

国立大学法人 長岡技術科学大学 分析計測センター 報告書

分析計測センター年報 2018 2018 July

長岡技術科学大学 分析計測センター

# センター年報

## 2018年7月

\*菊池パターン (EBSD解析) FE-SEM(SU8230/EDS/EBSD)で取得

Page 01. センター長メッセージ (物質材料工学専攻 専攻長 (分析計測センター長) 教授 梅田 実)

Page 02. 利用方法について (技術支援センター 程内 和範)

Page 03. 機器担当者

Page 04-05. トピックス

Part1. 先端材料分析機器を通じた高専-技大共同利用 (物質材料工学専攻 准教授 齊藤 信雄)

Part2. グローバル支援について (物質材料工学専攻 准教授 齊藤 信雄)

Part3. 電子化によるセンター業務の効率化について (物質材料工学専攻 准教授 齊藤 信雄)

Part4. 電子線マイクロアナライザ(EPMA)の技術支援 (技術支援センター 河原 夏江)

Part5. 透過型電子顕微鏡の共用化と新潟大学との共同利用について (技術支援センター 小杉 健一朗)

Page 06-09. 利用者の声

(教職員から) 物質材料工学専攻 助教 シリポーン タオガアオ (Siriporn Taokaew)  
長岡工業高等専門学校 物質工学科 教授 村上 能規

(学生から) エネルギー環境工学専攻 D2 THAI VAN PHUOC (佐々木(徹)研究室)

物質材料工学専攻 M2 飯澤 仁規 (伊藤(治)研究室)

機械創造工学専攻 M2 武藤 吉政 (本間(智)研究室)

電気電子情報工学課程 B4 高岡 優衣 (菊池研究室)

物質材料工学専攻OB 新潟工業高校教諭 (機械科) 井上 貴博 (齊藤(信)研究室)

Page 10-11. 分析機器を用いた研究紹介

~H-XRDを用いた研究~ 「TiO<sub>2</sub>光触媒活性への格子歪の影響」 (物質材料工学専攻 助教 西川 雅美)

Page 12 運営組織および設置機器

Page 13 H29年度センター業績一覧 \*一部のみです

Page 14 講習会・講演会・セミナー情報

Page 14 センターからお願い





## センター長 メッセージ



分析計測センター長  
(物質材料工学専攻 専攻長)  
教授

梅田 実  
(Minoru Umeda)

### ～ 分析機器共用化 Beyond ～

いつも分析計測センターにご支援とご協力を頂きまして深く御礼申し上げます。本学は40年以上前の開学当初より産学連携を基本に据えた教育研究を行ってきております。本センターは、これを支援するべく各種大型分析機器を維持管理し、研究のための機器利用に対して適切な運営を図ることを目的に、1980年に学内共同利用施設として設置されて現在に至っていません。

近年の分析機器の発展は目を見張るものがあり、本学を含む多くの大学において高性能分析機器が導入されたのは周知のことです。これは、研究開発を高い水準で維持する必要性に迫られての措置であることはご存じの通りです。このように導入された機器の性能を高水準で維持しながら多くのユーザーに如何にして利活用してもらうかは最も肝心な事項で、多くの大学が独自の検討を重ねているところです。本センターでは、限られた人・装置・予算という運営資源で最大のパフォーマンスを発揮するべく多くの試みを行ってきました。それらの一端を次に記します。

第一に、学内に電子顕微鏡の利用者が多くまた高度な技術を持つ研究者が多数いることに注目して、電顕部門を立ち上げて学内からの高度な分析依頼への対応ができるようにしました。これにより、機器の共用化だけでなく技術の相互開示により全体の解析力アップに繋がったと思います。これが発端となり、他大学との透過型電顕の共同利用が始まりました。

第二に、技術支援センターの多くの職員が、専門のスキルを生かしながら本センターの主旨に賛同し参画して下さいました。それが本学の方針に即した関係者のスキルアップに繋がる好循環を呈しています。当然の結果として、本センターの全装置をほぼ最高の状態で維持管理できています。

第三に、国際共用の動きが活発化していることがあげられます。英語による機器講習と技術相談は留学生に好評で、英語マニュアルの整備と充実は学生の利用者増に直結しています。これらは、海外協定校との分析機器を介した連携や共同研究、さらには共著論文の形で成果になっています。

第四に、事務業務の電子化による効率化があります。紙媒体書類をなくして申請書類を電子化し、利用料金の計算を自動化するシステムを施行しました。また、予約システムもWEB化しており、機器ごとの問い合わせも簡単にしました。

本年報には、本センターの活動のようすや成果などがまとめられています。これより、本センターの設備ないし機能を皆さまにご理解いただき、学内はもとより社会の要請に応えつつ貢献できる機関となるよう、関係者一同努力して参ります。真の機器共用化はより利用者の集まる環境にあると理解していますし、その先(Beyond)をも見据えていく所存です。関係者皆さまのご指導とご支援を切にお願い致します。



# 利用方法について

技術支援センター 技術職員  
程内和範

本センターは、利用者に各分析機器の操作法および測定原理の講習を行い、利用者自身が個々の装置を重点使用する研究主体の方式をとることを基本方針としています。

## 1. 利用時間と休館日

平日 9:00~17:00

休館日 土曜日、日曜日、祝日、夏期、年末年始等（随時掲載）

## 2. 時間外利用

時間外の予約が取れない場合に限り、時間外利用を受け付けています。別途資格が必要です。詳細はセンターstaffまでお問い合わせ下さい。



機器設置室への  
WEBカメラの設置(平成30年5月-)

## 3. センター機器の利用方法

### ① 利用者自身が機器操作を行う測定

下記(a)または(b)の方法により、インストラクター登録者（利用者）になることが必要です。所属研究室にインストラクター登録者（当該機器）がいる場合、(b)による引き継ぎ（機器講習）をお願いしています。

(a) センターstaffから当該機器の機器講習を直接受けて操作方法を習得し、技能認定試験に合格して登録者になる方法

(b) 所属研究室のインストラクター登録者（当該機器）から機器講習を受けて操作方法を習得後、センターstaffによる技能認定試験に合格して登録者になる方法

センター事務室では、(a)の[機器講習]および[技能認定試験]申し込み、(b)の[技能認定試験]申し込みを随時受け付けています。X線機器(XRD, H-XRD, XRF)のインストラクター登録では、(a),(b)とも学内のエックス線装置使用登録申請を行い、学内X線講習の受講が必要です！

