EMAX操作方法 分析操作マニュアル Vol.1

平成 19 年

1. スペクトル測定

測定手順のフローチャート



スペクトルの保存 クリップボードへのコピー

<u>測定条件の決定操作</u>

【1】 プリセット時間の設定

メニューバー「測定」 「条件」をクリック

プリセット時間とは...

スペクトルの測定の時間のこと、測定を何秒で停止するかを設定する項目

設定時間 ... 1~10000秒

測定時間を長くすると検出感度は向上し、誤差は小さくなる 特別な分析を除き、分析時間は 100 秒以上 300 秒以下が適当と思われる

画面表示のDT (デットタイム)について

検出器に入射したX線は、電圧パルスに処理されます。その電圧パルスの波高値を計算して、スペクトルを出力 しています。しかし、電圧パルスに変換して波高値を求めるためには一定の時間が必要となります。その時間の 間は、一つのX線のみ処理を行っているので他のX線の処理は行っていません。この時間の事をデットタイムと いいます。測定時間はデットタイムを除いた正味の時間で表示されます。

【2】 パルス処理時間の設定

メニューバー「測定」 「条件」をクリック

X線信号を処理するパルスパルスプロセッサの時定数を設定する項目

パルス処理時間とは...

特性X線を電圧パルスに変換する処理時間のこと

パルス処理時間を短くする単位時間当たりに多くのX線を取り込むことができるようになる

測定時間を短縮できる

エネルギー分解能が悪くなる(特性X線のエネルギーが低いC、Bの検出が難しくなる)

パルス処理時間を長くする 単位時間当たりに取り込むX線が少なくなる

エネルギー分解能がよくなる(軽元素を感度良く分析できる)

測定にかかる時間が長くなる (DT が増加する)

分析の目的に合わせてパルス処理時間を使い分ける

パルス処理時間					
処理時間	チャンネル	用途	説明		
短	P1	DBC	通常の DBC マッピングに使用		
	P2	DBC	C,N,O などの軽元素を含めた DBC マッピングに使用		
	P3	標準	通常の定性、定量分析に使用		
	P4	軽元素分析	C,N,Oなどの軽元素を主に定性、定量分析するときに使用		
長	P5	軽元素分析	Bを主に分析するときに使用		

上表を参考にパルス処理時間を選択

<u>スペクトルの測定を停止する</u>

メニューバー「測定」 「測定停止」をクリック

<u>スペクトルの測定を保存する</u>

「Print Screen」キーを押す 「ペイント」を起動

メニューバー「編集」 「貼付け」をクリック

画像として MO に保存

クリップボードを用いて、スペクトルを他のアプリケーションにコピーする

メニューバー「編集」 「コピー」をクリック

この操作でスペクトルがクリップボードにコピーされる

2. 定性分析

測定手順のフローチャート



定性分析の操作

操作方法

メニューバー「分析」 「定性」をクリック

「定性分析」ウィンドウが表示されると…スペクトル表示エリアにカーソル、マーカが追加表示される ・カーソル:任意の位置のX線エネルギー、X線強度を表示する 表示位置…画面下 カーソルの操作…スペクトル上でマウスをドラッグ ・マーカ:各元素の特性X線エネルギー位置、強度比を示す。

