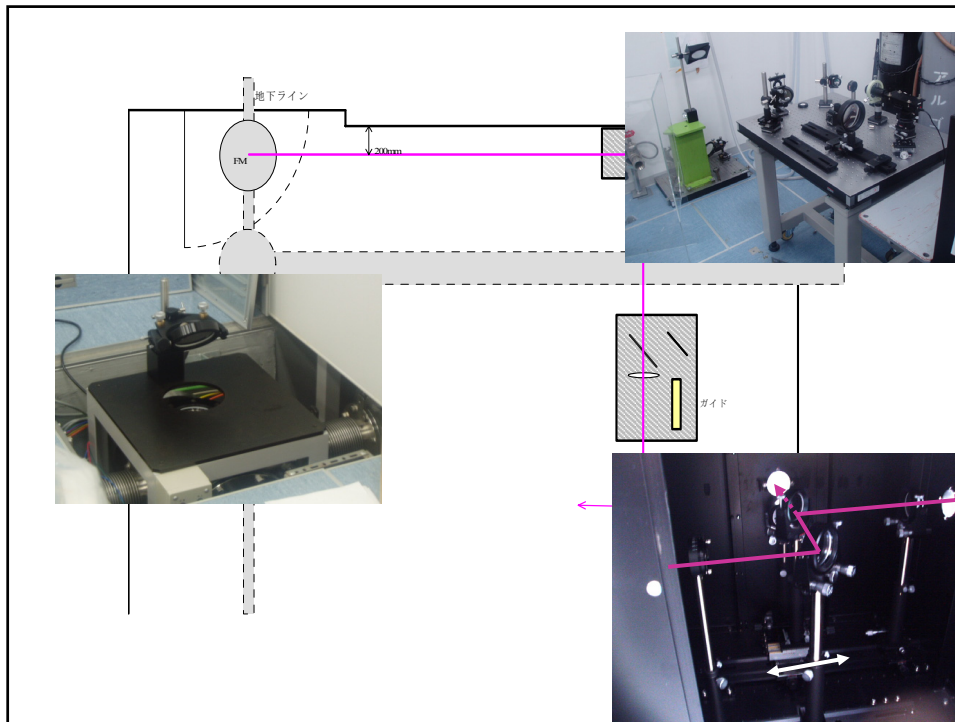
### Alコートミラーを使用



※MgFコートしたミラーは波長が200nm以下(ArFエキシマレーザ)で反射が悪い

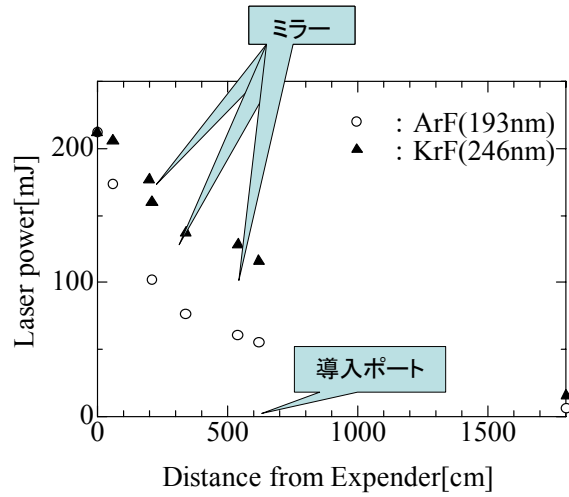
### Alミラー表面に紫外線用保護膜



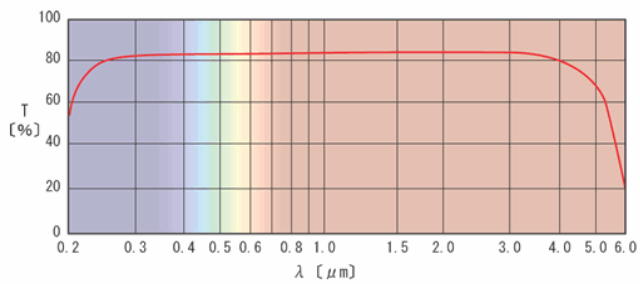




## エキシマレーザ出力の変化

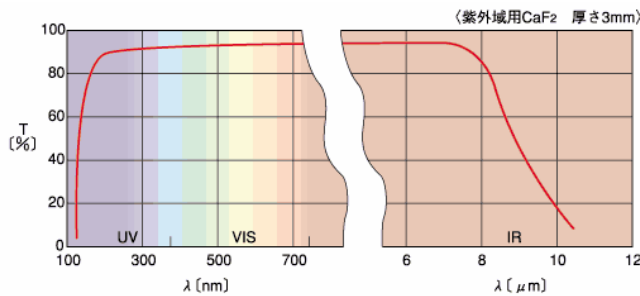


## 窓材の透過特性



### サファイヤ

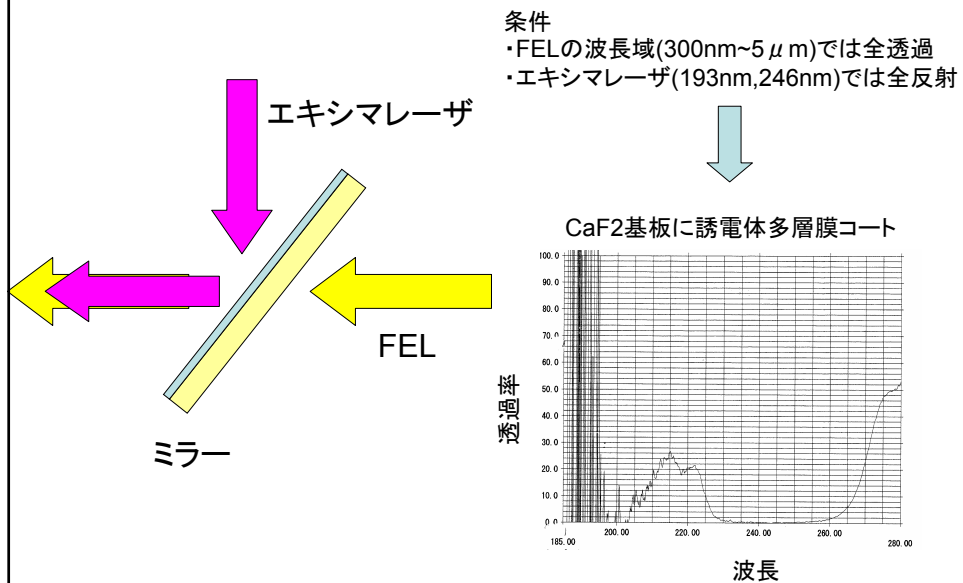
- ・250nm~4 μmの波長域で安定した透過特性
- ・非常に強固



### CaF<sub>2</sub>

- ・150nm~8 μmの波長域で安定した透過特性
- ・強度に問題有り (3mmの高さ以上からの落下に保証なし)

## エキシマとFELの重畳用のミラー

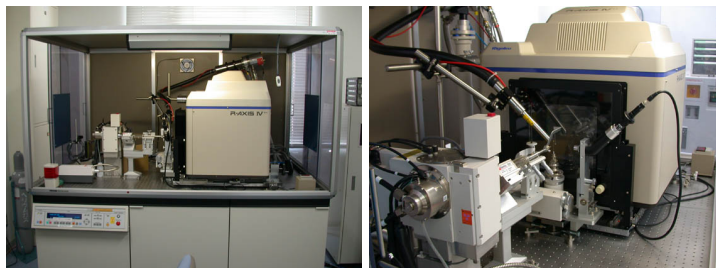


## 各実験室までのミラー枚数と窓材

実験室名	Alミラー枚数	窓材
半導体プロセス実験室	16	サファイヤ
