

マクロからミクロまで 手早く正確な分析の新しい形 XRF－EPMA インテグレーションのご紹介

日本電子株式会社
村谷 里香, 脇元 理恵, 堤 建一

目次

◆ EPMA－XRFインテグレーションシステム

◆ 装置概要

- 発生原理と分析領域
- 蛍光X線分析装置：XRF
- 電子線プローブマイクロアナライザー：EPMA
- XRFとEPMAの比較
- EPMA－XRFインテグレーションシステムのご紹介（動画）

◆ 分析事例

- 岩石試料の組成分析
- めっき試料の組成分析・膜厚測定

EPMA – XRF インテグレーションシステム



EPMA – XRFインテグレーションシステム

**JXA-iSP100/iHP200Fは
JSX-1000Sのデータを読み込めるようになりました！**

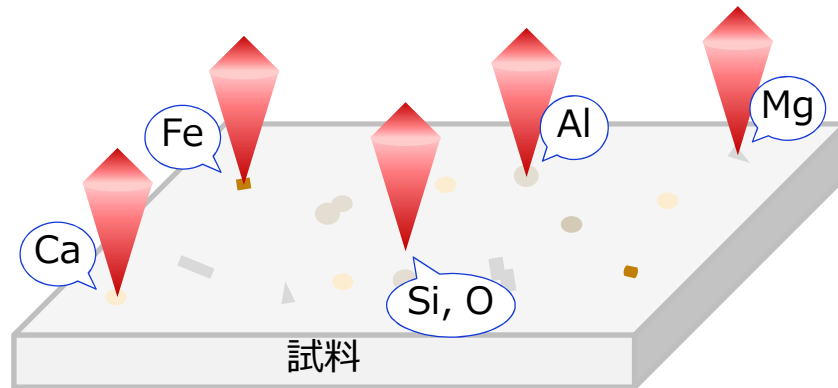


EPMA : JXA-iSP100/iHP200Fでより効率的な解析が可能！

EPMAで元素マップを取得するまで

EPMA

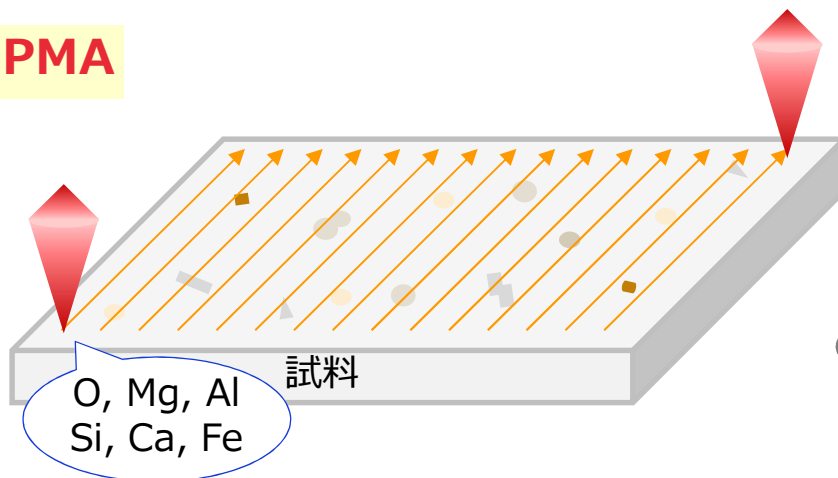
電子線照射
(照射範囲：μmオーダー)



