

# EPMA・Z軸デフォーカスによる定性・定量値への影響

## An influence on the qualitative/quantitative analysis value by Z-axis defocus of epma

工学部第一技術系  
中村 昇二

Shoji NAKAMURA (Department of Technique)

EPMA is the large machine analysis device which kept the characteristics that an analysis could be done with aiming at a target by using SEM. The structure of the device does an analysis by satisfying the Bragg condition of the characteristic X-ray which occurs at the time of the analysis. Therefore, it can get data on the high precision much more than the type EDX of the same seed. So, EPMA satisfies the condition of the Z-axis by using the optical microscope with the CCD camera. But, visibility can't always do all samples by the CCD camera. For example, it is very difficult for the thing which absorbs light like carbon and so on in the optical nature and which doesn't reflect it for a CCD camera to catch it as an image. So, this technology announcement wants to propose a limit of the non-focus together when it is introduced how many influences appear on the analysis value in the non-focus in the Z-axis direction in the over-focus ・ proper focus ・ deficiency focus in EPMA.

Key words: epma, edx, focus, optical microscope, analysis

### 1. はじめに

電子線プローブマイクロアナライザー（以下、EPMA という）は、サンプルを走査電子顕微鏡（以下、SEM という）を用いてターゲットを狙いながら定性・定量分析をおこなえるという特徴を備えた大型機器分析装置である。また、装置の構造としては分析時に発生する特性 X 線のブラッグ条件を満足させることにより分析をおこなうため、同種の EDX（エネルギー分散型 X 線分光器）タイプより、極めて高精度のデータを得ることが出来る。そこで、このブラッグの条件を満たすために EPMA では、CCD カメラを用いた光学顕微鏡画像を利用して Z 軸（高さ方向）を調整し前記条件を満足させている。しかし、全てのサンプルが CCD カメラにより可視できるとは限らない。例えば、カーボン等のような光学的性質において、光を吸収し反射しないものは CCD カメラが画像として捕らえることが極めて困難である。

そこで、本技術発表は EPMA において Z 軸方向の非焦点は、過焦点・正焦点・不足焦点においてど

れだけの影響が分析値に現れるかを紹介すると共に、非焦点の限界を提案したい。

### 2. EPMA の構成と原理

本報告に用いた EPMA 装置は、三重大学地域共同研究センターに設置されている。本装置の特徴は、波長分散形 X 線分光器(WDS)とエネルギー分散形 X 線分光器(EDS)をコンバインしたことにより、面分析時に同時収集元素も 13 元素と WDS のみの場合に比べ一気に 2 倍以上になっている。また、映像信号(反射電子像、二次電子像)の 2 信号が追加でき、合計 15 信号の同時収集が可能である。EDS のリアルタイム性の利用により、効率の良い、簡単な分析能力も強化されている。また、本体ワークステーションと LAN との接続により遠隔操作及びデータ送信が可能なネットワーク関連ソフトも付加されている<sup>1)</sup>。

一方、EPMA 分析原理は電子銃から発生した電子線マイクロプローブが加速されて、収束レンズ・対物レンズを通過し微小な大きさに絞られる。

絞られたビームを試料表面に照射することによりビームと試料との相互作用から、透過電子・反射電子・吸収電子・二次電子・オージェ電子と X 線（特性 X 線）を用いて微小分析をおこない各種元素における定性・定量分析、線・面分析等をおこなうものである<sup>2)</sup>。本装置の構成を図 1 に、また特性 X 線発生原理を図 2 に示す。

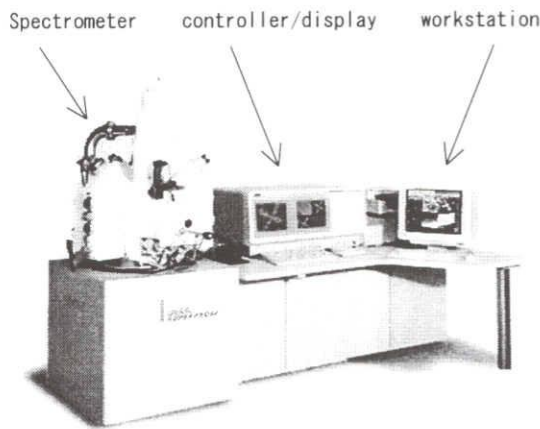


Fig.1 Construction of EPMA

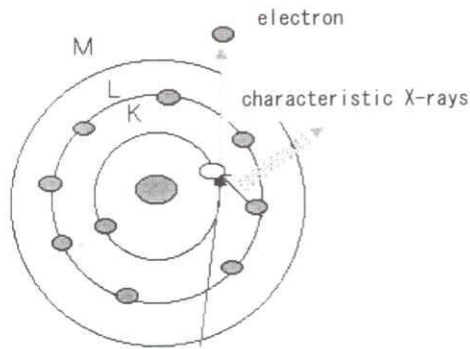


Fig.2 Generating principle of characteristic X-rays

### 3. Z 軸デフォーカスとは

EPMA において、試料の高さ方向である Z 軸方向の調整は極めて重要である。この調整を行うことにより、前記ブラッグの条件を満たし各種分析を行うからである。図 3 に Z 軸デフォーカスの模式図を示す。図から、試料が上方に上がること

