

電子プローブマイクロアナライザーの活用事例

キーワード：E P M A、電子プローブマイクロアナライザー、特性X線、局所分析

はじめに

電子プローブマイクロアナライザー（E P M A）は、分析対象物に電子線を照射し、発生する2次電子や反射電子、特性X線を検出し、これらの情報から分析対象物の形態観察や局所的な定性、定量分析を行う装置です。

この装置の最大の特徴は局所分析が可能なことで、抽出せずに調べたい部分だけを分析したり、他の分析法では分析に必要な量が確保できない非常に小さなものを分析することができます。具体的な活用例としては、金属などの固体材料のミクロ組織に対応させた元素分析や組成分析あるいは濃度分布測定や、大きさがミリオーダー以下といった小さな粒子や破片などの定性分析（条件を整えば定量分析まで）に利用されています。

活用事例 1

「亜鉛・アルミニウム複合アーク溶射皮膜の微細組織の分析」

図1は鋼の防食皮膜として最近注目されている亜鉛・アルミニウム複合アーク溶射皮膜の微細組織を皮膜断面方向から分析した結果です。左上の反射電子組成像から、亜鉛線とアルミニウム線の2種類の線材を材料とした複合アーク溶射皮膜の組織は、層状のまだらな組織となっていることがわかります。その他の3つの図は、反射電子組成像に対応させて測定した亜鉛、アルミニウム、鉄、それぞれの特性X線強度分布で、強度の大きい部分を白く表示させています。これらの結果から、複合アーク溶射皮膜では亜鉛とアルミニウムはほとんど合金化しておらず、扁平状の亜鉛粒子とアルミニウム粒子が折り重なって堆積した組織であることが確認されました。

活用事例 2

「製品に混入した微小片異物の分析」

分析した異物の2次電子像（SEM写真）を図2に示します。写真からわかりますように大きさ数百ミクロン程度の小さな物質ですが、本分析法ではこの大きさでも分析することが可能です。図3は、図2に示した異物に電子線を集中照射し測定した定性分析スペクトルチャートで、検出した特性X線スペクトルの波長から、この異物は鉄、クロム、ニッケル、珪素を含む物質であることがわかりました。この結果から異物はステンレス鋼の破片ではないかと推測されました。

当研究所 E P M A の仕様

型式 : JXA-8800 (日本電子製)
X線分光方式 : 波長分散型
分析可能元素 : ^5B (ボロン) ~ ^{92}U (ウラン)
像観察倍率 : $\times 40 \sim \times 300,000$

分析対象物についての制約事項

分析対象物は真空度約 10^{-3}Pa の真空試料室に持ち込めるものでなければなりません。したがって、揮発性物質を含んだものは分析できません。また、大きさにも制限があり、当所の装置では分析する面からみた広さで $100 \times 100\text{mm}$ 、厚みは 20mm までです。

この分析では分析部位に電子線を照射しなければなりませんので、たとえ透明な物質であっても分析部分が別の物質で覆われている場合は分析できません。また、特性X線を分光検出する検出器の機構上の制約から、深い穴の底も分析できません。

