

# 2ビーム利用で広がる マイクロビームX線分光分析

## X線顕微分光分析UG

- 阿部 善也(東京電機大学 工学研究科 物質工学専攻)
- 高橋 嘉夫(東京大学 大学院理学系研究科 地球惑星科学専攻)

# X線顕微分光分析ユーザーグループ

---

(旧：マイクロビームX線分析応用グループ)

マイクロビームX線による蛍光X線分析、X線回折、XAFS法などを様々な分野に応用

- ・ 環境・動植物
- ・ 地球科学
- ・ 科学捜査
- ・ 臨床医学
- ・ 美術考古学
- ・ 機能性デバイス etc..

## ●主要ビームライン

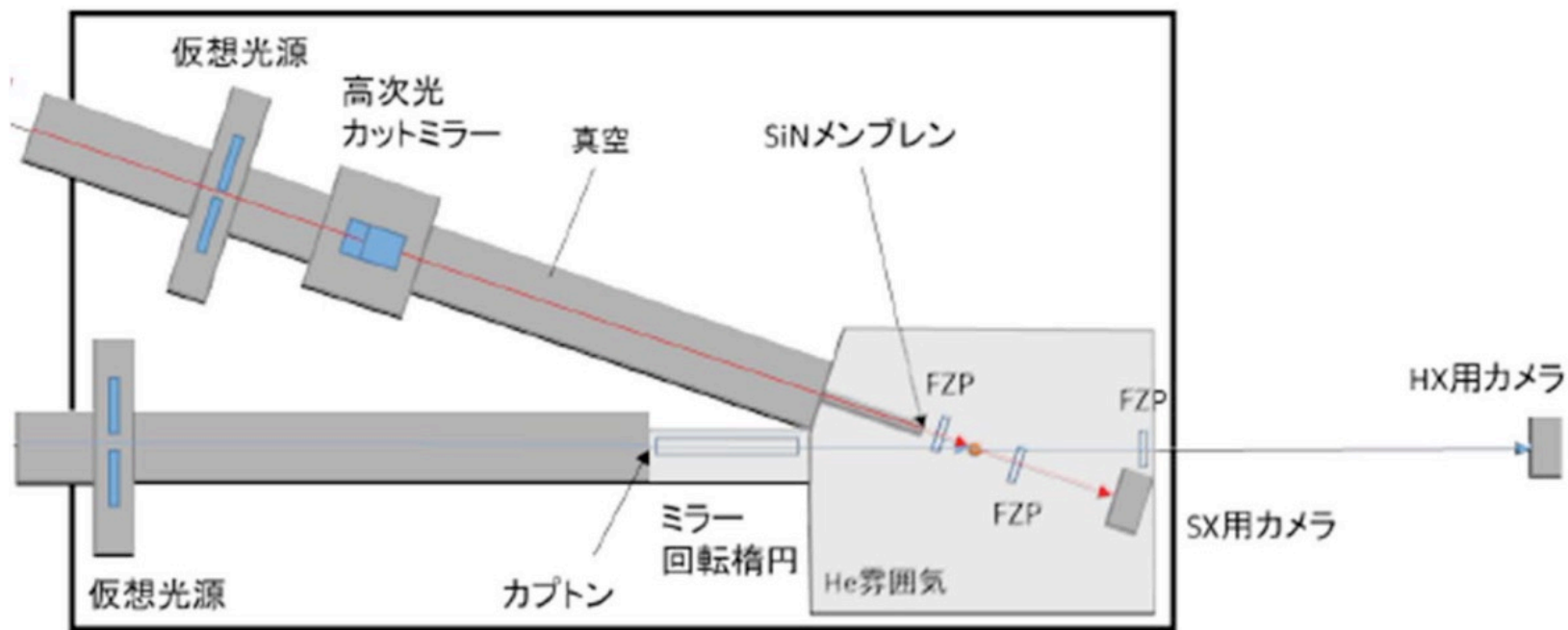
BL-4A, BL-13A, BL-15A

代表：宇尾 基弘（東京医科歯科大学）

## 2ビーム利用技術の開発と応用

**SX (30 nm):  
50-1800 eV**

**HX (30  $\mu\text{m}$ ):  
4-15 keV  
(30 keV)**



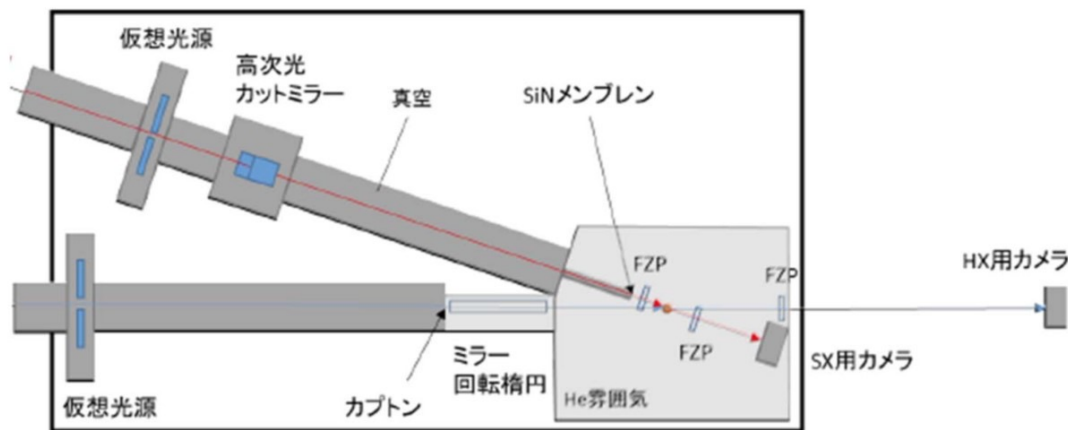
