



フィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザー (FE-EPMA)

FE-EPMAの特長

フィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザー (Field emission electron probe micro-analyzer: FE-EPMA) はショットキー電子銃により高電流で微小プローブを得られるため高空間分解能で観察が可能です。また波長分散型X線分光 (WDS) の高エネルギー分解能 (約10 eV) でB~Uの特性X線を検出できます (EDSの分解能は約130 eV)。座標リンク機能を用いると測定座標を記憶でき効率的な実験ができます。ZAF法や薄膜定量法 (PRZ法) によりバルクや薄膜の定量分析も可能です。またEBSD (Electron back scattering diffraction) を備え結晶方位を把握できます。



当センターのFE-EPMA (JXA-8530F, JEOL) 外観と得られる情報

【この装置でできること】

- SEM観察 (二次電子像観察、反射電子像観察など)
- WDS分析 (定量分析、ライン分析、面分析、薄膜の定量分析 (PRZ法) など)
- EBSD分析 (結晶方位、結晶粒径、結晶粒形状等OIM観察)

本装置の信号検出と分光素子の種類

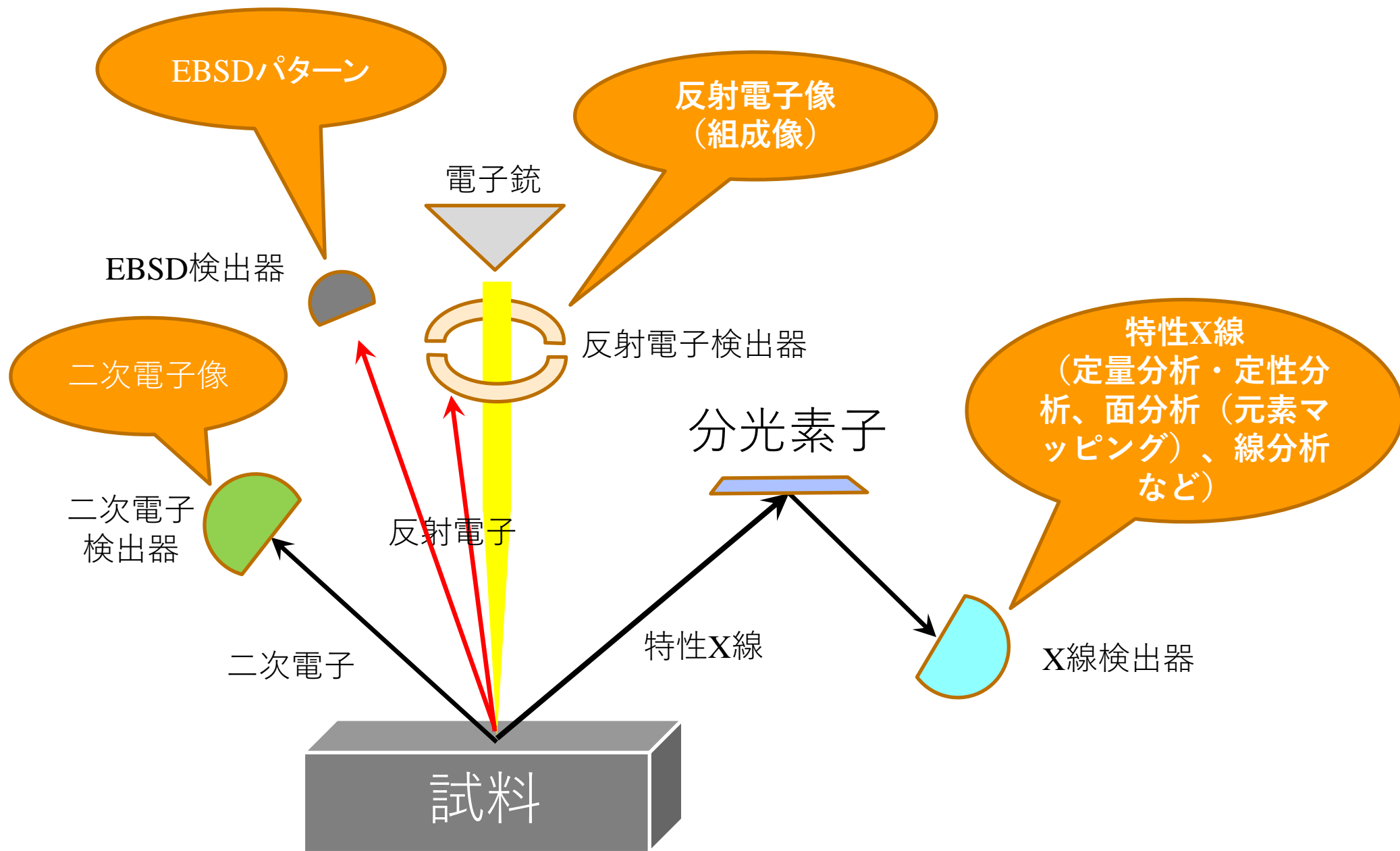


図1 本装置の信号検出の略図

表1 本装置のWDS分光結晶 / 分光素子の構成

