

EPMA分析における留意点 ～分光器の集光条件と測定条件設定～

日本電子株式会社

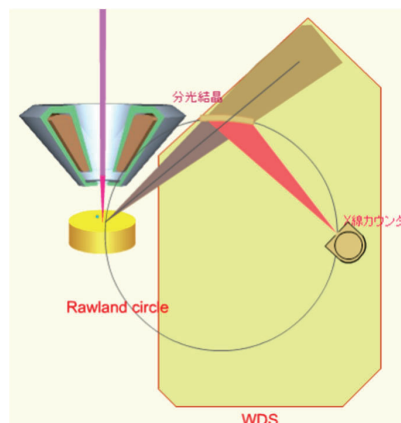
S企画推進本部 R&D推進 講習G 土門 武

はじめに

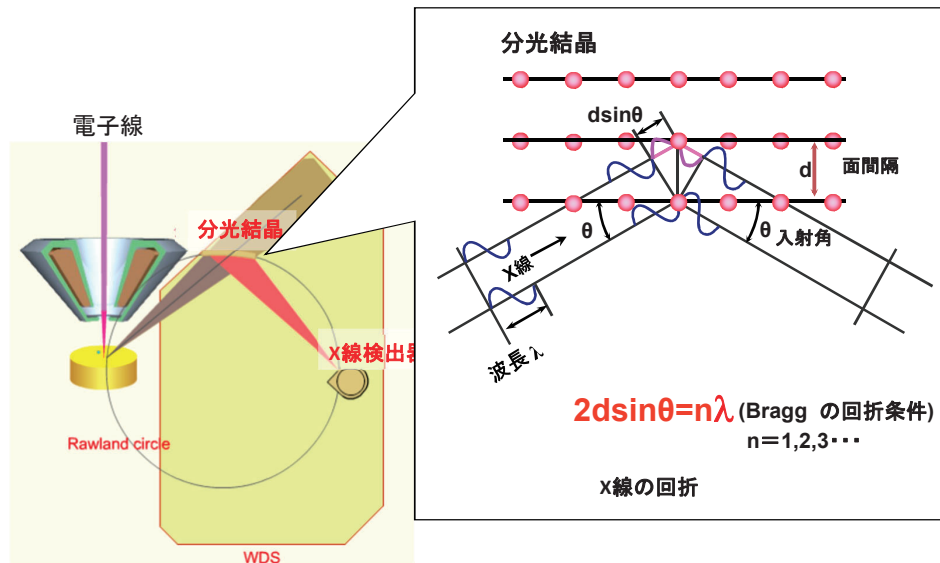
EPMA(Electron Probe Micro Analyzer)の分析結果はWDSの集光条件に大きく影響される

