

(436) 電子線プローブマイクロアナライザーによる状態情報解析

川鉄 鉄鋼研 水島 ○今中拓一 押場和也
 島津製作所 2科計 副島啓義 銭谷福男

I 緒言：EPMAは元来、試料の微小部の元素分析装置であり、化合物の存在を直接明らかにするものではない。例えば金属FeもFeO、Fe₃O₄、又はFe₂O₃のFeも通常は同じに扱われている。しかしながら電子線励起によって試料から発生する特性X線の波長シフトとその波形変化は、特質の化学結合状態を直接反映して、物質に固有のスペクトルを呈する。したがってこれを解析することは、より完全な物質の同定が可能になり定量分析に於て一步進んだ情報が得られることになる。従来よりこの特性X線のスペクトル変化を用いて状態分析は行われているが、そのスペクトル変化は一般に小さいため現在の処、測定点個々に対してスペクトル解析する所謂点分析が専ら行われている。点分析のスペクトル解析の自動化は可能であるが、線分析や2次元分布像のように測定点が数10万にもなると処理時間とメモリ容量が莫大なものになる。本報の手法は、被検体の各測定点からの特性X線を分光器により予め設定された2個の波長値で検出することにより、1個のスペクトルの異なるエネルギー位置に対する強度（光子数）を検出し、それら2個の設定波長値での検出強度比によりスペクトル変化を検出し結合状態を識別し特定状態の線分析又は2次元分布像を得ようとするものである。

II 原理：例えばFeのL_αとL_βやKサテライト α_1, α_2 のような関連ピークの強度比が化学結合状態により変化する場合、図1に示す様に、関連ピークP₁、P₂のピーク波長値 λ_1, λ_2 に2個の分光器の検出波長値を設定しておき、結合状態Aではその設定波長値 λ_1, λ_2 での特性X線の検出強度I₁、I₂が $I_{1A} \geq \alpha\beta_2 I_{2A}$ (1) (α : 設定波長 λ_1 での強度I₁、測定用分光器と設定波長値 λ_2 での強度I₂、測定用分光器の性能を一致させるためのファクター、 β_2 : 関連ピークの強度比を示すファクター)の関係を満たし他の結合状態Bでは $I_{1B} < \alpha\beta_2 I_{2B}$ (2)の関係が成立つ場合、各測定点の特性X線のスペクトルが①、②のいずれに属するかを判定することにより状態別の線分析又は2次元分布像が得られることになる。

III 構成：図2は本装置の構成図を示す。電子銃から放射した電子線によって試料から放出される特性X線は分光結晶①と検出器①を有する第1の波長分散形分光器と分光結晶②と検出器②を有する第2の分光器によって分光される。両分光器は同等な性能を有し図1に示した様な波長値のX線を検出するように設定されているため試料から放射されたX線は異なる λ_1, λ_2 の波長値に分光されて検出器①、②に同時に入射し同時に又は時系列的に検出される。両検出器の検出強度I₁、I₂は α, β の較正を通して、 $\alpha\beta_2 I_2$ と変形された後、I₁と $\alpha\beta_2 I_2$ と比較手段によって比較され所定の状態を表わす値であるか否かが判定される。この様にして、測定点を走査しつつリアルタイムで判定結果を表示することによって特定状態の線分析又は2次元分布像が表示される。図3は測定例で鉄の酸化層界面を示す。

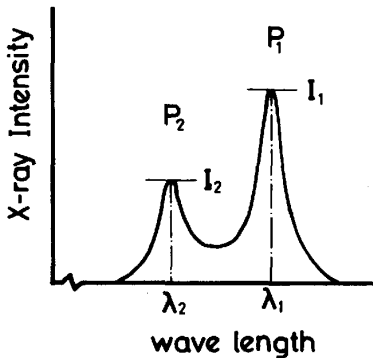


Fig.1 Schematic illustration of X-ray spectrum.

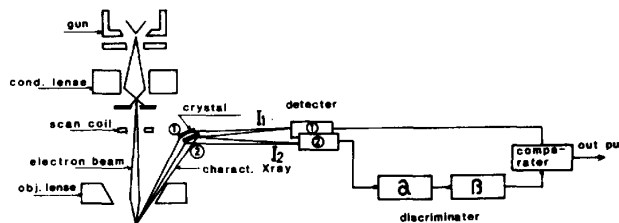


Fig.2 Block diagram.

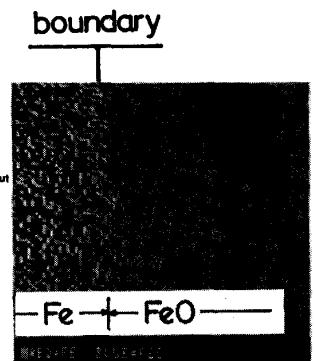


Fig.3

Example of state mapping.