



TEM 試料軟X線計測導入装置のテスト実験 2（重点 M3）

渡辺義夫¹，柴田佳孝¹，陰地宏^{1,2}，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るとともに、シンクロトロン光を用いた軟X線吸収分光（XAS）計測のテスト実験を進めている。

2. 実験内容

前回のテスト実験では、C・N・O・F・Na・Mg・Al など軽元素の K 吸収端測定が可能な BL1N2 エンドステーションの下流に TEM 試料軟X線計測導入装置を設置して、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[1]。

今回のテスト実験では、BL6N1 の下流に設置されている測定用 He chamber の更に下流に軟X線透過窓を介して、TEM 試料軟X線計測導入装置を設置した（Fig.1）。実験では、薄片化した酸化物系固体電解質 LATP を試料にして、Ti（チタン）と P（リン）の K 吸収端測定を行うことを目的として、前回の実験と同様、PFY と TEY の2つの吸収分光（XAS）測定の同時測定であり、全て室温条件で実施した。

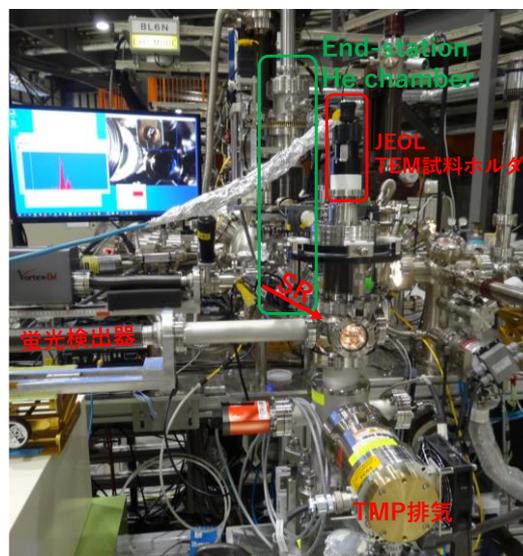


Fig.1 TEM 試料軟X線計測導入装置

3. 結果および考察

測定結果の一例として、P（リン）K 吸収端近傍の XAS プロファイルを図.2 に示す。PFY では S/N 比の良い測定データが得られているものの、TEY との比較から自己吸収が疑われる結果である。一方、TEY では信号強度のバラツキが大きい。前回の BL1N2 での実験と同様、TEY では試料電流の取り出しを自作していることによるシールドの不十分さが主な原因であると推測している[1]。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。

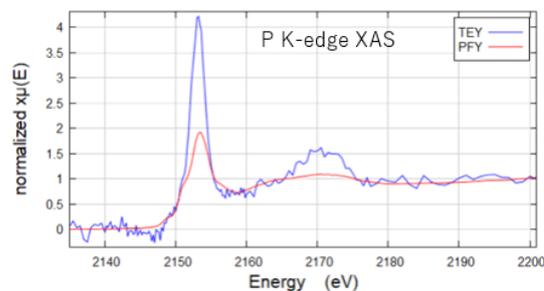


Fig.2 P K-edge の XAS プロファイル結果

4. 参考文献

[1] あいちシンクロトロン光センター 2020 年度 公共等利用成果報告書 実験番号 202006042.