本講演では、分光器の集光条件が面分析結果に及ぼす影響を明らかにし最適な分析条件を検証した

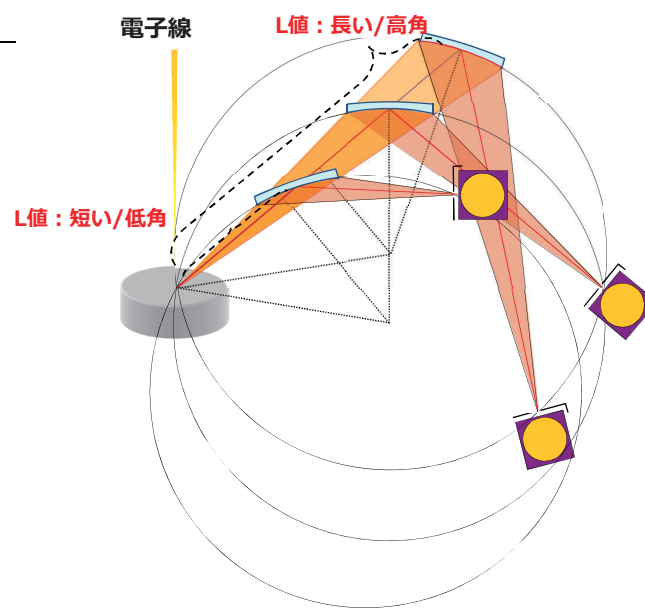
- ・ スキャン方法
- ・ 倍率



分光結晶

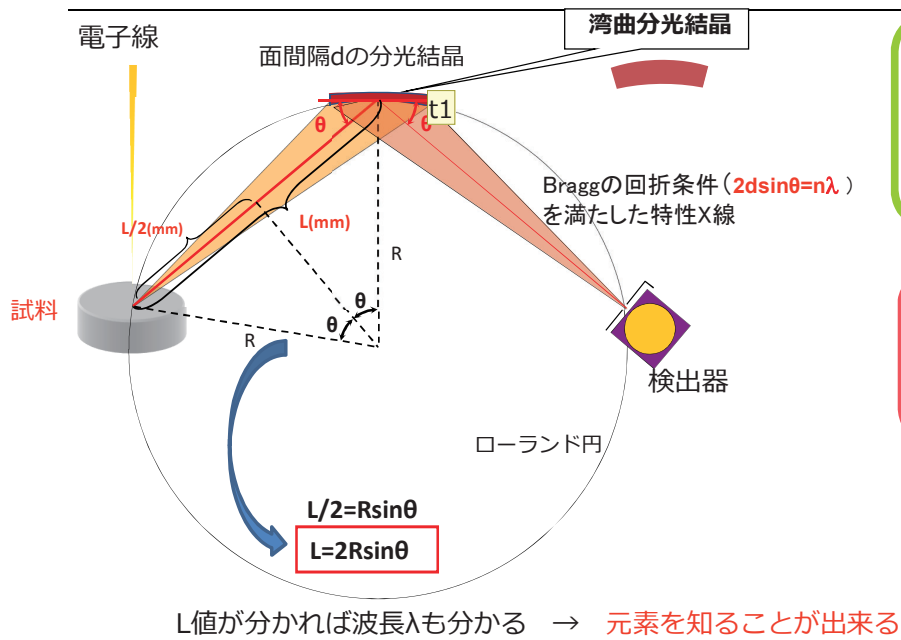


WDSの仕組み



分光結晶は入射角を変えながら直線上に動く
 L値：短い/低角→短波長のX線 L値：長い/高角→長波長のX線

分光器



$$L=2R\sin\theta$$

(装置の幾何学条件)

$$2d\sin\theta=n\lambda$$

(Braggの回折条件)