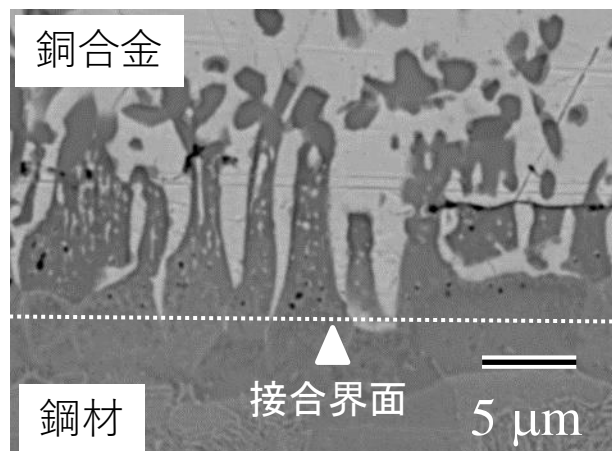
Ch1	Ch2	Ch3	Ch4
LIF	TAP	LDE1H	LIFH
PETJ	LDE2	LDE2H	PETH

LIF (Lithium Fluoride), PET (Pentaerythritol), TAP (Thallium acid phthalate), H型はローランド円の径が小さく、分析範囲は狭く、エネルギー分解能は悪いが、特性X線強度は大きくなる

表2 各分光結晶 / 分光素子の検出可能元素

結晶または分光素子	面間隔 2d(nm)	検出元素 (K線)	検出元素 (L線)	検出元素 (M線)
LIF	0.4027	K ~ Rb (H型: Ca~Ga)	Cd ~ U (H型はSn~Au)	-
PET	0.8742	Al ~ Mn (H型はSi~Ti)	Kr ~ Tb (H型はRb~Ba)	Yb ~ U (H型はHf~U)
TAP	2.5757	O ~ P	Cr ~ Nb	La ~ Au
LDE1	≒6	N, O, (FはH型は不可)	-	-
LDE2	≒10	B, C, N, (Oも可)	-	-

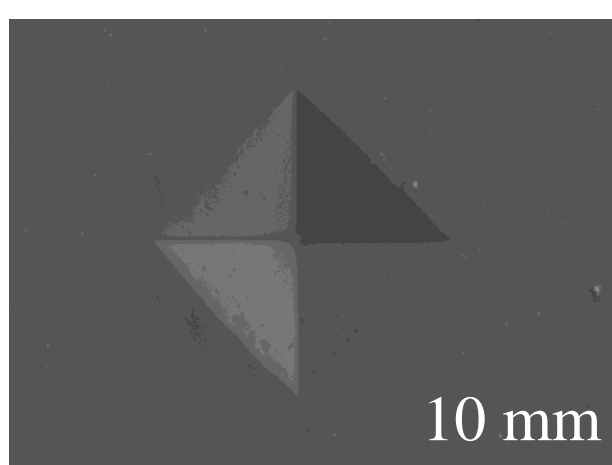
観察と分析の例



【反射電子像 (BSE像)】

照射電子のうち弾性散乱した高エネルギーの反射電子像で原子番号が大きいほど発生する反射電子量が多く、組成の違いを知ることができます。

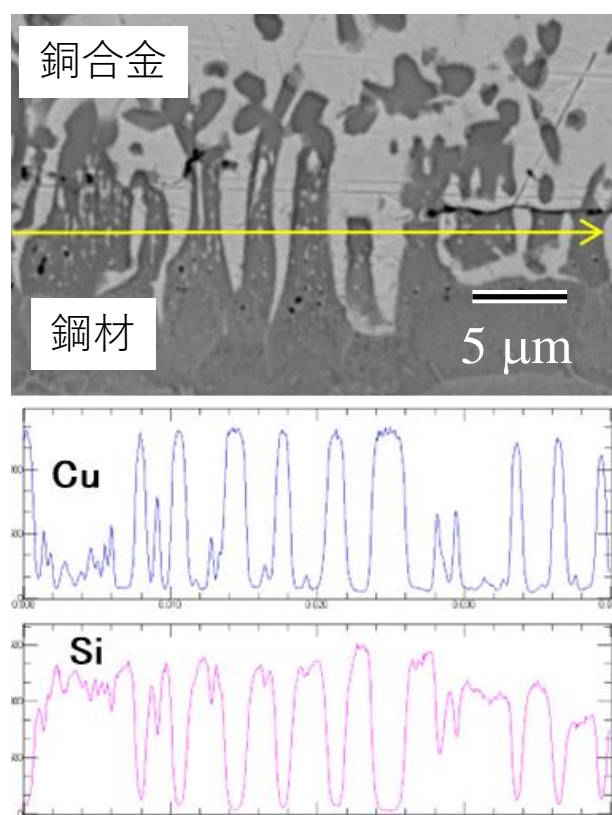
図2 反射電子像 (鋼材と銅合金バイメタル)



