

走査型透過 X 線顕微鏡を用いたサステナブル科学の推進

Development of sustainable science by scanning transmission X-ray microscopy (STXM)

●実験組織：○高橋嘉夫^{1,2}、武市泰男²、井波暢人²、菅大暉^{2,3}、坂田昂平^{1,3}、宮本千尋¹、光延聖⁴、櫻井岳暁⁵、守友浩⁵、和穎朗太⁶、山口紀子⁶、浅野真希⁵、藪田ひかる⁷、癸生川陽子⁸、中藤亜衣子⁹、諸野祐樹¹⁰、浦本豪一郎¹⁰、間瀬一彦²、小野寛太²
(¹東京大、²KEK-PF、³広島大、⁴愛媛大、⁵筑波大、⁶農環研、⁷大阪大、⁸横浜国大、⁹JAXA、¹⁰JAMSTEC)



2013S2-003

●実験ステーション BL-13A,16A (ビームタイム：各期 16h×11d 程度) ●課題有効期間：2013年4月～2016年3月

本課題の目的

走査型透過 X 線顕微鏡 (Scanning Transmission X-ray Microscopy: STXM) を PF で独自に開発して (Compact STXM の開発)、環境科学、有機材料、磁性材料、微生物学、地球惑星科学などを統合した持続可能な科学=「サステナブル科学」を対象とした様々な研究を複合的に捉えて推進して行くことを目的としている。これまでに我々は Compact STXM を開発し、この装置を用いて多くの成果を生み出してきた。本ポスターではこれまでの STXM 開発と得られた成果の一部について示す。

STXM とは 透過配置で試料を走査あるいはエネルギーをスキャンして、元素あるいは化学種の分布や X 線吸収スペクトルを取得・分析する手法。
放射光 X 線をフレネルゾーンプレート (FZP) で集光。集光サイズ=空間分解能~数十 nm をもつ。電子顕微鏡に比べて試料ダメージが少ない。

達成度

ほぼ当初計画の通りであり cSTXM の完成・応用測定・多数の論文発表・プレスリリース・学会賞受賞に加えて、2号機ハードウェア部がほぼ完成段階にあることなど、達成度は極めて高い!!

- ① 低エネルギー仕様 STXM (cSTXM) ⇒ 250-1600 eV で使用可能、現在 BL-13A に稼働中
- ② 高エネルギー仕様 STXM (2号機) ⇒ 2-5 KeV で使用予定、現在開発中 (BL-15A に稼働予定)

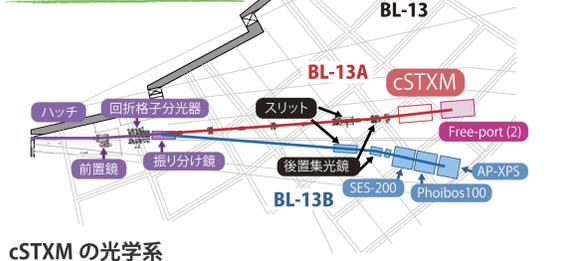
Compact STXM 組み立て開始	課題メンバーによる 試料測定開始・結果を論文化	2号機の開発に着手	2号機ハードウェア おおまかに完成
4月	10月	10月	9月
6月	4月~3月	4月~3月	3月~
Compact STXM 組み立て完了・論文化 テスト測定開始	課題メンバーによる 試料測定・結果を論文化	課題メンバーによる 試料測定・結果を論文化	課題メンバーによる 試料測定結果を論文化

Compact STXM @BL-13A

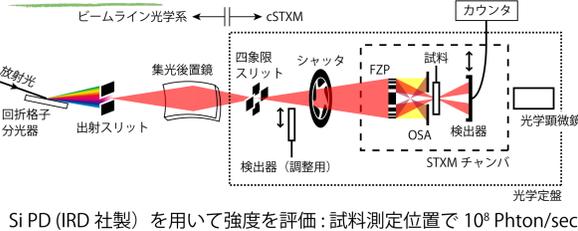


- (i) ピエゾ駆動ステージ (Attocube ECS シリーズ) を全面採用し、粗動で 50 nm の位置再現性と振動特性の改善、さらに、既存のビームラインに合わせた光学系の開発と、チャンバ内の発熱を小さく抑え、コンパクトに設計 / Takeichi et al. (2014, 2016)
- (ii) Field-programmable gate array (FPGA) の利用による制御 PC とは独立した高速スキャンシステムの実装 / Inami et al. (2014)

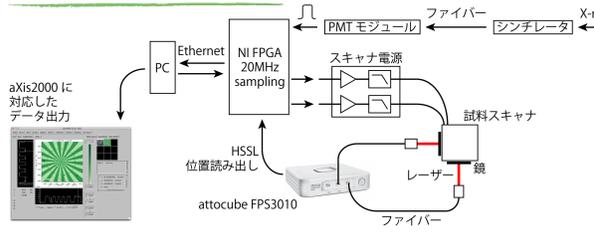
BL-13 での cSTXM の配置



cSTXM の光学系



高速スキャンシステムの概要



テストターゲットによる空間分解能の評価



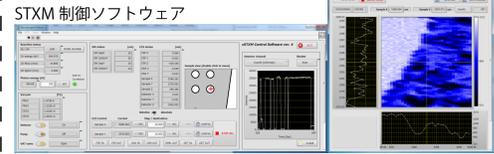
2号機の現状 (BL-15A1 にて使用予定)