$$\sin\theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

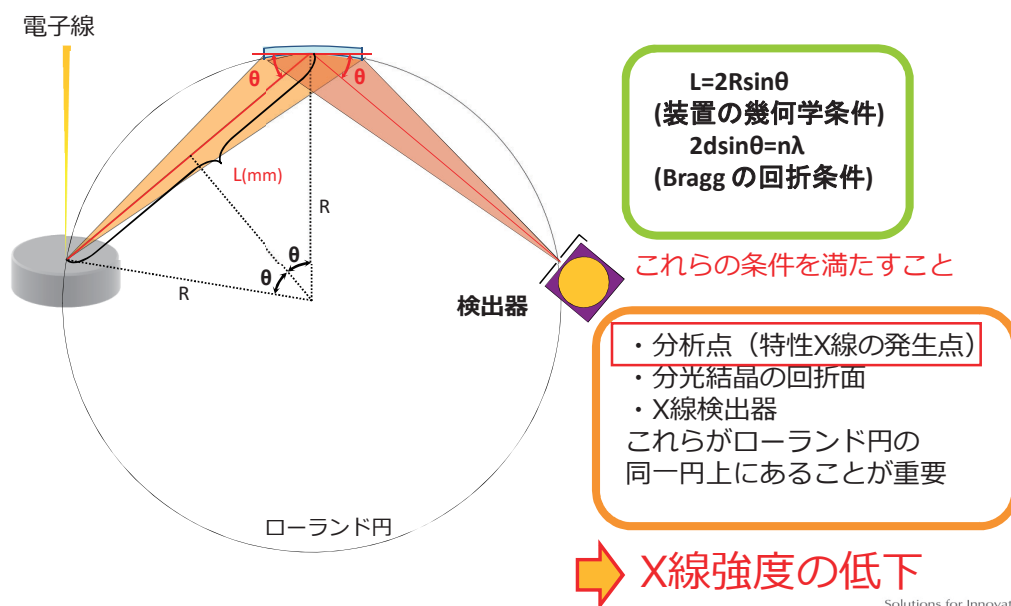
$$L=2R \cdot \frac{n\lambda}{2d}$$

代入

$$L = \frac{R}{d} n \lambda$$

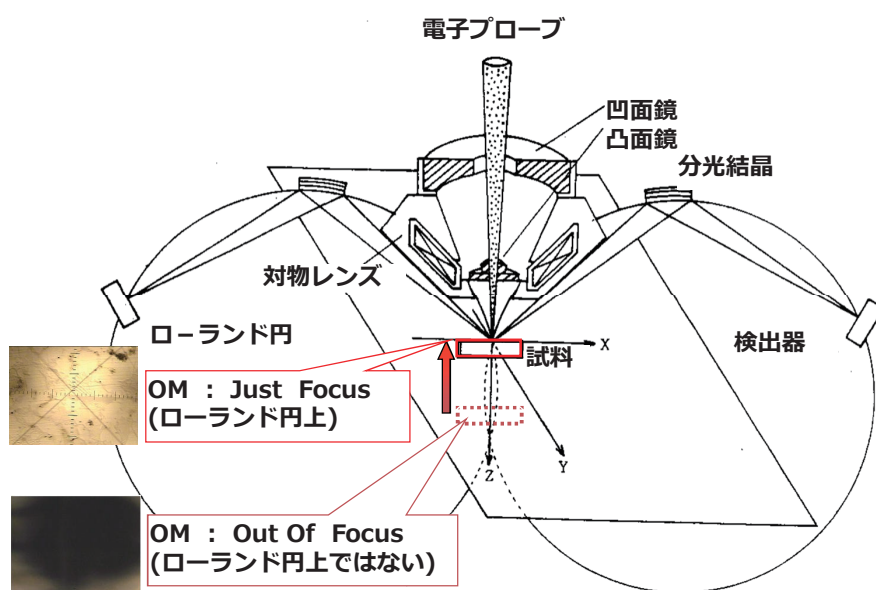
Solutions for Innovation JEOL

分析において重要な注意点



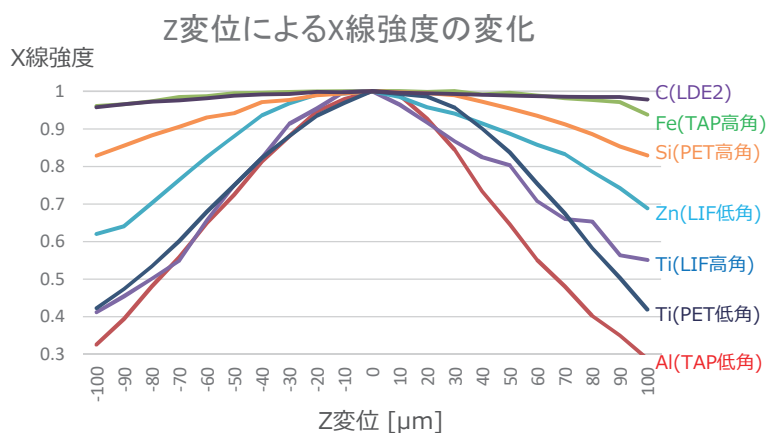
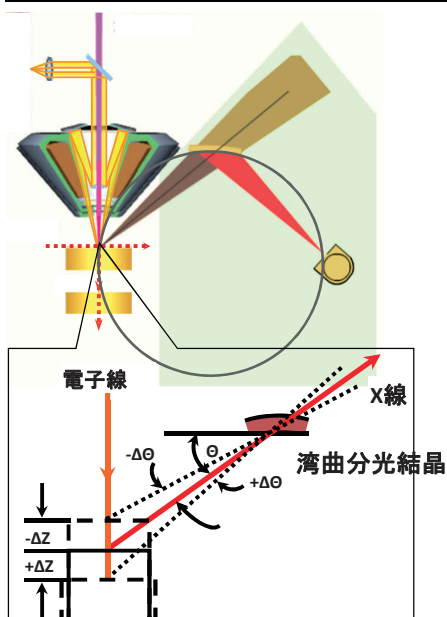
Solutions for Innovation JEOL

光学顕微鏡(OM) : ローランド円上に試料の分析表面の高さを合わせる役割



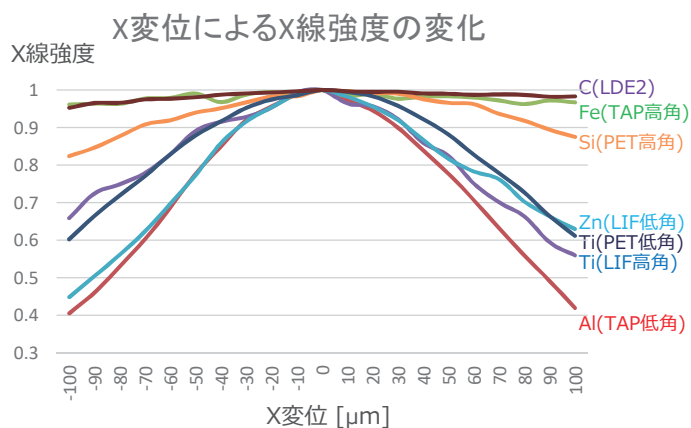
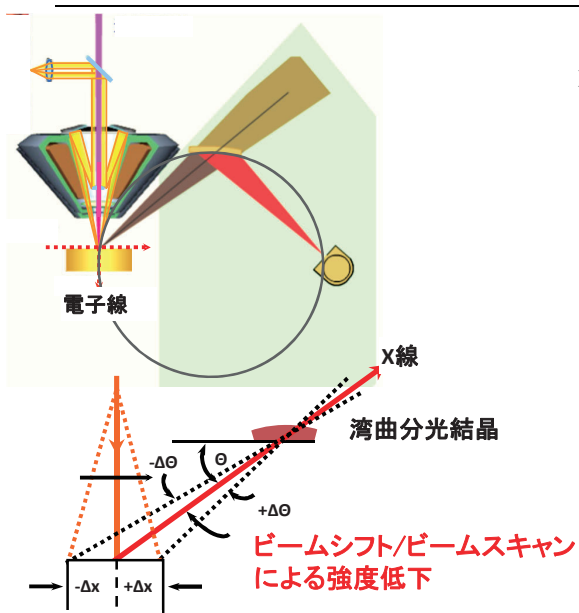
Solutions for Innovation JEOL