新素材開発実験室	16	CaF <sub>2</sub>
光励起極限プロセス反応実験室	15	CaF <sub>2</sub>
化学触媒光反応実験室	16	サファイヤ
光電子分光実験室	16	CaF <sub>2</sub>
生命化学実験室	16	CaF <sub>2</sub>
医学用実験室	17	サファイヤ
医用実験室 I	17	サファイヤ
医用実験室 II	17	サファイヤ

(薬学部 森啓)

## 単結晶X線回折装置 - 資料分析室4 -



用途: 蛋白質結晶のX線回折像の収集

⇒ 蛋白質の立体構造解析

\* 解析ソフト: 同実験室内に設置

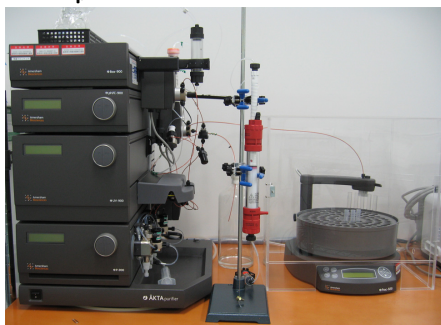
特性: 比較的大きな結晶(0.2mm/辺)が必要

格子(≒分子サイズ)の大きい試料には不向き

連絡先: 医学部 宍倉、LEBRA 桑田

## 液体クロマトグラフィーシステム - 実験準備室2 (2階) -

AKTApurifier



高分離能精製に

- $\mu\text{g}$ ~ $\text{mg}$ スケールの生体分子精製と分析に
- スカウティング機能: 精製プロトコルの詳細な最適化が可能(バッファーのpH、流速、グラジエント、サンプル添加)
- BufferPrep機能: バッファーの自動調製可能

