

産総研 先端ナノ計測施設



文部科学省 ナノテクノロジープラットフォーム
微細構造解析プラットフォーム



Nanotechnology Platform Program of the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology



Advanced Characterization Nanotechnology Platform

産総研 先端ナノ計測施設：ANCF

AIST Nanocharacterization Facility

産総研 ANCF は、TIA と共に研究開発施設、および、文部科学省事業のナノテクノロジー・プラットフォーム・微細構造解析プラットフォームの双方に参画し、両制度の併用で全国からの計測要望に幅広く対応しています。



TIA

産総研、NIMS、筑波大学、KEK、東京大学が協力して運営するオープンイノベーション拠点です。総合的な研究開発能力（人材、施設、知的財産等）を結集して、知の創出から産業化までを一貫して支援します。

産総研 共用研究開発施設

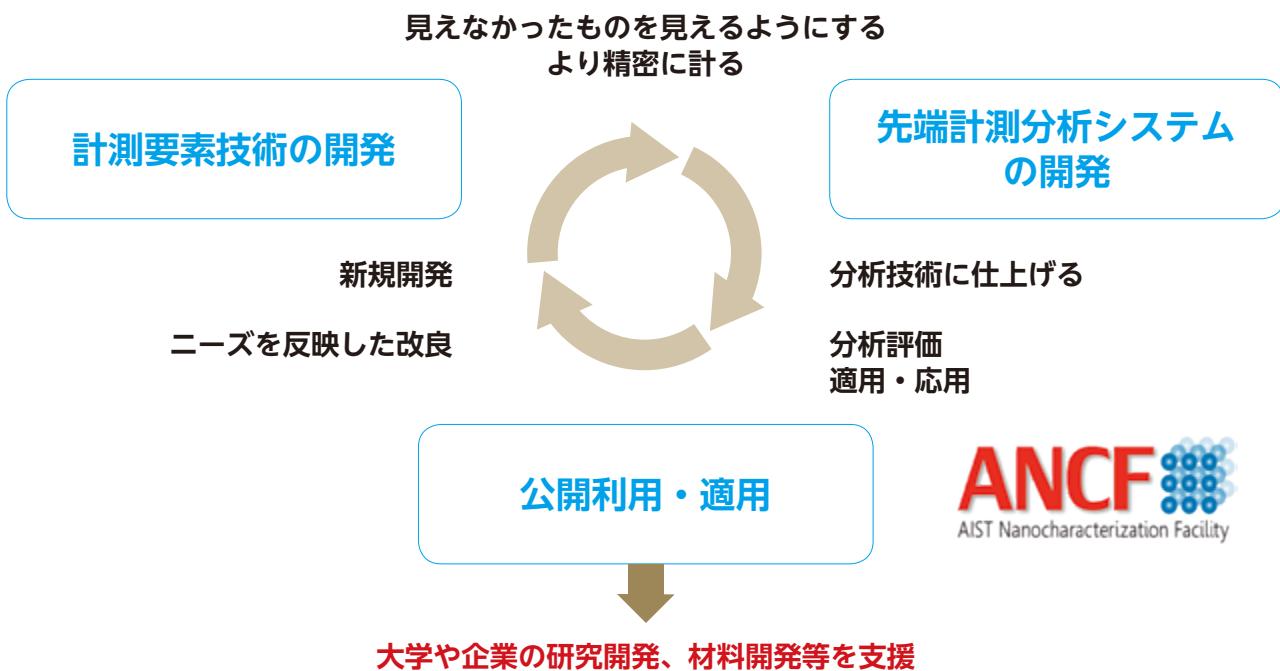
産総研で、これまで蓄積して来たノウハウ・成果を広く社会に普及させることを目的に、幅広い分野の先端機器をノウハウ等とともに共用施設として社会に公開しています。

文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 微細構造解析プラットフォーム

最先端計測技術群による微細構造解析分野における共同利用に供する枠組みを確立し、ナノテクノロジーを活用した先進材料・デバイス分野における学問的・技術的課題解決によるマテリアルイノベーションに寄与するとともに、我が国のナノテクノロジーの発展、競争力向上、人材育成に貢献することを目的とします。大学や国研が整備してきた先端ナノ計測技術群を、産学官の利用者ニーズに対応した研究支援に供することにより、世界をリードするトップレベルの研究成果を続々と生み出すことを可能にします。

産総研 先端ナノ計測施設（ANCF）による 先端計測分析技術の開発と公開

産総研では、国内の産業力強化と新産業創出の先導や社会イノベーションへの貢献を目指して、先端計測分析技術の開発を実施しています。これまで見えなかつたものを見るようにする計測技術を創造し、次いで、それらを各種の応用に適用して分析技術として仕上げることをミッションにしています。これらを実現する手法として、開発した装置や技術を公開して、社会における課題の解決に挑戦しています。



産総研 先端ナノ計測施設（ANCF）では、市販装置ではない独自に開発した計測装置や技術を中心に公開しています。陽電子プローブマイクロアナライザーは、電子加速器から生成した陽電子マイクロビームを用いており、世界的には他にドイツに類似の装置があるだけです。また、X線吸収微細構造分析装置や走査型電子顕微鏡は、産総研が開発した超伝導検出器を搭載して既存装置を上回る分解能と感度を実現しています。過渡吸収分光装置、リアル表面プローブ顕微鏡やNMR装置でも、市販製品である基本装置を精巧に合わせ、かつ、高技能な試料調整法と解析法等を適用することで、他を凌駕する性能を実現しています。

ANCF 公開機器と分析対象

陽電子プローブマイクロアナライザー (PPMA)	ナノ空孔
超伝導蛍光吸収 X 線吸収微細構造分析装置 (SC-XAFS)	ナノ局所構造、電子状態
可視-近赤外過渡吸収分光計測装置 (VITA)	光反応ダイナミクス
リアル表面プローブ顕微鏡 (RSPM)	ナノ表面構造
固体 NMR 装置 (SSNMR)	固体材料局所構造
極端紫外光電子分光装置 (EUPS)	ナノ表面物性
超伝導蛍光 X 線検出器付走査型電子顕微鏡 (SC-SEM)	軽元素の分布状態

陽電子プローブマイクロアナライザー (PPMA)

PPMA は、電子線形加速器で発生させた高強度陽電子マイクロビーム（ビーム径 <30 μm）を利用して、試料中の陽電子寿命のマッピング測定を行う走査型の陽電子顕微鏡です。

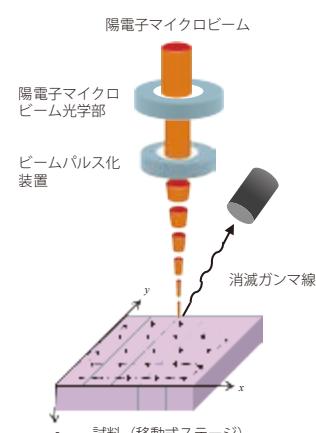
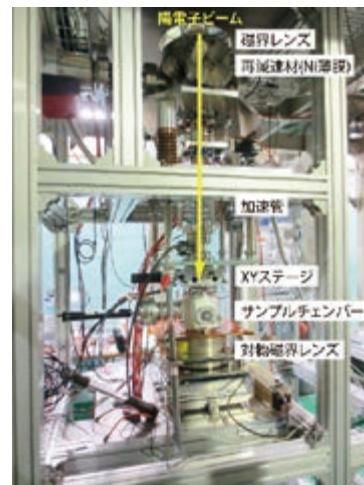
PPMA is a scanning positron microscope for mapping positron lifetimes in samples employing a high-intense positron mirobeam (beam diameter <30 μm) generated from an electron linear accelerator.