ローランド円の集光条件から外れることによるX線強度の低下(Z方向)



Solutions for Innovation JEOL

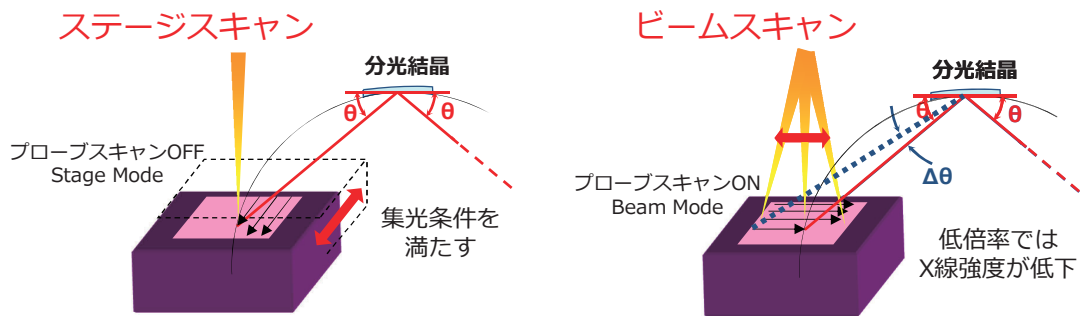
ローランド円の集光条件から外れることによるX線強度の低下(X方向)



