

# 実験概要

## OnPoint 検出器 と Octane Elite Super EDS システム

### タイトル

走査型電子顕微鏡によるリチウムの定量マッピング

### 使用装置

Gatan社製OnPoint™ 検出器とEDAX社製Octane Elite Super EDSシステムを走査型電子顕微鏡(SEM)でリチウムのマッピングのために組み合わせて使用しました。

### 背景

リチウムを含む化合物や合金は、省エネルギーへの取り組みの上で必要不可欠な材料です。これらの材料の研究開発において飛躍的な進歩を遂げてきましたが、恐らく最も印象的な点は、リチウムの分布をマイクロスケールで明らかにし定量化する確実な手法無しにこれらの多くを実現してきたことです。バルク材料中のリチウムの存在を定量化する手法は、微小分析において未だに達成することが困難な壁のひとつです。なぜなら原子番号4よりも小さな元素は、エネルギー分散型X線分析(EDS)においてほとんど検出不可能なためです。しかしながら、SEMを用いたLiの定量化が、EDSと定量反射電子像観察(qBEI)を基にした強度差組成決定法(Composition by difference method)を用いることで可能であることが報告されました[J.A. Österreicher et al., Scripta Materialia 194 (2021) 113664] 今回、MgLiAl合金の定量、空間分布の元素マップのための強度差組成決定法を適用しました。

### 試料と手法

強度差組成決定法はZ=4~94までEDSを用いて定量を行い、qBEIは平均原子質量を決定します(qBEI信号は原子番号Z=1~94の関数となっています)。“分析困難な”軽元素(Z=1~3)の比率は、二つのデータセット間の違いに基づいて計算を行います。MgLiAlはIlion® プロードビームアルゴンイオンポリッシャーを用いて試料準備し、OnPoint反射電子(BSE)検出器とOctane Elite Super EDSシステムを備えたFESEMを用いて解析を行いました。BSEデータの定量化とアルミニウム、マグネシウム、そして初めてリチウムの元素マップをDigitalMicrograph® ソフトウェアを用いて計算しました。

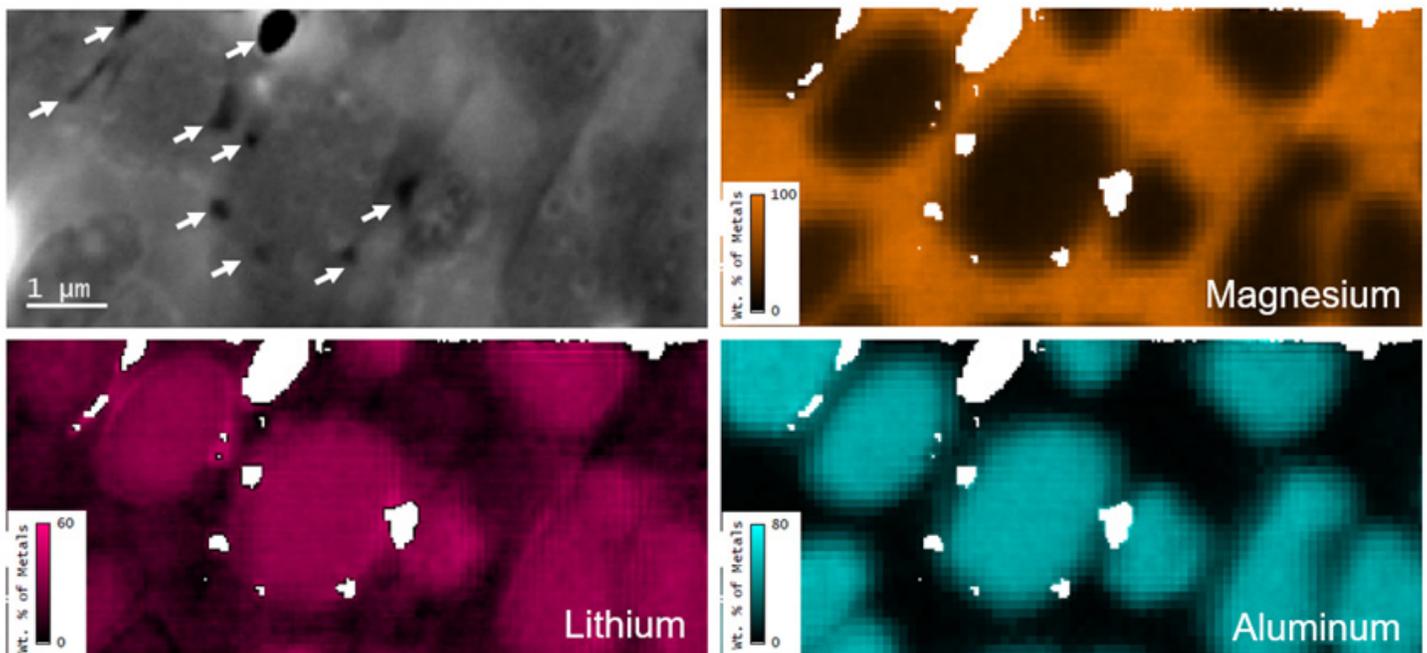


図1. MgLiAl合金の同一視野の二次電子像と金属元素比率マップ(質量%)。白いピクセルは、結果を判りやすくするため試料形状による影響を解析から除外した領域を示します(二次電子像中の矢印)。

### まとめ

数十μmの視野をサブミクロンの空間分解能でリチウムの質量パーセントを一桁までSEMで定量的にマッピングを行いました。検出下限の低さと化学結合状態に対する不感性は、軽元素の空間分解分析に対して非常に魅力的な手法です。

### 謝辞

本内容は、試料提供と組成差法の開発を行ったオーストリア工科大のJohannes Österreicherおよびその共同研究者のご協力によるものです。

電子顕微鏡のための様々なソリューションの詳細については、Gatan.com および EDAX.comをご覧ください。