

挑戦中

X線複合分析装置

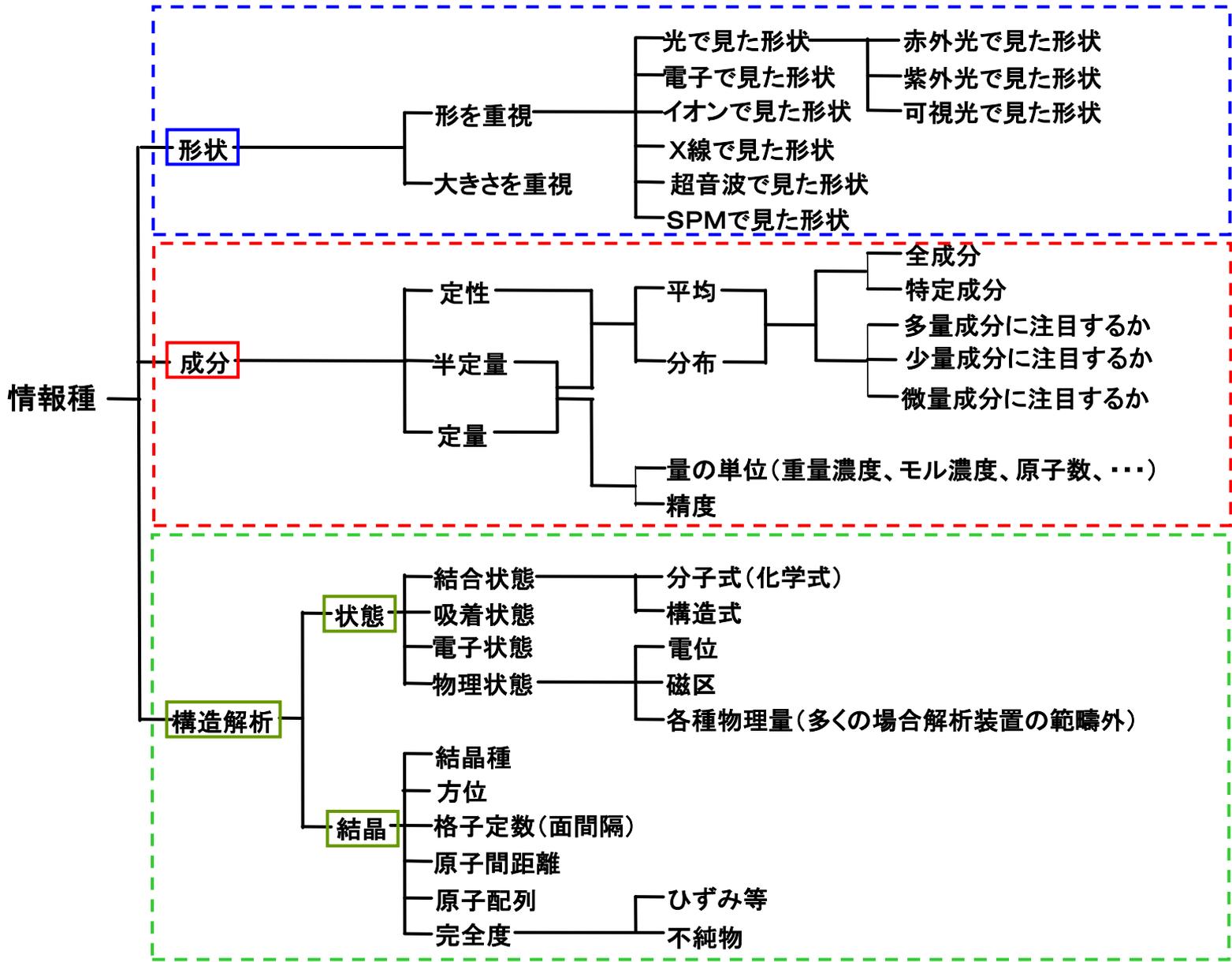
X線照射による分析法の、ほとんど全てを
高分解能・高性能で、単独あるいは任意の複合で実現

応用科学研究所

副島啓義

副島啓義：特許6851107、国際特許（米国、ヨーロッパ／英国・ドイツ・フランス）も取得

分析目的・課題



電子ビーム照射は

- 1、マイクロビームが容易
→微小部分分析、分布分析
- 2、光学像・SEM像と成分分布の対応が比較的容易
→試料形状・試料組織と成分の対比が比較的容易
- 3、入射エネルギー(加速電圧)が容易に可変出来る
→超軟X線領域のO、N、C、B, (Be、Li)成分分析
- 4、制動輻射によるバックグランドX線が発生するので、検出下限に限界がある
- 5、電子ビーム照射部の温度上昇がある。
- 6、試料の真空環境が必須。

