TEM 用 MCX-WDX 分光器による遷移金属元素分析

名古屋大学大学院工学研究科 武藤 俊 介
株式会社島津製作所 副島 啓 義 北村 壽 朗
日立金属株式会社 野口 伸

特性 X 線を材料の状態分析に用いることは、従来波長分散型 X 線分光器(WDS)を装備した電子プロンプマイクロナライザ(EPMA)で実現していたが、分光器の幾何学配置等の制限のために、透過型電子顕微鏡(TEM)にそのまま装着することはできなかった。本グループはマルチキャピラリと呼ばれる X 線集光レンズ(MCX)⁽¹⁾⁽²⁾を用いて試料から射出する X 線を平行化することによって TEM に装着可能なコンパクトな WDX システムを開発した⁽²⁾。Fig. 1 に装置のブロックダイアグラム、Fig. 2 に実際に TEM に装着した分光器部の写真を示す。また現在装着中の各分光結晶使用時のエネルギー分解能を Fig. 3 に示す⁽³⁾。

この装置を用いて(加速電圧 160 kV, スポット径 300 nm)取得したスピネルフェライト薄膜の Fe-L 線スペクトルを Fig. 4 に示す。二つのピークはそれぞ

れ $L\alpha(3d^* \rightarrow 2p_{5/2})$, $L\beta_1(3d^* \rightarrow 2p_{3/2})$ 線と呼ばれ、スピン-軌道分裂した 2p 占有帯の状態密度を反映する⁽³⁾。このピーク強度比は鉄イオンの占有サイトと価数によって異なり、軟磁性材料開発のキーパラメータを与える。

文 献

- (1) 副島啓義：日本特許2014379(1986), 2001797(1988).
- (2) H. Soejima, T. Kitamura, T. Marui and K. Furuya: Int. Cong. On Microscope, 5F_a4, (2006).
- (3) S. Muto, K. Tatsumi and H. Takahashi; Proc. 14th European Microscopy Congress, EMC2008, 1-5 Sept., (2008), Aachen, 61-62. (2009年7月17日受理)

Fig. 1 MCX-WDX 分光器のブロック図。

Fig. 2 MCX-WDX 分光器を TEM に装着した写真。

Fig. 3 各分光結晶使用時のエネルギー分解能。

Fig. 4 (下から) $ZnFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$, および $CoFe_2O_4$ から取得した Fe L 線スペクトル。

Chemical State Analysis of Transition Metals by a MCX-WDX Spectrometer for TEM; Shunsuke Muto*, Hiroyoshi Soejima**, Toshiro Kitamura** and Shin Noguchi*** (*Nagoya University, Nagoya. **Shimadzu Corporation, Kyoto. ***Hitachi Metals Ltd., Tokyo)

Keywords: wavelength-dispersive x-ray analysis, transmission electron microscopy, multi-capillary x-ray lens, transition metals, poly-capillary X-ray lens, spinel ferrites

TEM specimen preparation: ion milling by 4 keV at R.T.

TEM utilized: JEM-200CX operated at 160 kV