

どうする SXES ～新規導入 FE-SEM 及び軟 X 線分光器の紹介～

○松井 陸哉^{a)}、宮崎 裕介^{b)}、大村 敏康^{b)}

^{a)}鳥取大学 技術部 化学バイオ・生命部門 機器分析分野、^{b)}同 工学技術部門 装置開発分野

1. はじめに

2022年2月、全学共用機器として、走査電子顕微鏡 (FE-SEM) と軟 X 線分光器 (SXES)、クロスセクションポリッシャー (CP) が新規導入された (図 1)。管理担当となった筆者らは SXES・CP の取り扱いが初めてでありその対応に苦心している。本報告では導入装置や支援体制について紹介し、発表当日は筆者らがテスト測定した結果なども交えながら、是非これらに知見ある方の教えを乞いたい。

2. 導入装置

今回導入された装置は大きく分けて次の 3 つである。

- ・ショットキー電界放出形走査電子顕微鏡 (JEOL JSM-IT800SHLs)
- ・軟 X 線分光器 (同 SS-94000SXES)
- ・クロスセクションポリッシャー (同 IB-19520CCP)

FE-SEM は一般的な SED、BED に加えて、UHD (上方ハイブリッド検出器)、UED (上方電子検出器) など多様な検出器やペルチェ冷却式のドライ SD 検出器 (EDS) を備え、さらに SXES を搭載している。FE-SEM と SXES を組み合わせた装置の設置は中国四国地方では本学が初であり、後述する電池研究に利用されるなど、本学の研究力向上に重要な役割を果たしつつある。



図 1. 導入された FE-SEM
(赤枠が SXES)

3. 支援体制、料金体系

本装置群はユーザー利用 (技術職員支援測定も可) を基本とし、依頼測定の類は行っていない。大学連携研究設備ネットワークに登録されているため、学外者も利用が可能となっている。管理担当には 3 名の技術職員が充てられ、日々のトラブルや利用相談、定期メンテナンスに対応している。

学内ユーザーの利用料金は FE-SEM (EDS 含む) が 500 円/h、SXES 利用の場合は左記に加え+100 円/h、CP (遮蔽板持ち込みの場合) が 100 円/h であり、最先端の装置を比較的リーズナブルに利用できる料金体系となっている。なお学外ユーザーについては、これとは異なる料金体系としている。

4. 軟 X 線分光器 (SXES ; Soft X-ray Emission Spectrometer) とは

SEM や EPMA で観察した局所領域において、試料から放出された特性 X 線が分光器内の集光ミラー、不等間隔溝回折格子 (2 種類の回折格子を切り替えることで 50~210eV の軟 X 線を測定可能) を経て X 線 CCD 検出器で検出されることにより、Li や B を始めとする軽元素の化学結合状態の分析が可能となっている。例えば単体の Li とそのフッ化物である LiF を測定したとき、Li の価電子帯の情報を反映したスペクトル形状を得られるため両者を区別 (価電子帯状態分析) できる。本学では、単体の Si と Li を吸蔵した Si を区別しマッピングするなど、Li イオン二次電池に関する研究で活用されており、今後他分野での活用も広がるものと期待している。