

## 金属表面の異物・変色の SEM-EDX 分析について

### 1. はじめに

金属製品の典型的な不具合として表面の変色があります。腐食、異物の付着等によるもののほか、表面の酸化被膜の変化等によっても着色することがあり、原因が簡単に突き止められないこともしばしばあります。

ここでは、銀めっきされた端子の変色について SEM-EDX を用いた表面分析により調査した事例を紹介します。

### 2. SEM-EDX

SEM-EDX とは、SEM（走査型電子顕微鏡）に付属する EDX（エネルギー分散型 X 線分析）装置で元素分析をすることを指します。電子顕微鏡は電子をサンプルに照射し、発生する二次電子等からその形状を観察する機器ですが、このとき、サンプルからは元素ごとに決まったエネルギーを持つ X 線が発生します。この X 線のエネルギーを分析することにより、サンプルに存在する元素を特定することができます。この分析の特徴としては、サンプルの表面から深さ  $1 \mu\text{m}$  程度までの情報が得られることです。

また、電子線を走査し、この測定を繰り返すことにより、サンプルの任意の線上の元素の分布の変化（線分析）やサンプル面上の元素の分布（面分析（マッピング））を得ることができます。

### 3. 測定結果

図1が端子の拡大写真で、左下部分が褐色に変色しています。図2が変色部分の測定結果です。横軸が検出した X 線のエネルギー、縦軸が発生した X 線の強度で、生じたピーク位置から元素の同定ができ、銀 (Ag) の他に硫黄 (S) などが検出されています。

図3は図1の赤線 AB 上の各点の SEM-EDX 測定結果のうち硫黄 (S) の検出量を示したグラフです。この結果を図1と見比べると変色している部分と硫黄の分布に相関があることがわかり、褐色部分は硫黄を含んだ物質が付着している又は銀が硫黄を含んだ化合物に変化していることが示唆されます。

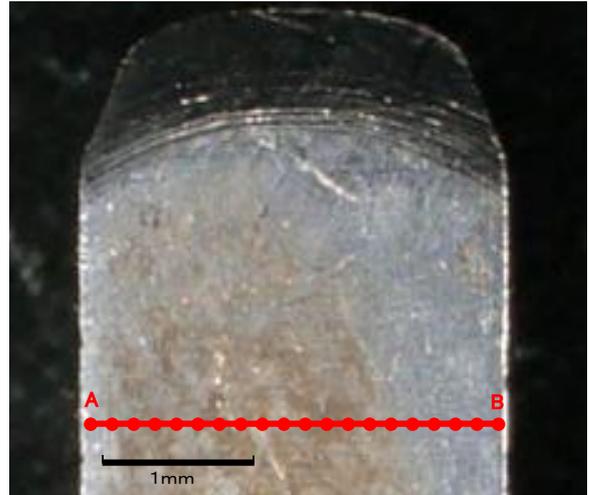


図1 端子の拡大写真

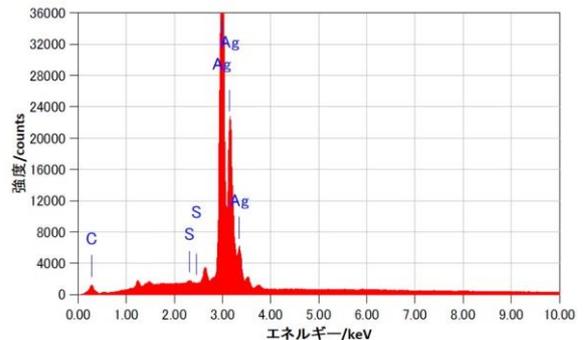


図2 SEM-EDX 測定結果

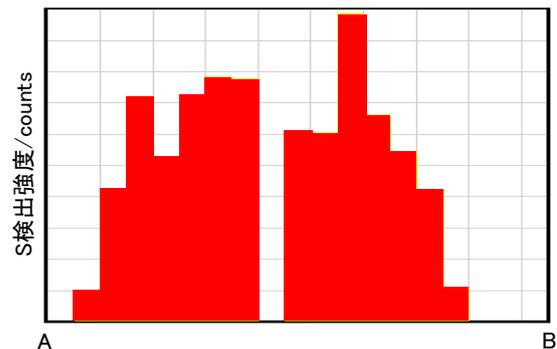


図3 SEM-EDX 線分析測定結果

### 4. おわりに

当センターではここで紹介した SEM-EDX のほか、蛍光 X 線分析や赤外分光等の手法による異物の分析も行っており、事例に即した測定手法を選択し、対応しています。



産業技術センター 金属材料室 杉本賢一 (0566-24-1841)

研究テーマ： 金属表面処理に関する評価法

担当分野： 金属表面処理