X線ビーム照射は

- 1、マイクロビームが困難
- 2、光学像・SEM像と成分分布の対応が困難
- 3、入射エネルギーの可変は容易でない
- 4、S/Nが優れており、微量元素検出能力が高い
- 5、X線ビーム照射による試料破壊変質は比較的少ない。
- 6、試料の大気環境も真空環境も、場合によれば液中も可能。

X線ビームを絞る

- ・X線は発生源から発散する
- ・発散するX線を収束して細いビームとしたい



これは非常に困難で、
X線が1895年に発見されて以来、長らく
X線を絞るレンズがなかった。

ようやく、1986年1988年に、MCXが発明された
FZPをはじめ、様々なX線集光法が考案された

(副島分担執筆: 1.2.3 X線集光、「マイクロビームアナリシスハンドブック」
学振マイクロビームアナリシス第141委員会編、オーム社、2014)

一番細く絞れるのは FZP

単色光も連続光も同じ焦点位置で絞れるのは MCX

しかし

- 一番細く絞れるFZPが、実は定性分析・定量分析にはほとんど使えないことはあまり知られていない
- MCX以外の多くのX線集光法も定性分析・定量分析には適さないこともあまり知られていない

マイクロアナリシスにおける定性分析と 特定成分の定量分析・分布分析

全ての成分がどの微小部でも、全く同じ組成比を有することは、金属や鉱物ではあり得ず、ガラス・プラスチックでも偏在することが珍しくない。(完全に均一ならマイクロアナリシスの必要がない)

そこで、

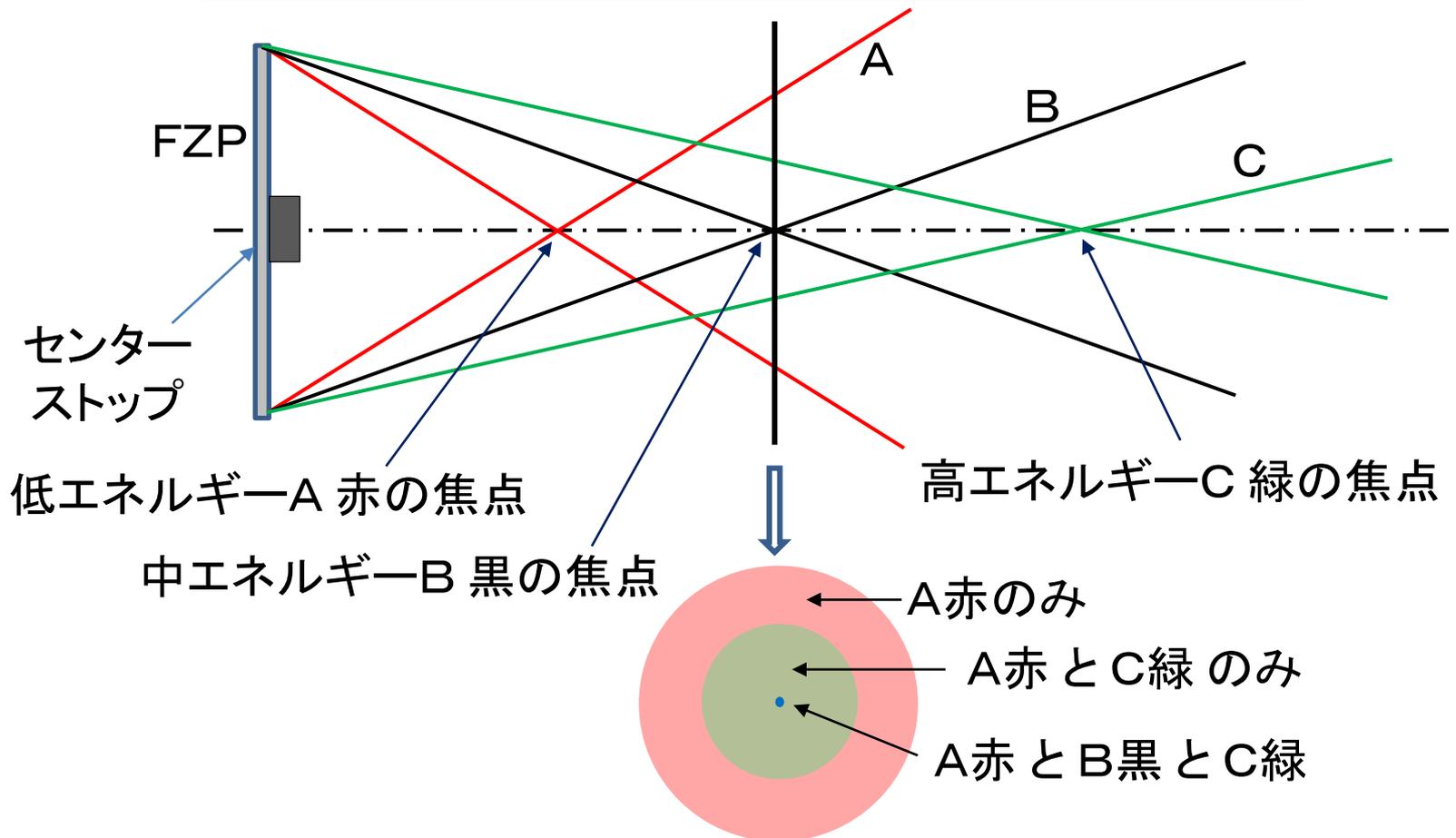
- まずは、微小部の正確な定性分析を行い、
- その後、注目成分の分布分析や定量分析をすべきである。

