

液体、気体、生物試料の真空中分析

～軟 X 線放射光分析、SEM 用封止セルの開発～

高度産業科学技術研究所

◎M2 えぐちともき 江口智己、M1 なかむらまさき 中村雅基、みきゆうへい 三木悠平、教授 すずきさとる 鈴木哲

キーワード

X 線吸収分光, 走査電子顕微鏡, 気体, エマルジョン, 生物試料, ナノ構造

研究概要

我々は、真空下での観測が困難な液体、気体試料の簡便な観測手法の確立を目指している。今回、ニュースバル放射光施設ビームライン BL-09A にて、SiC 薄膜を透過窓とする封止セルを作製し、大気中の軟 X 線吸収分光 (XAS) を行った。なお本実験では、膜厚 200 nm の X 線透過膜より深くに液体試料が存在するため、全電子収量法より分析深さが深い方法として、蛍光収量法を用いた。図 1 に示すように、大気中の主成分である窒素の N-K 領域の吸収スペクトルにおいて、窒素の 1s 軌道から 1π* 軌道への遷移、窒素の 1s 軌道からリユードベリ状態への遷移、イオン化エネルギー閾値そして、二重励起状態への遷移を示すピークが確認された。また同様なセルを用いて、水と油を混合したエマルジョンを封止したセルを作製し、走査電子顕微鏡 (SEM) による観察を行った結果を図 2 に示す。EDS による組成分析の結果から黒い円形の部分が油、その周囲の明るい部分が水であることが明らかとなった。本実験では、直径約 0.6 μm のマイクロなエマルジョンも、確認された。更に図 3 に示すように、真空分析装置での生物試料の生きたまま観察を目指して、セル内にカビを大気とともに封止し、SEM 観察を行った。封止されたセル内では、時間経過とともに、カビの菌糸から孢子が生成される過程が観察され、生きたままカビを封止できたことを確認することができた。

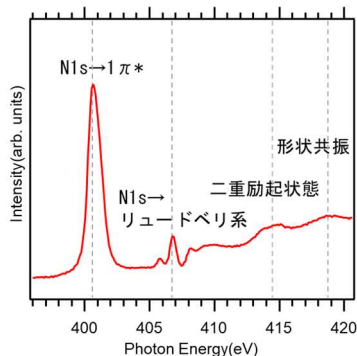


図 1 窒素ガスの N-K スペクトル

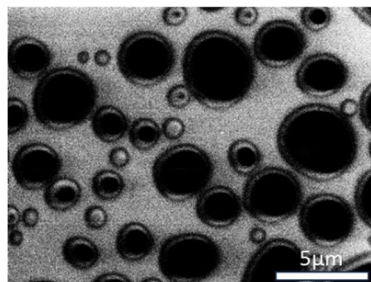


図 2 エマルジョンの SEM

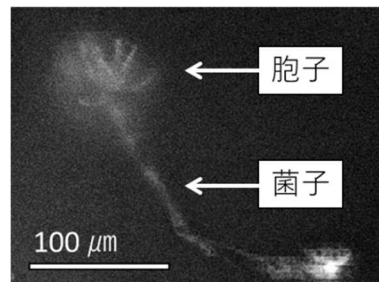


図 3 カビの SEM 像

アピールポイント

既存の軟 X 線放射光分析装置や SEM に改造を施すことなく利用できる簡易型の液体、気体セルを開発した。これによりロングアンジュレーターによる強力な軟 X 線が得られるニュースバル放射光施設ビームライン BL-09A において、固体だけではなく液体や気体試料の分析が可能となった。またこのセルは、液体や生物試料の SEM 観察や EDS 分析にも利用することができる。光学顕微鏡では観察できない微細な構造の観察や組成の分析も可能となった。更に微生物試料を大気とともに生きたままセル内に封止できることも明らかにした。