- ✓ TAP低角側の元素は最も強度低下の影響を受ける
- ✓ LDE系の元素は強度低下の影響を受けにくい

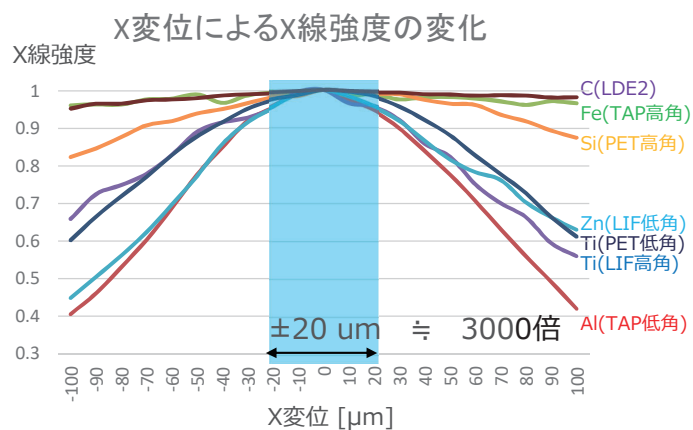
Solutions for Innovation JEOL

ステージスキャンとビームスキャン



Solutions for Innovation JEOL

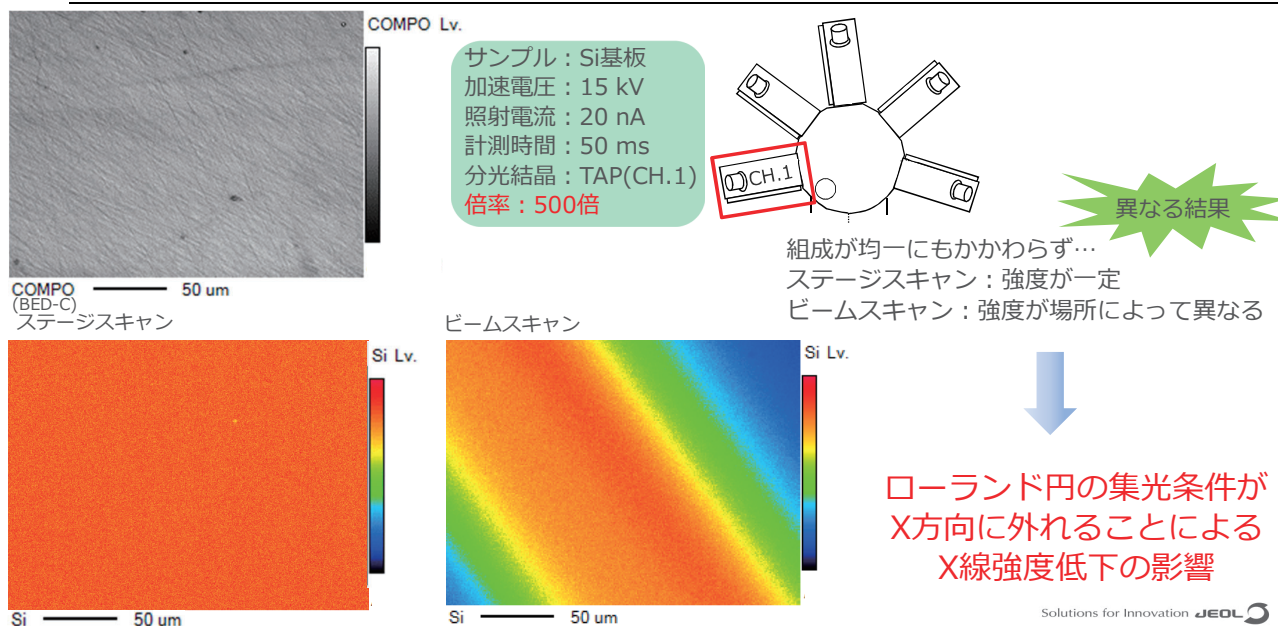
ステージスキャンとビームスキャン



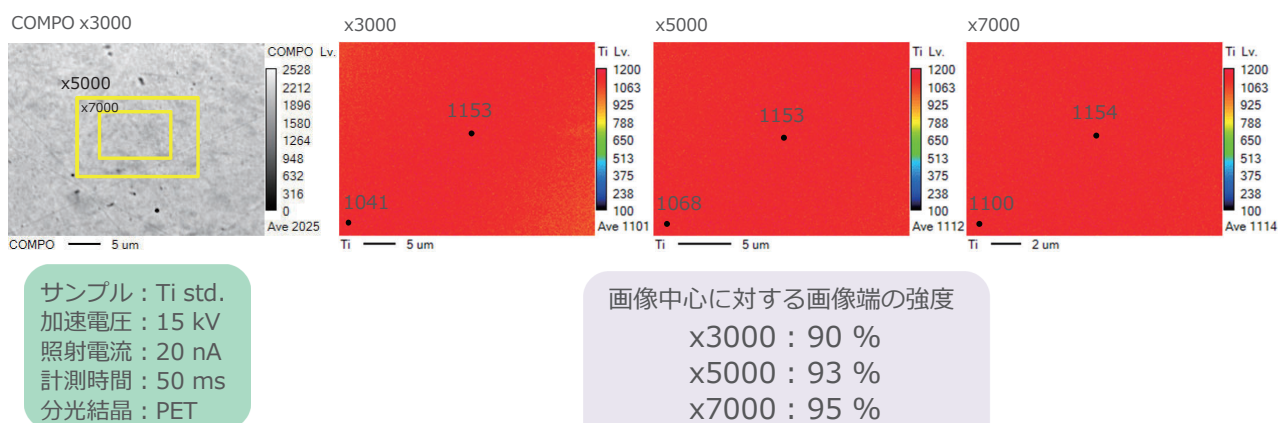
一般的には、倍率が
×3000以上：ビームスキャン
×3000未満：ステージスキャン
※特に、TAPの低角側の元素には注意する
(Si K α , Al K α , W M α etc...)

Solutions for Innovation JEOL

面分析結果の比較 -ステージスキャンとビームスキャン-

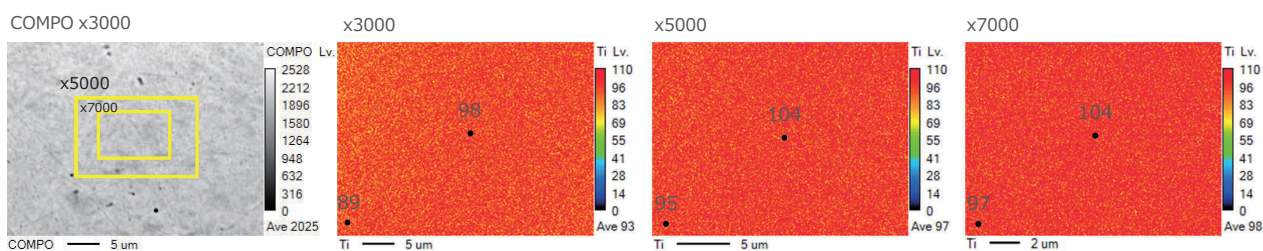


ビームスキャンマップの倍率 ①分光結晶 PET (L : 88.03 mm)



3000倍での強度低下は1割程度に抑えられている

ビームスキャンマップの倍率 ②分光結晶 LIF (L : 191.12 mm)