公開装置

陽電子プローブマイクロアナライザー (PPMA)

電子線形加速器で発生させた高強度陽電子ビームを短パルス化・マイクロビーム化して試料へ入射します。陽電子寿命を測定することで、試料中の原子～ナノメートルスケールの原子空孔・空隙を評価できます。

時間分解能	200 ps - 300 ps
入射エネルギー	1 keV - 30 keV
ビーム径	0.01 mm - 10 mm
パルスインターバル	30 ns 以上



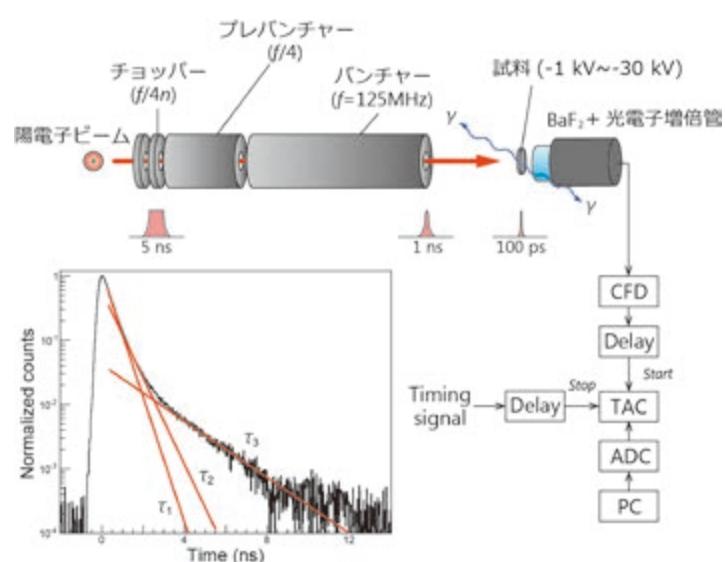
PPMA 装置の写真(左)と概念図(右)
Picture of PPMA (left) and schematic view (right)

何を測定するか／できるか？

- 薄膜、バルク、粉体中に含まれる原子～ナノメートルスケールの原子空孔・空孔クラスターの構造を評価
- 高分子材料中の自由体積評価
- 原子空孔・空隙分布のマッピング測定

原理、特徴¹

- 電子の反粒子である陽電子を材料中に入射し、陽電子あるいは内部で形成されたポジトロニウム（陽電子と電子の結合状態）の寿命を測定することで、材料中に含まれる原子空孔・空隙の構造を評価できます。
- 原子～サブナノメートルスケールの空隙を非破壊かつ高感度 (ppm) で検出できます。
- ビームの特徴を活かして、陽電子の注入深さ（入射エネルギー）を変えた測定や、局所分析ができます。



短パルス陽電子ビームを用いた陽電子消滅寿命測定
Positron lifetime spectroscopy using a pulsed positron beam

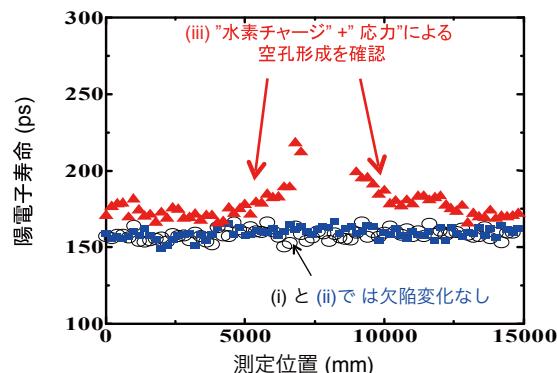
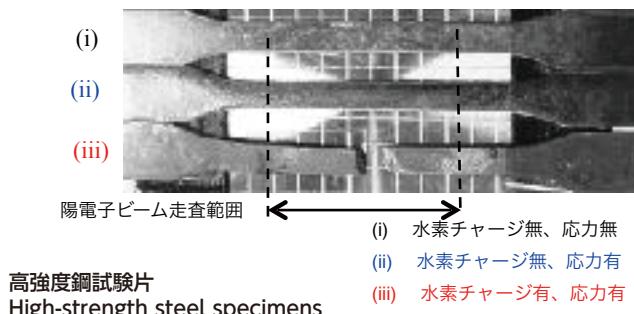


Positron Probe MicroAnalyzer

計測例

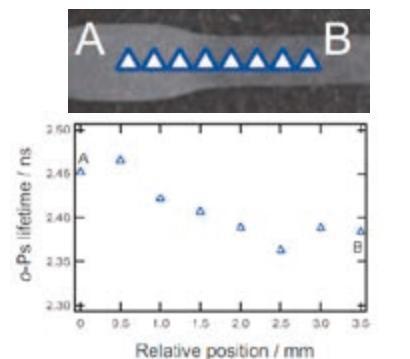
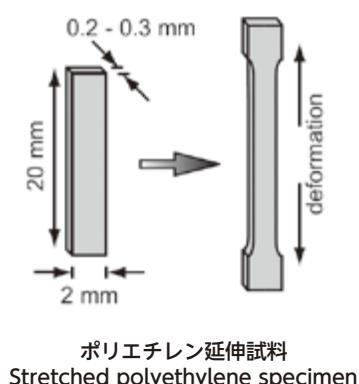
高強度鋼の水素脆化と原子空孔の関連性評価²

陽電子マイクロプローブを用いて、高強度鋼の水素脆化と原子空孔との関連を調べました。応力を加え、水素チャージ有りの試験片では、破断面近傍で陽電子寿命が長くなつたことから、原子空孔や空孔クラスターが形成されていることが分かりました。



延伸高分子の構造変化の評価³

陽電子マイクロプローブを用いて、延伸した低密度ポリエチレン(LDPE)、高密度ポリエチレン(HDPE)の陽電子寿命を異なる部位で測定しました。延伸によりポリエチレンの非晶領域で消滅するオルソポジトロニウム(陽電子と電子のスピンが互いに平行)の寿命が短くなり、非晶領域の自由体積の状態が変化したことが分かりました。



その他計測例

- フラーレン粉末体の空隙の評価
- 構造材料の塑性変形、疲労破壊過程における空孔形成メカニズムの解明
- 逆浸透膜の空隙を評価
- 薄膜シリコン太陽電池のボイドを評価

参考文献

- ¹ 産総研 TODAY, 14-9, (2014).
- ² T. Doshida et al., ISIJ International, 52 (2), 198-207 (2012).
- ³ T. Oka et al, Appl. Phys. Lett., 101, 203108 (2012).

超伝導蛍光収量X線吸収微細構造分析装置 (SC-XAFS)

放射光を光源とし、蛍光収量法によりX線吸収スペクトルを測定する装置です。半導体検出器よりエネルギー分解能が優れている超伝導検出器を搭載していることが特徴で、100 – 1500 eV で 10 – 20 eV (FWHM) のエネルギー分解能が得られ、微量の軽元素・遷移金属元素を分離・検出できます。

SX-XAFS analyzes fluorescence yield X-ray absorption spectrum of low concentration atom utilizing superconducting tunnel junction detector and soft X-ray synchrotron source.