## 2ビーム利用技術の開発と応用

< SXとHXのX線顕微鏡  
の特徴の違いを  
利用して同時分析 >

↓  
HXで大まかにみて、  
SXで詳細・軽元素みる

SX (30 nm):  
50-1800 eV

HX (30  $\mu$ m):  
4-15 keV  
(30 keV)



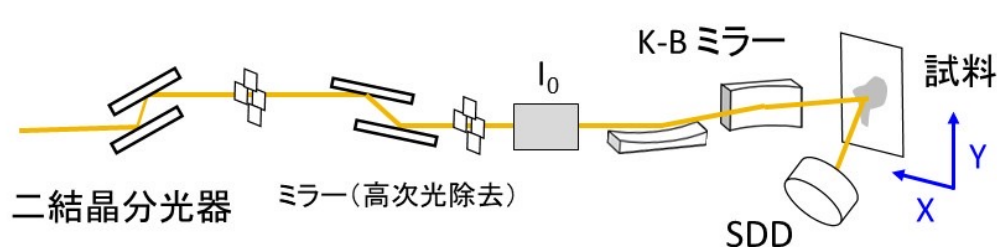
### SXを使った顕微鏡 (STXM-XANES)

- SXをFZPで集光  $\Rightarrow$  30 nmの空間分解能
- 炭素などの軽元素の官能基マッピング
- 透過法 (電子収量法、蛍光法)



### HXを使った顕微鏡 ( $\mu$ -XRF-XAFS)

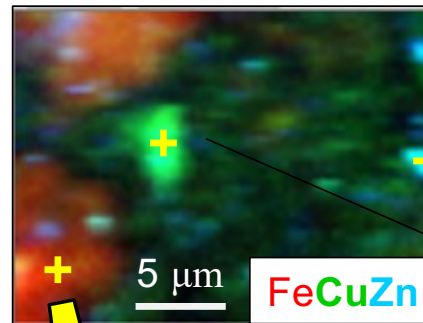
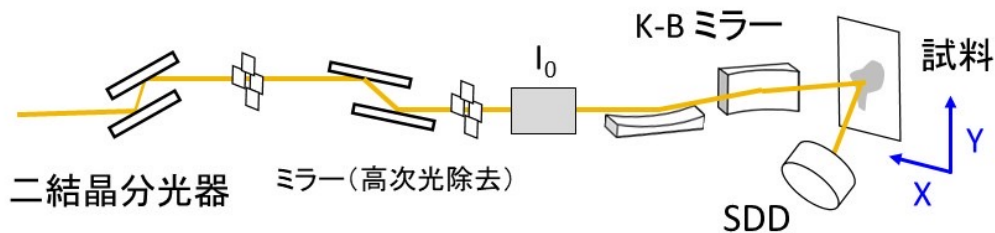
- HXをK-Bミラーで集光  $\Rightarrow$  100 nm以上の空間分解能
- 鉄や微量元素のマッピング + 化学種分析
- 蛍光法 (薄膜試料の場合)