サンプル : Ti std.
加速電圧 : 15 kV
照射電流 : 20 nA
計測時間 : 50 ms
分光結晶 : LIF

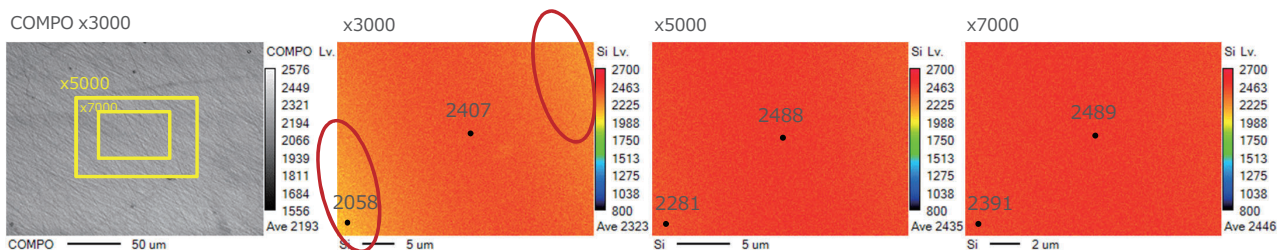
画像中心に対する画像端の強度

x3000 : 91 %
x5000 : 92 %
x7000 : 93 %

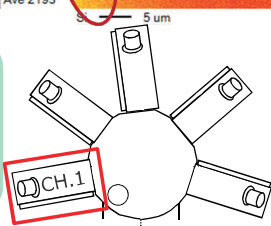
3000倍での強度低下は1割程度に抑えられている

Solutions for Innovation JEOL

ビームスキャンマップの倍率 ③分光結晶 TAP(低角側) (L : 77.46 mm)



サンプル : Si std.
加速電圧 : 15 kV
照射電流 : 20 nA
計測時間 : 50 ms
分光結晶 : TAP(CH.1)