### ② 依頼分析

継続しての装置利用を考えていない場合などが該当します。依頼分析を希望する場合は、各装置担当staffまでご相談下さい。

## 4. インストラクター登録手順（新規登録の手順）

### ○センターstaffから直接講習を受講する場合（→3①(a)の場合）

新規登録申込（測定試料、講習日程などをセンターstaffと打ち合わせ）

↓  
機器講習（センターstaffから操作法講習を受講）

↓  
機器操作の練習・習熟（センターstaffに要連絡）

↓  
技能認定試験（センターstaffによる実技・筆記試験）

↓  
インストラクター（利用者）として登録（登録申請書の提出）

### ○所属研究室のインストラクター登録者から講習を受講する場合（→3①(b)）

機器講習（当該装置の所属研究室インストラクターから操作講習を受講）

↓  
機器操作の練習・習熟（インストラクター同席のもとで行う）

↓  
技能認定試験（センターstaffによる実技・筆記試験）

↓  
インストラクター（利用者）として登録（登録申請書の提出）



WEB予約システム  
(平成29年5月-)

## 5. インストラクター登録者の機器利用

装置を予約する…センターホームページでオンライン予約をする。

↓  
機器を利用する…[使用前]→電子申請システムに開始時刻などを入力  
[使用后]→電子申請システムに終了時刻を入力



電子利用申請システム  
(平成30年7月-)

オンライン予約にはインストラクター登録が必要です。登録が完了した教職員・学生にIDを発行します。詳細はセンターstaffまでお問い合わせ下さい。

## 6. インストラクター登録の更新について

学生の登録有効期間は1年です。年度毎に登録申請書を提出してください。



# 機器担当者



## 分析計測センター機器担当一覧

2018.4.1

機器名	機種名	担当者 *は常駐、*無しは非常駐	アドバイザー 教職員	アシスタント 学生
電子線マイクロアナライザー (EPMA)	Shimadzu EPMA-1600	○河原 夏江 (技術専門職員) 渡邊 恵理子 (技術補佐員) *	電気電子情報工学専攻 田中久仁彦 (准教授)	
X線光電子分光装置 (XPS)	JEOL JPS-9010TR	○大塩 茂夫 (再雇用) 程内 和範 (再雇用) * 小杉 健一郎 (技術職員) *		古野 豪人 (GD3)
オージェ電子分光装置 (AES)	JEOL JAMP-9500F	○近藤 みずき (技術専門職員) 程内 和範 (再雇用) * 小杉 健一郎 (技術職員) *		
グロー放電発光分光分析装置 (GDS)	HORIBA GD-Profiler2	○程内 和範 (再雇用) * 小杉 健一郎 (技術職員) *	基礎共通教育部 松原 浩 (教授)	
蛍光X線分析装置 (XRF)	Rigaku ZSX Primus II	○程内 和範 (再雇用) * 小杉 健一郎 (技術職員) *		
電子スピン共鳴分光装置 (ESR)	JEOL JES-RE2X	○西川 雅美 (助教) * 小杉 健一郎 (技術職員) *	物質材料工学専攻 石橋 隆幸 (教授)	
試料水平型X線回折装置 (H-XRD)	Rigaku Smart Lab 9kW	○豊田 英之 (技術専門職員) 西川 雅美 (助教) * 小杉 健一郎 (技術職員) *		
X線回折装置 (XRD)	Rigaku Smart Lab 3kW	○西川 雅美 (助教) * 豊田 英之 (技術専門職員)		
レーザーラマン分光装置 (LR)	JASCO NRS-7200	○宮 正光 (再雇用) 小杉 健一郎 (技術職員) * 程内 和範 (再雇用) *		
フーリエ変換赤外分光装置 (FT-IR)	JASCO FT/IR-4100	○宮 正光 (再雇用) 小杉 健一郎 (技術職員) * 程内 和範 (再雇用) *		
透過型電子顕微鏡 (TEM)	日立ハイテック HT7700	○小杉 健一郎 (技術職員) * 西川 雅美 (助教) * 近藤 みずき (技術専門職員)	機械創造工学専攻 本間 智之 (准教授) 電気電子情報工学専攻 田中久仁彦 (准教授)	
電界放出形走査型電子顕微鏡 (FE-SEM)	日立ハイテック SU8230	○西川 雅美 (助教) * 高橋 美幸 (技術専門職員) 大塩 茂夫 (再雇用)	機械創造工学専攻 本間 智之 (准教授)	候 鴻浩 (D3)
集束イオンビーム (FIB)	日立ハイテック FB2200	○小杉 健一郎 (技術職員) * *限定利用	原子力工学安全工学専攻 村上 健太 (准教授) 物質材料工学専攻 小松 啓志 (助教)	内田 雄大 (D2)
マイクロ天秤	METTLER TOLEDO XP56型			
クリーンルーム (CR)		○程内 和範 (再雇用) * 西川 雅美 (助教) *	物質材料工学専攻 石橋 隆幸 (教授)	

センター機器管理者：物質材料工学専攻 齊藤 信雄 (准教授)



# トピックス

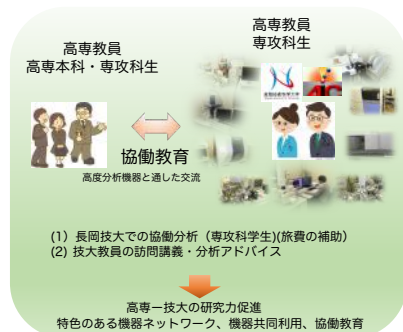


物質材料工学専攻  
(分析計測センター担当)  
齊藤 信雄

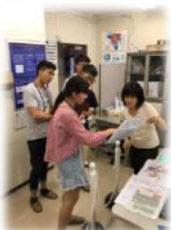
## Part1.先端材料分析機器を通じた高専-技大共同利用

本センターでは本年度（平成30年度）から、センター所有の分析機器を通じた全国高等専門学校との協働教育を開始します。本センターには多くの大型機器が設置されており、これらの機器を学内のみならず学外に対しても有効に利用していただくことを目的としています。このプロジェクトは本学学長戦略経費(D)の助成を受け開始するものであり、高等専門学校の専攻科生（本科生の場合はご相談ください）が本学に赴き、分析を行う場合の旅費を捻出することが可能です。また、技大教職員が高等専門学校に赴き、材料分析に関する相談を受けたり、講義を行うことも可能です。研究分野を問わず材料関係の研究において分析が必要な場合は是非、本件をご利用いただければと思います。