を過焦点といい、正焦点より下方向に下がることを不足焦点という。分光結晶の位置はブラッグの条件である  $n\lambda = 2d\sin\theta$  を満足させる位置にあり試料台と連動して動いている。その結果、過焦点・不足焦点により特性 X 線分光時に定性・定量分析において誤差を生じることになる<sup>3)</sup>。また、図において右側の EDX 検出器は前記条件に関係しない。

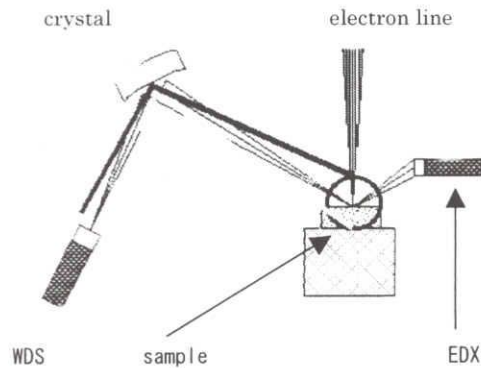


Fig.3 Intake figure of Characteristic X-ray

### 4. 光学顕微鏡 (CCD カメラ) と可視像

EPMA に取り付けられている光学顕微鏡カメラ（以下、光顕という）は、極めて焦点深度が浅く調整され前記ブラッグの条件を満足させる動きをしている。光顕画像にて捕らえる画像とは、実際に人間が太陽光に照らされた物を見ていることと同じである。例えば、図 4 の様に電球が波長 380～770nm の光を出し、物に反射してそれを人間の網膜が 400～700nm の範囲で認識し像として捕らえることである。この時、対象物がどの波長を反射して、どの波長を吸収するかによって人間がどういう色であるかを認識している。不可視像といわれている物は、主に黒色またはそれに近い色をしたカーボン等で構成された試料の場合である。黒系色の場合、殆どの色の波長を吸収してしまう光学的性質を持っている。

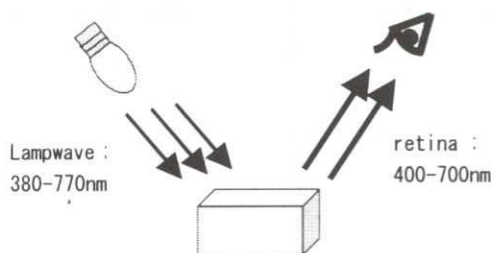


Fig.4 Principle of the visible figure

### 5. CCD カメラによるデフォーカス像

CCD カメラを用いてフォーカスを合わせる方法は、本体 CRT 上で正焦点の目印である[×]印にて行う。Z 軸の試料台高さの調整は、ジョイスティックと呼ばれるコントローラーを用いて微細な調整をする。例として、図 5 に JEOL の標準試料(SUS304)を用いた場合の正焦点を含め過焦点の例を示す。図から、正焦点では[×]印がはっきりと見えるが、焦点ズレが大きくなると共に[×]が二重になり、その線の開きが広がっていきのが分かる。また、200um に達すると開いていく中心線どころか、反射光が無くなり黒くなってしまふ。

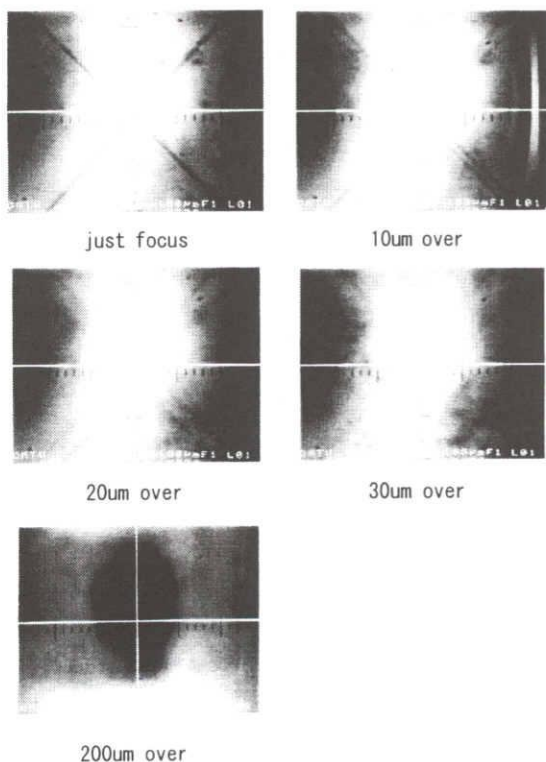


Fig.5 Defocus pictures by ccd camera

### 6. デフォーカスによる影響

実際に、JEOL 標準試料である Fe を用いてデフォーカスさせた例を紹介する。図 6 に前記 Fe を定性分析したプロファイルを示す。定性分析条件は、Acc.V 15 kV, Prob C 3e-08A, step 10um, dwell 50ms, crystal Lif, X-ray Ka であり、デフォーカスの値は過焦点 500um と不足焦点 500um とした。図から、全体的なプロファイルを見た場合、直感的に正・過・不足焦点全て独特な波形を示し、正焦点からずれていることが分かる。具体的には、定性元素である Fe のピーク値が正焦点では 134.760mm であるのに対し、過焦点では 134.30mm, 不足焦点では 135.40mm, また定量分析に用い感度を示す CPS は、正焦点では 380, 過焦点では 190, 不足焦点では 68 という結果になった。