注目すべき元素が予め決まっている場合でも、その元素だけの分布分析を行うと、他の成分の影響が分からず精度が良くない。

特定の成分の定量分析でも、原則として全元素の存在の明確さが必要である

FZPを用いた分析の問題点

FZPによる焦点位置でのエネルギー分布

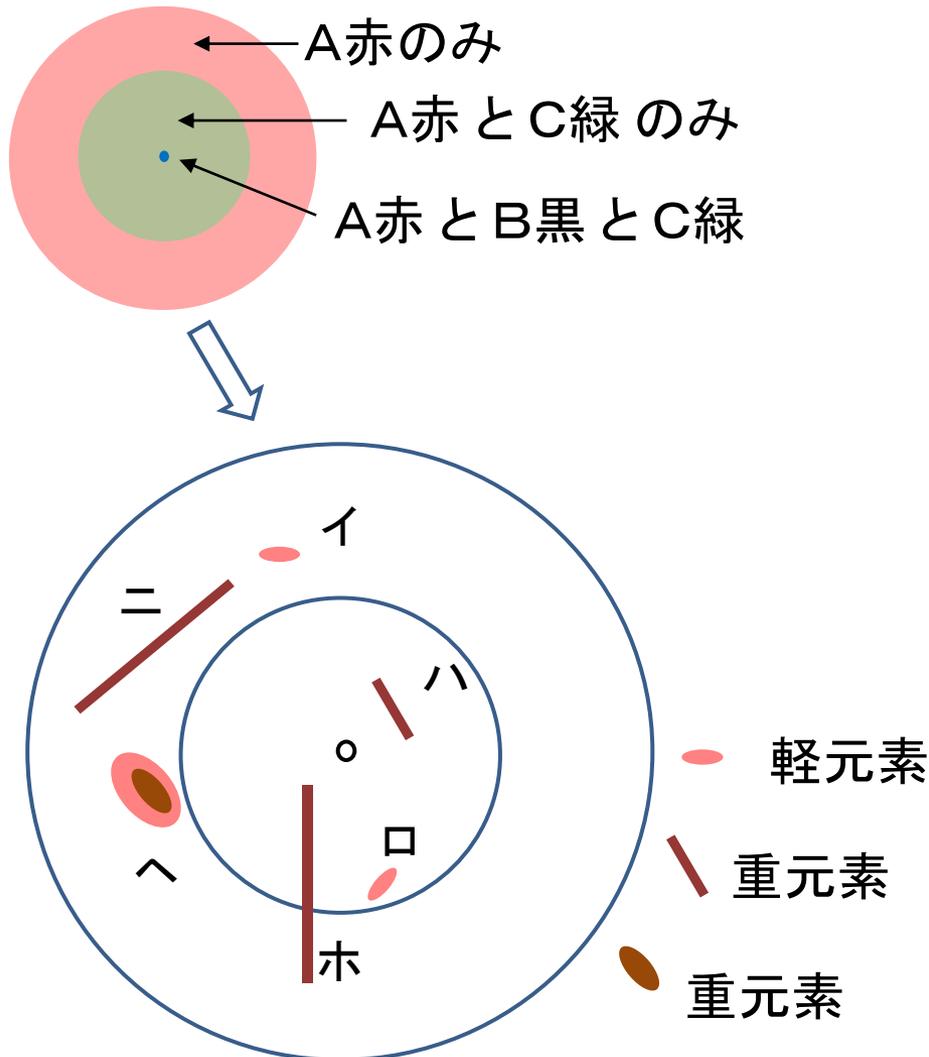


中エネルギー-B 黒の焦点位置に
試料を光軸に直角に置いた時の試料面上のエネルギー分布

(特許6851107より)