【二次電子像 (SE像)】

照射電子 (一次電子が試料に衝突後に表面から二次的に発生する低エネルギーの電子を二次電子検出器で検出した像で、試料の凹凸が判ります。

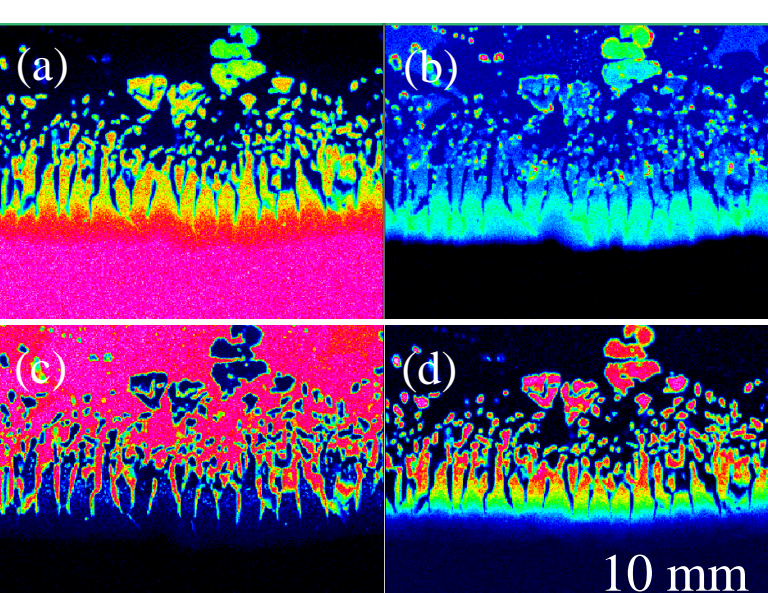
図3 二次電子像 (ピッカース圧痕)



【線分析 (ライン分析)】

試料面内で電子線を一直線にスキャンした時に発生した特性X線の強度の変化から直線上での元素の分布が判ります。

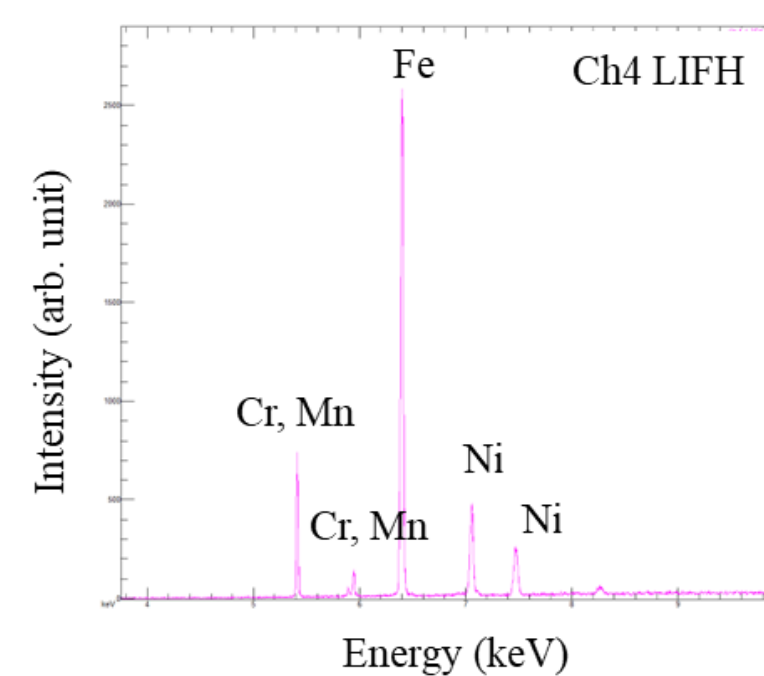
図4 反射電子像 (a) とラインプロファイル (b) : (b)は(a)の黄色線に沿って分析したCuとSiの分布で、(a)でdarkな領域にはSiが、brightの領域にはCuが濃化していることが判る。



【面分析 (元素マッピング)】

面分析を行うことで観察面内で試料に含まれている複数の元素がどのように分布しているかを知ることができます。

図5 鋼材と銅合金接合材のWDS分析 (a) Fe, (b) Si, (c) Cu, (d) Al : 界面から鋼材側に柱状晶が発達しAlとSiが濃化。



【定性分析】 定性分析では、分光結晶位置 (L値: エネルギーに換算される値) を全範囲スキャンすることで検出される特性X線から未知試料にどのような元素が含まれているかがわかります。左の例ではCr, Mn, Fe, Niが検出されています。

