

電子線マイクロアナライザ

1. EPMA とはどのような装置か

一般に物質がどのような元素から構成されているのか（組成）分析したい場合、対象試料の分析したい箇所に刺激を与えてやり、飛び出してくる物の状態や量からそれに関する情報を得るといった方法がよく用いられます。



【EPMA1720H仕様】
 型式：EPMA-1720H
 電子源：CeB6 カソード* (W フィラメントも可)
 加速電圧：0.1~30kV
 照射電流：1pA~1μA
 ※二次電子像観察可能倍率は数万倍程度
 最大試料寸法：100mm□×50mmt
 最大試料重量：2kg
 最大駆動範囲：XY：90mm Z：7mm
 分析元素範囲： $_{13}B \sim _{92}U$
 X線取出角度：52.5°
 分析モード：定性、定量、線、マップ*、状態分析
 その他：EDS 検出器付属（EDAX 製）

図1 島津製作所製 EPMA-1720H

電子プローブマイクロアナライザ（EPMA）では、この刺激が電子であり、飛び出してくる物がX線、状態がそのエネルギーです。（図2参照）

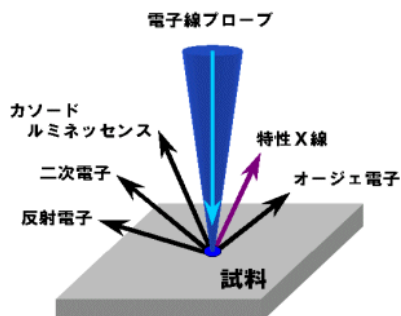


図2 電子線照射により発生する信号

電子のエネルギーをもらって飛び出してくるX線のエネルギーは元素の種類により異なること（特性X線）を利用して、その強度からどのような元素（定性分析）がどれだけ（定量分析）試料中に存在するのかを非破壊で調べる装置がこのEPMAです。

この装置ではプローブである電子を高真空中でビーム状に細く絞って試料に照射するため、走査型電子顕微鏡と同じように拡大像を見ながら特定箇所の組成や、ビームまたはステージの走査により組成の面、線分布を測定することが可能です。

2. EPMA の分析領域

プローブ電子は、試料内部で散乱により拡がるため、ビーム径以上に広い範囲で特性X線を発生します。このため、分析最小領域は電子の加速エネルギーや試料の構成元素、厚さに依存しますが、大体サブミクロン程度となります。

3. 分析対象試料や元素の制約について

分析環境として真空を用いますので液体、気体は除外されます。試料、元素に対する制約はX線のエネルギー分析方法と関係します。EPMAにおけるX線エネルギーの分析には2つの手法があります。

一つは、分光結晶によるブラッグ反射を利用して波長（エネルギー）を分離、検出する波長分散型（WDS）で、高分解能（ $\sim 10\text{eV}$ ）、かつバックグラウンドレベルが低い同様なエネルギーの特性X線を出す元素も区別して、微量の分析も可能な方法です。しかし、分光器による試料からのX線強度の損失が大きく、それを補うのに試料に多量の電子線を照射する必要があるため、試料にダメージを与える、測定に時間を要する、等の短所を持っています。

表1 WDSとEDSの比較（目安）

比較項目	WDS	EDS
X線分解能	$\sim 10\text{eV}$	$\sim 150\text{eV}$
分析限界濃度	$\sim 0.01\%$	$\sim 0.2\%$
分析電流	概ね $1 \times 10^{-8}\text{A}$	概ね $1 \times 10^{-10}\text{A}$
X線分光器の光軸と測定部とのずれ	数 $10\ \mu\text{m}$ 以内	2~3mm 以内
定性分析時間 (分析条件により異なる)	遅い (概ね数十分以上)	早い (概ね数分以内)

もう一つは、半導体X線検出器を用いて直接X線エネルギー別にその強度に応じた信号を取り出すエネルギー分散型（EDS）という方法です。この方法の長所、短所はWDSとちょうど逆になります。

分析可能元素はWDS、EDSともにB~Uです。従って、対象試料の電子ビーム照射による損傷の受けや

すさ、分析対象元素間の特性 X 線エネルギー値の差により用いる分析方法を選択する必要があります。(表 1 参照)

4. EPMA の特徴

X 線エネルギーの分析手法として WDS は分解能、精度、感度が高い、EDS は試料への損傷が少なく短時間測定が可能などの特徴を備えており、分析対象元素によりこれらを使い分けることは、効率的な分析を可能にします。

当社の電子プローブマイクロアナライザーは、WDS を 5 基、EDS 1 基を備えており、これらを組み合わせることにより B~U 間での元素を高感度分析できる優れた能力を持っています。また、これらのハードに加え、各種補正計算や薄膜定量分析用のソフトが充実しており高精度分析を可能にしています。

