

EPMA 波高分析の紹介とデータベースの構築

三重大学工学部工学研究科技術部

中村昇二

shoji@mach.mie-u.ac.jp

1. はじめに

電子線マイクロアナライザー（以下 EPMA という）は、細く絞った電子線をターゲットである試料に照射し、その相互作用により発生する特性 X 線を検出して元素分析等をおこなう装置として知られている。利用される特性 X 線は K 線から始まり L、M へと続き、多数の付随する線種が存在し利用されるメリットと背中合わせに、同存在からくるデメリットとして近接・重畳作用がある。この重畳からくるスペクトルの読み違いや分析を誤ることによる解析ミスは多々発生する。そこで本報告では、この重畳を処理する波高分析の紹介と各事例を実際に測定したので報告する。

2. 波高分析とは

EPMA には波高分析（Pulse Height Analyzer : P.H.A）とよばれる X 線検出器の出力パルスのうち、設定した電圧範囲に入るものだけを計数する装置が設置されている。分析原理は、X 線の波長すなわちエネルギー差を利用して電氣的に高次線や妨害線を分離するシステムであり、波高値の上限および下限を設定して一次線のみ計数させるものである。EPMA に付随しているものを S.C.A（Single channel analyzer）、EDX に装備されているものを M.C.A（Multi channel analyzer）といい、X 線測定系である比例増幅器と計数計、計数率計の間に組み込まれている¹⁾。

S.C.A の一般的な利用法として、軽元素分析での分解能の向上および対象元素外の高次線からくる重畳回避があげられる。

3. りん青銅での重畳から

一般的に知られている青銅（Cu と Sn）に、脱酸素剤としてりん（P）を加えたりん青銅を用いた事例を紹介する。本試料の微量成分であるりんを分析する時、主な元素の成分である銅の $K\alpha 1$ の 4 次線反射 X 線が、りん $K\alpha 1, 2$ に重畳してくる。分光結晶 PETH での本重畳を示した波高分布曲線を図 1 に示す。図 1 から、左側の 1.6KeV 付近の大きなピークが $PK\alpha 1, 2(I)$ であり、6KeV から 8KeV 付近のブロードなピークが $CuK\alpha 1(IV)$ である。また、図 2 に波高分析処理をしていない定性分析結果を示す。

これらを踏まえて、図 1 での $K\alpha 1, 2$ のみを選別するように通常のウィンドウ巾である 9.3V から 5V とした。同時に、感度をあげるため、PHA gain を通常の 32 から 64 としている。図 3 に同定性分析結果を示す。また、図 4 に前記処理前と処理後のスペクトルを同軸上に重ねたものを示す。

結果から、特性 X 線取込み量である CPS が 148 から 91（ピーク強度 MAX）に下がっているのが分る。また、これらの値から求める半定量分析結果において 0.541wt% から 0.317wt% になり、あえて重畳が発生しない分光結晶 TAP での結果の 0.265wt% に近づいている。図 5 に分光結晶 TAP での定性分析結果を示す。以上から、波高分析による重畳回避が可能であることを示している。

4. 技術データの公開とデータベースの構築

前項にりん青銅を例にとり、高次反射 X 線が妨害スペクトルとして現れる重畳を紹介したが、機器メーカーである日本電子(株)の資料によると、本重畳は 9 例ある。また、軽元素においてはスペクトルの自然幅が広いことから重畳する高次反射 X 線は数多く存在する。同じく日本電子(株)の資料から、ボロンに関しては 29 本が、カーボンでは 33 本、窒素では 31 本、酸素では 28 本、フッ素 16 本がそれぞれ報告されている²⁾。

前記したが、これらは全て各機器特有のエネルギー値を示すため、個々でデータを揃えて対応するし

がなく、各事例を一から揃えたファイルを作成し公開・共有化することが急務である。

5. おわりに

近年の分析機器等は、技術の高度化が極端に進み分析過程等はブラックボックス化し、結果はほぼオートマチックに出力されてくる。これら機器を使いこなす上で、機器の構造を知ることはもちろんのこと、分析結果を理解すると同時に考察することは特に高度な技術力が要求される。EPMA を管理する筆者の周辺でも、誤った理解により信憑性の低いデータがそのまま外部へ出て行くことが見受けられることもしばしばである。

これらを防ぐ一環として、本データベースの作成と随時閲覧可能なシステムは大いに必要であると考ええる。ただし、日本電子(株)の報告にもあるようにその重畳事例はかなりのボリュームがあり、直ぐには全て対応しきれないが、できるところから本学 EPMA の重畳回避用データベースを完成していくように努力したい。

参考文献

- 1) 電子プローブマイクロアナライザー 丸善株式会社 1998 年
- 2) EPMA における波高分析器とその利用法 日本電子ユーザーズミーティング 1982 年

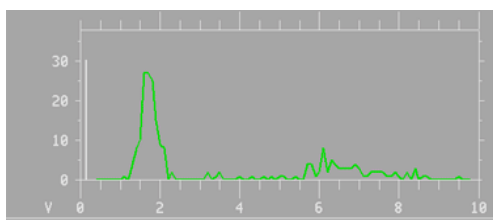


Fig. 1 The spectrum of the SCA curve
PK α 1, 2(I)とCuK α 1(IV)

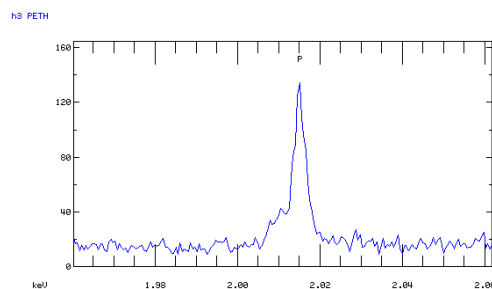


Fig. 2 The qualitative analysis spectrum of C5191P
(before PHA processing)

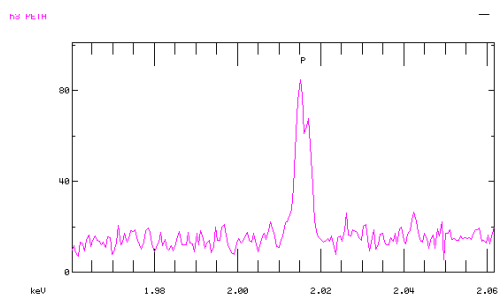


Fig. 3 The qualitative analysis spectrum of C5191P
(after PHA processing)

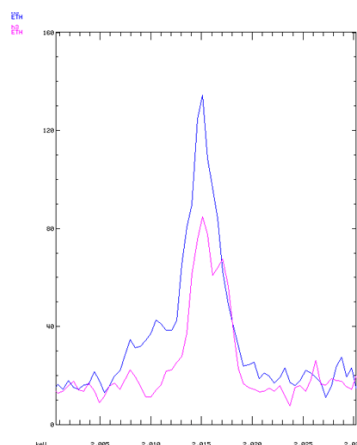


Fig. 4 The qualitative analysis mixed spectrum of
C5191P (PHA processing before and after)

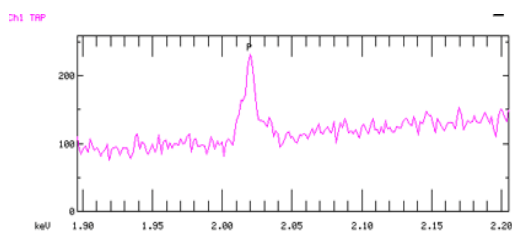


Fig. 5 The qualitative analysis spectrum of C5191P
(without convolution by TAP crystal)