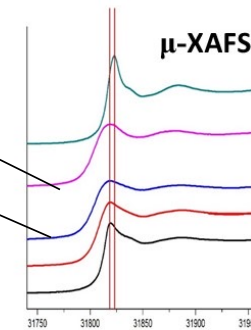
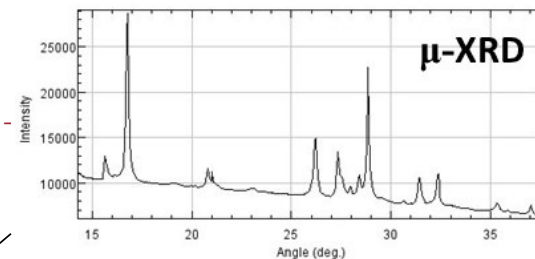
# HXで広めに微量まで、SXで詳細を炭素まで

## HXを使った顕微鏡 (μ-XRF-XAFS)

- HXをK-Bミラーで集光 ⇒ 100 nm以上の空間分解能
- 鉄や微量元素のマッピング + 化学種分析
- 蛍光法 (薄膜試料の場合)



ココはもっと詳しく？  
炭素は関与？



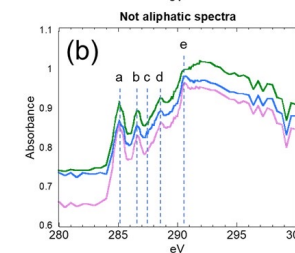
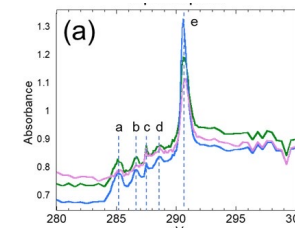
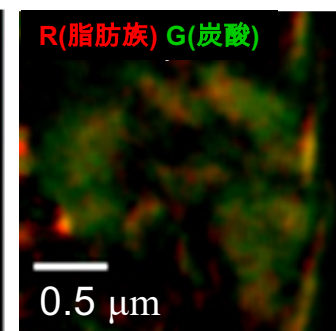
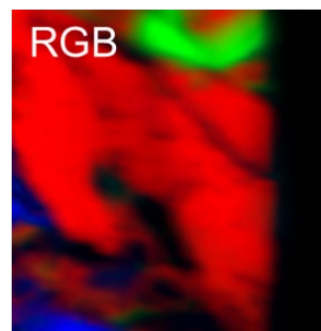
## SXを使った顕微鏡 (STXM-XANES)

- SXをFZPで集光 ⇒ 30 nmの空間分解能
- 炭素などの軽元素の官能基マッピング
- 透過法 (電子収量法、蛍光法)