画像中心に対する画像端の強度

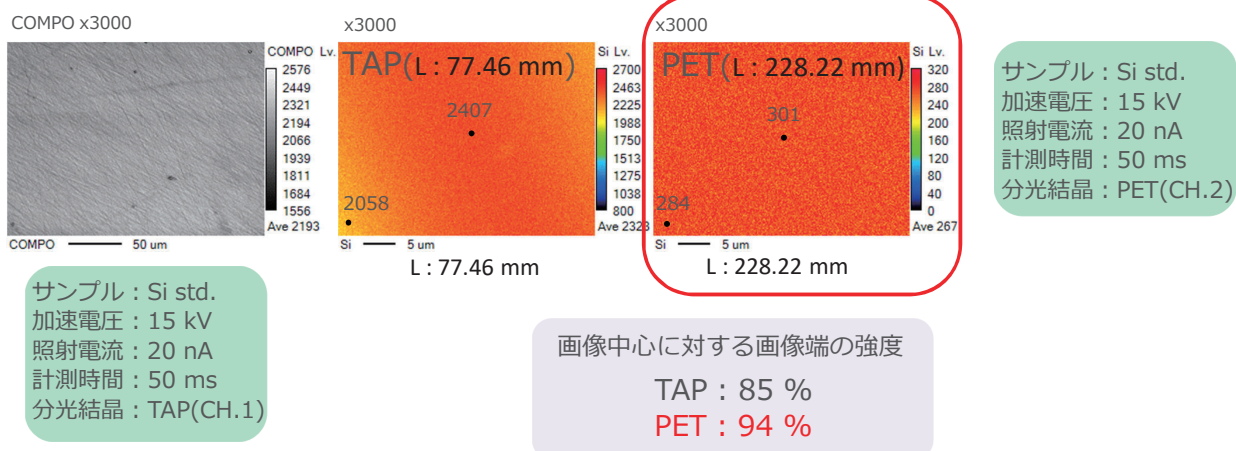
x3000 : 85 %
x5000 : 91 %
x7000 : 96 %

3000倍では強度が1割以上低下している

TAPの低角側の元素は強度低下しやすいので、元素によっては3000倍でのビームスキャンは注意すること

Solutions for Innovation JEOL

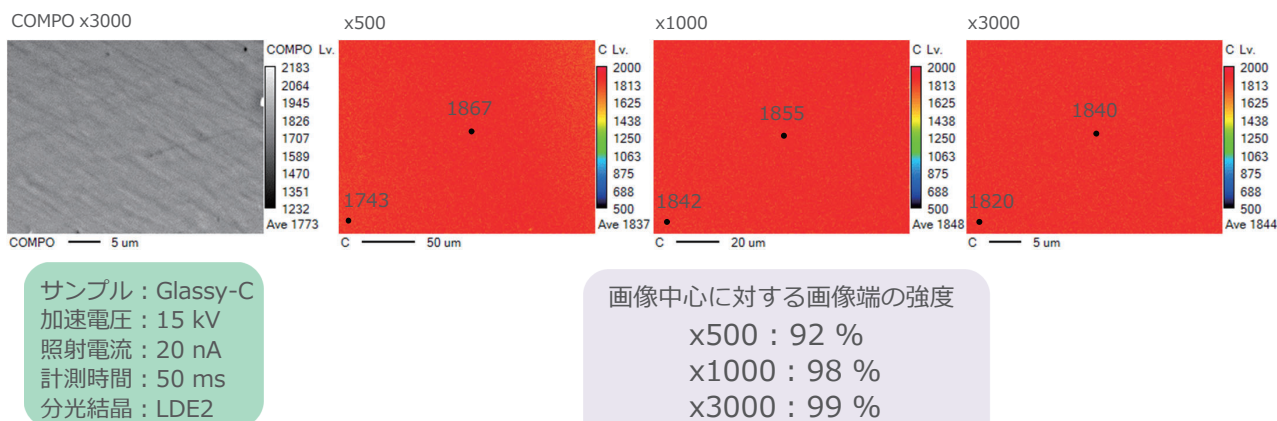
ビームスキャンマップの倍率 ③分光結晶 TAP(低角側)



TAP低角側の元素で3000倍での強度低下が気になる場合はPETを推奨

Solutions for Innovation JEOL

ビームスキャンマップの倍率 ④分光結晶 LDE2 (L : 124.56 mm)



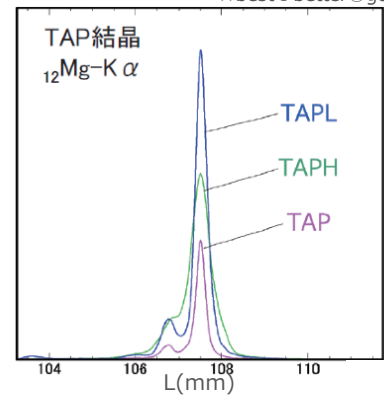
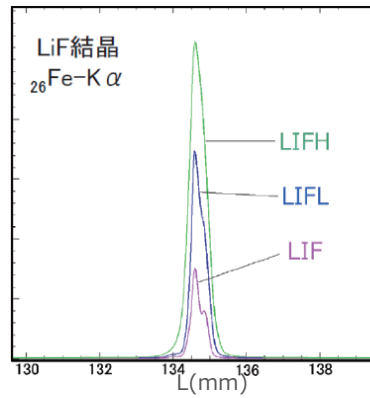
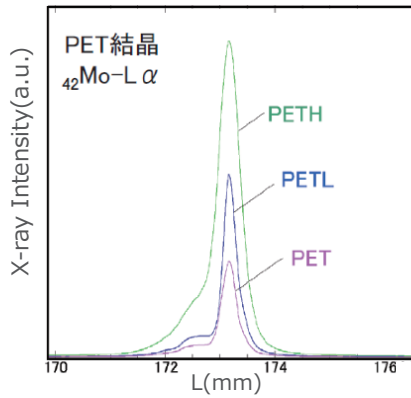
C(LDE系)は影響を受けにくいので、ビームスキャン500倍でも強度低下の影響は1割に満たない
Cのみ取得したいのであれば500倍でも問題ないが、他の元素と同時に取得する場合は
他の元素に合わせて3000倍を推奨する

Solutions for Innovation JEOL

XCE型・H型・L型分光器について

	ローランド円の半径R	X線強度	分解能	分光範囲		ローランド円の半径R	X線強度	分解能	分光範囲
PET/LIF	140	○	◎	◎	TAP	140	○	◎	◎
PETH/LIFH	100	☆	○	○	TAPH	100	◎	○	○
PETL/LIFL	140	◎	◎	◎	TAPL	140	☆	◎	◎

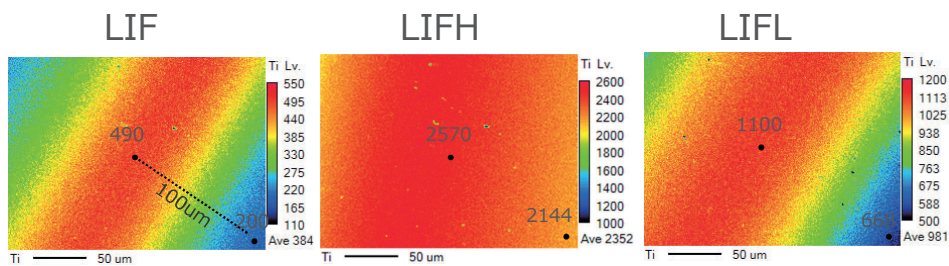
☆best ◎better ○good



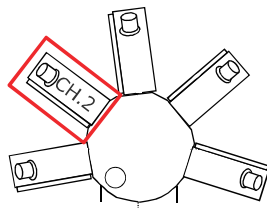
H型：XCE型よりX線強度が大きい、分解能が若干落ち分光範囲も狭くなる
L型：XCE型よりX線強度が大きく、H型よりも分解能が良い

