

BL37XU 分光分析

1. 概要

BL37XUでは、走査型顕微分光分析を主体として全視野型分光イメージングや、蛍光分光法・深さ分解計測法などの高輝度X線分光法により、物質の形態・元素分布・化学状態・局所構造の解析を通して、物質のもつ性質や機能解明に向けた利用研究が行われている。2016年度も実験ステーションに大きなトラブルはなく、概ね順調にユーザー利用に供された。また2016年度には高速2次元走査型顕微XRF/XAFS計測の第3ハッチへの適用による高分解能化を行い、15 keV以下で100 nmの分解能を有する2次元高速走査型顕微XRF/XAFS計測を開発した。

2. 2次元高速走査型顕微XRF/XAFS計測の第3ハッチへの適用

2014年度に第1ハッチにおいて整備された本計測法は、図1に示す通り試料水平位置をxステージにより連続掃引しながら、一定の時間間隔でパルスモーターコントローラーから出力されるタイミングパルスと同期して透過X線もしくは蛍光X線強度信号をon the fly計測する。試料上下位置をzステージにより移動しながらこの計測を繰り返し行うことにより、任意元素の2次元分布を取得する手法である。

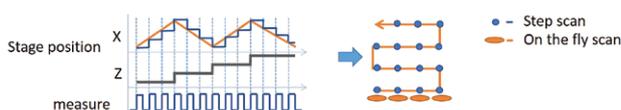


図1 2次元高速走査型顕微XRF/XAFS計測の概略

図1は2次元高速走査型顕微XRF/XAFS計測の概略である。図1左に示すように従来のstep scan法では各位置での静止時間が必要でありまた次の測定点への移動時間がロスタイムとなっていたが、on the fly法では連続的に位置を掃引するため、ロスタイムなく高速で計測が可能となる。今年度は本手法のさらなる高空間分解能化を目指して第3ハッチに設置されている100 nm集光が可能なKBミラー集光光学系を利用した。これにより高速2次元走査型顕微XRF/XAFS計測を100 nmの分解能で適用することが可能になった。

3. 2次元高速走査型XRF/XAFS計測法を用いたバリウム酸化物中のヒ素に対する利用研究

2次元高速走査型XRF計測システムを利用した例として、過去の詳細な地球化学的環境の復元を行う水質計の開発と利用を目的として、酸化還元状況の指標となりうるバリウム酸化物中のヒ素やセレン、鉄などに対する2次元高速走査型XRF/XAFSを利用した研究を紹介する。本研究では玉川温泉と沖縄での水熱環境下において採取した試料を用いて試料中のバリウム酸化物存在下でのヒ素やセレンの濃集部を導出し、その点におけるヒ素及びセレンの異なる価数の化学種の割合から環境状況の指標となるを導出することに成功した。図2には2次元XRFイメージを示す。バリウムとヒ素やセレンを同時に分析することによりバリウム酸化物中の目的元素濃集部の導出が可能となっている。更には本年度の高度化により2次元イメージの取得が高速で行えるようになった。

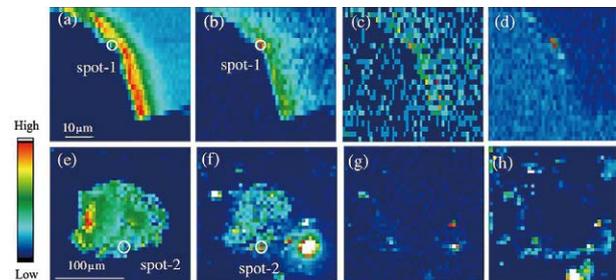


図2 玉川温泉(a-d)と沖縄(e-h)より採取したバライト試料の μ XRFイメージ。(a)と(e)はBa, (b)と(f)はAs, (c)と(d)はSe, (d)と(h)はFeの分布を表している。

参考文献

[1] K. Tokunaga, *et al.*, *Chem. Geol.*, **447**, 59 (2016).

利用研究促進部門
分光物性Iグループ
新田 清文、寺田 靖子