FZPを用いた分析の問題点

Bの焦点位置に試料を置いて定性分析すると・・・



イ: 検出可

ロ: 検出可

ハ: 検出可

ニ: 検出不可

ホ: 針状組織の長さが狂う

ヘ: 2重構造が分からず、軽元素だけの結果になってしまう



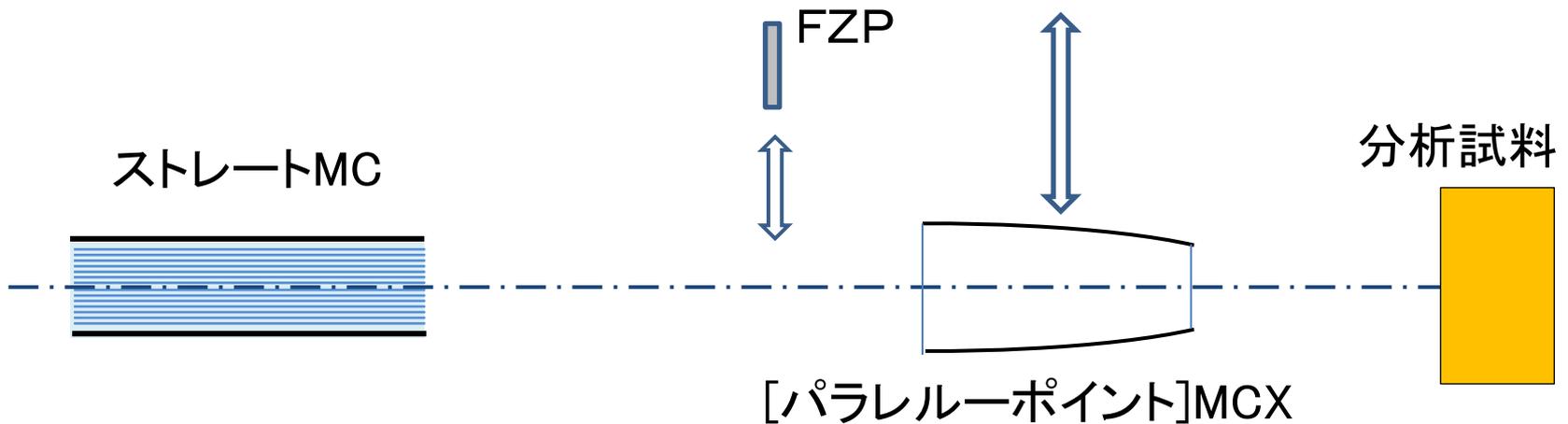
定性分析がメチャクチャ

FZPでは、正確な定性分析ができない

FZPを用いた分析の問題の解決法

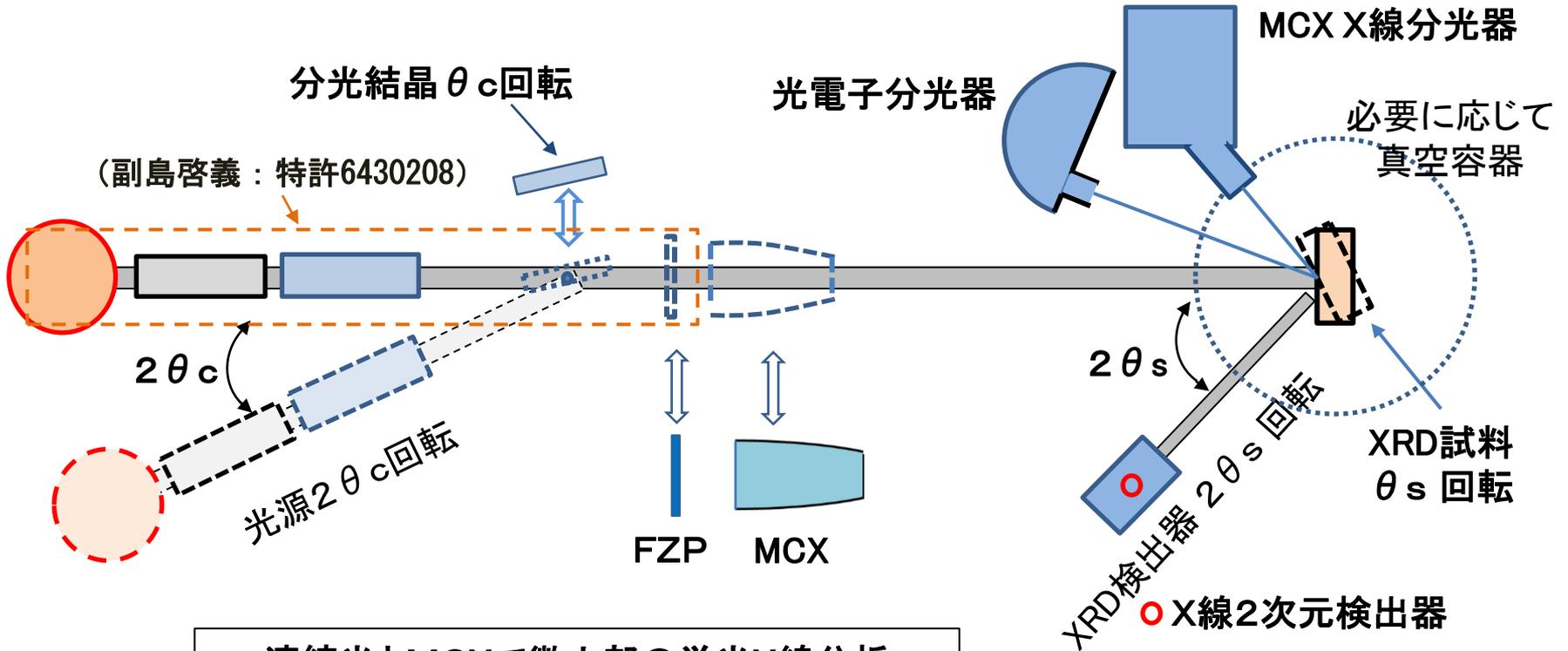
FZPとMCXの組合せ

- 1、FZPを光軸から外し、MCXを光軸に入れる
- 2、MCXの焦点位置(全ての元素に対して焦点位置は同じ)に試料をセットする