右の図に現在、連携を計画している全国の高等専門学校を記載しましたが、これ以外の高等専門学校についても今後、拡大していきたいと考えております。



## Part2. グローバル支援について



センター見学（中国鄭州大学の学生）  
（左上は電子顕微鏡を操作している写真です。）

本学は文部科学省のスーパーグローバル大学創成支援事業（タイプB）および世界展開力強化事業に採択され、日本人学生の海外留学と外国人学生の受入を強化してきました。これに伴い、本センターでは外国人留学生に対する英語での機器講習や技術相談件数が増加し、これらに対応できる教職員および担当学生の育成を行っています。また、海外協定校からの学生の見学などにも対応し、国内のみならず国外の学生に対しても大型分析機器に触れる機会を設けています。左の写真は中国河南省 鄭州大学の学生8名がショートステイ・ショートビジットで本学を訪れ、分析計測センターを見学したときの写真（平成30年7月20日撮影）です。恐る恐るですが、全員に電子顕微鏡を実際に操作し、材料のミクロ構造を観察してもらいました。

## Part3. 電子化によるセンター業務の効率化について

本センターでは昨年度から独自のWEB予約システムを稼働し、学内からいつでもシステムにアクセスして予約状況を簡単に閲覧して予約できるようにしてきました。これに加えて、本年度はこれまで紙媒体でおこなわれていた毎回の利用申請を電子化できるようなWEB利用申請システムを稼働しました。このシステムにより煩雑な書類の作成が不要になるとともに、利用料金の集計業務の簡素化が達成できました。また、英語表記もあるため留学生にとっても便利なシステムです。このシステムはプログラミングに詳しいセンター担当の技術職員によって作られました。



WEB予約システム  
WEBカメラの設置



WEB利用申請システム  
利用料金集計システム

## Part 4. 電子線マイクロアナライザ(EPMA)の技術支援

技術支援センター 技術専門職員  
河原 夏江

本センター保有の電子線マイクロアナライザ（Electron Probe Micro Analyzer：EPMA）は、島津製作所製のEPMA-1600であり、102室に設置してあります。昨年度の利用日数は108日で、物質材料工学専攻、機械創造工学専攻、および電気電子情報工学専攻の研究室が多く利用しています。EPMAは、試料に電子線を照射して微小部の分析をする装置であり、表面から深さ数 $\mu\text{m}$ までの元素が検出でき、オージェ電子分光装置（AES）やX線光電子分光装置（XPS）に比較し、より深いところからの情報が得られます。このEPMAには、波長分散型X線検出器（WDS）が搭載されているため、微量成分に対する検出感度が優れています。

平成28年10月にはEPMAの学内機器講習会を実施し、多くの利用者に受講していただきました。また、平成30年1月に新潟大学で開催された「第1回共用設備基盤センターシンポジウム～生命科学における先端イメージング研究～」に参加させていただき、新潟大学の装置担当者とも交流でき、EPMAの生物医学研究への応用についての情報を得ることができました。今後も他大学・他機関と技術交流することにより、スキルアップに努めていきたいと考えています。



## Part 5. 透過型電子顕微鏡の共用化と新潟大学との共同利用について

技術支援センター 技術職員  
小杉 健一朗

透過型電子顕微鏡（TEM）は材料のモルフォロジーをナノメートルスケールで観察することが可能な装置です。また、エネルギー分散型X線分析装置（EDX）を用いてナノ領域での元素分析を行うことや、電子線回折像の解析から材料の結晶構造に関する情報を得ることも可能であり、金属・無機材料から有機材料に至るまで現代の材料開発を支える重要な装置です。しかしながら、TEMは操作方法が難しい装置の一つでもあり、他の装置のように利用者自身が装置を操作する研究主体の方式での運営は困難でした。とりわけ、従来のTEMでは蛍光板上に投影された像を観察するために真っ暗な部屋で操作する必要があり、利用者に対して操作方法を講習するのが容易ではありませんでした。



本センターには約5年前に日立HT7700が導入されました。本装置は、加速電圧が最大120kVと透過力がやや低いものの、比較的操作が簡単になっております。特に、蛍光板上の像がスクリーンカメラによってモニターに表示されるため、明るい部屋での操作が可能となっており、他の装置と同様に利用者へ操作方法を講習し、利用者自身が装置を操作する研究主体の方式での運営が可能となりました。TEMの操作は原則として教職員、博士課程の学生のみ限定しておりますが、インストラクター数は着実に増加しています。昨年度から外国人教員や留学生への英語での講習も行っております（本年報のSiriporn先生とPhuocさんの記事もご覧ください）。また、新潟大学とのTEMの共同利用を進めております。国立大学の法人化以後、装置の共用化が課題となっております。本センターは、新潟大学・共用設備基盤センター・機器分析部門と装置の共同利用やセミナー・講習会への参加などで協力しています。現在、新潟大学の技術職員に対して筆者がTEMの講習を行っております。講習後は、新潟大学・共用設備基盤センター・機器分析部門が新潟大学内からTEM測定の依頼を受け、本センターでTEM観察を行えるようになる予定です。装置の性能を高い水準で維持しつつ、多くの方にご利用いただけるように今後も努めていきます。皆さまのご指導とご支援を宜しくお願い致します。



## 利用者の声 ～教職員から～

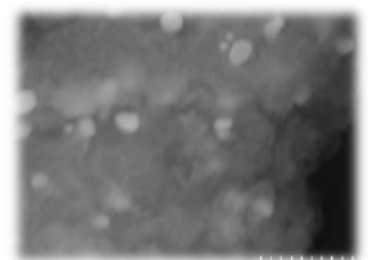
物質材料工学専攻 助教  
シリポーン タオガアオ  
(Siriporn Taokaew)

My name is Siriporn Taokaew, assistant professor at the Department of Materials Science and Technology. My research involves an alternative method to produce and utilize cellulose from biosynthesis by non-pathogenic bacteria. Unlike plant cellulose, bacterial nanocellulose is highly-pure cellulose without lignin and hemicellulose, which are found in plant cellulose and thereafter eliminated by treatment with toxic chemicals. The hydrogel-like pure nanocellulose produced by bacteria possesses a nano-sized fiber network. To characterize properties of bacterial nanocellulose, I used XRD (Rigaku Smart Lab 3kW), Desktop SEM (Hitachi TM 3030 Plus), and TEM (Hitachi HT7700) at the Analysis and Instrumentation Center (AIC) of Nagaoka University of Technology (NUT). AIC regularly maintains analytical equipment and has a reservation system for users. I received training on the proper operation of the analytical equipment by AIC staff, and I can further guide students in my laboratory to use this equipment after getting access to operate them myself. Not only can faculty and staff of NUT operate equipment, but the students can also. It is very impressive to me that students can experience using such diverse analytical equipment by themselves. Staff of AIC are always helpful and immediately provide assistance when there are any equipment issues. I am confident operating analytical equipment at AIC. Furthermore, I am interested in expanding my use to other equipment with the tutelage of the AIC staff. I would like to express my sincere gratitude to the Analysis and Instrumentation Center of Nagaoka University of Technology.