<u>自動定性分析を行う</u>

定性分析ウィンドウ「自動定性」をクリック

ピークラベルが表示される

【1】 自動定性分析の設定

メニューバー「補助」 「自動定性の設定」をクリック

元素の一覧表で操作する

「サーチ対象」(白)となっている元素に対して行われる。

「サーチ対象外」(赤)になっている元素は自動定性分析の対象から除外される。

「含有既知」(緑)となっている元素は、ピークが見つからなくても試料に存在すると判断される。

分析のコツ: サーチ対象外の元素のみ選定して自動定性を行う。

「初期化」をクリックすると、設定内容を工場出荷状態に戻すことができる。 「終了」で設定内容を記録して終了する。

「天の声」をだけを信じると・・・

間違ってピークを同定する可能性がある

マーカを使う

マーカにより各元素の特性 X 線エネルギー位置を知ることができる。 自動定性分析の結果の確認や修正もマーカを使って行う。

ソフト内のデータから手動で、ピークを検索するときに行う。

操作方法…「定性」ウィンドウ内のボタンで行う

	・ボクンにトス役動	「マーカ」内の ボタンで操作。 :マーカが右方
	・小グノによる惨動	向に移動。 :マーカが左方向に移動
マーカを移動する	・キー入力による移動	元素記号、原子番号を入力
	、田畑主での役劫	周期表上の元素をクリックするとその元素のマーカが
	・同期衣での移動	表示される
	・ボタンによる設定	「マーカ」の「セット」ボタンを押すと、表示されて
		いるマーカの位置にピークラベルが表示される
ピークラベルをセットする	・周期表での設定	元素をダブルクリックするとピークラベルが使表示さ
		れる
	・Enter キーによる設定	「セット」ボタンをクリックするのと同じ
		「マーカ」のクリアボタンをクリックすると、表示さ
	・ボタンにトス治土	れている元素のピークラベルが消去される。
	・小ランによる府云	「オールクリア」をクリックすると、全てのピークラ
ピークラベルを消去する		ベルが消去される。
		ピークラベルが表示されている元素(緑表示)をダブ
	・周期表での消去	ルクリックすると選択した元素のピークラベルを消去
		できる

周期表が表示されていない場合は。「表示」ボタン中の設定を「表示する」にする。

<u>カーソル、マーカサーチを使う</u>

カーソル:動かすことで、任意のピークのエネルギーとX線強度を表示することができる。

カーソルの移動方法:スペクトル上でマウスをドラッグ

マーカサーチ:カーソルのある場所に近いマーカを順に呼び出すことができる。 「定性」ウィンドウ内マーカサーチ内のボタンで操作

ボタンをクリックすると、カーソルに最も近いマーカが表示される。さらに押すと、順に次の近いマーカが呼び出される。 をクリックすると、カーソルに最も近いマーカまで戻る。

実測したピークの強度を測定して同定する

ピークラベルで表示する線種を変更する

設定方法:

メニューバー「補助」 「自動定性の設定」 「表示」をクリック

ピークラベルのオプションボタンで選択

「全ライン」	K 1、L 1、L 1、M 、M 、M 線にピークラベルが表示される。		
「K ,L ,M 」 K 、L 、M 線のみにピークラベルが表示される。			

ピークの判別ができれば、K ,L ,M 線だけを表示するほうが良い

3. 定量分析

測定手順のフローチャート



定量分析の条件を設定する

【1】 加速電圧の設定

スペクトルを測定した時の加速電圧を設定...

操作方法

メニューバー「分析」 「加速電圧」をクリック

設定数値は通常 25kV

【2】 BG (バックグラウンド) 点を設定する

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

ダイアログボックス内の「BG 点設定」をクリック

設定できる内容:0~加速電圧の設定値(keV) 2~5点

「BG 点計算」をクリックするとBG 点が2点自動設定される

通常は自動設定機能により設定される2点のみで十分

【3】 化学式を設定する 操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

ダイアログボックス内の「化学式」をクリック

試料が酸化物や窒化物などの化合物であることが分かっている場合に、酸素、窒素

などの濃度をほかの元素との化合比で間接的に求める場合に使用する。

すべての元素の濃度を X 線強度から求める場合は設定する必要なし

「化学式」ボタンをクリックすると「化学式選択」のダイアログボックスが表示される

化学式1,2,3の中から使用する化学式を選択する

「編集」ボタンをクリックすると化学式を編集することができる

テキストボックスをクリックした後に化学式を入力して「ENTER」キーを押す

【4】 ディファレンス元素を設定する

定量補正法:スタンダード法に設定している場合

ディファレンス元素を設定すると、設定された元素の濃度は X 線の強度から求められずに、定量元素の濃度を合計した値の 100%から残差として求められる。

定量補正法:スタンダードレス法に設定している場合

ディファレンス元素に対して入力した濃度が固定の値として計算される

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

ダイアログボックス内の「ディファレンス」をクリック

・元素を選択

・スタンダードレス法を選択した場合:濃度のテキストボックスに元素の濃度を入力

【5】 分析ラインを変更する

低加速電圧で測定したスペクトルを分析する場合に変更する

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

ダイアログボックス内の「ラインの変更」をクリック

低加速電圧での分析:X線強度が下がり、元素の検出感度が悪くなる

【6】 ピーク分離法を選択する

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

- 1:オーバーラップファクタ法:ピークの重なる比率を計算によって求める
- 2: リファレンス法: あらかじめ特性 X 線ピークの重なりのないリファレンススペクトルをファイルに登録して おき、リファレンススペクトルの形状を用いてピークを分離する

