

蛍光 X 線分析を用いた元素マッピング

キーワード：エネルギー分散型蛍光 X 線分析、元素マッピング、非破壊分析、異物分析、微小部分分析

はじめに

対象試料に X 線を照射すると、試料に含まれる元素に応じた固有のエネルギーを有する X 線（蛍光 X 線）が生じます。そのスペクトルを計測、分析することで、どのような元素がどの程度含まれているかを知ることが可能であり、このような分析方法を蛍光 X 線分析と呼びます。通常の分析では、試料のある一点を測定しますが、ステージ移動を組み合わせることで観察範囲を平面方向に走査することで、二次元マッピング測定を行うことが可能です。日立ハイテクサイエンス社製 EA6000VX を例にご紹介します。

分析装置の概要

ナトリウム（原子番号 11）からウラン（原子番号 92）までの元素の検出が可能で、固体、液体、粉体など試料の性状に関わらず測定可能です。試料室が大きく設計されており、最大サイズ 250 mm（幅）× 200 mm（奥行）× 150 mm（高さ）の試料の測定が可能です。試料の前処理などは必要とせず、短時間、かつ非破壊的な分析が可能です。特に、異物分析に威力を発揮し、コリメーターを用いて分析径を最小 0.2 mm 角まで絞れることから、微小部分分析も可能です。分析装置のより詳しい仕様や測定原理は、「テクニカルシート No. 19-08」もご参照ください。

元素マッピングの仕組み

元素マッピングの測定原理を図 1 に示します。通常の蛍光 X 線分析では、ある 1 点における蛍光 X 線スペクトルを取得します。一方、マッピング測定では、ステージ移動を組み合わせることで、ある範囲内の全ての測定点における蛍光 X 線スペクトルを取得します。具体的には、測定範囲と測定ピクセルサイズを設定することで、分析領域が基盤目状に分割されます。この分割された各領域について、設定した時間（数十ミリ秒）で取得データの積算を行い、最後に、全点のデータを重ね合わせることでマッピングデータが完成します。全点のスペクトルを取得しているため、着目している元素を指定することで、その元素が分析領域においてどのように分布しているのかを知ることが可能です（元素マッピング）。また、広範囲を一度の測定で分析できるため、異物検出や異物形状の分析を行う際には有効なツールとなります。一方、広い範囲を測定する際には、測定に長時間を要する、凹凸の多い試料には不向きである、といったデメリットもあり、測定原理を十分に理解し、分析に適した試料の調整やパラメーターの設定が不可欠です。

以下に元素マッピングを用いた実際の分析例について説明します。

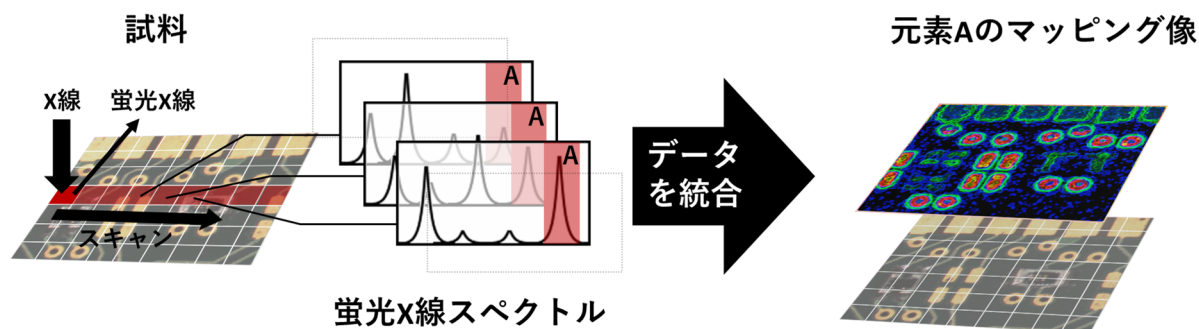


図 1 . 蛍光 X 線分析による元素マッピングの仕組み

分析例 1 . プリント回路板の組成分布

プリント回路板は、多彩な素材から構成されています。このことは、元素マッピングを行うことで容易に確かめることができます(図2)。

図中の像の濃淡や色相は、測定領域における元素の検出量を反映しており、マッピング結果から対象元素の多寡を判別することが可能です。また、光学像と比較することで、各種元素がどのような部位(電極、チップ抵抗、はんだ)に分布しているかを視覚的にも明瞭に示すことができます。