- 2、MCXによる微小部の正確な定性分析を行う
- 3、注目元素を決める
- 4、MCXを光軸から外し、FZPを光軸に入れる
- 5、注目元素が焦点位置になるようにFZPの位置を決める



X線複合分析装置

μ -XRF、 μ -XPS、 μ -XAFS、 μ -XANES、XRD



連続光とMCXで微小部の蛍光X線分析
任意単色光とFZPで特定成分の極微小分析

微小部のX線吸収スペクトル分析

任意の単色平行光により精密X線回折

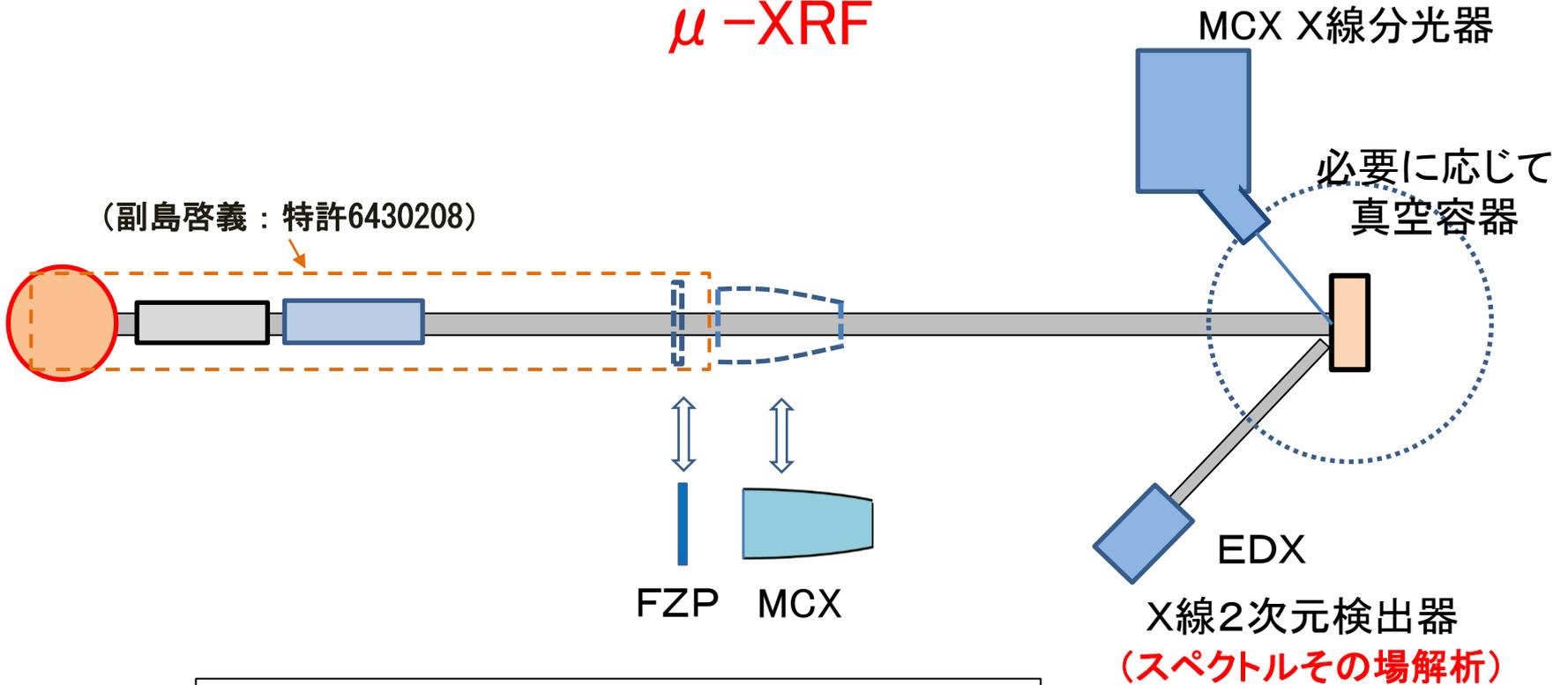
任意単色光とMCXまたはFZPで微小部極微小部X線光電子分光分析

各分析法単独も可、複数の組合せも可

(特許6851107より)