今後の計画

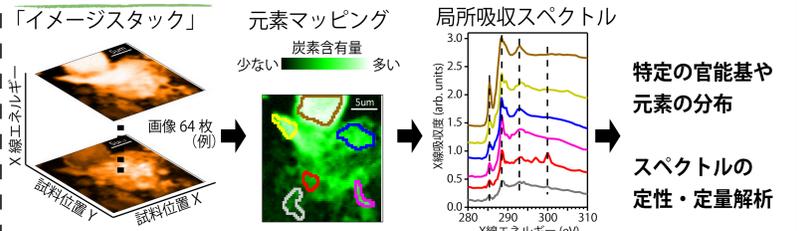


GUI の整備や様々な測定法の試み - 電子収量法を可能に -

ユーザーフレンドリーなソフトウェアの整備
ID#13 の偏光制御を組み合わせた自動測定
● He 雰囲気転換電子検出による表面敏感測定
● 電圧印可による電気化学反応の空間分布測定
電圧印加用試料ホルダー



STXM 測定と解析の例

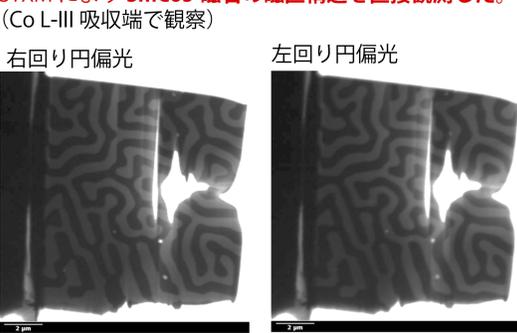


cSTXM を用いたサステナブル科学 (研究成果)

以降の成果以外に、有機薄膜太陽電池の分子混合状態と発電効率の関係の調査・エアロゾル中のナトリウムの大気中での化学反応の解明・炭素質コンドライト隕石中の炭素成分の分布と官能基同定などを行った。

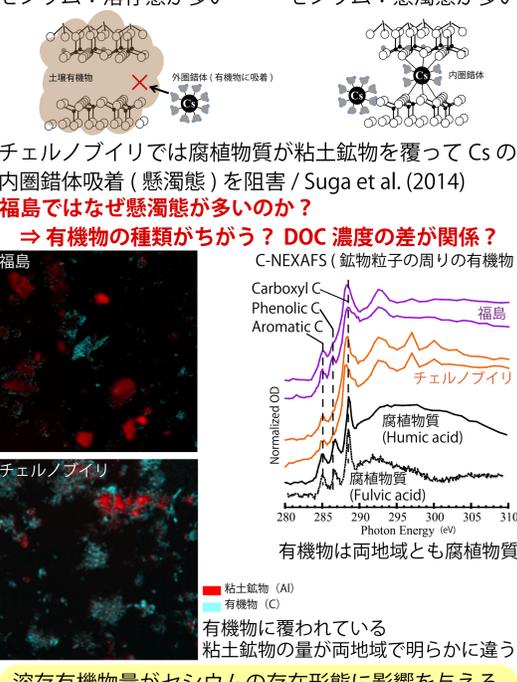
走査型透過 X 線顕微鏡による SmCo₅ の磁区観察 / Ono et al

STXM により SmCo₅ 磁石の磁区構造を直接観測した。(Co L-III 吸収端で観察)



