

(435) 波長分散形 X線マイクロアナライザの定量分析におけるバックグラウンドの補正法

神戸製鋼所 試作実験センター ○中沢純郎 源内規夫  
鈴木正美 川野章之

1. 緒言

E P M Aによる定量分析では、測定される X線強度はバックグラウンドを含んだものであるため、これを差引かねばならず波長分散形 E P M Aでは、スペクトルの両裾の強度を実測し、その平均値をバックグラウンドとして差引く方法がとられている。しかしこの方法は1つのスペクトルに対して3回の測定が必要となり時間がかかること、他の特性 X線の重なりでバックグラウンド測定が困難になる場合があること、等の問題がある。そこで定量分析の迅速化と精度向上を目的として、スペクトル強度の測定のみでバックグラウンド補正が自動的に行なえる方法を検討した。

2. 実験方法

C ~ A uの間の純物質標準試料16ケ、化合物標準試料12ケを用い、波長領域 1.1438 Å (Bi Lα) ~ 18.37 Å (FKα)間の19元素の特性 X線の波長位置でのバックグラウンド強度を実測し、これらのデータを解析整理して、特性 X線のエネルギー、および試料の平均原子番号の関数として数式化し、定量補正用プログラム内に組込むことを検討した。用いた装置は島津製 E M X - S M型で、測定条件は、加速電圧 20 kV、試料電流 0.02 μA、測定時間 40 sで行った。また使用した分光結晶は、LiF, PET, RAPである。

3. 実験結果

Fig.1に Fe Kαの波長位置でのバックグラウンドの測定例を示す。原子番号が大きくなると共に測定強度は増加するが、比例関係はない。しかしこれに吸収補正、原子番号補正を施して生成 X線強度に変換することにより、強度(I)と原子番号(Z)の間にはほぼ比例関係が得られた。したがって、こ

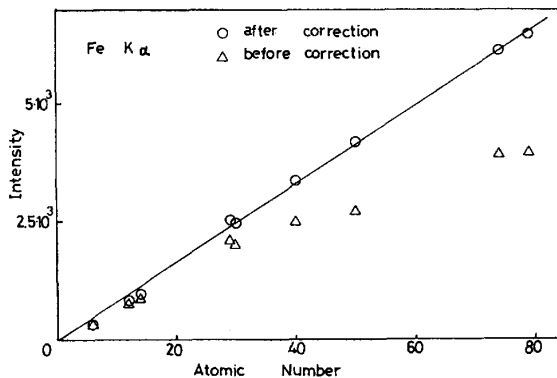


Fig.1 Background intensity at the position of FeKα

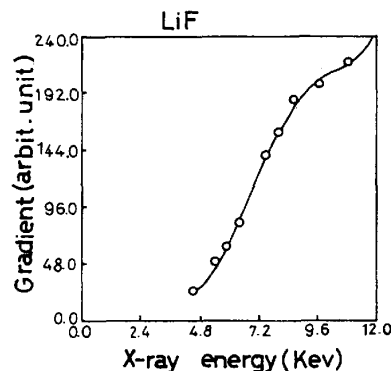


Fig.2 Dependence of the gradient of I-Z curve on X-ray energy

の I - Z 直線の勾配と原子番号の積で生成バックグラウンド量が求められる。

つぎに、任意の波長の特性 X線に対してこの勾配を求めるために、測定されたデータから求められた一群の勾配を用いて、X線エネルギーの関数として表わすことを検討した。Fig.2に I - Z 直線の勾配を X線のエネルギーの高次式で表わした LiFでの結果を示す。

以上の結果を用いると、次のような手順でバックグラウンドの自動補正が可能になる。すなわち、測定元素の特性 X線エネルギーを与えることにより、I - Z 直線の勾配が決まり、未知試料の平均原子番号を X線強度の第 1 近似で与えれば、両者の積で生成バックグラウンドが求められ、これに Fig.1と逆の補正を施すことにより、測定バックグラウンドが決められる。