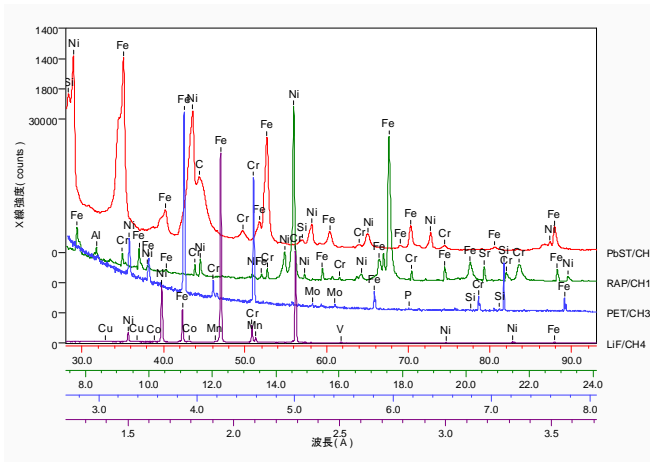
分析操作面では、分析を専門としない研究者の操作を容易にするためコンピュータによる大幅なインテリジェント化が図られています。

5. EPMA の活用例

最先端の材料合成、物性研究では、試料の組成を非破壊で知ることは新材料の創製や物性の起源を知る上で必要不可欠となっています。

工業分野では、機械部品や配管材料などの材質確認のための分析（定性分析や定量分析）や、介在物、浸炭層、メッキ層などの濃度変化確認のための分析（カラーマッピング、線分析）に威力を発揮しています。

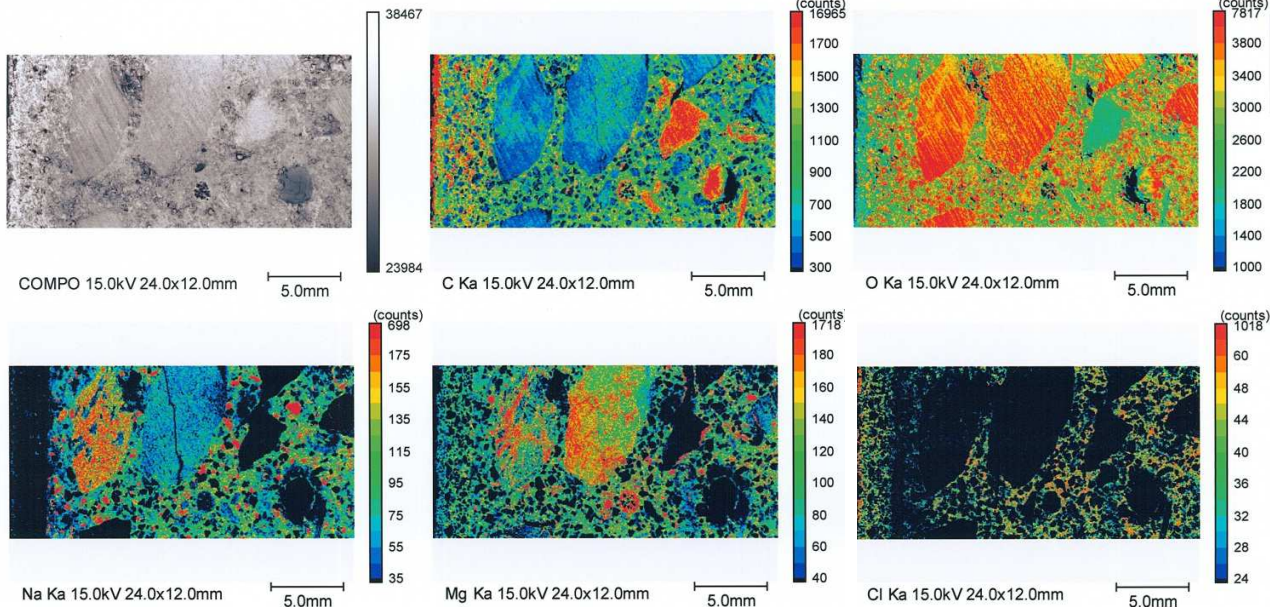
さらに、土木・建設分野では、コンクリートへの塩分浸透状態の確認や、骨材周辺の反応層分析などの分析でも活用可能です。



事例-1 ステンレス鋼の定性分析チャート

事例-2 ステンレス鋼の定量分析結果

No.	元素	Mass%	K-レシオ	ミルシート	誤差
1	Al	0.04	0.00024	—	—
2	Si	0.71	0.00545	0.70	+0.01wt%
3	P	0.03	0.00022	0.025	+0.005wt%
4	V	0.11	0.00111	—	—
5	Cr	23.47	0.25716	24.20	-0.73wt%
6	Mn	1.16	0.01135	1.20	+0.04wt%
7	Fe	54.65	0.53621	—	—
8	Co	0.18	0.00173	—	—
9	Ni	19.36	0.18392	19.33	-0.03wt%
10	Cu	0.20	0.00182	—	—
11	Mo	0.10	0.00079	—	—
合計		100.00	1.00000		



事例-3 コンクリート断面の EPMA カラーマッピング画像 (24mm×12mm 範囲)

中外テクノス株式会社

工業エンジニアリング事業本部

■広島地区 (本社)
〒733-0013 広島市西区横川新町 10-21
TEL 082-532-1622 FAX 082-532-1683

■関東地区 (東京支社)
〒103-0004 東京都中央区東日本橋 3 丁目 7-17 C T ビル
TEL 03-6374-2222 FAX 03-6374-2226

■中部地区 (中部支社)
〒463-0808 名古屋市長山花咲台 2-303
TEL 052-739-3700 FAX 052-739-3706

■関西地区 (関西支社)
〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島 7 丁目 1-5 辰野新大阪ビル 2F
TEL06-4965-0022 FAX 06-4965-0023