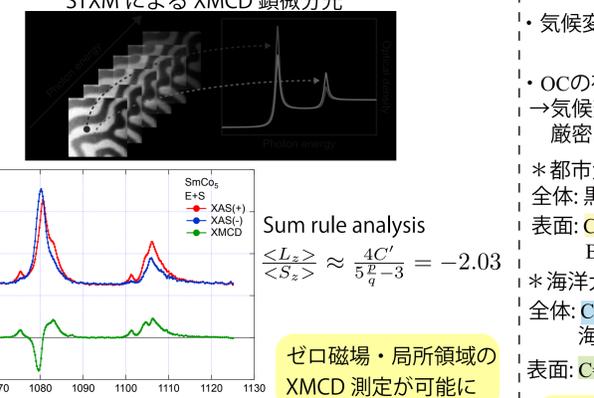
銻粒子へのセシウム (Cs) 吸着と有機物 / Suga et al

チェルノブイリ 溶存有機物 (DOC) : 多い → 福島 DOC : 少ない
セシウム : 溶存態が多い → セシウム : 懸濁態が多い



溶存有機物量がセシウムの存在形態に影響を与える

STXM による XMCD 顕微分光

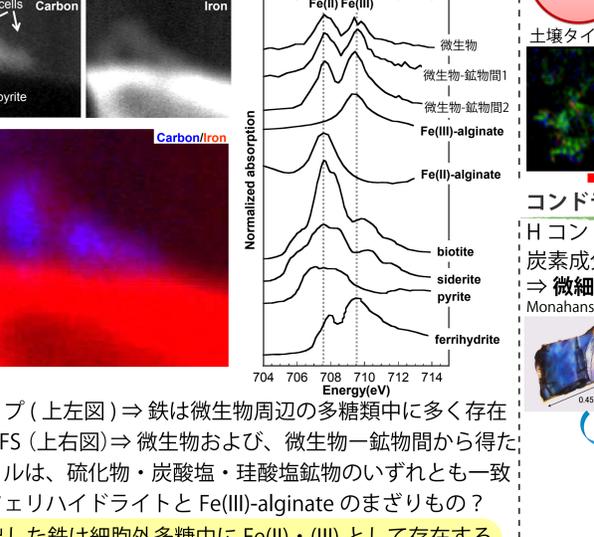


銻物を食べる微生物 / Mitsunobu et al. (2016)

鉄酸化菌により、銻物 (pyrite) が分解される。そのメカニズムを解明し、バイオリッチング (微生物を使ったレアメタルの溶出法) 技術に貢献できる。

微生物が細胞外に多糖類を形成して銻物を分解しており、多糖類と銻物の相互作用が通常の 30-40 倍の銻物溶解速度の原因である可能性が高い / Mitsunobu et al. (2015)

銻物から溶け出した鉄はどこに、どのように存在している?



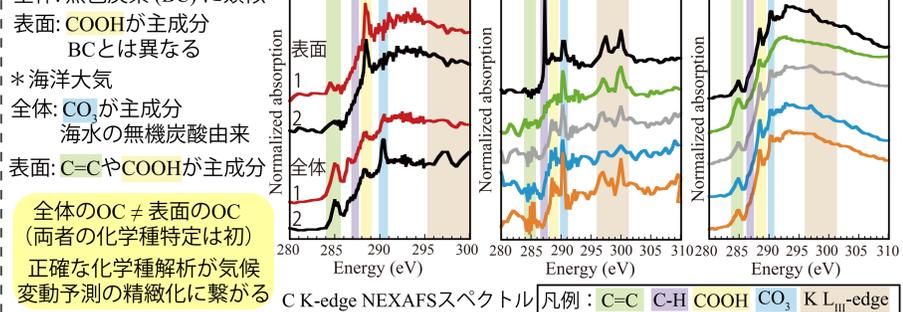
都市・海洋エアロゾル中の有機炭素 (OC) の存在状態: 粒子全体 vs. 粒子表面 / Sakata et al.

都市・海洋エアロゾル中の有機物の存在状態が気候変動予測のキーポイント

- OC はエアロゾルの主成分
- OC は直接・間接効果の両方に関与 (右上図)
- 気候変動の重要な要因
- OC の存在状態が不明瞭 → 気候変動への寄与が厳密に評価できていない

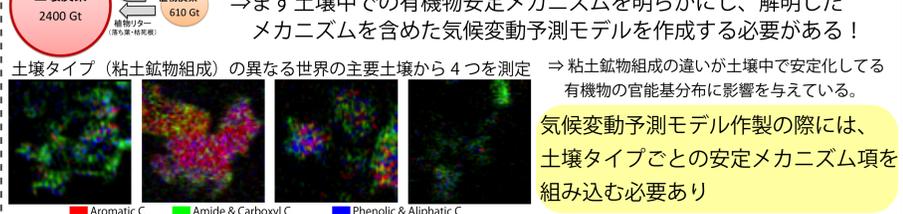
粒子全体及び表面のそれぞれの OC 化学種を同定する必要あり!!
直接効果: 粒子全体の色に依存
間接効果: 粒子表面の化学種に依存

都市エアロゾル 海洋エアロゾル (全体) 海洋エアロゾル (表面)



地球表層での有機物安定化メカニズムの解明 / Wagai et al

土壌は地球表層最大の有機炭素プールであるが、そこでの有機物の分解・安定化メカニズムが未だ未解明である。
地球温暖化の予測には炭素循環サイクルの情報が不可欠!!
⇒ まず土壌中での有機物安定メカニズムを明らかにし、解明したメカニズムを含めた気候変動予測モデルを作成する必要がある!



コンドライト隕石中の風変わりな炭素物質 / Kebukawa et al

H コンドライトや鉄隕石には炭素質コンドライト中の不溶性有機物 (IOM) とは異なった、炭素成分が存在 ⇒ 詳細な研究はあまり行われておらず起源はよくわかっていない。
⇒ 微細炭素粒子を測定することで炭素成分の起源や母天体での反応過程を探る。
Monahans 隕石 (鉄隕石) 中のハライトから抽出した炭素成分
Zag 隕石 (H コンドライト隕石) のクラスタ中の炭素成分

IOM とは異なった官能基組成 ⇒ 他隕石には見られない特徴炭酸塩ピークは水質変成を示唆