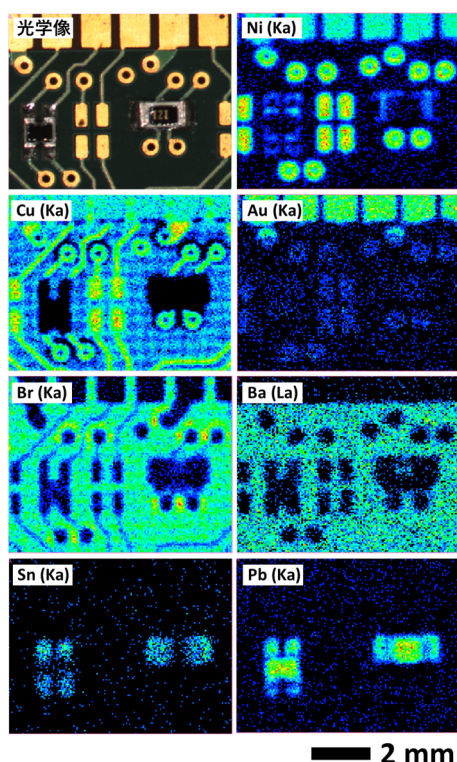


図 2 . プリント回路板の元素マッピング

分析例 2 . ステンレス上の付着異物分析

元素マッピングを用いることで、どのような組成の異物が、どのように分布しているのかを、迅速、かつ高感度に検出することが可能です。ここではステンレス(Fe-Cr)上に付着した微小異物の分析例を示します(図3)。

Ni (Ka)図の小点が異物の位置を表しています。元素マッピングを行うことにより、光学像からは識別が困難な異物の分析が可能となります。また、異物のサイズ(1-2 mm)や異物の組成(Ni)分析を迅速(測定時間: 3分)に判別することができました。平面内のすべての点でスペクトルを計測しているため、検出された個々の異物について蛍光X線スペクトルを取得することも可能です。

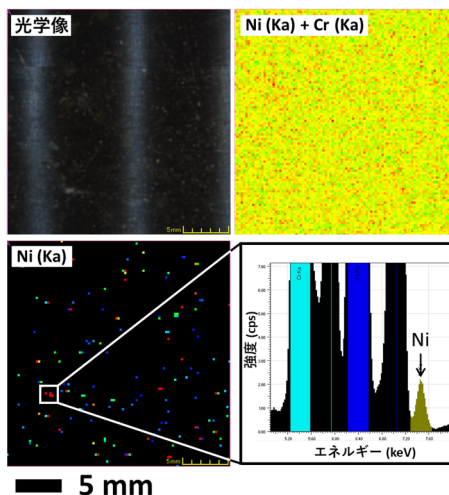


図 3 . ステンレス板上に付着した異物分析

分析例 3 . マッピングによる形状・組成分析

本装置は Na 以降の元素のみを検出可能です。この特性を利用することで、主に有機物(主に水素、炭素、酸素、窒素)で構成される材料(プラスチックなど)内部に存在する重金属元素の分析が可能となります。さらに、元素マッピングを組み合わせることで、内部に存在する物質の形状や位置、組成分布なども明らかにすることができます。

一例として、ICカード内部センサーの形状および組成分析を行った例を示します(図4)。ICカードを破壊することなく、磁気チップの形状(丸形、直径5 mm)と位置(右端下)、組成(Fe)が明らかとなりました。物質内部の故障解析などへの応用が可能です。

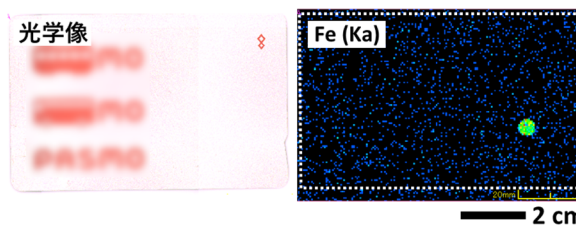


図 4 . ICカード内部センサーの形状および組成分析(白点線はカードの外観を示す)

さいごに

本稿では蛍光X線分析を用いた元素マッピングについて説明しました。その他、蛍光X線分析は、異物の分析、半定量分析やめっき膜厚の測定も可能です。元素分析は依頼試験で、本稿で説明した元素マッピングや、半定量分析、めっき膜厚の測定などの利用については受託研究で対応可能です。利用者のニーズに応じた様々なステージでの活用が可能です。是非、ご相談ください。