公開装置

超伝導蛍光収量X線吸収微細構造分析装置 (SC-XAFS)

高エネルギー加速器研究機構・放射光施設の軟X線ビームラインにおいて、超伝導検出器（STJ 検出器）を用いたエネルギー分散型X線分析（EDS）により、蛍光収量法によるX線吸収スペクトルを測定します。



SC-XAFS 装置の写真 (KEK-PF BL-11A に設置した状態)
Photograph of SC-XAFS apparatus in KEK-PF BL-11A

何を測定するか／できるか？

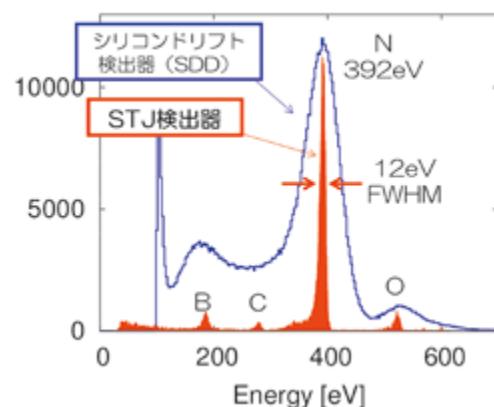
- 微量元素の結合状態・ナノ構造（例：SiC中の窒素 300 ppm）
- 軽元素K吸収端、遷移金属L吸収端 (100-1500 eV, エネルギー分解能 10-20 eV FWHM @ 1 keV)
- 固体試料（真空中、パウダーまたは板状 15 mm 角以下）
- バルク材料（分析深さ 100 nm ~ 1000 nm）

原理、特徴¹

X線吸収分光法では、特定元素に着目して、元素周辺のナノ構造（価数、電子状態、結合距離等）が測定できます。

本装置は、エネルギー可変の単色光を試料に入射し、入射光エネルギーと蛍光収量の関係を測定することにより、X線吸収スペクトルを測定します。軟X線領域では電子収量法が用いられることが一般的ですが、バックグラウンドが大きく微量元素の測定が困難です。蛍光収量法では、バックグラウンドが小さいため、極微量の元素でも積算時間を長くすることにより測定可能です。蛍光収量の測定に超伝導検出器を用いることで、高精度の元素の選別が可能です。

光源には高エネルギー加速器研究機構・放射光施設の軟X線ビームライン BL-11A, BL-11B, BL-13A, BL-16A が利用できます。



超伝導検出器によって得られた h-BN 粉末の蛍光 X 線スペクトル
Fluorescent X-ray spectrum of h-BN powder obtained by using superconducting detector



X-ray Absorption Fine structure Spectroscopy with a Superconducting fluorescence detector

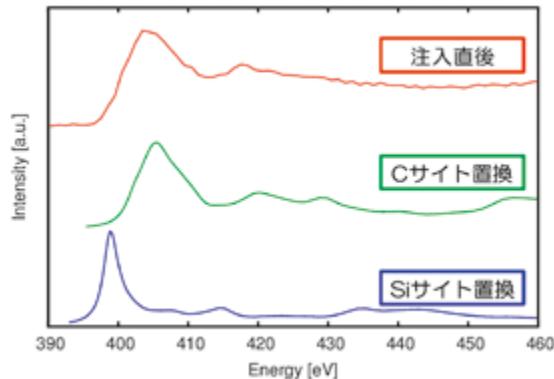
計測例

高耐圧スイッチ材料実用化のための SiC の特性評価²

SiC は化合物半導体で、高耐圧のスイッチ材料として実用化が進んでおり、窒素は高温イオン注入によりドープされます。消費電力を抑制するためには低抵抗化が必要ですが、窒素を高濃度でドーピングすると、活性化率が下がり抵抗値が高くなることが課題となっています。

イオン注入後、およびアニール後に窒素が格子のどこにあるかを明らかにするため、窒素 K_α線の蛍光収量を用いて窒素 K 吸收端の X 線吸収スペクトルを測定しました。

シミュレーションとの比較により、ドープされた窒素は、イオン注入直後に炭素と置換されること、アニールにより構造がほとんど変わらないことが明らかになりました。

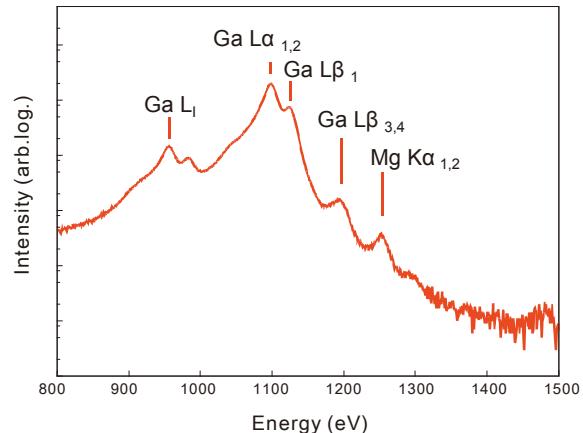


SiC にドープした窒素の K 吸收端スペクトル
N-edge X-ray absorption spectrum of N doped SiC

発光材料の低消費電力化を目指した GaN の測定

GaN は化合物半導体であり、発光材料として実用化が進んでいます。低消費電力化のためには Mg などのドーピングで活性化率を高めることが求められますが、ドーピングされた Mg の局所構造は、Mg-K 線に隣接する Ga-L 線の妨害により測定できませんでした。

本装置を用いて Mg がドーピングされた GaN の蛍光 X 線スペクトルを測定したところ、Ga-L 線と Mg-K 線が明瞭に区別できることがわかりました。Ga-L 線の妨害が解消されたことにより、Mg の局所構造の解明と、低消費電力化への寄与が期待されます。



Mg ドープした GaN の蛍光 X 線スペクトル
Fluorescent X-ray spectrum of Mg doped GaN

その他計測例

- 太陽電池材料 CIGS 中の Na の分析
- ガラスに含まれる微量元素 (S, Cl 等) の分析

参考文献

- ¹ S. Shiki, M. UkibeY. KitajimaM. Ohkubo, J. Low Temp. Phys. 167 (2012) 748-753.
- ² M. Ohkubo, S. Shiki, M. Ukibe, N. Matsubayashi, Y. Kitajima, S. Nagamachi, Sci. Rep. 2, 831 (2012).

可視一近赤外過渡吸収分光計測装置 (VITA)

VITA は、可視から近赤外の波長領域に渡って、過渡吸収および蛍光寿命を測定する分光装置です。

VITA is a spectrometer to measure a transient absorption spectrum and luminescence lifetime for visible to infrared wavelength region.

公開装置

ナノ秒/ピコ秒可視・近赤外過渡吸収分光装置

パルスレーザーを用いたポンプ・プローブ分光法により、試料に生成する各種の励起状態や電荷キャリアの時間的な変化を検出します。



ピコ秒過渡吸収分光装置

Picture of ps transient absorption spectrometer

ナノ秒

- 時間分解能: ~ 1 ns
- 励起波長: 355, 532 nm
- 測定波長: 400 ~ 1600 nm

ピコ秒

- 時間分解能: ~ 200 fs
- 励起波長: 240 ~ 2400 nm
- 測定波長: 240 ~ 11000 nm

ナノ秒/ピコ秒蛍光寿命計測装置

パルスレーザーを励起光として、光励起後の試料から発光スペクトルやその強度の時間変化（発光寿命）を検出します。



ピコ秒蛍光寿命計測装置

Picture of ps luminescence lifetime spectrometer

ナノ秒

- 時間分解能: ~ 200 ps
- 励起波長: 278, 408, 560 nm など
- 測定波長: 350 ~ 1600 nm

ピコ秒

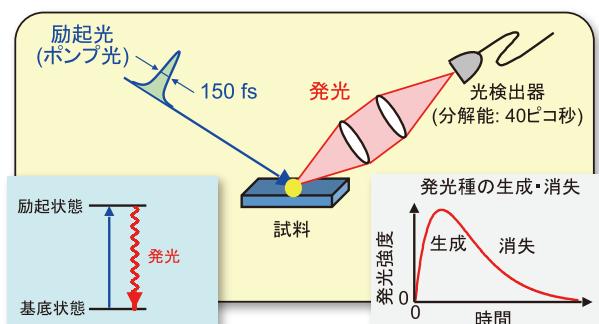
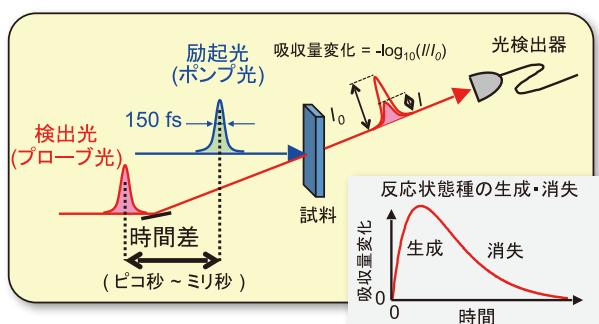
- 時間分解能: ~ 40 ps
- 励起波長: 240 ~ 800 nm
- 測定波長: 400 ~ 900 nm