X線複合分析装置

μ -XRF

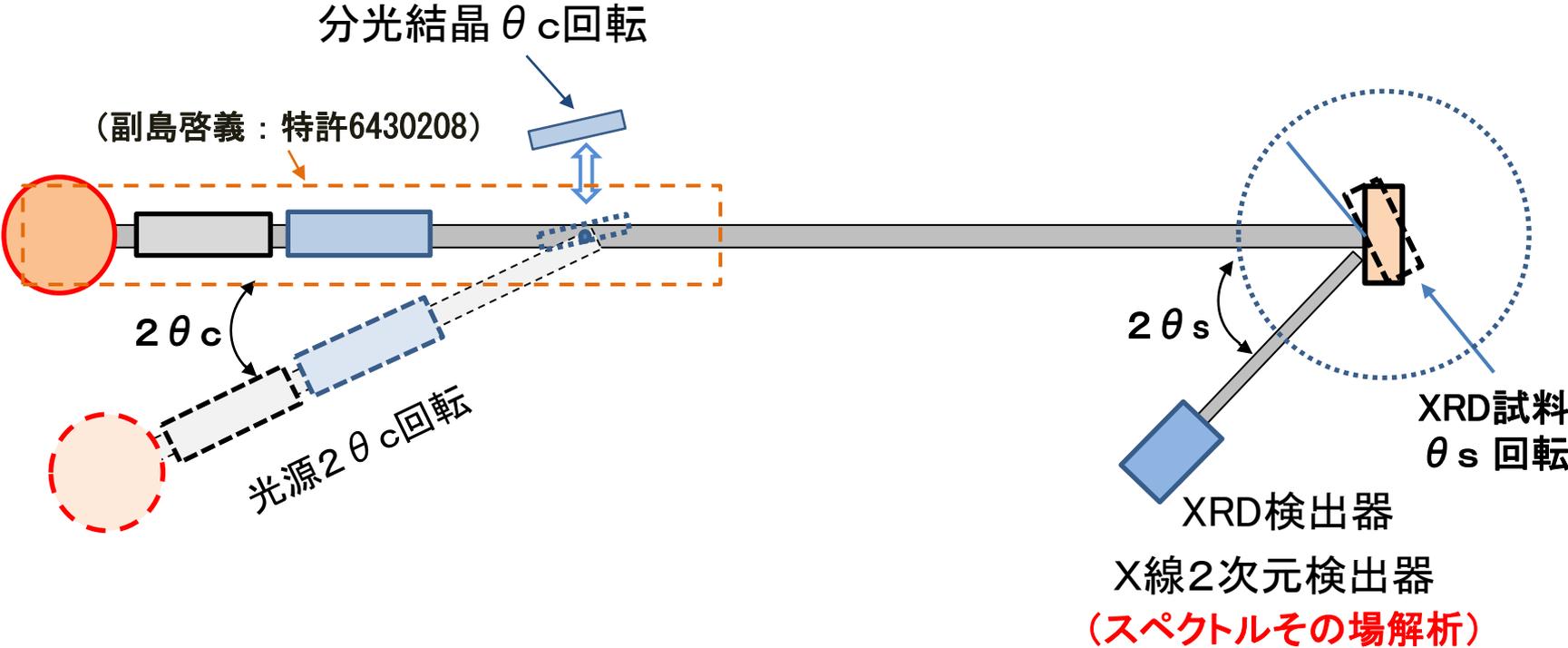


連続光とMCXで微小部の蛍光X線分析
任意単色光とFZPで特定成分の極微小分析

(特許6851107より)