## 長岡工業高等専門学校 物質工学科 教授 村上 能規

長岡工業高等専門学校 物質工学科で教員をしている村上能規です。分析計測センターから「利用者の声」の執筆の依頼をされたとき、学外の間人が利用者として執筆をしていいのか少し戸惑いました。高専では光触媒やレーザーアブレーションによる材料創成の研究をしていますが、やはり、材料の評価というのは必須です。そういう時、高専にはない長岡技科大の分析装置をお借りして、材料評価をさせていただけるということはあるがたいと思っています。長岡高専と長岡技科大は近いということで測定には、本科生や専攻科生をつれて測定に何度か伺わせていただきました。先生や技術職員のサポートを受けながらの測定なので、本科生や専攻科生も非常に満足した様子でした。これまでTEM、FE-SEM/EDX、XPSなど様々な装置を使わせていただきました。長岡高専と長岡技科大とは距離が近いとはいえ、何度も測定に伺うこともできないという面もあるのですが、参考になるデータをいくつか得ることができました。高専と長岡技科大の共同研究活動として、長岡技科大の分析装置をお借りして、その測定結果を高専の研究にフィードバックするというのは高専教員にとって素晴らしいことだと実感しております。今後も、齊藤先生をはじめとする多くのセンターの方のご厚意のもと、今後も長岡技科大の分析装置を利用するとともに、長岡技科大と高専の連携のあり方の一つの例にでもなればよいかなと思う次第です。今後ともよろしくをお願いします。



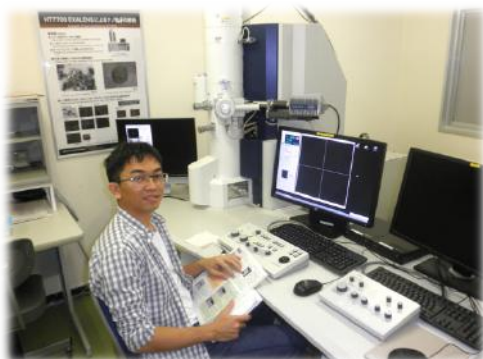
ナノ粒子の高分解能電子顕微鏡観察

## 利用者の声 ～学生から～

エネルギー環境工学専攻 2年  
プラズマ化学研究室 (佐々木(徹)研究室)  
THAI VAN PHUOC (ベトナム出身)

I am a PhD student of Department of Energy and Environment Science. My study mainly focuses on synthesis silver nanoparticles by AC glow discharge on a silver nitrate solution. The principle of this process is based on the reduction reaction of electrons from glow discharge and silver cations. However, it is a complex process consisting of a variety of successive reactions and byproducts. Qualitative analysis by transmission electron microscopy is a powerful technique to confirm silver nanoparticles.

I have the great opportunity to use TEM HT7700 at AIC center for analysis my samples. EDS and SAED techniques help me to identify the presence of silver crystal. I can also observe the size distribution of synthesized nanoparticles and their shape. My target was identified - silver nanoparticles formed as the spherical shape and varied from 3 nanometers to a few hundred nanometers. However, using HT7700 requires the user to perform many complicated technical steps. I am very grateful that Associate Professor Saito, Dr. Kosugi, and other AIC staffs taught me to operate the device. Moreover, I got great suggestions from them that help me to improve my study. I hope to continue using HT7700 in the future. Thanks to all AIC staffs who give us opportunities to use valuable devices!



物質材料工学専攻2年  
分子・プラズマ物理化学研究室 (伊藤(治) 研究室)  
飯澤 仁規 (秋田高専出身)

私はプラズマ化学気相成長法（プラズマCVD）を用いて窒化炭素と言う物質の成膜に取り組んでいます。窒化炭素は高硬度特性、電界放出特性や光誘起特性など様々な特性を発現する物質です。発現する特性は『構造中に含まれる窒素の量（窒素含有率）』と『化学結合状態』によって決まります。私はそのような背景を踏まえ、中でも得ることが難しい高窒素含有の窒化炭素をプラズマCVDによって得ようとしています。そして、成膜した薄膜の元素分析と状態分析を、センターのX線光電子分光装置（XPS）を利用

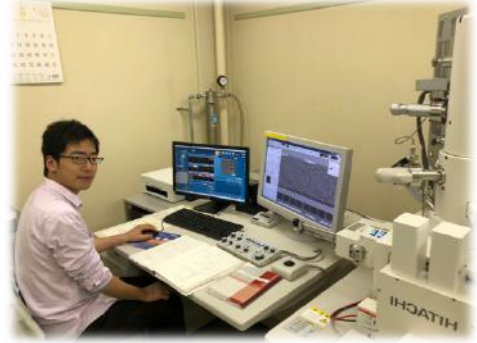
して行っています。XPSは測定日の前日に試料を導入しなければならないため、研究のスケジュールはXPSの測定を念頭に置いて計画しています。さらに、XPSの状態分析によって得られた結果を基に、結合解析を行っています。しかしながら、一般的にXPSは汚染炭素のピークを基準にキャリブレーションを取りますが、主成分に炭素が含まれる窒化炭素は同様にキャリブレーションを行うことができません。また、高窒素含有の窒化炭素は化学構造解析があまり進められていません。私はこれらを踏まえ、他の複数の分析結果とXPSによる結合解析結果を複合させて窒化炭素の詳細な化学構造解析ができないか検討をしています。3年前、利用するうえで必要なライセンスを取得するために、研究室の先輩から何度か指導を受け、センターのスタッフの方から試験をしていただき、無事ライセンスを取得することができました。その頃は装置の利用も恐る恐る進めるといった具合で毎回苦労しましたが、何度も利用したことで現在はとてもスムーズに取り扱うことができるようになりました。また、XPSに何度も触れたことで機器分析ひいては分析に対して興味がわき、実務訓練先には受託分析を行っている会社を選び、電子部品・材料などの分析業務を行いました。さらに、就職活動の際には分析業務に就くことも念頭に置いて臨みました。自身の研究活動のさらなる進展と後輩の指導のため今後も継続して利用させていただけたらと考えています。