何を測定するか／できるか？

- 液体試料や、粉体、単結晶、薄膜、デバイスなどの固体試料が対象
- 光照射で生成する電荷キャリアや励起状態の種類およびその時間的な変化を評価
- 蛍光、磷光、遅延蛍光（熱活性化遅延蛍光など）の発光寿命を評価

原理、特徴

- フェムト秒やピコ秒などのパルスレーザーで試料を励起して反応状態を形成させます。
- 反応状態の時間的な変化を検出光の吸収（または発光）量の時間変化で追跡します。
- 電荷キャリアの発生、移動、再結合、分離過程の速度や、材料の励起状態の生成および消滅速度、反応中間状態の存在をることができます。



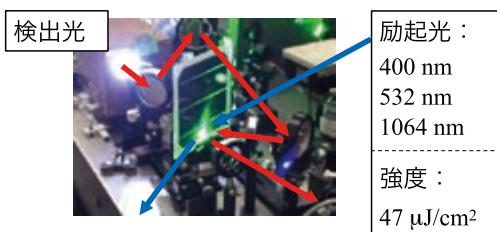


Visible/near-Infrared Transient Absorption spectrometer

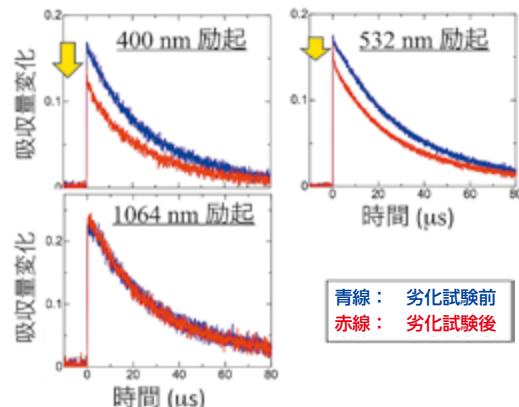
計測例

Si 太陽電池モジュールの劣化試験前後の状態評価¹

伝導キャリアの生成量を光の吸収量の時間変化として計測しました。表面敏感な励起波長（短波長）で計測するほど、光吸収量の減衰が認められました。Si 太陽電池のモジュールの劣化が表面において起こっていることを確認しました。



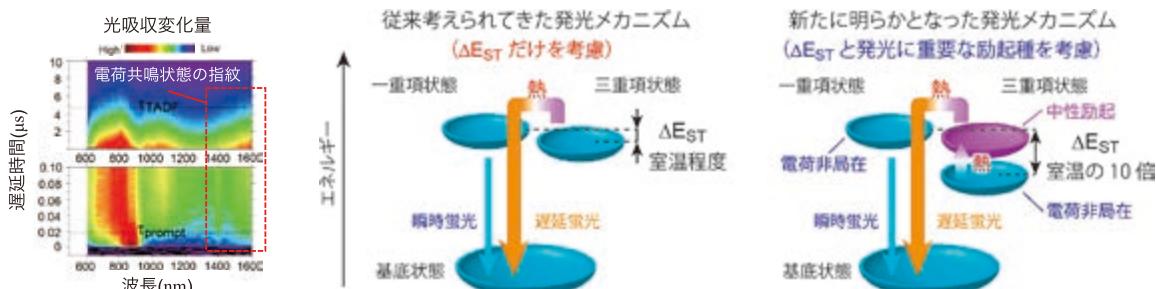
Si 太陽電池モジュールの計測風景
Picture of transient absorption measurement of Si solar cell



Si 太陽電池モジュールの劣化試験前後の過渡吸収計測
Excitation wavelength dependence of transient absorption of Si solar cell before and after degradation test

有機 EL 材料の励起状態ダイナミクスを評価²

次世代有機 EL 発光材料として知られる熱活性化遅延蛍光 (TADF) 材料において、高効率な材料には近赤外領域に吸収がある特徴的な励起状態が形成されることが分かりました。この情報により、高効率 TADF 材料の発光メカニズムが明らかになりました。



高効率 TADF 材料の過渡吸収スペクトルの等高線図（左）と得られた新しい TADF 発光機構の模式図（右）
Contour map of a transient absorption spectrum of highly efficient TADF molecule (left) and new TADF mechanism (right)

その他計測例

- 有機 / 無機 / 有機・無機混合ナノ粒子、有機太陽電池材料、ペロブスカイト太陽電池
光触媒半導体、酸化物半導体、無機発光ダイオード材料、光ファイバー材料、ナノ炭素材料
有機半導体レーザ材料、光感光性材料、室温磷光材料、円偏光材料、金属錯体化合物、
細胞、蛋白分子、生体プローブ蛍光分子、等

参考文献

- ¹ K. Hara, H. Matsuzaki, et al., Solar Energy Materials and Solar Cells 166, 132 (2017).
- ² T. Hosokai, H. Matsuzaki, et al., Science Advances 3, e1603282 (2017).

リアル表面プローブ顕微鏡 (RSPM)

走査型プローブ顕微鏡 (SPM) 用に開発した標準試料やカンチレバー等の校正機器を有する実環境対応のナノプローブ装置で、付帯設備として、SPM に最適化した試料調整装置を有する。

Scanning probe microscope system with calibration system and sample preparation facility, such as reference material, laser interferometer and etc.

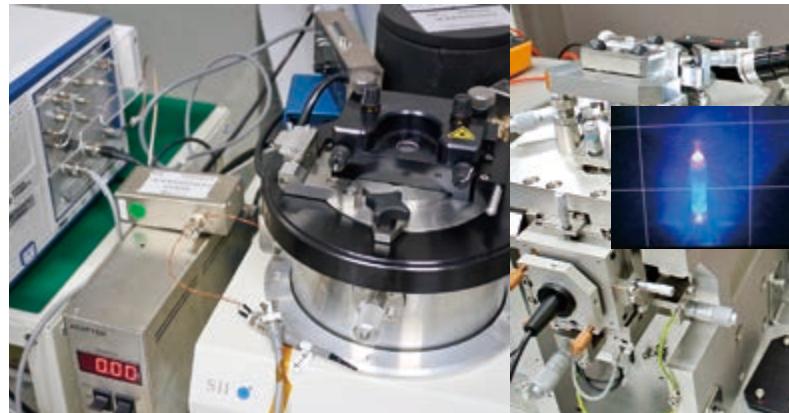
公開装置

RSPM1

高分解能で、表面形状¹ や電位などのナノ物性を計測可能な SPM 装置です。
(DFM、KPFM、電流測定、FM-AFM 等)

RSPM2 (付帯設備有)

実環境（大気、高真空、ガス雰囲気、溶液中）で、形状とナノ物性測定（弾性率・表面電位・誘電率等）が可能な走査型プローブ顕微鏡装置です。溶液中では高速走査が可能です。