Fe(III)/Fe(II) map

炭素官能基map

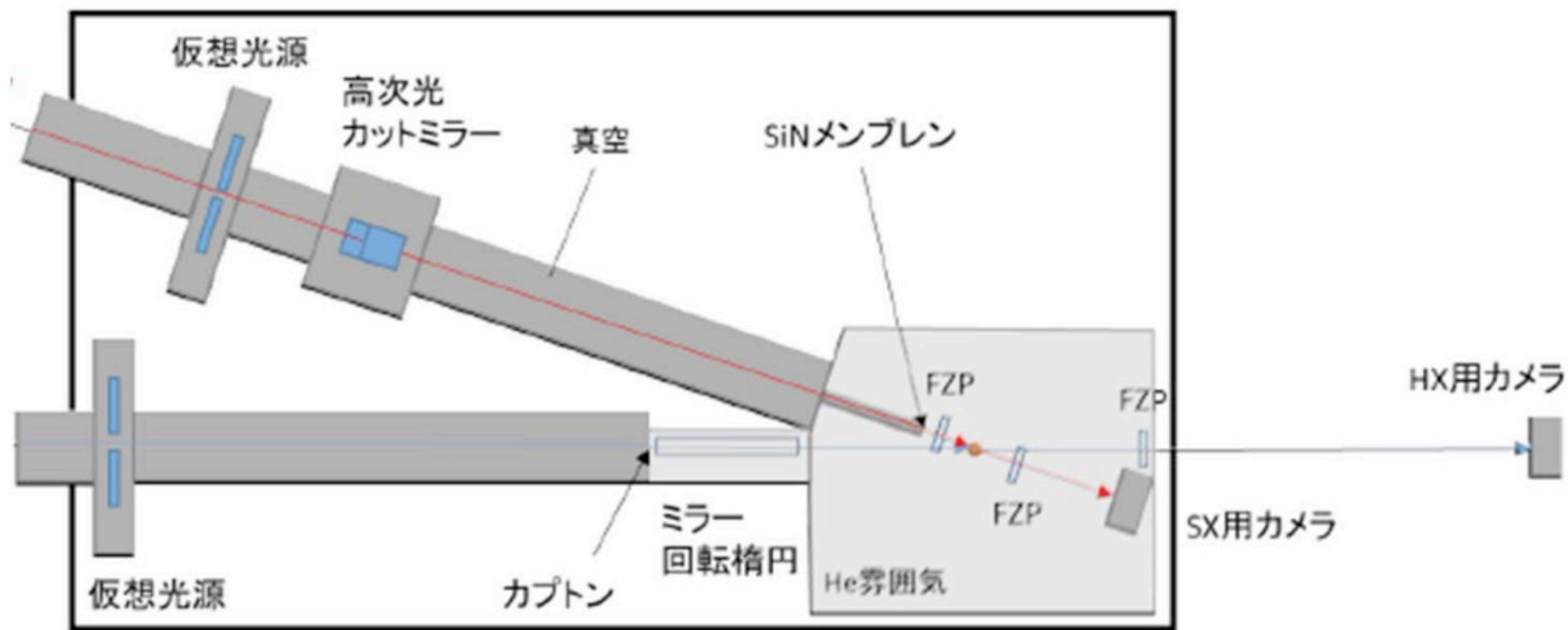


\* 問題点: 試料調製(150 nm薄膜) → XRF感度十分か？

## 2ビーム利用技術の開発と応用

**SX (30 nm):  
50-1800 eV**

**HX (30  $\mu\text{m}$ ):  
4-15 keV  
(30 keV)**



現状の計画ではSX + HXだが、  
将来的な応用を視野にここではHX + HXについて事例を紹介