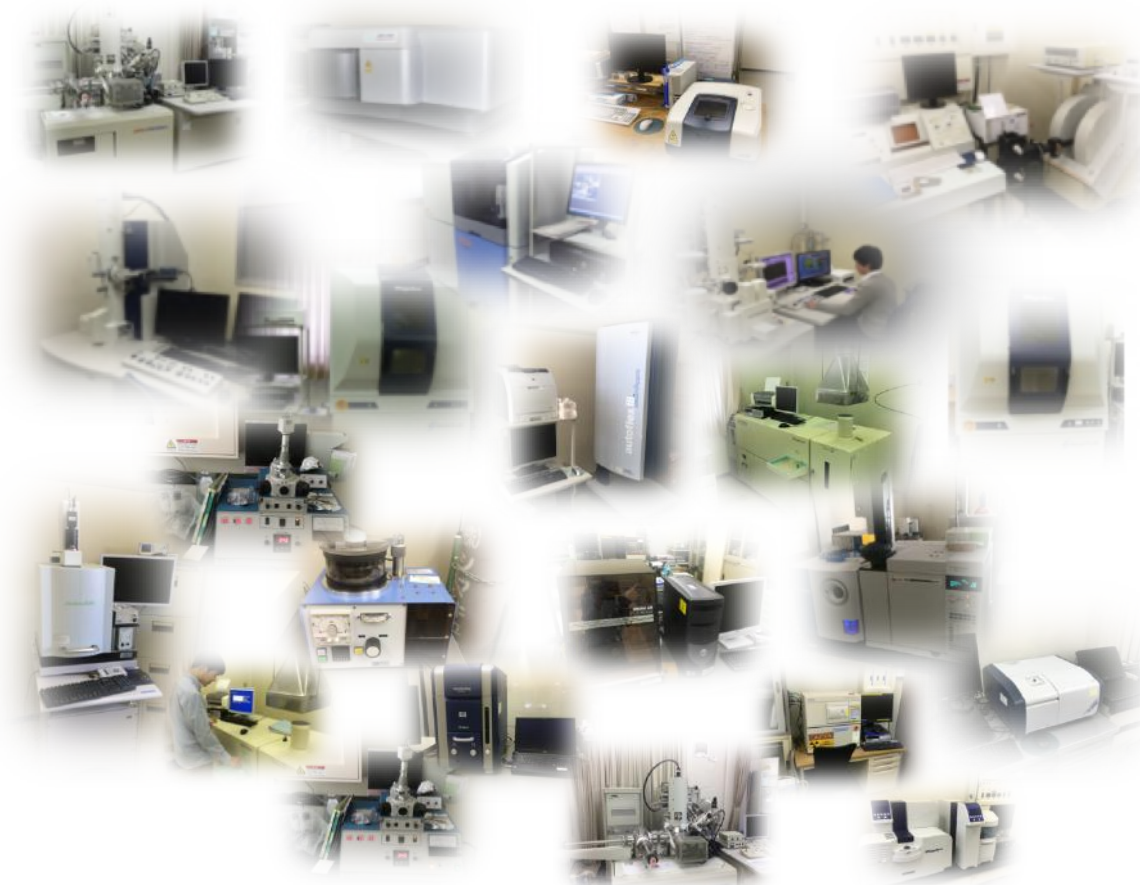


機械創造工学専攻 2年  
ナノ・原子レベル解析研究室 (本間(智) 研究室)  
武藤 吉政 (長岡高専出身)

私は航空機エンジン用の耐熱超合金をはじめとして、さまざまな金属サンプルについて組織の観察および解析を行っています。これらを達成していくうえで、XRD、FE-EMそしてFE-SEMに付随するEBSDを使いこなしてデータを取得し、適切に解析をする必要があります。そしてこれらは分析センターですべて行うことができます。観察を進めるにあたって、センター担当の齊藤信雄先生はじめセンースタッフの皆さんは、装置の使い方や使用上の注意を丁寧に教えてくださることはもちろん、よりよいデータを得る



ための試料の仕上げ方や、時にはマニアックな装置の使い方など、私たちの「観察したい」という要望を最適な方法で実現するためのアドバイスをくださり、その方法を一緒に考えてくださいます。また、分析計測センターの強みは観察のための施設と技術サポートだけではありません。観察するための試料を「つくる」プロセスのための設備、例えば1100°Cを超える高温の熱処理が可能な電気炉や、TEM試料を作製するためのFIBなども完備されています。特にFIBに関しては試料加工を委託したり、加工テクニックを教えていただいたり、いつも丁寧に対応してくださるのが大変心強いです。「機械」のバックグラウンドを持つ私たちにとって「化学」のバックグラウンドをもつセンタースタッフの皆さんからのアドバイスやご指摘はとても新鮮で、いつもたくさん勉強させていただいています。日々装置をベストな状態にメンテナンスしてくださり、また私たち機械系の学生にも貴重な装置を操作する機会を与えてくださる分析計測センタースタッフの皆さんへ、心から御礼を申し上げます。



電気電子情報工学課程 4年  
プラズマ化学研究室（菊池研究室）  
高岡 優衣(北九州高専出身)

私は電気電子情報工学課程に所属しており、核融合装置で発生する壁材料のスパッタリングについて研究しています。現在は、タングステンにガリウムイオンを照射した際にどれだけ損傷を受けているのかを評価するために、分析計測センターのFIB装置や表面粗さ計(Dektak)を使用しています。今年の3月からセンターを使用させてもらうことになったのですが、初めてセンターを訪れたときは高価な測定装置の多さやセキュリティの厳重さ(部屋を出入りするときにカードキーが必要だった)に驚きました。

また、FIB装置の説明を受けているときに少し修理するだけで数十万かかるという話を聞いて、身が引き締まったことを覚えています。実際にFIB装置を使用しているとわからない点が出てくるのですが、その都度センターのスタッフの方が丁寧にに対応してくれるので、安心してFIB装置を使用することができます。今はまだ、同じ研究室の先輩と一緒にFIB装置を使用しているのですが、一人でもFIB装置を使えるようになることが今の私の目標です。私のデータのほとんどはFIB装置とDektakによって得られたデータなので、貴重な測定装置実験を学生が使える場を提供して下さった分析計測センターの方々に感謝いたします。



新潟工業高等学校（機械科）教諭  
井上 貴博(H29物質材料工学専攻修了)

平成29年度に物質材料工学専攻(齊藤信雄研究室)を修了し、現在は新潟県内の工業高校の教員として勤務している井上貴博と申します。高校の授業では、内容の定着を図るために内容に沿った身近な例を挙げるが多々あります。ある授業中に合金の単元を扱った際、日本円硬貨の話をしたところ、生徒が興味を示したということがありました。しかし、もしここでXRFによる元素の定性分析の話に発展していたら大半の生徒の頭は下がっていたかもしれません。私は在学中、分析計測センターの光エネルギー変換研究室に所属し、研究生生活のほとんどを分析計測センターで過ごしました。それ故、まだまだ未熟ではありますが、分析装置に関する話をしたい時があります。今は生徒の反応を見ながら探り探り分析装置の話をしようと目論んでいます。

