

液体ヘリウムの供給や回収に関連した低温機器類は、使用者が液化機のある施設に限定されるせいか、市販の汎用品があまり存在しないのが現状です。そのため極低温業界のユーザー・職員の皆様におかれましては、独自に設計した装置や、他所の施設で見聞きした使い勝手の良さそうな道具を真似て自作することが多いのではないのでしょうか。しかしそういった道具は、設計図や製作方法がわかっていても、必要な分を小口で製作するには時間的なコストがかかりすぎてしまうものです。

このたび、機器センターでは極低温関連機器の受託製作を開始しました。現在、製作受付可能な装置は下記となります。

ヘリウム純度計

ピラニー素子による簡易式の純度計です。基準ガスを封入するセンサーとは異なり厳密な精度を保証するもの

ではありませんが、実験室内の回収配管系統のリークチェック用途では十分な性能を持っています。製作にあたり、東京大学物性研究所から回路図面をご提供いただき、極力安価かつ最低限の仕様になるように当センターで回路の最適化やパーツの選定を行いました。各実験室の環境や利用状況に合わせて、以下の仕様をオプションとして柔軟に選べるようになっています。

- ・配管設置型／置き型
- ・ケーブル長さ／取出口の位置
- ・無線LAN、外部出力の有無
- ・純度低下時のブザー有無 など

振動式液面計

液体ヘリウムの液面の高さ付近での振動音の変化により液量を計測する道具で、ゴム膜よりも鳴る音が大きいのが特徴です。膜交換が簡単になるように、ねじがついたカバーでフィルムを挟む方式になっています。この振動（音

響）式液面計は金属膜で開発されたもの^[1]を、当時、分子研極低温センター所属の加藤さん^[2,3]と大阪大学低温センターの脇坂さん^[4]が、フィルム膜交換が容易な構造へと改良したものです。Φ4 mmのステンレス管（長さ：ヘリウム容器の高さ以上）に取り付けて使用しますが、送料が高くなってしまったため基本的にヘッド部分のみのお渡しになります。簡単な構造で図面も公開されているため、機械工作が得意な方は自作するのもよいかもしれません。

受託製作可能な装置は既に当センター内で製作・使用実績のあるもの限定となりますが、もしニーズが一致するものがあればお気軽にお問い合わせください。提供可能な装置の種類や詳細な仕様はホームページ <https://ic.ims.ac.jp/product/> に掲載予定です。



写真1 ヘリウム純度計。配管設置型（中央）、置き型（下奥）

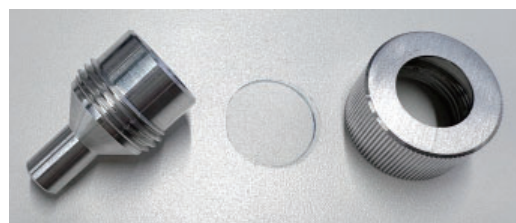


写真2 振動式液面計のヘッド部分。ステンレス管を接着すると完成。

[1] 天谷喜一、児玉隆夫、「液体ヘリウム移送管の製作」、固体物理、Vol.21 No.7 (1986)

[2] 加藤清則、「音で聴き分けられるヘリウム液面計」、固体物理、Vol.23 No.11 p.27-30 (1988)

[3] K. Kato, “Liquid helium level meter by audio sound detection”, *Review of Scientific Instruments*, **60**, 1343 (1989)

[4] 脇坂義美、「気柱振動ヘリウム液面計の発振部の改良」、大阪大学低温センターだより、No.68 p.10-11 (1989)

施設だより

軟X線分光器 (SXES) 付き 電子線マイクロアナライザー (EPMA) JXA-8230

機器センター 技術員 平野 佳穂

機器センターでは、日本電子株式会社製の電子線マイクロアナライザー (EPMA) JXA-8230を名古屋工業大学より譲り受け、導入いたしました。2024年1月より、共同利用機器として所内・所外への公開および共用を開始しております。

本装置は波長分散型X線分光法 (WDX: Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy) を採用しており、エネルギー分散型X線分光法 (EDX: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) では困難な高エネルギー分解能の元素分析や微量元素の検出が可能となりました。また、同装置に搭載された軟X線発光分光器 (SXES: Soft X-ray Emission Spectrometer) により、Li (リチウム) を含む低エネルギー領域のX線測定や状態分析も可能です。本装置の特徴と使い分けについてご紹介いたします。



図1 JXA-8230

X線分光方式 (EDXとWDX) の違い

機器センターでは、微小領域の元素分析を行う装置として、EDXと、新たに導入されたEPMAを設置しています。これらはどちらも、固体試料に電子線を照射して発生する特性X線を検出するという点で共通していますが、X線の分光方式 (EDXとWDX) が異なっており、この違いがそれぞれの装置の特徴を生み出しています。

■ EDX (EDX: エネルギー分散型X線分光法)

当所では、日立ハイテクノロジーズ社製の走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) SU6600に、Bruker AXS社製のSDD (Silicon Drift Detector) 型EDX検出器QUANTAX XFlash 5060Qを取り付けています。

- ・分光の仕組み: EDXは、半導体検出器に飛び込んできたX線が生成する電流パルスを取り出し、その波高と数からX線のエネルギーと大きさを計測する方式です。
- ・メリット (短時間での多元素測定と高い空間分解能): 多元素を同時に計測

できるため、短時間で試料全体にどのような元素が含まれているかをスクリーニングする用途に優れています。また、検出感度が高いため、少ないプローブ電流での測定が可能です。当SEMの電子銃にはショットキー型を用いているため、高い空間分解能で観察しながら元素分析を行えるというメリットを持っています。

