TEM 用 MCX-WDX 分光器による遷移金属元素分析

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ー ブマイクロアナライザ(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 のブロックダイヤグラム、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



Fig. 1 MCX-WDX 分光器のブロック図.



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

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. 2 MCX-WDX 分光器を TEM に装着した写真.



Fig. 4 (下から)ZnFe₂O₄, NiFe₂O₄, および CoFe₂O₄ 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