さて、私は在学中に光触媒の研究を行っていました。私は研究の中で、分析計測センターに設置されている電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)を用いた材料の形態観察を行っていました。FE-SEMは通常のSEMよりも高分解能であり、より高倍率で観察することができるため、今まで観察できずに埋もれていた情報を得ることができます。私が扱っていた材料はナノ粒子であったため、FE-SEMでの観察により今まで明確にされなかった粒子の表面状態も観察することができました。また、付属のEDSやEBSDを用いることで微小領域の元素マッピングや結晶の方向など、材料を研究する上で重要な情報を得ることもできます。私は修了するまでにFE-SEMの機能の半分も使いこなせませんでした。最大限に利用できれば研究も飛躍的に進められる可能性を秘めています。

この他にも、分析計測センターには幅広い分野で活躍できる装置が設置されています。もし、研究で先に進めないことがあったら、分析計測センターのスタッフもしくはインストラクター学生に相談してみてください。センターから遠い研究室も、研究の近道になるかもしれません。思っている以上にセンターでできることは多いと思います。結びになりますが、長岡技術科学大学および分析計測センター、技術科学の更なる発展を心よりお祈り申し上げます。





～H-XRDを用いた研究～

## 「TiO<sub>2</sub>光触媒活性への格子歪の影響」

分析計測センターには、X線回折装置（XRD）が2台あります。一つは、一般的な粉末XRDであり、もう一つは、薄膜XRDです。当センターでは、薄膜XRDをH-XRDと区別して呼んでいます。では、H-XRDは、粉末用XRDとは何が違うのでしょうか。多結晶薄膜の場合、膜厚が薄いと、一般的なアウトオブプレーン法と呼ばれる $2\theta/\theta$ スキャンでは薄膜からのX線回折強度が小さく、結晶相の同定や結晶性の評価が困難な場合があります。H-XRDでは、X線の入射角を0.5度以下に固定し、 $2\theta$ のみを走査する手法（薄膜法または斜入射法と呼ばれる）により、厚みが10 nm程度の薄膜でも、回折パターンを明瞭に得ることが可能です。また、エピタキシャル膜の場合、面直と面内方向の結晶の情報を得ることが重要ですが、 $2\theta/\theta$ スキャンだけでは面直方向の結晶情報しか得られません。H-XRDでは、インプレーン測定法と呼ばれる $2\theta \times / \phi$ スキャンすることで、面内方向の結晶情報を得ることが可能です。この他にも、面内と面直方向の結晶情報を同時に取得可能な逆格子マップ測定や結晶の配向の程度を評価できる極点測定等ができます。今回は、H-XRDを用いたインプレーン測定により、格子定数の異なる単結晶基板上にエピタキシャル成長させたTiO<sub>2</sub>膜の面内方向の格子定数を評価し、面内方向に変形した格子歪が光触媒活性に与える影響について調べた研究について紹介します。



図1に、TiO<sub>2</sub>格子歪が光触媒活性に与える影響を調べるために、単結晶TiO<sub>2</sub>(001)基板上に成膜した2つのエピタキシャルTiO<sub>2</sub>膜の構造を示します。薄膜は中間層と上部層の2層構造になっています。一方に、格子歪を導入するために、中間層のTiO<sub>2</sub>に、Tiより有効イオン半径が大きいSnをドーピングすることで結晶格子を拡張させました。Snをドーピングすることで格子は歪みますが、光触媒活性にドーピングしたSnが影響してしまうため、この格子が拡張した中間層の上部にノンドープのTiO<sub>2</sub>をエピタキシャル成長させ、ノンドープの状態では面内方向に格子を拡張させたTiO<sub>2</sub>膜を作製しました。図2に、インプレーン法により測定した試料表面に対して直行する（面内）格子面（110）のXRDパターンを示します。 $\omega$ はX線の入射角度であり、入射角が小さくなるにつれて、薄膜表面の結晶情報がより明確に知ることができます。まず、中間層にSnをドーピングしていない場合、中間層と上部層の110回折ピークは、単結晶TiO<sub>2</sub>(001)基板と同じ $2\theta \times$ の位置にあります。これは、中間層と上部層のTiO<sub>2</sub>は、単結晶基板上に、格子が歪むことなくエピタキシャル成長していることを示します。中間層にSnをドーピングしていないため、当然の結果です。一方、中間層のSnドーピングTiO<sub>2</sub>では、110回折ピークは、低角度側に大きくシフトしていることがわかります。これは、有効イオン半径の大きいSnがTiと置換したため、格子が拡張したことを示しています。そして、その上部に積層したTiO<sub>2</sub>においても、その110回折ピークは、SnドーピングTiO<sub>2</sub>と比べると、高角度側ですが、単結晶基板と比べると低角度側にシフトしていることがわかります。これは、

