

●EPMA による微小領域の化学状態分析

Chemical state analysis in micro area by EPMA

[概要]

EPMA (Electron probe micro analyzer) は金属、半導体、セラミックス、ポリマー、有機物など各種材料の表面微小部の定性分析に幅広く利用されています。得られた特性 X 線のスペクトルを解析することにより、化学結合状態の情報も得ることができます。以下に分析例を紹介します。

[手法]

EPMA による化学状態分析

電子線マイクロアナライザー (EPMA)

使用装置 : EPMA-1610

[事例 ①] 銅の化学状態分析

EPMA による化学状態分析により、銅の酸化状態 (CuO と Cu₂O) を知ることができます。定性分析により主に Cu と O が検出された異物中において、色合いが異なる (黒色部と赤色部) 2 箇所状態で状態分析をしたところ、箇所の違いにより得られた 0-Kα スペクトルは異なる波形を示しました (図 1)。そこで、黒色部と赤色部の 0-Kα スペクトルの半値幅を測定した結果 (表 1)、黒色部は 0.20 Å、赤色部は 0.12 Å を示しました。CuO と Cu₂O は 0-Kα スペクトルの半値幅が異なる事が知られており¹⁾、この結果から黒色部には CuO が、赤色部には Cu₂O が含まれていることが推定されました。

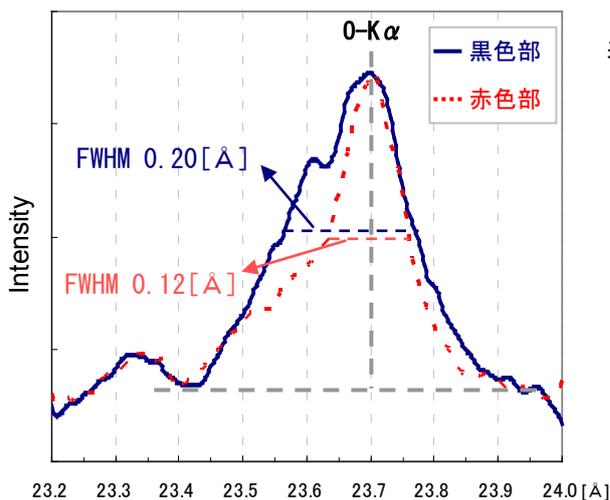


図 1 異物の 0-Kα スペクトル

FWHM : 半値幅 (Full Width at Half-Maximum)

表 1 黒色部、赤色部の 0-Kα スペクトルの半値幅

	半値幅 [Å]	
	測定値	文献値
黒色物	0.20	0.2程度でCuO
赤色物	0.12	0.15以下でCu ₂ O

1) 福島啓義 : 電子線マイクロアナリシス (日刊工業, 1987) p. 428.

[事 例 ②] 鉄の化学状態分析

定性分析により主にFeとOが検出された異物において化学状態分析を行いました。標準試料であるFe、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 のFe-L α のピークはそれぞれ異なる位置を示し（一般的に、通常の状態の元素に比べて化合物中の原子が正の電荷を持つ場合には波長は短波長側に、負の電荷を持つ場合には長波長側にシフトします）、これら標準のFe-L α スペクトルと異物の Fe_2O_3 のFe-L α スペクトルを比較すると、異物と Fe_2O_3 のピーク波長がほぼ一致し、異物は Fe_2O_3 と推定されました（図2）。

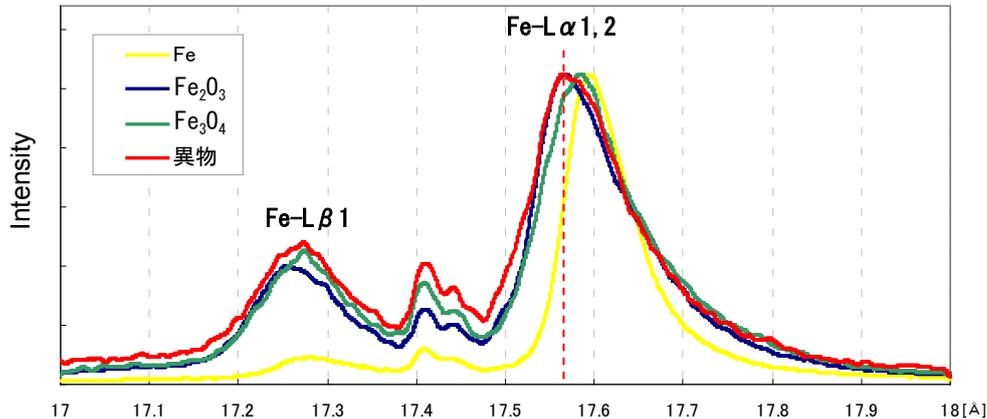


図2 Fe-L α , L β スペクトル

[事 例 ③] アルミニウムの化学状態分析

定性分析によりAlとOが検出された異物について化学状態分析を行いました。得られたAl-sK α スペクトルは、 Al_2O_3 のスペクトルの波形とほぼ一致することから異物は Al_2O_3 と推定されました（図3）。

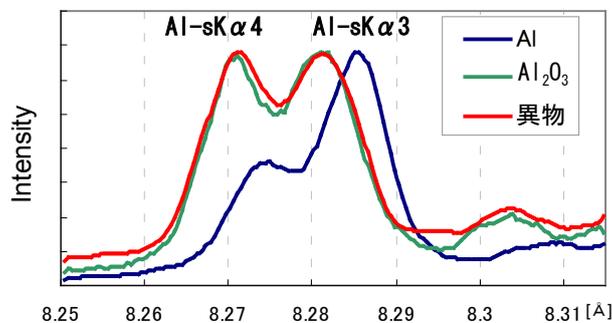


図3 Al-sK α 3, sK α 4 スペクトル

[まとめ]

このように高分解能の特性 X 線スペクトルを詳細に解析することにより、化合物の結合状態を知ることができます。

[その他の適用例]

- ・ Mg、Si、Cr、Mn、Co、Ni、Zn 等の金属、金属酸化物の判別
- ・ S の単体(S)、硫化物(FeS, ZnS 等)、硫酸化合物(SO₃, CuSO₄ 等)の判別