PR0034 軟X線自己吸収構造分析法(SX-SAS)を用いた第1遷移元素のL吸収端近傍構造の観察

○横山隆臣[1]、越谷翔悟[1]、村野孝訓[1]、髙橋秀之[1]、寺内正己[2]
（[1]日本電子株式会社、[2]東北大学 多元物質科学研究所）

軟X線分光法(SXES)は，軟X線領域のエネルギーを持つスペクトルに含まれる複数の特性X線をCCDカメラによって同時計測可能な分光法であり(Terauchi et al., 2010, Terauchi et al., 2014)，また高いエネルギー分解能とS/N比，再現性を持つことから，化学結合の情報を含む元素の状態分析に適する方法である(Takahashi et al., 2016).

軟X線領域のエネルギーを持つ第1遷移元素のLα，Lβ発光は，価電子帯から内殻準位への電子遷移に由来するため，化学結合状態によってスペクトル形状が大きく変化する．そのため，Lα，Lβ発光を用いた第1遷移元素の化学状態分析の試みは1970年代から行われており，現在までに柘榴石系鉱物の鉄の酸化数測定法として実用化された例(Höfer et al., 2007 etc.)等がある．一方で，Lα，Lβ発光領域に吸収端が位置することによる自己吸収効果のため，観測されるスペクトルには発光-自己吸収の 2 つのプロセスが影響し，化学結合状態の分析には複雑な議論を要する．

自己吸収効果は電子ビームを照射した際に加速電圧により変化するため，我々はこの異なる自己吸収効果をスペクトルとして抽出・解析することで，X 線吸収端近傍構造(XANES)，及び電子エネルギー損失吸収端近傍構造(ELNES)に類似する新たな分析手法として，SXESをベースに軟X線自己吸収構造分析法(SX-SAS)を開発した(Yokoyama et al., 2022)．SX-SASはエネルギー分解能・空間分解能ではXANESやELNESに及ばないながらも，大規模な放射光施設の利用や，試料を薄片化する必要がなく，一般的な走査型電子顕微鏡(SEM)や電子プローブマイクロアナライザー(EPMA)による分析と同じ試料を用いて，同時にデータを取得できるため適用範囲が広く，併用も可能である．

本研究では，これまで分析対象としていたFeからその他の第1遷移元素に適用範囲を拡張し，Cr, Mn, Co, Ni, Cuから得た自己吸収スペクトルを示す．Mnについては酸化物，ケイ酸塩鉱物についてデータを取得し，酸化数に対応したスペクトルのエネルギーシフト，自己吸収構造の変化を観察した．特にケイ酸塩鉱物からは，同じ酸化数(2 価)の鉱物についても，化学結合状態による自己吸収構造の違いと，その特徴を見出すことができた．また，分析対象のエネルギー領域に他元素の特性X線によるスペクトル干渉がある場合の解析事例についても紹介する．

Investigation of near edge structure of 1st transition elements using Soft X-ray self-absorption structure (SX-SAS)

*T. D. Yokoyama[1], S. Koshiya[1], T. Murano[1], H. Takahashi[1], M. Terauchhi[2] ([1]JEOL Ltd., [2]IMRAM, Tohoku University)