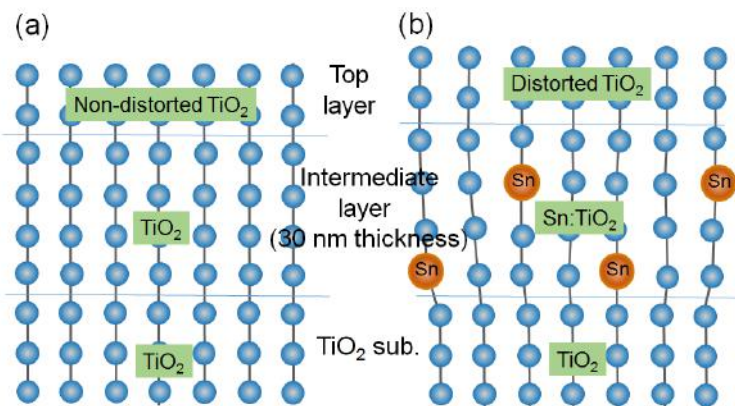


図1 作製した2種類のTiO<sub>2</sub>膜の構造 (a) 格子歪なし(b) 格子歪あり

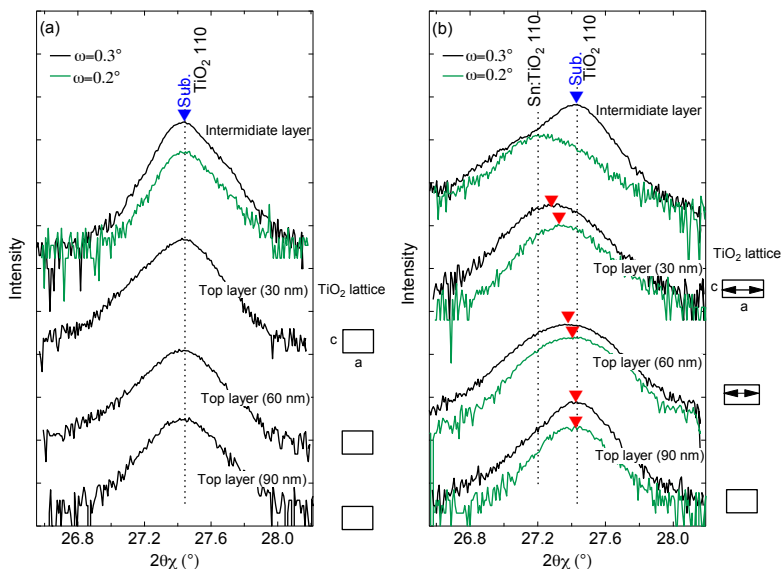


図2 TiO<sub>2</sub>膜のインプレーンXRDパターン (a) 格子歪なし(b) 格子歪あり

上部のTiO<sub>2</sub>層が格子定数の大きいSnドーブTiO<sub>2</sub>上にエピタキシャル成長することにより、面内方向に格子が引き伸ばされた結果です。X線の入射角度が0.3°と0.2°の場合を比べた場合、0.2°の方が110の回折ピークは高角度側にシフトしています。入射角が小さい程、薄膜表面近傍の結晶に由来する回折ピークであるため、中間層との界面から薄膜表面に向けて格子歪が緩和していることを示します。そして、上部TiO<sub>2</sub>の膜厚を厚くすると、さらに高角度側にシフトし、膜厚90 nmでは、基板からの回折ピークと一致しました。つまり、膜厚90 nmでは、表面近傍では格子歪は完全に緩和していることを示します。

以上を簡単にまとめると、中間層にSnドーブTiO<sub>2</sub>を用いた場合、その上部のTiO<sub>2</sub>は、中間層との界面近傍では、面内方向に大きく引っ張られ、膜厚が厚くなるにつれて、表面では格子歪が緩和し、膜厚90 nmの方面では、格子歪は完全に緩和されていることがわかりました。このように、インプレーン測定により、試料表面に直行する格子面を測定することによって、膜厚方向に格子歪がどの程度導入しているのかを調べることができます。もちろん、通常のアウトオブプレーン法による試料表面に平行な格子面を測定することで、面直方向の格子歪を測定することは可能ですが、インプレーン法とは異なり、X線の入射角は大きいため、薄膜の平均的な格子歪は測定できますが、膜厚方向の格子歪の分布は測定できません。

最後に、作製した2種類の光触媒活性を調べた結果を図3に示します。光触媒活性は、紫外光照射による、試料表面に滴下したメチレンブルーの酸化脱色率で評価しました。格子歪が導入されていないTiO<sub>2</sub>と比べると、格子歪が導入されているTiO<sub>2</sub>は光触媒活性が高いことがわかりました。さらに、驚くべきことに、膜厚90 nmでは、最表面では格子歪が完全に緩和しているにも関わらず、光触媒活性は依然として高いことがわかります。これは、最表面は格子歪が緩和していますが、内部には格子歪が導入されていて、内部の格子歪も光触媒活性に寄与していること示しています。

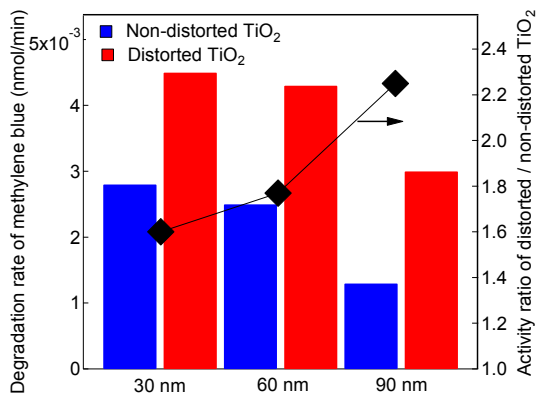


図3 TiO<sub>2</sub>膜の光触媒活性

以上のように、インプレーン測定法により、エピタキシャル膜の膜厚方向への格子歪の程度を評価でき、格子歪が光触媒活性に大きく寄与することが明らかになりました。H-XRDでは、X線の入射角度を制御できるため、試料全体の平均的な結晶情報ではなく、試料表面近傍の結晶情報を得ることができ、研究の幅も広がります。では、なぜ、格子歪によって、光触媒活性が向上するのでしょうか。詳しくは、Catalysis letter, 147, 292, 2017に書いていますので、ご興味を持たれた方は読んでみて下さい。



拡大スタッフ  
ミーティングメンバー



- 機器担当 -  
助教  
(物質材料工学専攻)

スタッフ  
ミーティングメンバー

- 機器担当 -  
技術職員  
(技術支援センター)



研究・地域連携課  
研究支援係

センター長  
(物質材料工学専攻 専攻長)

- 機器管理・機器担当 -  
准教授 (物質材料工学)  
助教 (物質材料工学専攻)  
技術職員 (技術支援センター)  
技術補佐員



学生  
アシスタント

- アドバイザー -  
教授 (基盤共通教育部)  
准教授 (物質材料工学)  
准教授 (電気電子情報工学専攻)  
准教授 (機械創造工学専攻)



**表面観察**

走査型電子顕微鏡 (SEM, EPMA)  
電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM)  
透過型電子顕微鏡 (TEM)



**結晶構造解析**

X線回折装置 (XRD)  
高出力X線回折装置 (H-XRD)  
電子後方散乱回折分析装置 (EBSD)  
\*FE-SEMに付属



**化学構造解析**

X線光電子分光装置 (XPS)  
フーリエ変換赤外分光装置 (FT-IR)  
レーザーラマン分光装置 (LR)  
電子スピン共鳴装置 (ESR)

**その他**

マイクロ天秤  
触針式表面形状測定装置  
クリーンルーム

**測定試料の加工・前処理  
から高度な分析を支援  
できる機器・設備を設置**

スタッフ

**試料加工・測定前処理**

収束イオンビーム加工装置 (FIB)  
電子銃蒸着装置 (EB)  
ダイシングソー  
白金、金、カーボンコーター  
各種秀田電気炉



**元素分析**

エネルギー分散型X線分析装置 (EDS) \*FE-FEM, TEMに付属  
波長分散型X線分析装置 (WDS) \*SEMに付属  
蛍光X線分析装置 (XRF)  
電界放出形オージェ電子分光装置 (FE-AES)  
グロー放電発光分光装置 (GDS)  
誘導結合プラズマ発光分光装置 (ICP)