タンパク質、ペプチド、オリゴヌクレオチドの精製から精製度の確認、ペプチドマッピングまで対応しています。特に高分離能精製を目的としたシステムです。すでに精製スキームの決まった実験に最適です。

(GEヘルスケア バイオサイエンス HPより)

用途: 蛋白質試料の分離精製

特性: カラム内樹脂の性質に依存

\* 共用カラム(ゲルろ過、イオン交換、疎水性)あり  
基本的には個別に準備

連絡先: 医学部 宍倉、LEBRA 桑田

X線回折装置 (X-ray Diffraction)  
Powder/Thin Film -XRD  
PSPC型微小部-XRD  
IP型微小部-XRD

LEBRA-Frontier  
2001年度導入

Powder/Thin Film X線回折装置  
RIGAKU RINT-2500



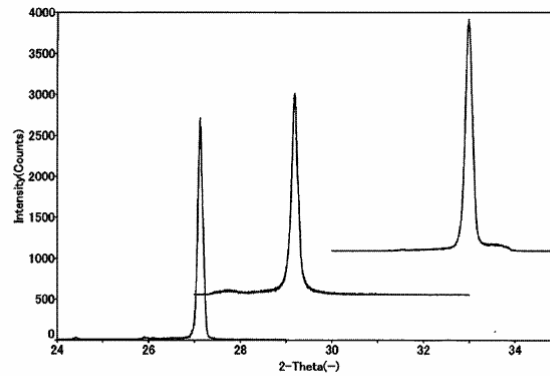
試料調整:

粉末  
薄膜  
固体(大きさに制限)  
液体(特殊な容器が必要)

粉末X線回折法

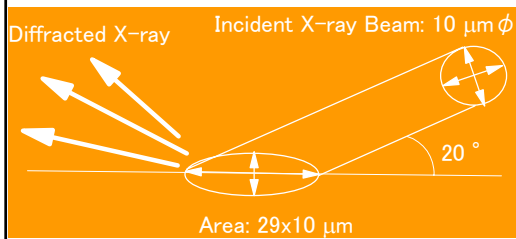
- 定性分析(物質同定)
- 定量分析
- 格子定数測定・精密化
- 結晶の大きさと格子歪
- 結晶化度
- 非晶質による散乱
- 配向(集合組織)
- 応力と均一歪

## Powder-XRDデータの例

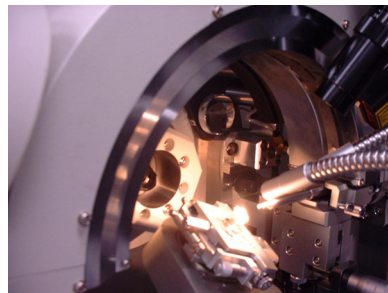
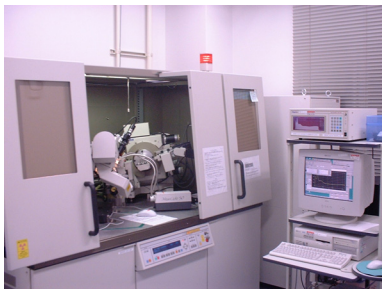


**Figure 2.** The conventional X-ray diffraction patterns for the Graphite (Left), Calcite (Middle), and Fluorapatite (Right) mineral crystals. The vertical axis was scaled arbitrary and shifted for ease to see.