リファレンス法を選択した場合:ダイアログボックス内の一覧表からリファレンス法で分析する元素を選択する

【7】 定量補正法を選択する

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

- ・試料組成の違いによる特性 X 線の発生量の異なり
- ・試料内での自己吸収
- ・他の元素の特性 X 線や連続 X 線による蛍光励起

を補正するための処理

1:スタンダード ZAF 法…標準試料の特性 X 線強度をもとに定量補正計算を行う

2:スタンダードレス ZAF 法…スタンダードの特性 X 線強度を計算によって求める

スタンダード法を選択した場合:スタンダードファイルを選択する。ファイルの詳細については内容のダイアロ グボックスに表示してある

【8】 プローブ電流を入力する

スペクトルを測定した時のプローブ電流を入力する…設定できる内容:0.01~9.99µA 操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

プローブ電流のテキストボックスをクリックし入力

【9】 原子数ノーマライズを行う

各元素の原子数を任意の元素を基準に変換する機能

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

原子数ノーマライズの「する」のチェックボックスをチェック

基準にする元素、元素の数を設定

例 正長石 (K、Na) AlSi₃O₈のKとNaの比率を調べる場合

Oの数を8個でノーマライズすることで調べることができる

【10】 重量 ノーマライズを行う

重量濃度のトータル地を任意の値に設定し、各元素の重量濃度を比例配分する機能 操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

重量ノーマライズの「する」のチェックボックスをチェック 重量濃度のトータル値を入力

定量分析を実行する

操作方法

メニューバー「分析」 「定量」をクリック

「実行」ボタンをクリック

表示内容の変更:日時、定量条件、強度のチェックボックスをチェックすると情報が追加される

- 日 時…定量計算の日時
- 定量条件…定量補正法、ピーク分離法、重量濃度ノーマライズ、原子数ノーマライズ 低エネルギーBG 補正の内容
- 強 度...X 線強度

<u>マッピング(面分析データの取込)</u>

DBC ウィンドウでの操作

取込手順のフローチャート



SEM 像取り込み条件を設定する

取込速度を設定

操作方法

メニューバー「測定」 「SEM 像取り込み条件」をクリック

設定できる内容・・・・・・ 高速、中速、低速

注意…「高速」にした場合:画像の左端が少し歪む

取込サイズを設定

操作方法

メニューバー「測定」 「取込サイズ」をクリック

設定できる内容・・・・・「128×128」「256×256」「512×512」

SEM 像取込を開始 操作方法

メニューバー「測定」 「SEM 像取込」をクリック

SEM 像取込を停止 操作方法

メニューバー「測定」 「停止」をクリック

X線画像取込条件を設定する

積算回数を設定

X 線画像の取込を何回で積算するかを設定する項目

操作方法

メニューバー「測定」 「積算回数」をクリック

設定できる回数・・・・1~999回

測定時間を設定

X線画像を1フレーム取り込むのにかける時間を設定する項目

操作方法

メニューバー「測定」 「マッピング実行」をクリック

「測定時間」のテキストボックスをクリック、数値を入力 設定できる時間・・・・・・3~40000秒/フレーム 512 画像の場合は10秒以上

画素数を設定

画素数が大きいほど

画像の解像度が上がる

測定にかかる時間が長くなる 保存するときに必要なディスク容量が大きくなる

操作方法

メニューバー「測定」 「マッピング実行」をクリック

「画素数」オプションボタンで画素数を選択

操作方法

メニューバー「測定」 「マッピング実行」をクリック

「設定元素」の「定性結果取込」ボタンをクリック

スペクトルの定性分析でつけたピークラベルに対応する元素・ラインが取込元素として設定される

ピークラベルの数が取込元素より少ない場合

元素設定の最後に「その他」が自動的にセットされる

取込を始める

操作方法

メニューバー「測定」 「マッピング実行」をクリック

「測定開始」ボタンをクリック

取込を停止する

操作方法

メニューバー「測定」 「停止」をクリック

X線画像の取込が「停止中」のモードに切り替わり1スキャンが終了した時点で測定が停止する

データの記録方法

マッピングによって得られた画像データの記録には、アプリケーションソフトの「ペイント」を用いる。

操作方法

1.記録したい画像データ以外を最小化し、画面に表示しないようにする

2. Print Screen キーを押す

3. プログラムマネージャーを起動し、ペイントを起動する

4.ペイント上のツールバーを表示しないようにする

5. 編集から、「貼り付け」をクリック

4. 応用編 "多点分析"

取り込んだ SEM 画像上で任意の場所の定量分析を行う。最大で 99 ヵ所間での分析位置を指定で きる。スペクトル測定、定量計算、ディスクへの保存を一連の作業で行うことができる。

操作手順フローチャート