RSPM2 の写真
Photograph of RSPM2

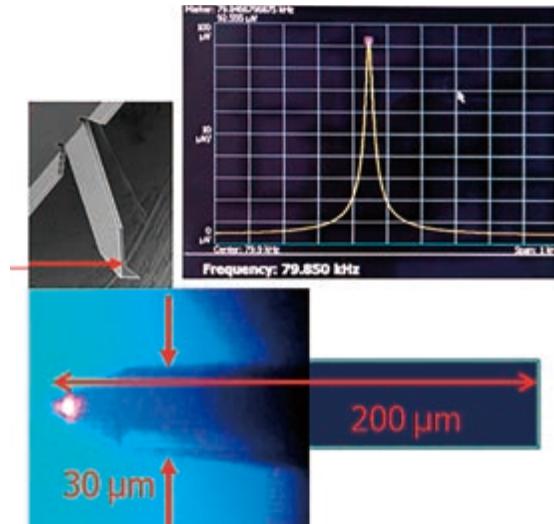
何を測定するか／できるか？

- 表面ナノ形状（探針形状測定用プログラム有）
- 弹性率（ドップラー干渉計によるばね定数校正有）
- ナノスケール表面電位・静電容量
- 表面電流・広がり抵抗測定
- 溶液中の反応計測機能（毎秒 1 ~ 10 画像取得可能）
- 断面作成や表面処理のための付帯設備有

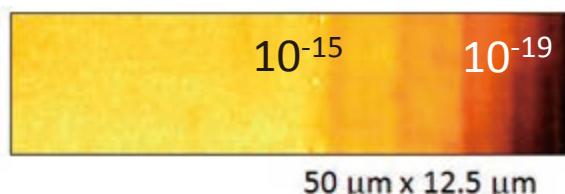
原理、特徴

ナノ計測機器校正用に開発した標準試料や校正機器の付帯設備を有する実環境対応のナノプローブ装置です。溶液中での高速走査やカンチレバーのレーザー励起機能（正確な位相像の計測）も有しています。

- 標準試料：探針形状評価、半導体キャリア濃度
各種分光測定校正用標準試料
- 校正機器：カンチレバーのばね定数校正（真空レーザードップラー干渉計）
- 付帯設備：研磨装置、断面作成用イオンミリング装置、表面（プラズマ）クリーニング装置、レーザーマーキング装置



レーザー干渉計によるカンチレバーばね定数測定
Laser interferometer system for determination of cantilever spring constant



半導体のキャリア濃度校正用サンプルの例
Reference material for calibrating carrier concentration in silicon

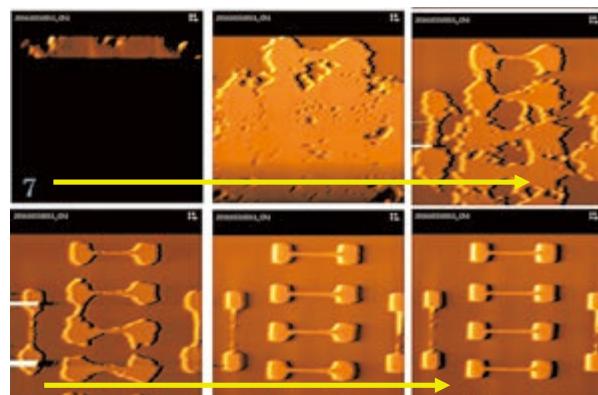


Real Surface Probe Microscope

計測例

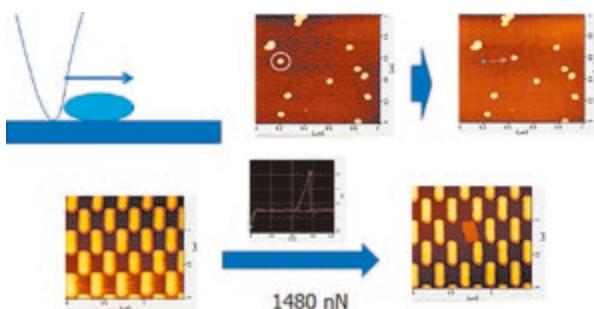
| レジスト現像過程

現像過程でのパターン倒れの原因等を探るために、半導体のリソグラフィーで使用するレジストの現像過程を溶液中でその場観察しました。右図は、電子ビーム露光されたレジストに現像液を灌流し、50 nm クラスのパターンが現像されていく様子を 10 秒の時間間隔で、リアルタイム観察した画像データです。左上から右下に向けて、パターンの現像が進行していることがわかります。

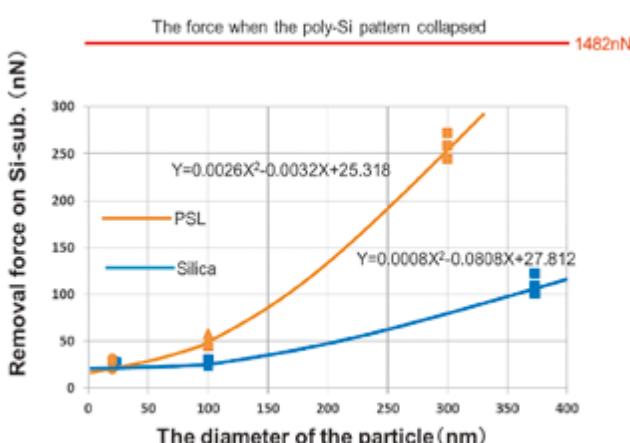


半導体レジストの現像過程のその場観察（現像溶液中）
Real time observation of developing process on photo resist

| 微粒子の剥離力評価



半導体表面上の汚染物質除去のための基礎データとして、微粒子の剥離力測定を行いました²。探針を利用して、30 ~ 300 nm の粒子を剥離させるために必要な力を測定し、ポリシリコンパターンが倒壊する力との比較を行いました。



半導体基板上の微粒子の剥離力測定の例
(粒径依存性、パターンが倒れる力との比較)
Removable force measurement of nano-particles with scanning force microscope.

| その他計測例

- ナノ材料形態の計測（右図の CNT）
- 生体材料 DNA の溶液中での観察
- 表面電位、デバイスのキャリア濃度計測
- 探針を利用したデバイス計測
- 高電圧（～ 200 V）表面電位計測



デバイス構造（市販テストサンプル）の局所電気計測 (20 μm × 20 μm)

参考文献

- ¹ M. Watanabe, T. Morimoto, H. Itoh, J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS 11(1), 011009 (Jan-Mar 2012).
- ² <https://www.nanonet.go.jp/magazine/archive/?page=1315>.

固体 NMR 装置 (SSNMR)

固体試料を対象とし、原子が持つ核スピンをプローブとして、局所構造およびダイナミクスを原子・分子レベルで測定する装置です。

SSNMR is a device measuring the motion of atom and molecules in solid materials as a probe by the nuclear spins in the atom.

公開装置

固体NMR装置(600 MHz)

ワイドボア超伝導磁石タイプ、固体高分解能測定、多核種対応 ($^1\text{H} \sim ^{109}\text{Ag}$)、二次元にも対応

固体NMR装置(200 MHz)

ワイドボア超伝導磁石タイプ、固体高分解能測定、多核種対応 ($^1\text{H} \sim ^{15}\text{N}$)、二次元にも対応

固体NMR装置(20 MHz)

永久磁石卓上型、緩和時間測定、拡散係数測定、 ^1H 専用



固体 NMR 装置 (600 MHz) 説明写真
Picture of SSNMR equipment (600 MHz)

何を測定するか／できるか？

- 固体試料を高速回転 (0 ~ 60000 回転 /sec) させて高分解能 NMR 測定ができます。
- 溶媒に溶かすと構造変化する物質 (高分子・ゴム・蛋白質 etc.) でも、そのままの状態で分析できます。
- 気体・固体・半固体試料の分子結合状態を解析できます。

原理、特徴

- 核スピンをもつ物質に磁場中でラジオ波を照射した時に起こるラジオ波の吸収を利用して固体中における原子や分子の構造や運動を調べることができます。測定核スピン周辺の平均的エネルギー（化学シフト）を測定して、分子・原子周辺の結合状態を解析したり、スペクトルの形や緩和時間測定から、物質のダイナミクスを評価することができます。
- 固体のまま測定して材料のナノレベルの構造や固体内の原子、イオン、分子の運動を非破壊・非接触で観察することができます。

Nuclides 公開中の固体NMRデータ

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
H																	He
Li	Be																
Na	Mg																
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn