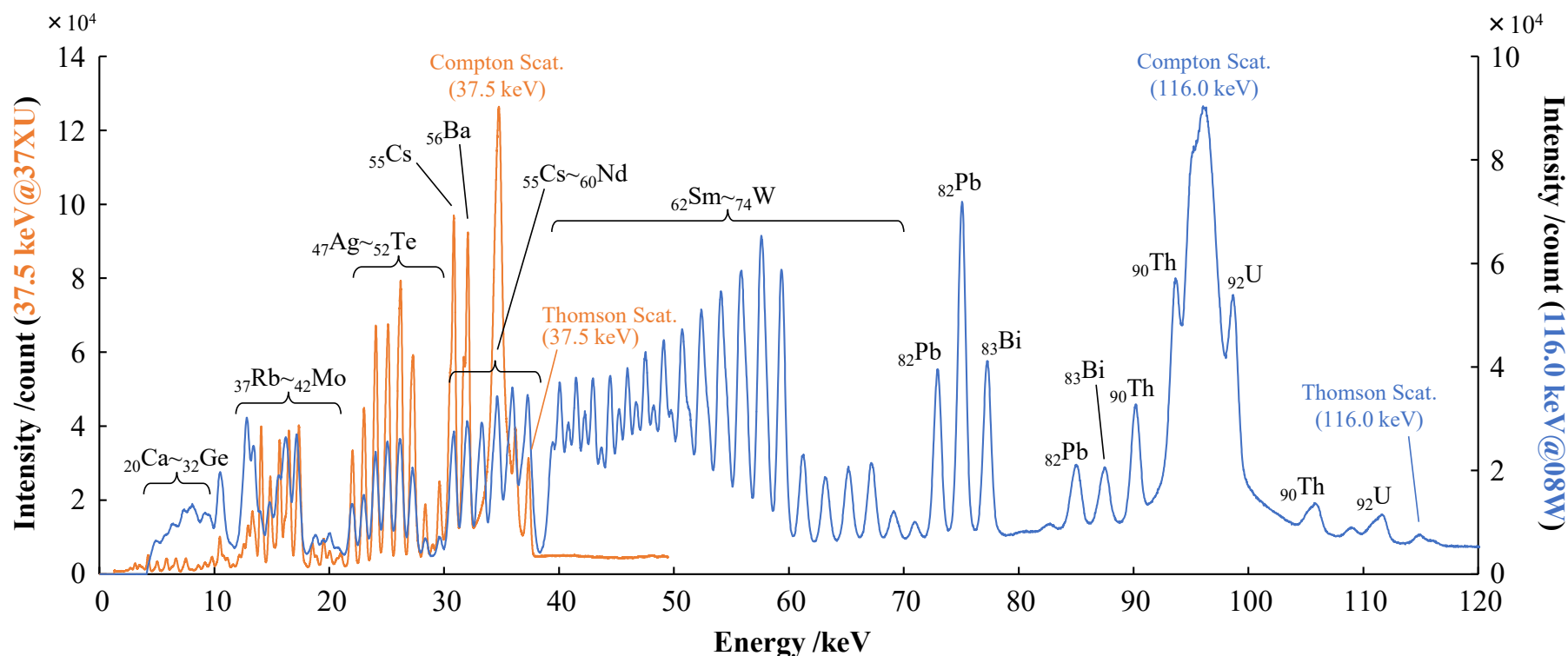
# 単色X線励起による高感度ED-XRF

## 単色X線励起によるED-XRF

長所：優れたS/B比，元素選択性

短所：照射Eを超える吸収端は励起できない，吸収端から離れるほど感度低下

⇒ 2種類以上の単色X線を相補利用することで，幅広い元素に対して高感度な分析が可能に

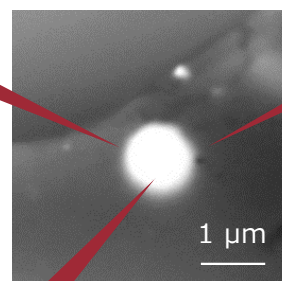
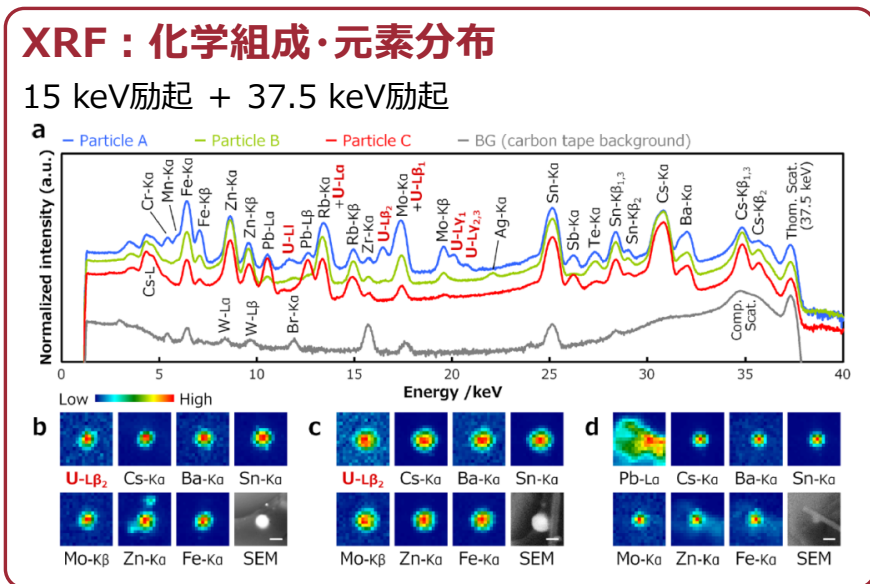