- ・デメリット (ピークの重複と検出限界): 電氣的にエネルギーを仕分ける性質上、エネルギー分解能が比較的低く (133 eV (Mn-K α) 以下)、近接する元素のX線ピークが重なりやすくなります。

■ EPMA (WDX: 波長分散型X線分光法)

新しく導入された日本電子株式会社製の電子線マイクロアナライザー (EPMA) JXA-8230は、WDXと呼ばれる分光方式を採用しています。

- ・分光の仕組み: WDXは、分光結晶 (回折格子) を用いてブラッグ条件を満たす特定の波長を持つX線だけを取

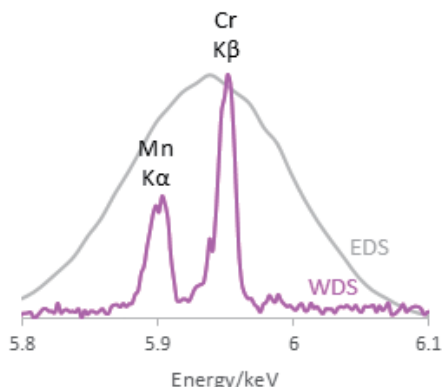


図2 Cr/Mn の分離

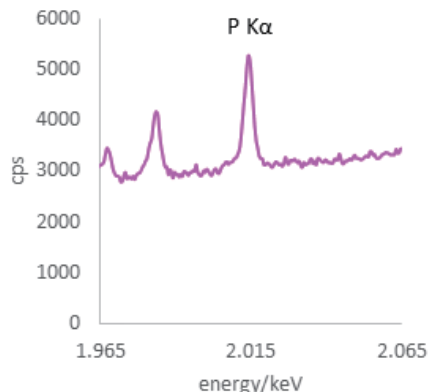


図3 合金鋼中の微量元素Pを検出

- り出して検出します。
- ・メリット①（高いエネルギー分解能によるピーク分離）：EDXに比べてエネルギー分解能が一桁高く（10 eV程度）、シャープなスペクトルが得られます。そのため、EDXでは重なってしまう近接ピークも明確に分離することができます（図2）。
 - ・メリット②（低い検出限界と高精度定量）：検出限界は0.01～0.05 wt%であり、微量元素の検出能力に優れています（図3）。また、標準試料を用いた精度の高い定量分析を行える点も、WDXの強みです（※定量分析を希望される場合は事前にご相談ください）。
 - ・デメリット（測定時間と試料へのダメージ）：元素ごとに分光結晶や検出器の位置を物理的に移動させて1元素ずつ順番に測定していくため、多元素を分析しようとする測定時間が長くなります。また、十分なX線

強度を得るためにSEM-EDXよりも大電流を照射する傾向があり、電子線によるダメージの影響が大きくなる点に留意する必要があります。

軟X線発光分光器（SXES）によるLiまでの軽元素・化学状態解析

当所のEPMAには、軟X線発光分光器（SXES）も装着されています。こちらの使用で、50～210 eVの低エネルギー領域のX線を測定することが可能

になりました。従来のEDXやWDXでは測定が不可能であったLiまでの軽元素の検出が可能です（図4）。また、0.3 eVという極めて高いエネルギー分解能を持つため、元素の結合状態を反映したスペクトル形状から化学状態の解析が可能です（図5）。

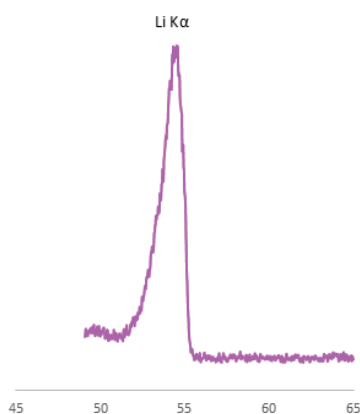


図4 SXESによるLiの検出

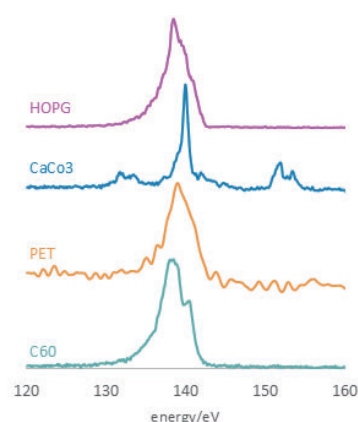


図5 化学状態により異なるSXESのCピーク

共同研究専門委員会よりお知らせ

共同利用研究の実施状況（採択件数）について

種 別	2020年度	2021年度	2022年度	2023年度	2024年度	2025年度	2026年度 (5月31日現在)
課題研究	2	2	4	2	2	2	1
協力研究	53	47	47	33	39	44	22
協力研究（マテリアル）（注3）	44	66	38	28	42	35	18
協力研究（NMRプラットフォーム）（注4）	-	3	0	-	-	-	-
分子研研究会	4	4	5	6	3	6	2
若手研究活動支援	1	2	1	0	1	2	1
岡崎コンファレンス	0	0	0	0	0	1	1
計	104	124	95	69	87	90	45

（注1）課題研究・協力研究の通年課題は前期と後期の2期分として、1課題を2として年度計に表す。

（注2）新型コロナウイルスの影響により研究期間を延長した前期課題は後期の件数に計上しない。

（注3）2021年度まで「協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム）」の件数、2022年度以降は「協力研究（マテリアル先端リサーチインフラ）」の件数。

（注4）協力研究（NMRプラットフォーム）は2021年7月1日から2022年3月31日まで実施。

分子研研究会

開 催 日 時	研 究 会 名	提 案 代 表 者	参加人数
2025年10月21日～22日	2050年の生体分子科学を語る	神取 秀樹（名古屋工業大学）	105名