また、より詳細にデフォーカス定性分析を行った例を図 7 の表に示し、図 8, 9 にそれぞれをグラフ化にて表示した。

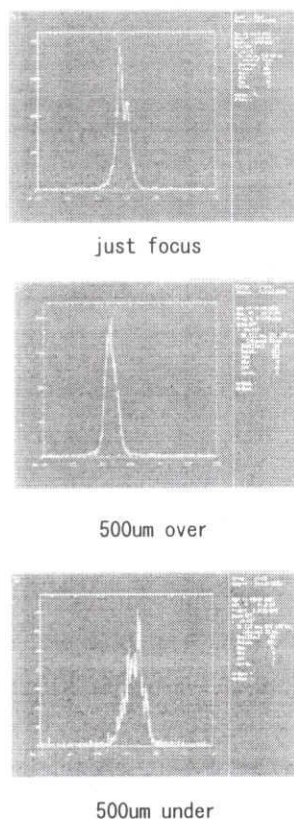


Fig.6 Qualitative profile of defocus

focus gap (um)	+500	+200	+100	+50	0	-50	-100	-200	-500
peak position (mm)	no peak	134.500	134.670	134.720	134.770	134.870	134.910	no peak	no peak
net (cps)	no data	7969.3	8050.7	8376.5	8478.3	7643.7	7847.2	no data	no data

Fig. 7 Influence on semi-unt analysis program

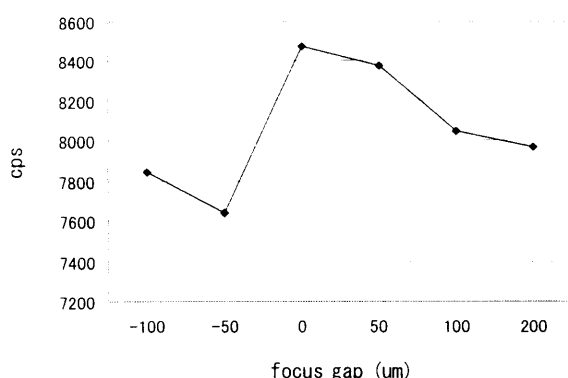


Fig. 8 An influence on the cps

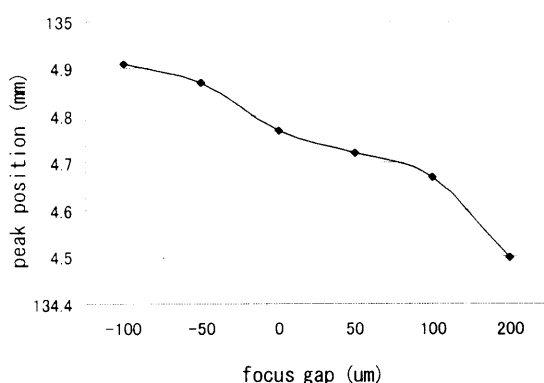


Fig. 9 An influence on the peak position

## 7. 結果と考察

例で示した Fe のデフォーカス結果から、試料焦点位置が上昇する過焦点域に入ると、ピーク位置はマイナス側に移動し、感度を示す CPS は僅かに減少傾向になる。試料位置が下降する不足焦点域に入ると、ピーク位置はプラス側に移動し、感度を示す CPS は過焦点と比べ大きく減少している。また、定性位置の

影響と CPS の影響を比較した場合、CPS への影響が大きいことが分かる。EPMA にインストールされている半定量プログラムを用いると、過焦点側では +200um までピークを判断することができるが、不足焦点側においては -100um までしか Fe として認識はできなくなる。但し、これらの影響は各元素特有のものであることは言うまでもない。

## 8. おわりに

以上のように、EPMA 分析を行う上で表面粗さの状態がいかに各分析値に影響を及ぼすかが分かった。僅か髪の毛の太さである 80um でも、影響を与えるということは、試料作製上極めて高い表面研磨を行うことが精度の高い EPMA 分析を行う上で要求されるということを再確認した。

今回は Fe のみのデータであるが、今後他の元素においても同様のデータを収集していきたい。また、今回の結果は、筆者が管理する EPMA 技術情報としてホームページ上に提供しているので参考に頂ければ幸甚である。

## 9. 参考文献

- 1) 電子プローブマイクロアナライザー型録, 日本電子株, 1994
- 2) よくわかる電子顕微鏡技術, 平野 寛ほか, 朝倉書店, 1993
- 3) 電子プローブマイクロアナライザー, 日本表面科学会編, 丸善書店, 1998