表面分析について

1.はじめに

物体の表面から定性分析を行う装置は現在、種々ありますが、その中からここでは、電子線マイクロアナライザについて紹介します。この装置は電子プローブ X 線マイクロアナライザ(Electron Probe MicroAnalyzer:EPMA)とも呼ばれており、物体表面に電子線を照射して分析する方法です。

2 . 原理

原子に電子線を照射した場合、原子の持っ ている電子が移動したり、飛び出したりしま すが、その時に、特性 X 線を放出します。特 性X線の波長やエネルギー値は元素によって 異なるため、これらを検出して定性を行うの が、この分析の原理です。検出できる元素は 装置の感度や方式によって異なりますが、ホ ウ素より軽い元素は分析できません。検出方 法を大きく分けると、分光結晶の回折を利用 して波長を検出する波長分散型(Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy:WDX また は WDS)と、半導体の検出器で X 線のエネ ルギーを検出するエネルギー分散型(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy:EDX または EDS)があります。 EDXについては、半導 体の部分が常温では拡散して合金を作ってし まうため、プローブを冷却する必要がありま す。

3.特徵

EPMA は通常、電子顕微鏡とセットになっています。電子顕微鏡で試料を観察している時は、電子線が照射されているので、そこで発生する特性 X 線を検出すれば、分析が可能で、どの場所を分析しているか特定できます。また、電子線を絞ることにより、微小領域の分析が可能ですが、電子線は試料内部で拡散するので、分析範囲は照射部分より少し広がります。

電子線を照射するには、試料に導電性がない と測定できないので、導電性のない試料には 金やカーボンなどを蒸着する必要があります。 また、試料室内は真空にするので、真空環境 で変質する材料については、実際大気中で存 在する組成状態と異なる分析結果が出る可能 性があります。

4.実例

このように EDX は各種試料の定性分析が できますが、解釈が難しい場合もあります。

実際に分析した二つのデータで比較してみます。**図1**に、真鍮を分析したスペクトルを示します。真鍮は、銅と亜鉛の合金のため、銅のピークと亜鉛のピークが見られます。

図2は、銅上に亜鉛めっき(膜厚 0.4 μ m)を施した試料を分析したものです。図1に示したスペクトルと同じようですが、電子線は十数 μ mの深さまで潜り込むため、皮膜と素材の元素が検出されます。異なる物質でも同じ結果が出るため、慎重に判断する必要があります。

当所では、EDXを始めとした機器を整備して相談や依頼試験を受けておりますので、ご利用下さい。



図1 真鍮の分析スペクトル



図2 銅上の亜鉛めっき皮膜の分析スペクトル



工業技術部 加工技術室 松田 喜樹 (0566-24-1841)

研究テーマ:カーボンナノ材料を共析させためっき皮膜の機能性評価

担当分野 :表面加工