X線複合分析装置

XRD 任意の単色平行光により精密X線回折

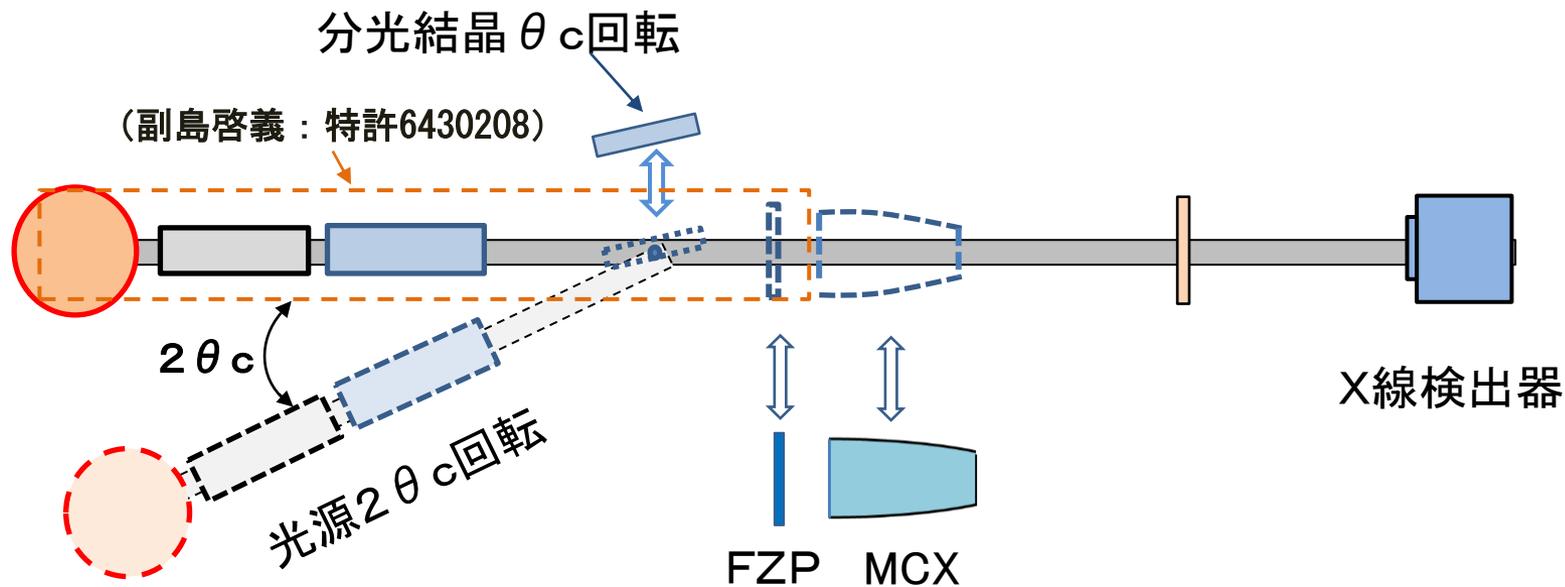


(特許6851107より)

X線複合分析装置

μ -XAFS、 μ -XANES

微小部のX線吸収スペクトル分析

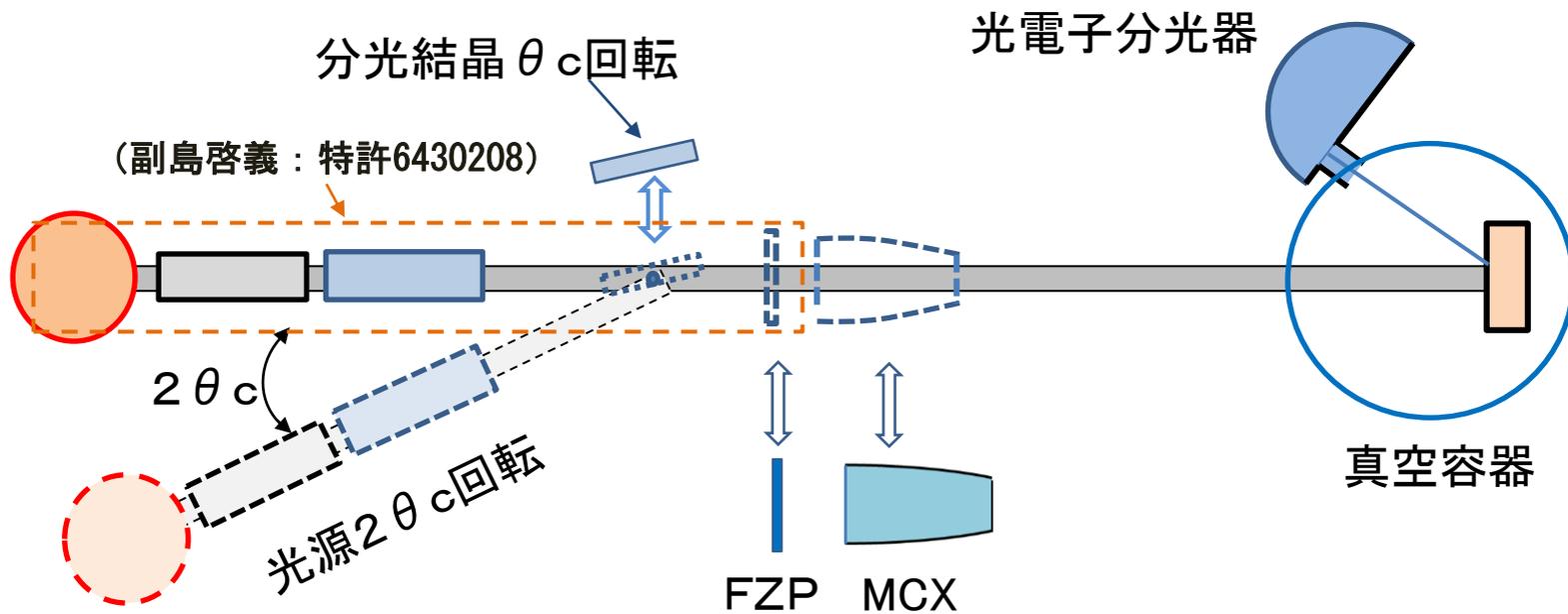


(特許6851107より)