I=1/2 I>1/2

固体 NMR データベースにて公開中の核種一覧
産総研で測定した、固体試料の多核 NMR スペクトルを収録しています。
A table of nuclides on Solid-State Nuclear Magnetic Resonance data-base. Multi nuclear NMR spectrum of solid samples measured in AIST are stored

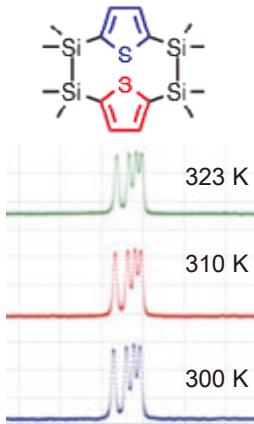


Solid-State Nuclear Magnetic Resonance spectrometer

計測例

■ 発光性分子の構造解析 (¹³C CP/MAS NMR)¹

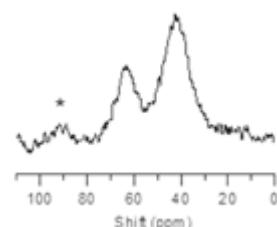
- 有機ジシラン化合物は固体状態で発光を示すとともに溶液中で様々なコンフォメーションを取ることがわかっています。そこで¹³C 固体高分解能 NMR スペクトルを用いて固体におけるコンフォメーション変化を調べました。測定周波数は 150.97 MHz で、外径 4 mm のジルコニアローターを用い、マジック角回転 (MAS) 速度を 8 kHz としました。パルス系列は、クロスポーラリゼーション (CP) 法を用いました。
 - 右図は¹³C CP/MAS NMR スペクトルのメチル基の部分の温度変化です。等強度の 4 本の線が観測されました。向きの異なる 2 種類のメチル基が存在し、2 つのチオフェン環の向きによって 2 種類の立体異性体が有り、運動がない時は 4 本の共鳴線が観測されます。本結果は、固体中ではコンフォメーション変化が起きていないことを示しています。
- 利用装置：固体 NMR 装置 (600 MHz) (SSNMR)



有機ジシラン化合物の分子構造と¹³C CP/MAS NMR スペクトルの一部
Molecular structure of organic disilane compound and a part of ¹³C SSNMR spectrum

■ 触媒の酸塩基特性評価 (³¹P MAS NMR)²

- 六方晶窒化ホウ素 (BN) はボールミル処理することで、ニトロアルドール反応やクネーベナゲル縮合反応に活性を示します。表面に塩基性プローブ分子、トリメチルホスフィンオキシド (TMPO) を吸着させ、³¹P MAS NMR スペクトルを測定して酸性質を調べました。測定周波数は、161.98 MHz であり、試料を外径 4 mm のジルコニアローターに充填し、8 kHz で回転させて測定しました。パルス系列はシングルパルスに、¹H 双極子デカップリングを併用しました。
 - 右図は、³¹P MAS NMR スペクトルです。酸点に吸着した TMPO (63 ppm) と物理吸着した TMPO (43 ppm) に帰属されるシグナルが観測され、ボールミル処理によって酸点が出現したことが分かりました。
- 利用装置：固体 NMR 装置 (600 MHz) (SSNMR)



TMPO を導入した、ボールミル処理後の BN の³¹P MAS NMR スペクトル
³¹P MAS NMR spectrum of BN with TMPO after ball-milling process

■ その他計測例

- 金属水素化物の構造解析評価、水素貯蔵材料における水素のサイトと拡散挙動
- 無機有機ハイブリッド材料における界面の構造、可逆的な溶解固化反応の構造変化を測定
- 電池材料の伝導メカニズムを評価、イオン伝導材料におけるイオン拡散とそのメカニズム
- 食肉の固体脂含量を評価

参考文献

- S.Shimada, et.al., J. Am. Chem. Soc., 2017, **139**, 11214
- S. Torii, K. Jimura, S. Hayashi, R. Kikuchi, A. Takagaki, J. Catal. 2017, **355**, 176

データベース

固体 NMR データベース (無料公開中) <https://ssnmr-sd.db.aist.go.jp/SSNMR/Top.php>

極端紫外光光電子分光装置 (EUPS)

EUPSはレーザー生成プラズマによるパルス EUV 光(255.17 eV、パルス幅 3 nsec)を励起光源とし、飛行時間法で電子分光する世界で唯一の光電子分光装置です。

EUPS is a unique photoelectron spectroscopy excited with an EUV light (255.17 eV, 3-ns pulse) emitted from a laser-produced plasma and an electron spectrum is analyzed with a time-of-flight(TOF) analyzer.

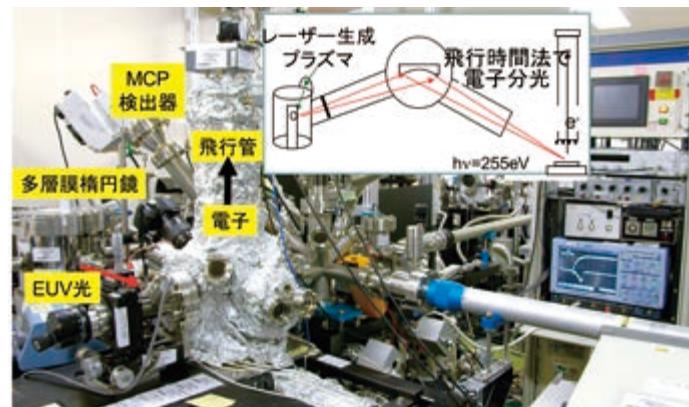
公開装置

極端紫外光光電子分光装置 (EUPS)

高出力パルスレーザーをターゲット (BN) に照射し、生成したホウ素プラズマからの輝線 (255.17 eV) を楕円鏡で試料上に集光します。励起されて飛び出した光電子の運動エネルギーを飛行時間として測定しスペクトルに変換します。



4 試料ホルダー
Holder for 4 samples
粉体、板 (最大 20 mmx20 mmx10 mm まで可能) 300 °Cまで昇温可能
スパッタリング、ガス暴露なども対応可能。



EUPS 装置説明写真
Picture of EUPS equipment

何を測定するか／できるか？

- 粉体、板、薄膜など固体試料の最表面原子層 (0.5 nm 程度) の電子状態を分析します。
- 絶縁薄膜、有機薄膜を帯電させることなく測定可能です。
- 半導体のバンド曲がりを評価できます。
- 二次電子スペクトルのカットオフにより真空準位を評価できます。

原理、特徴

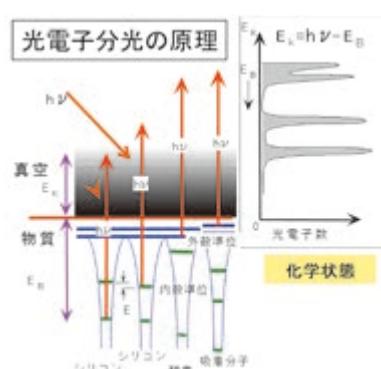
- 光励起で放出される光電子のエネルギーから、物質中の電子状態分布を知ることができます。