Solutions for Innovation JEOL

XCE型・H型・L型の比較



サンプル：Ti std.
加速電圧：15 kV
照射電流：100 nA
計測時間：50 ms
倍率：500倍



画像中心に対する画像端の強度

LIF : 52 %
LIFH : 83 %
LIFL : 71 %

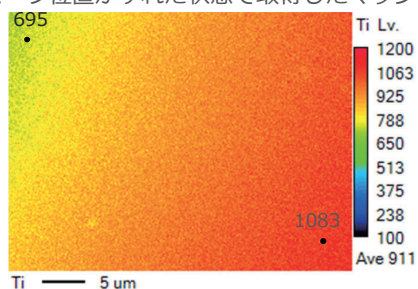
強度減衰：XCE>L>H

※ただし結晶・元素によってはL>XCEになるものもある
(例：LIF低角側のZnやPET高角側のSiなど)

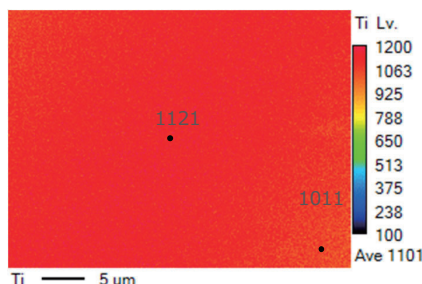
Solutions for Innovation JEOL

ピークサーチについて

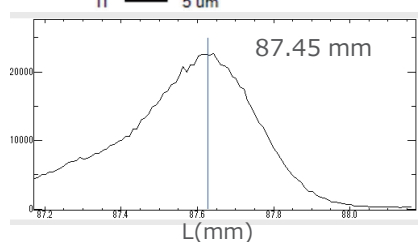
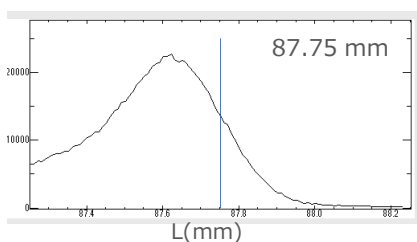
ピーク位置がずれた状態で取得したマップ



ピーク位置が合っている状態で取得したマップ



サンプル：Ti std.
加速電圧：15 kV
照射電流：20 nA
計測時間：50 ms
分光結晶：PET
倍率：3000倍



強度が最も高い点と低い点の強度比

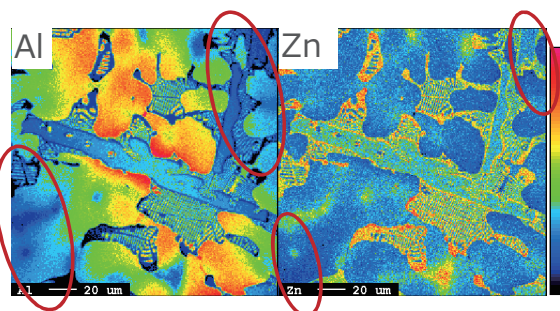
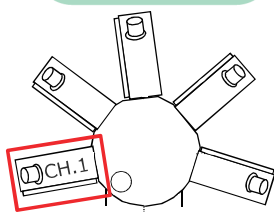
ピークサーチなし：64 %
ピークサーチあり：90 %

ピークサーチを事前に行うことを推奨する(特にTAP低角側の元素)

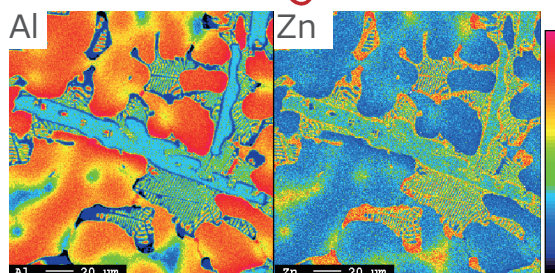
Solutions for Innovation JEOL

Al合金でのマッピング例

サンプル：Al合金
加速電圧：15 kV
照射電流：10 nA
計測時間：50 ms
分光結晶：TAP(Al)
LIF(Zn)
倍率：500倍



ビームスキャン



ステージスキャン

Solutions for Innovation JEOL

まとめ

- ✓ ステージスキャンは倍率が3000倍未満、ビームスキャンは3000倍以上での使用を推奨
- ✓ ただしビームスキャンの際は、TAP低角側の元素は注意
3000倍での強度低下が気になる場合は倍率を上げる、異なる分光結晶を用いるなど工夫が必要
- ✓ 基本的にL型あるいはXCE型が最も強度低下の影響が大きく、H型は強度低下の影響が少ない
- ✓ 事前にピークサーチを行うことで正確な分析結果を得られる

Solutions for Innovation JEOL 

ご清聴ありがとうございました