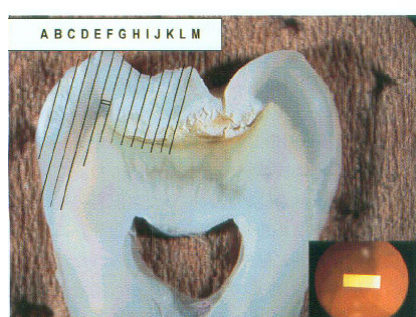
## LEBRAのPSPC微小部X線回折装置



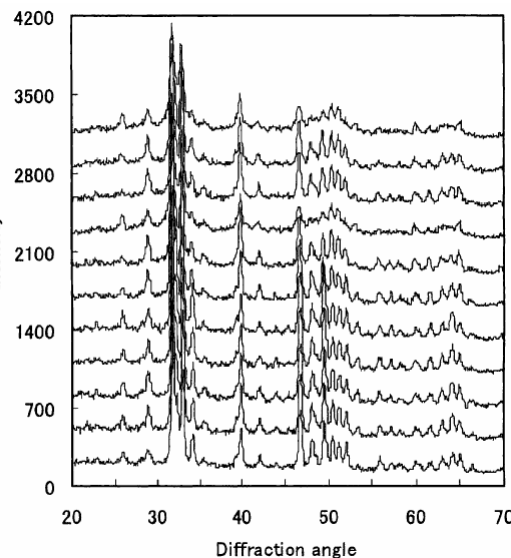
微小領域、微量試料で  
 X線回折実験が可能  
 コリメータ: 100 μm~10 μm φ  
 回転型対陰極と湾曲PSPCの組合  
 せで160° /2θ の範囲を短時間で  
 測定可能  
 定性的分析: 5~10分



## PSPC Micro-XRDデータの例



- ヒトの歯のエナメル質の結晶の多様性
- コリメータ100  $\mu\text{m}$   $\phi$  で全表面を分析



## 粉末/薄膜XRD および PSPC-XRDの利用申し込み方法

LEBRAホームページ

<http://lebra.nihon-u.ac.jp>

「お知らせ」→「施設の利用関連情報」→  
「粉末・薄膜X線回折実験装置(予備実験)」→  
「利用予約状況」へ進んで下さい。

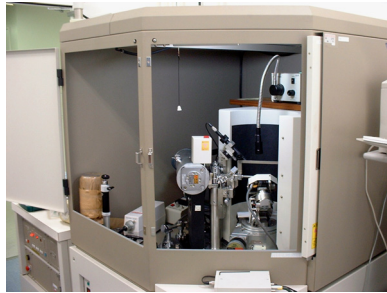
[http://calender.yahoo.co.jp/powderxrd\\_funabashi](http://calender.yahoo.co.jp/powderxrd_funabashi)

利用予定日を確認して

[sakae.toshiro@nihon-u.ac.jp](mailto:sakae.toshiro@nihon-u.ac.jp)(松戸歯学部 寒河江)まで  
メールで申し込んで下さい。

初心者の講習会の申し込み先も同じです。

# IP型微小部X線回折装置 RIGAKU R-AXIS



Imaging Plate(Fuji Film Co.)  
を使って、回折像を2次元で記録

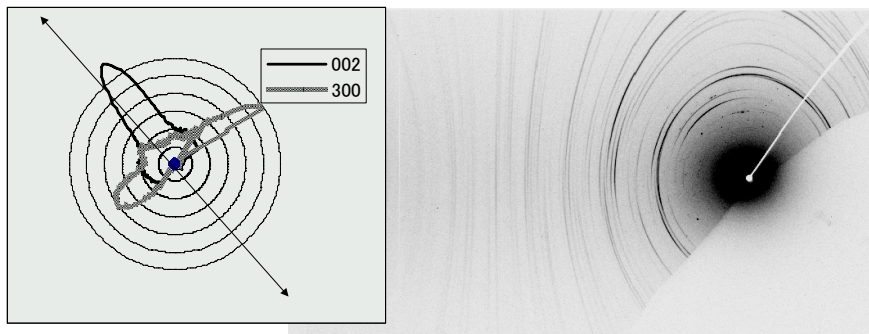
- ・結晶の配向の解析
- ・線維解析
- ・粉末法では見落としがちな少数少量の結晶の同定分析
- ・多数点の自動連続測定

## 試料調整

反射法測定： 固形試料(表面は平滑なほうが良い)

透過法測定： X線が透過できる厚さ(歯の試料では約100 $\mu$ m)

## IP型Micro-XRDデータの例



Crystal Orientation Analysis of Tooth Enamel by IP-Micro-XRD

## IP型微小部X線回折装置の利用申し込み方法

LEBRAホームページ

<http://lebra.nihon-u.ac.jp>

「お知らせ」→「施設の利用関連情報」→  
「粉末・薄膜X線回折実験装置(予備実験)」→  
「利用予約状況」へ進んで下さい。

[http://calender.yahoo.co.jp/microderxrd\\_funabashi](http://calender.yahoo.co.jp/microderxrd_funabashi)

利用予定日を確認して

[sakae.toshiro@nihon-u.ac.jp](mailto:sakae.toshiro@nihon-u.ac.jp)(松戸歯学部 寒河江)まで  
メールで申し込んで下さい。

初心者の講習会の申し込み先も同じです。