- 極端紫外光を励起光とすると電子の脱出深度が浅くなるため、表面感度が高い。

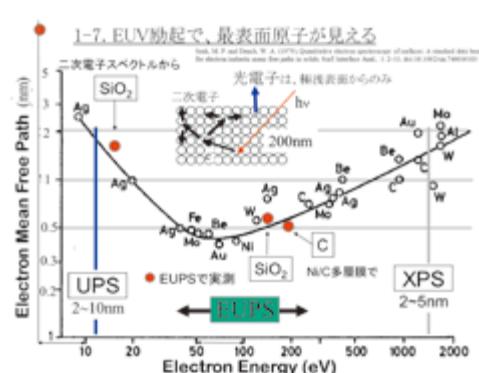
- パルス励起により帯電の影響を軽減できます。

- 瞬間的な光子密度が非常に高く、吸収の非線形効果を利用して励起光強度依存性を調べることによりバンド曲がりを評価できます。

- 飛行時間法による測定で全エネルギー領域が同時に測定できるため、経時変化が観測できます。



光電子分光の原理説明図
Schematic diagram of photoelectron spectroscopy



電子のエネルギーと平均自由行程の関係
Relation of electron mean free path and electron energy

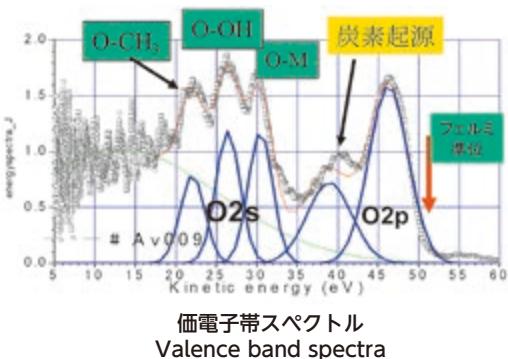


Photoelectron Spectroscopy with a pulsed EUV source

計測例

| プラズマディスプレイ用電極保護 絶縁膜の評価

EUPS は表面感度が高く、帯電の影響もほとんどないので、表面一分子層の価電子帯スペクトルが測定できます。通常の XPS では測定できなかった極微量有機汚染物の分子構造の情報が得られ、汚染源の特定に結びつきました。

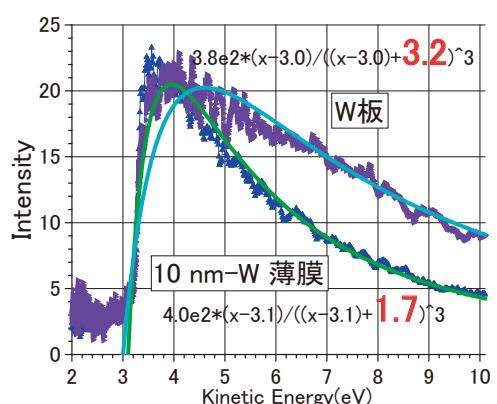
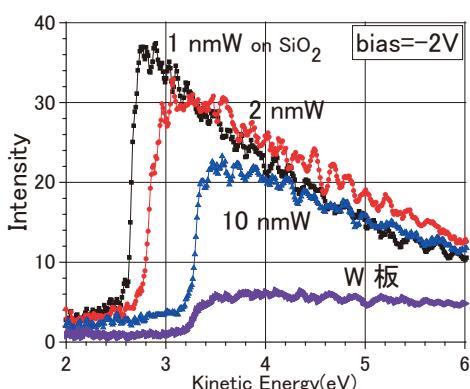


| 二次電子スペクトルから汚染や化学活性状態の評価

二次電子は、光電子が非弾性散乱を繰り返して発生した電子です。真空準位を越えた電子が検出されるので、低エネルギーのカットオフ端から、真空準位の位置、仕事関数を求めることができます。

(左図) SiO_2 上に成膜した W 薄膜は、膜厚により仕事関数が異なることが観測されました。W 板の信号強度が小さいのは、過渡的電子親和力が大きいことを反映しています。

(右図) 低エネルギーの波形から過渡的電子親和力が求められます。高い化学反応性には大きなエネルギーの電子の寿命が長いことが重要で、過渡的電子親和力から触媒活性等の定性的情報が得られます。



| その他計測例

- ゼオライト触媒の表面抵抗率を評価
- 金属ナノ粒子の表面汚染状態を分析
- 触媒表面の活性金属の価電子帯スペクトルを測定
- 材料表面の π 、 σ 電子の識別など電子雲の傾斜角を評価

参考文献

最表面原子層を分析する光電子分光装置 EUPS の開発－レーザー生成プラズマ光源の実用化技術開発と EUPS が見せる材料最表面の魅力－
https://www.aist.go.jp/pdf/aist_j/synthesiology/vol09_04/vol09_04_p216_p234.pdf

超伝導蛍光 X 線検出器付走査型電子顕微鏡 (SC-SEM)

SC-SEM は高スループット (10^3 mSr) と高エネルギー分解能 (<10 eV) を両立する超伝導トンネル接合 X 線検出器を搭載した SEM-EDX 分析装置です。

SC-SEM is a SEM-EDX analyzer utilizing a superconducting tunnel junction X-ray detector with high throughput (10^3 mSr) and high energy resolution (< 10 eV).

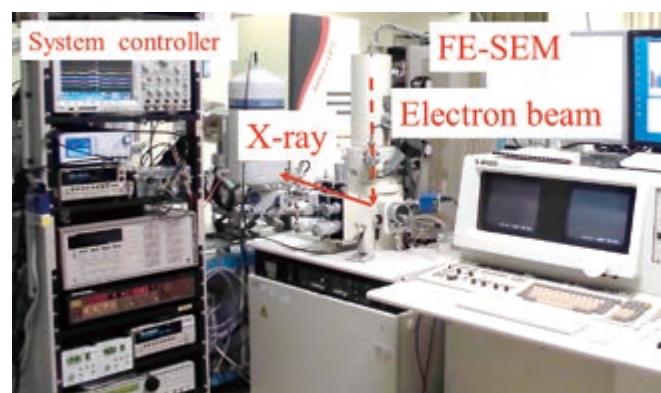
公開装置

超伝導蛍光 X 線検出器付走査型電子顕微鏡 (SC-SEM)

走査型電子顕微鏡 (SEM) にエネルギー分散超伝導検出器を搭載した装置です。SEM で試料表面を観察しながら、その表面の任意の場所で発生する X 線を高感度で測定することにより、元素分析を行うことができます。

X 線検出部性能

- 蛍光 X 線エネルギー範囲 : 100 eV - 2 keV
- エネルギー分解能 : 約 7 eV@400 eV X-ray
- 最大計数率 : 200 kcps
- 冷却 : 機械式冷凍機による自動冷却 (0.3 K)



SC-SEM 装置写真
Picture of SC-SEM equipment

走査型電子顕微鏡 : S-4500

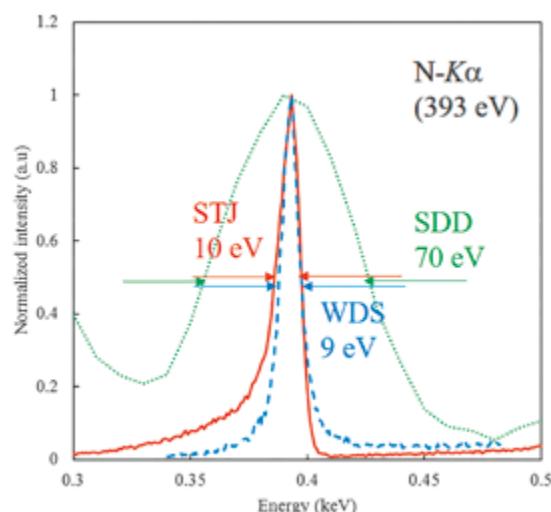
- 加速電圧範囲 : 500 V - 30 kV
- 電子ビームサイズ (最適値) : 3.5 nm at 30 kV, 25 nm at 1 kV.
- 最大サンプルサイズ : 1 インチ

何を測定するか／できるか？

- パワー半導体、構造材料などに含まれる 100 ppm 以上の微量軽元素分析
- リチウム (Li) の 2 次元分布分析
- 鉄 (Fe) などの金属の酸化状態分析
- ナノスケールでの元素分析

原理、特徴

搭載しているエネルギー分散超伝導検出器は半導体 X 線検出器に匹敵するスループットと波長分散型検出器と同等のエネルギー分解能を実現しているため、軽元素の K 線や重い元素の L, M 線の X 線を明瞭に分離し、元素分析を行うことができます。また、低エネルギー X 線に高い感度を持ち、リチウム (Li) の特性 X 線を検出することが可能です。波長分散型検出器で行うような化学状態分析を高空間分解能で行うことが可能です。公開されている装置は、世界的にも本装置のみです。