X線複合分析装置

μ -XPS

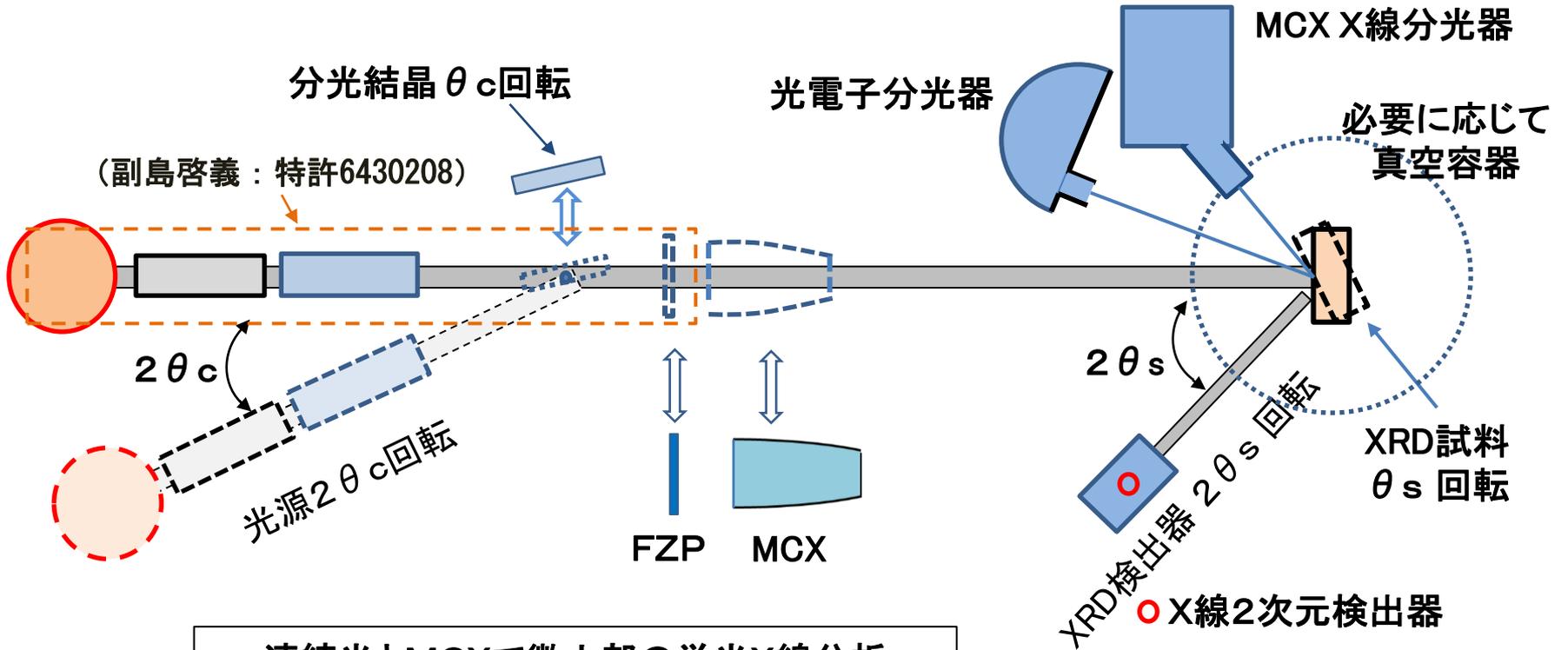
任意単色光とMCXまたはFZPで微小部X線光電子分光分析



(特許6851107より)

X線複合分析装置

μ -XRF、 μ -XPS、 μ -XAFS、 μ -XANES、XRD



連続光とMCXで微小部の蛍光X線分析
任意単色光とFZPで特定成分の極微小分析

微小部のX線吸収スペクトル分析

任意の単色平行光により精密X線回折

任意単色光とMCXまたはFZPで微小部極微小部X線光電子分光分析

各分析法単独も可、複数の組合せも可

(特許6851107より)

X線複合分析装置の機能

(単独でも複数組合せでも可能)

- ◎ 蛍光X線分析
サブミリ、数十ミクロンの高感度定性・定量分析・分布分析
特定成分のサブミクロン分布分析
その場波形解析を用いたその場状態分析
- ◎ 吸収端スペクトルの近傍・広域分光分析
サブミリ、数十ミクロン、サブミクロンが可能
- ◎ X線光電子分光分析
任意の単色光励起が可能
サブミリ、数十ミクロン、サブミクロンが可能
- ◎ X線回折
任意の単色平行光照射が可能
バルク試料・薄膜・微粒子の高精度解析が可能
回折X線の2次元分布観測が可能
その場回折解析を用いたその場構造解析