様々な元素を500 ppmずつ含むガラス製認証物質 (SRM610) のED-XRFスペクトル

# 励起エネルギーが異なるX線分析の複合利用

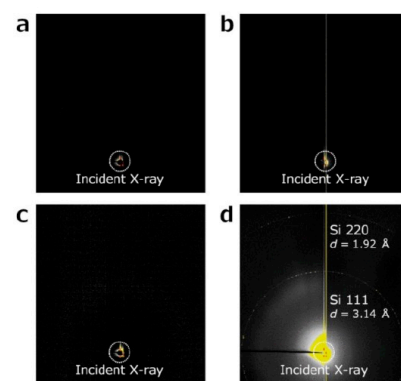
励起に用いるエネルギーが異なる複数のX線分析を複合的・相補的に利用可能

例：福島第一原発事故により大気中に放出された放射性エアロゾル<sup>1)</sup>



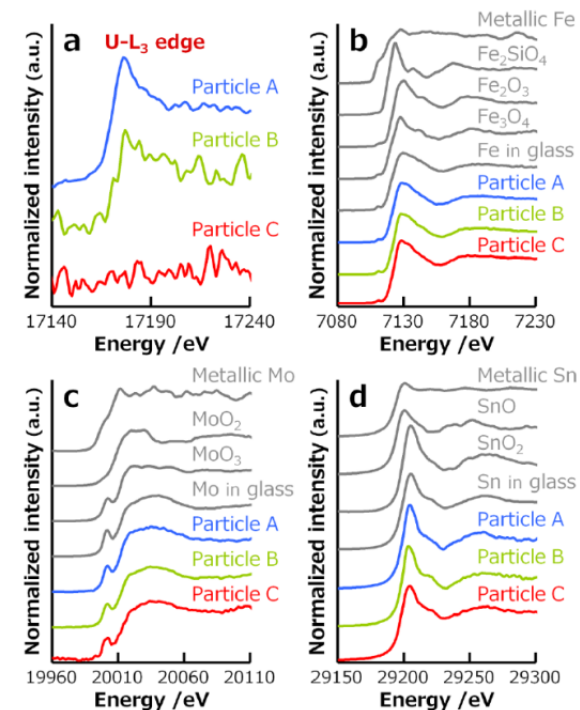
## XRPD : 結晶構造

15 keV励起



## XANES : 化学状態

Fe-K (7.1 keV) ~ Sn-K (29.2 keV)



※ 1試料の分析を行うために  
6時間×ビームタイム2回分を要した

1) Y. Abe *et al.*: *Anal. Chem.* **86**, 8521 (2014).



## 「2回のビームタイムの実験」とどのように区別できるか

---

- **比較的短い時間スケールで変化を生じる試料** ⇒ 同一のサンプルに対して複数の実験  
(例) ・ 電池の充放電に伴う物理・化学的な変化の追跡
  - ・ 生体試料内での元素の輸送・蓄積機構
  - ・ 放射壊変等による元素の損失が想定される試料
- **時間的な制約がある分析試料** ⇒ 1回のビームタイムで多角的な実験を行えることは重要  
(例) ・ 「リュウグウ」試料の初期分析など希少性の高いサンプル
  - ・ 文化財や絵画：運搬や施設外に置くこと自体が大きなリスク

**計画で示されているスペックにとらわれず  
「実際に使う側＝ユーザー」から自由な意見を集約していきたい**