



TEM 試料軟X線計測導入装置のテスト実験（重点M3）

渡辺義夫¹，野本豊和¹，上野智永²，武藤俊介²，田淵雅夫²

1 あいちシンクロトロン光センター，2 名古屋大学

キーワード：透過電子顕微鏡，TEM，真空搬送，吸収分光法，XAS

1. 背景と研究目的

愛知県助成事業「革新的モノづくり技術開発プロジェクト」のうち、「地域先端計測基盤とAIの統合による機能材料探索の新展開」という研究テーマの下、同一試料・同一場所のマルチスケール・マルチプローブ計測を提供することを目的として装置開発を進めている。具体的には、透過電子顕微鏡（TEM）試料を大気曝露なく、しかも真空排気機能を装備した真空搬送システムを開発するとともに、TEM 試料軟X線計測導入装置の開発を進めており、今回は、はじめての軟X線計測のためのテスト実験を行った。

2. 実験内容

今回試作・開発した TEM 試料軟X線計測導入装置をビームライン BL1N2 のエンドステーションの下流に接続した写真を Fig.1 に示す。TEM ホルダは装置の上部から挿入する方法を取っている。試料位置は3軸直交の移動機構およびシンクロトロン光の入射角度を変化させるための回転機構を設けて実現している。テスト実験用の試料は、本研究テーマの材料開発チームからのサンプル提供を受けて軽量断熱材を選び、TEM グリッドと被膜付グリッドで試料を挟むことで固定して日本電子(株)製の TEM ホルダに取り付けてある。本実験では、蛍光X線検出器による部分蛍光収量法（PFY）と試料電流による全電子収量法（TEY）の2つの吸収分光（XAS）測定を同時に測定した。実験は全て室温条件で実施した。

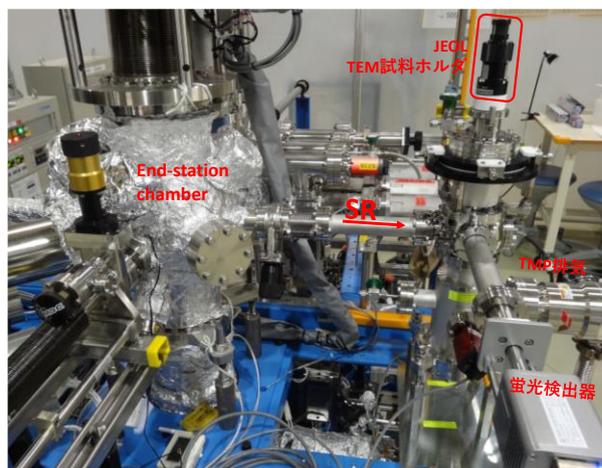


Fig.1 TEM 試料軟X線計測導入装置

3. 結果および考察

XAS 測定結果のうち、その一例としてO K 吸収端近傍の結果を Fig.2 に示す。Fig.2 から PFY および TEY とともに同じ傾向のプロファイルが得られている。しかしながら、両手法ともに信号強度のバラツキが大きい。特に、TEY では試料電流の取り出しには、ハンドメイドで TEM ホルダの金属棒から電流を取り出していること、その信号導入にはシールドケーブルを用いていないことなど、試料周りの準備不足でテスト実験に臨んだことが主な原因であったと考えている。今後、これらの問題を解決することで、より精度の高い XAS 測定が可能になると期待している。

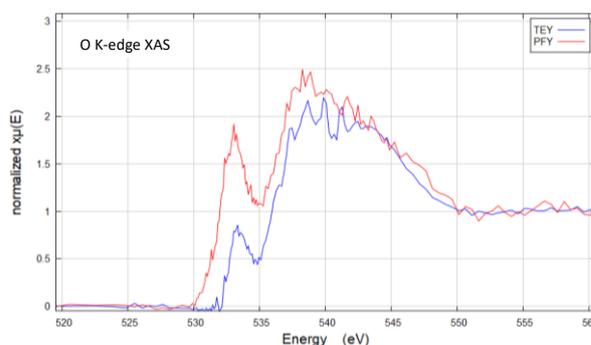


Fig.2 O K-edge の XAS プロファイル結果