窒素 Ka 線のエネルギースペクトル
Energy spectra in the vicinity of the N-Ka peak acquired using the STJ detector (red solid), SDD (green dots), and WDS (blue dashes)

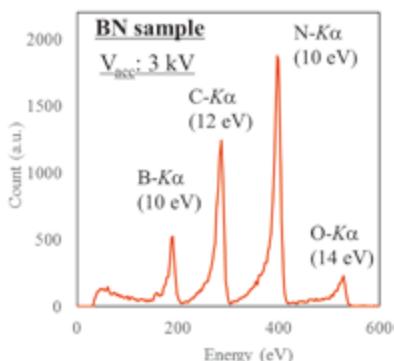


Superconducting Scanning Electron Microscope

計測例

■ 壕化ホウ素の元素分析¹

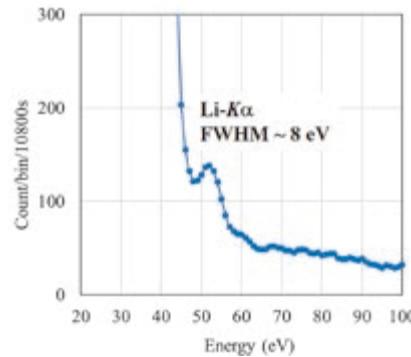
塙化ホウ素 (BN) のパウダーを分析した例です。通常の半導体 X 線検出器より 10 倍程度高いエネルギー分解能を持つ X 線検出器であるため、軽元素のホウ素、炭素、塙素、酸素の特性 X 線を明瞭に分離できます。



塙化ホウ素の X 線スペクトル
X-ray spectrum for pure BN

■ フッ化リチウムの元素分析²

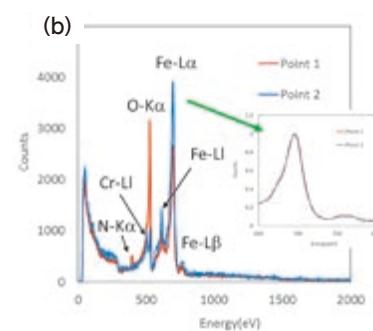
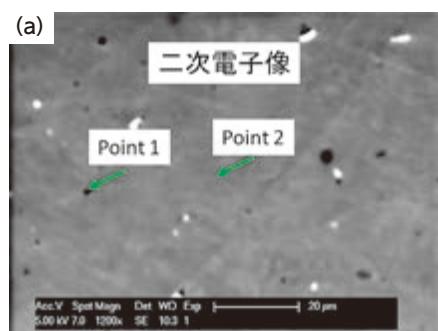
フッ化リチウム (LiF) の単結晶を分析した例です。通常の半導体 X 線検出器より低エネルギー X 線に高い感度を持つ X 線検出器であるため、Li-K α 線を直接測定できます。また、Li-K α 線の半値幅は約 8 eV でした。



フッ化リチウムの X 線スペクトル
X-ray spectrum for LiF

■ 耐熱鋼中の析出物の元素分析および鉄の化学状態分析³

耐熱鋼 (9 % クロム鋼) を分析した例です。通常の半導体 X 線検出器より 10 倍程度高いエネルギー分解能を持つ X 線検出器であるため、軽元素の塙素、酸素の K α 線と鉄とクロムの L 線を明瞭に分離できます。また、鉄の La 線と L β 線を分離できるため、La / L β 強度比から酸化状態を分析することができ、析出物中の鉄が酸化鉄でないことが分かりました。



(a) SEM 像と (b)9% クロム鋼の X 線スペクトル
(a) SEM image and (b) X-ray spectra for the 9 % Cr steel

■ その他計測例

- パワー半導体中の微量ドーパント分析 (塙化ガリウム (GaN) 中の 100 ppm Mg ドーパント、炭化ケイ素 (SiC) 中の 100 ppm Al ドーパント)
- 炭素系材料の化学状態分析

参考文献

- G. Fujii, M. Ukibe, S. Shiki, and M. Ohkubo, X-ray spectrometry, 46, 325 (2017).
- M. Ukibe, G. Fujii, S. Shiki, and M. Ohkubo, Microscopy and Microanalysis, 24, 1036 (2018).
- G. Fujii, M. Ukibe, S. Shiki, and M. Ohkubo, Microscopy and Microanalysis., 23, 1088 (2017).

■ 利用の形態

「利用結果公開」が可能な場合はナノテクノロジープラットフォーム事業として、「利用結果非公開」の場合は産総研の自主運用として支援いたします。

産総研の自主運用

ナノテクノロジープラットフォーム事業 微細構造解析プラットフォーム

利用結果非公開 所内利用

利用結果公開

①技術相談

- ・計測技術コンサルティング

②技術代行

- ・産総研が代行して設備を操作

③技術補助

- ・産総研が補助指導し、利用者が機器を操作

④ 機器利用

- ・利用者が機器を操作

④の利用はほとんど
ありません。

⑤ 共同研究

- ・利用者と産総研が共同で実施

契約・約款に基づく支援（有料）

■ 利用の方法

ステップ 1

会員登録とユーザー登録

Web サイトから会員登録とユーザー登録の後、事前相談申請をお願い致します。（登録等は無料です）

ステップ 2

事前相談

装置担当者をご紹介しますので、支援内容、支援形態などについてご相談ください。

ステップ 3

利用申請

支援可能と判断されたら、申請手続きをお願い致します。

ステップ 4

支援の実施

ステップ 5

利用料金の支払

ご利用後は利用時間に応じて課金請求（利用料の徴収）をさせていただきます。

ステップ 6

利用報告書など

ナノテクノロジープラットフォーム事業の制度による利用では、支援終了後に利用報告書を提出していただきます。

■ セミナー&見学会

地域セミナー、設備利用講習会や施設見学会などで、公開装置などの紹介や見学を行っています。
是非ご参加ください。

■ 問い合わせ先

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 先端ナノ計測施設 ANCF 事務局

〒 305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第 2
電話 : 029-861-5300 FAX : 029-861-5881
E-mail ancf-contact-ml@aist.go.jp



AIST Nanocharacterization Facility

お気軽に事前相談、
お問い合わせをして
いただきますよう
お願い申し上げます。

The screenshot shows the homepage of the AIST Nanocharacterization Facility (ANCF). The header includes the AIST logo, the facility's name in English and Japanese, and logos for NanotechJapan and TIA. The sidebar on the left has a menu with links like '産総研ANCFの概要', '公開設備の概要', 'イベント', '成果・パンフレット', 'ご利用の方法' (which is highlighted with a red arrow), 'ご利用の申込み', 'お問い合わせ', 'アクセスマップ', 'English', '計量標準総合センター', '分析計画標準研究部門', '共同研究開発施設', and 'TIA直連ゲート'. The main content area features a 'What's New!' section with four items, each with a 'NEW' badge and a 'click' button:

- 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業
産総研 微細構造解析プラットフォーム
第1回 地域セミナー
- 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業
産総研 微細構造解析プラットフォーム
第1回 設備利用講習会
- 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業
産総研 微細構造解析プラットフォーム
(兼)第1回 ANCF設備利用講習会
- 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業
産総研 微細構造解析プラットフォーム
ナノテクノロジ—総合シンポジウム(JAPAN NANO)

最新情報などは Web でご覧ください！

産総研 ANCF

検索

<https://unit.aist.go.jp/rima/nanotech/>



国立研究開発法人 産業技術総合研究所
先端ナノ計測施設 ANCF 事務局

<https://unit.aist.go.jp/rima/nanotech/>



〒305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第 2
TEL : 029-861-5300 ancf-contact-ml@aist.go.jp

2019.10