図6 SUS304の定性分析結果

```

Curr. (A) : 2.000E-009
Element Peak(nm) Net(cps) Bg- Bg+ S.D. (%) D.L. (ppm) K-ratio (%)
1 Fe 134.771 3548.7 13.8 9.6 0.53 303 70.358
2 Cr 159.322 799.0 6.4 7.8 1.13 323 21.627
3 Si 77.692 143.2 70.6 44.4 3.55 62 0.263
4 Mn 146.539 153.5 45.8 38.0 3.17 200 1.061
5 Ni 115.778 982.2 86.2 72.0 1.09 285 7.026

ZAF Metal
Element Mass(%) Atom(%) K(L) K-ratio ZAF Z A F
Fe 71.838 70.8100 70.358 70.358 1.0118 1.0015 1.0172 0.9932
Cr 19.336 20.4707 21.627 21.627 0.8860 1.0030 1.0054 0.8786
Si 0.365 0.7157 0.263 0.263 1.3781 0.8913 1.5462 1.0000
Mn 1.090 1.0626 1.061 1.061 1.0184 1.0208 1.0022 0.9954
Ni 7.371 6.9119 7.026 7.026 1.0395 0.9656 1.0547 1.0000

Total 100.000 100.0000 100.334 100.334 Iteration = 4
    
```

【定量分析】 定量分析ではバルク用ZAF補正と薄膜用PRZ補正を用い、組成既知の標準試料を参照して定量します。また、薄膜用のPRZ法では標準試料に加え、試料作製に用いた基板 (薄膜が載っていない試料) が必要です。

図7 SUS304の定量分析結果

【EBSD分析】 70° 傾斜した試料面に電子線を照射して発生する反射電子によるEBSDパターンを用いて面方位を指数付けし、OIM (Orientation Imaging Mapping) と称します。

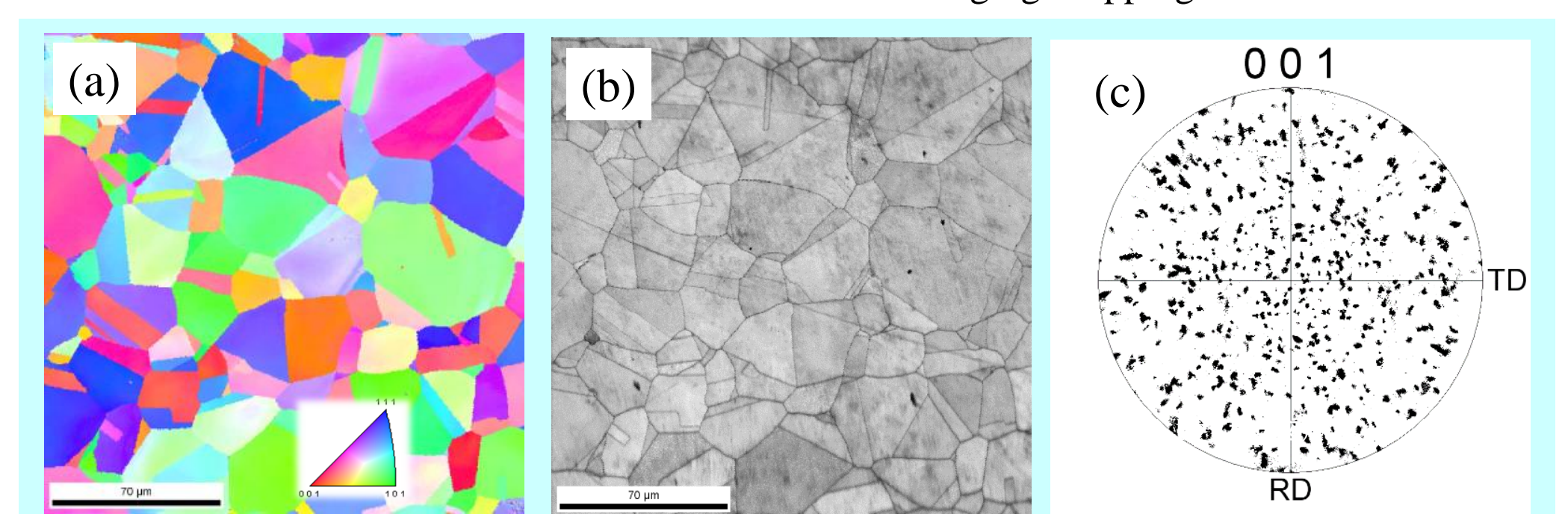


図8 Niの分析例: (a) ND方向逆極点図マップ、(b) Image quality (IQ) マップ、(c) 001正極点図