参考図書

たとえば、「電子プローブ・マイクロアナライザー」日本表面科学学会編、丸善（1998）

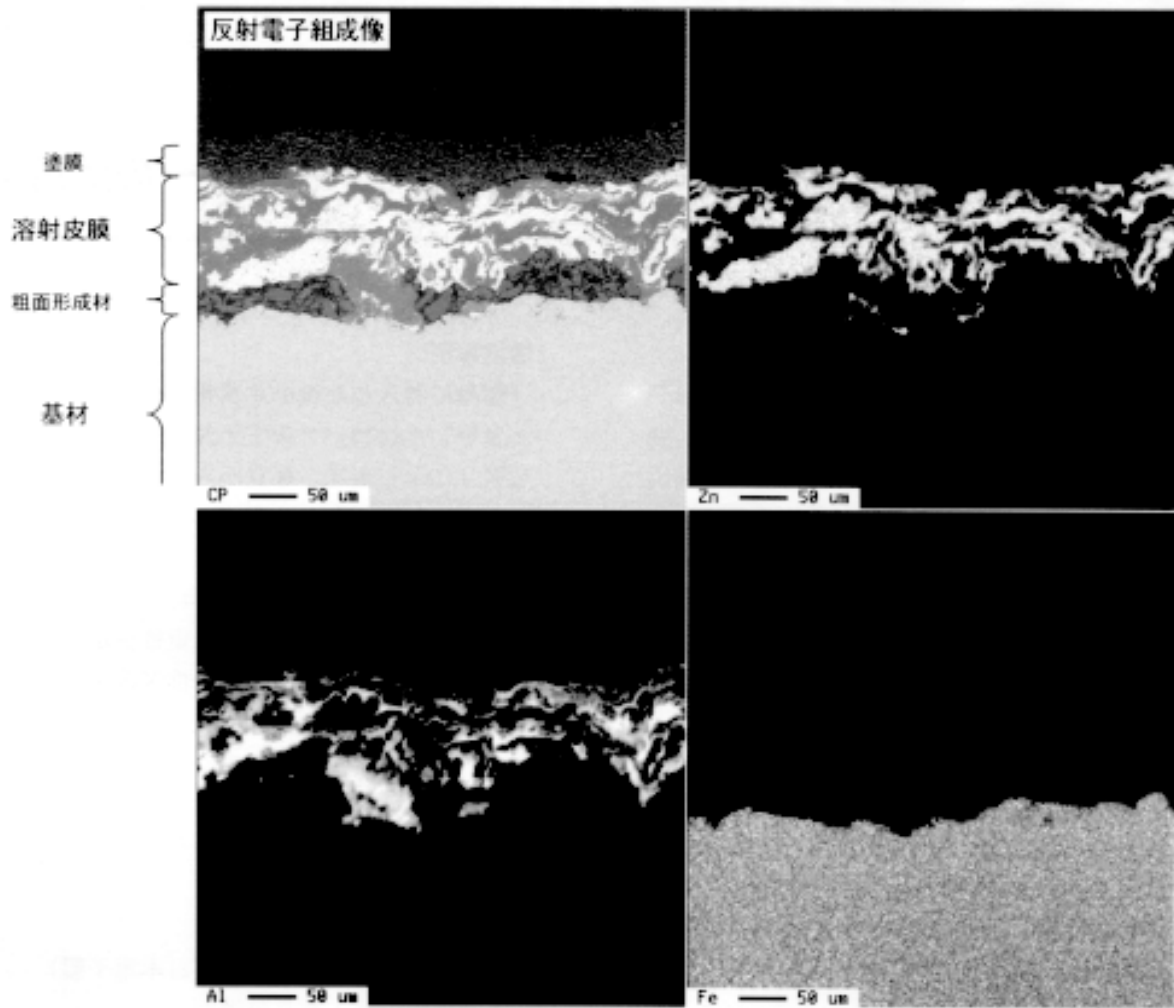


図1 溶射皮膜断面の反射電子組成像と特性X線強度マップ

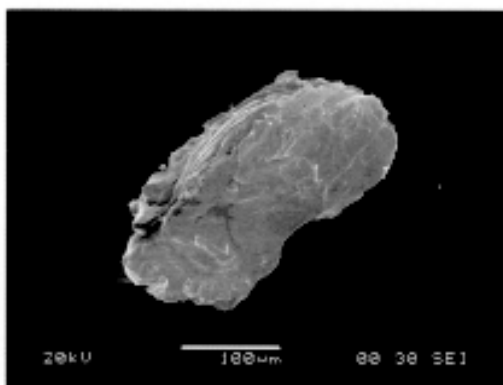


図2 微小片異物の2次電子像 (SEM写真)

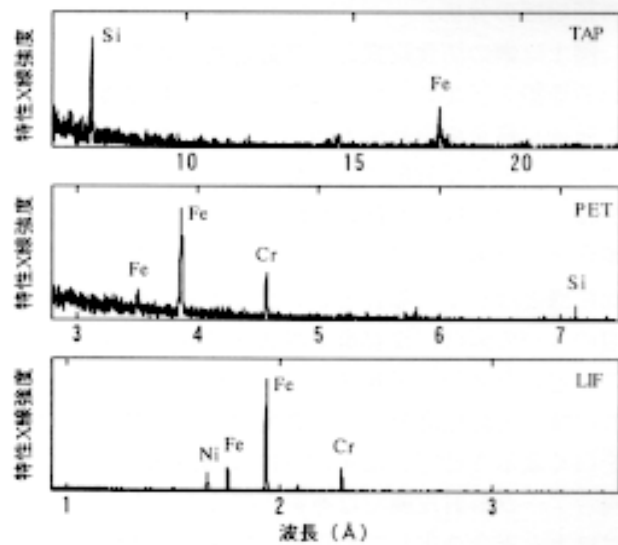


図3 定性分析スペクトルチャート