分析計測センターに設置されている機器および設備の一覧



# センター業績

\*ご連絡をいただいた業績を掲載しており、業績の一部のみになります。

## (修士論文・博士論文)

	題目	件数
1	修士論文	10件
2	博士論文	2件

## (学会発表)

	国内	国外
1	26	17

## (投稿論文)

	題目	著者	雑誌名	利用機器
1	Preparation of B1-(Cr,Ga)N thin films by pulsed laser deposition	Y. Mizuno, T. Nakayama, H. Suematsu, and T. Suzuki	Jap. J. Appl. Phys.	H-XRD, FE-TEM, ナノインデント
2	無電解ニッケル-ダイヤモンド複合めっきにおける粒子共析におよぼすめっき浴の流れの影響	松本 莞爾, 程内 和範, 松原 浩	表面技術	GDS
3	ナノ粒子の複合めっき～考え方とその実際～	松原 浩	砥粒加工学会誌	GDS, TEM
4	Polarization properties of nonpolar ZnO films grown on R-sapphire substrates using high-temperature H <sub>2</sub> O generated by a catalytic reaction	A. Kato, S. Ono, M. Ikeda, R. Tajima, Y. Adachi, K. Yasui,	Thin Solid Films	XRD
5	Influence of ambient and cryogenic temperature on friction stir processing of severely deformed aluminum with SiC nanoparticles	M. Sarkari Khorrani, M. Kazeminezhad, Y. Miyashita, N. Saito, A.H. Kokabi	Journal of Alloys and Compounds	FESEM/EBSD
6	Significance of Hydroxyl Radical in Photoinduced Oxygen Evolution in Water on Monoclinic Bismuth Vanadate	Yukihiro Nakabayashi, Masami Nishikawa, Nobuo Saito, Chiaki Terashima, and Akira Fujishima	J. Phys. Chem. C	FESEM
7	X-ray diffraction and X-ray photoelectron spectroscopy characterization of sulfurized tin thin films deposited by thermal evaporation	Hiroto Oomae, Takahito Eguchi, Kunihiko Tanaka, Misao Yamane, Naofumi Ohtsu	Thin Solid Films	Raman
8	Preparation of transparent CuI-CuBr alloy thin films by solution processing	Taiga Harada, Shoko Tao, Toshiki Imamura, Katsuhiko Moriya, Nobuo Saito, and Kunihiko Tanaka	Japanese Journal of Applied Physics	HXRD
9	Excitonic and band-to-band transitions in temperature-dependent optical absorption spectra of Cu <sub>2</sub> SnS <sub>3</sub> thin films	Naoya Aihara, Hideaki Araki, Kunihiko Tanaka	Physica Status Solidi B	Raman, EPMA
10	Photoluminescence characterization of Cu <sub>2</sub> GeS <sub>3</sub> bulk crystals	Naoya Aihara, Yusuke Mastumoto, Kunihiko Tanaka	Physica Status Solidi B	Raman, EPMA
11	Experiment and measurement with high-energy helium irradiation to tungsten using tandem accelerator for divertor in magnetic confinement fusion system	Yuki Uchida, Seiki Saito, Nobuo Saito, Tsuneo Suzuki, Kazumasa Takahashi, Toru Sasaki, Takashi Kikuchi, Nob. Harada	Energy Procedia	FIB, TEM



## 講習会・講演会・セミナー情報

### 1. 電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM) ・卓上走査電子顕微鏡 (D-SEM) 講習会

日時：平成30年10月10日 (水) 10:00 - 16:00頃

場所：分析計測センター機器講習室(1F,120室)

講師：日立ハイテクフィールドイング 技術者

内容：午前：講義「電子顕微鏡観察のための試料調製ー低倍率観察から高倍率までー」

午後：デモンストレーション

定員：30名程度

申込方法：aic @ analysis.nagaokaut.ac.jp にメールでお申し込みください (締切10/5)

本件担当：物材 (分析計測センター) 齊藤 (信), 技術支援センター 大塩, 高橋 (美)



### 2. レーザーラマン分光装置 (LR) 講習会

日時：平成30年10月17日 (水) 10:00 - 16:00頃

場所：分析計測センター機器講習室(1F, 120室)

講師：本学准教授 田中 久仁彦先生, 日本分光 技術者

内容：午前：講義・初心者向け機器講習会「ラマン分光法の基礎」田中 久仁彦先生

午後：講義「ラマン分光分析で分かること  
実習「モデルサンプルを用いた装置実習」

定員：30名程度

申込方法：aic @ analysis.nagaokaut.ac.jp にメールでお申し込みください (締切10/12)

本件担当：技術支援センター 宮, 物材 (分析計測センター) 齊藤 (信), 電気 田中



### 3. ローターフレックス型強力X線回折装置 (H-XRD) 講習会

日時：平成30年11月13日 (火) 午後から2時間程度, 14日 (水) 9:00 - 17:00頃

場所：分析計測センター機器講習室(1F, 120室)

講師：リガク 技術者

内容：13日 (火)：座学 (応用測定)

14日 (水)：応用講習

定員：10名程度 (教職員およびインストラクター学生限定, 各研究室原則1名)

\*新規利用希望の場合はセンタースタッフが講習します。

申込方法：aic @ analysis.nagaokaut.ac.jp にメールでお申し込みください (締切11/2)

本件担当：技術支援センター 豊田, 物材 (分析計測センター) 齊藤 (信), 西川



## センターからのお願い

当センターの機器を用いて得られた成果を投稿論文などで公表する場合はコピーを当センター事務室までご提出いただけますようお願いいたします。

Acknowledgement (謝辞) の例文

— 機器・設備利用の場合 —

The XRD measurement and TEM observation were performed  
at the Nagaoka University of Technology Analysis and Instrumentation Center.  
We thank Nagaoka University of Technology Analysis and Instrumentation Center  
for use of facilities and equipment.

— 技術支援や依頼分析の場合 —

We thank members of the Nagaoka University of Technology Analysis and  
Instrumentation Center for technical assistance.



国立大学法人 長岡技術科学大学 分析計測センター 報告書

共同利用施設  
分析計測センター  
Analysis and Instrumentation Center



\*分析計測センターから撮影した朝日

分析計測センター  
長岡技術科学大学

長岡技術科学大学 分析計測センター  
〒940-2188 新潟県長岡市上富岡町1603-1  
電話 0258-47-9835, FAX 0258-47-9830  
E-mail : [aic@analysis.nagaokaut.ac.jp](mailto:aic@analysis.nagaokaut.ac.jp)

<http://mst.nagaokaut.ac.jp/aic>