①含有元素の定性分析

複数回の多点測定で
μmオーダーの局所を分析
主要元素から微量元素までを
分析視野ごとに定性・定量分析

EPMA

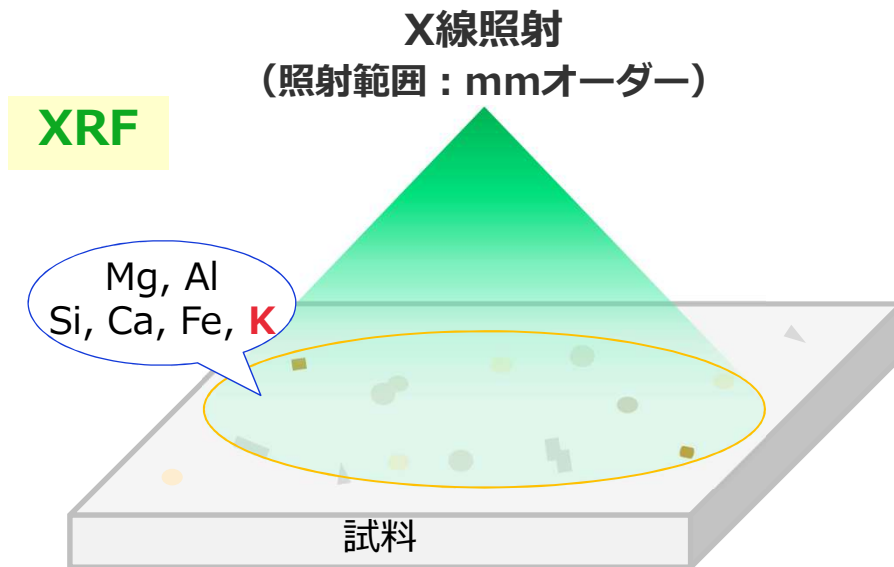


②元素マップを作成

定性結果に基づく元素マップを作成

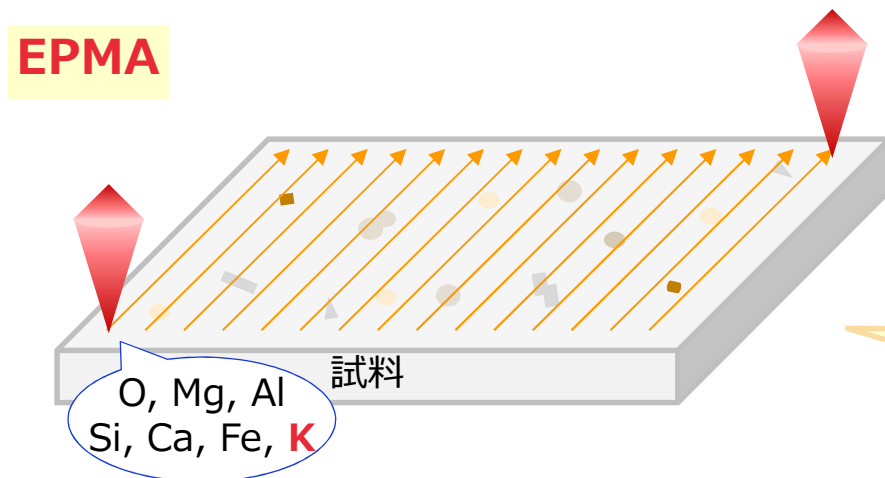
全元素定性に時間がかかる…
定性もれがあったら、1からやり直し…！

EPMAで元素マップを取得するまで



①含有元素の定性分析

1回の測定のみで
mmオーダーの広範囲を分析
主要元素から微量元素までを
2～3分で定性・定量分析可能



②元素マップを作成

定性結果に基づく元素マップを作成

全元素定性をすばやく行える！
広範囲を分析するので定性もれの心配なし！

装置概要

発生原理と分析領域

蛍光X線分析装置：XRF

電子線プローブマイクロアナライザー：EPMA

XRFとEPMAの比較

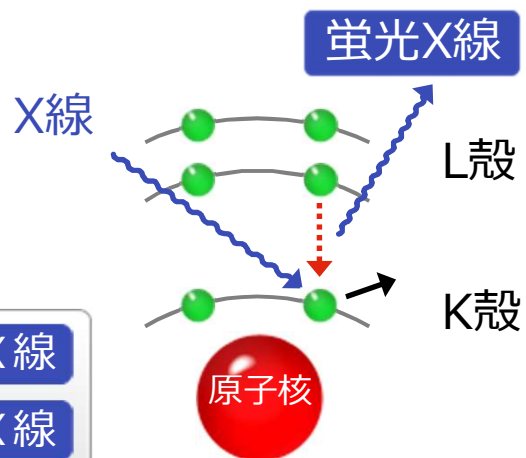


発生原理と分析領域

XRF

X-Ray
Fluorescence
Spectroscopy

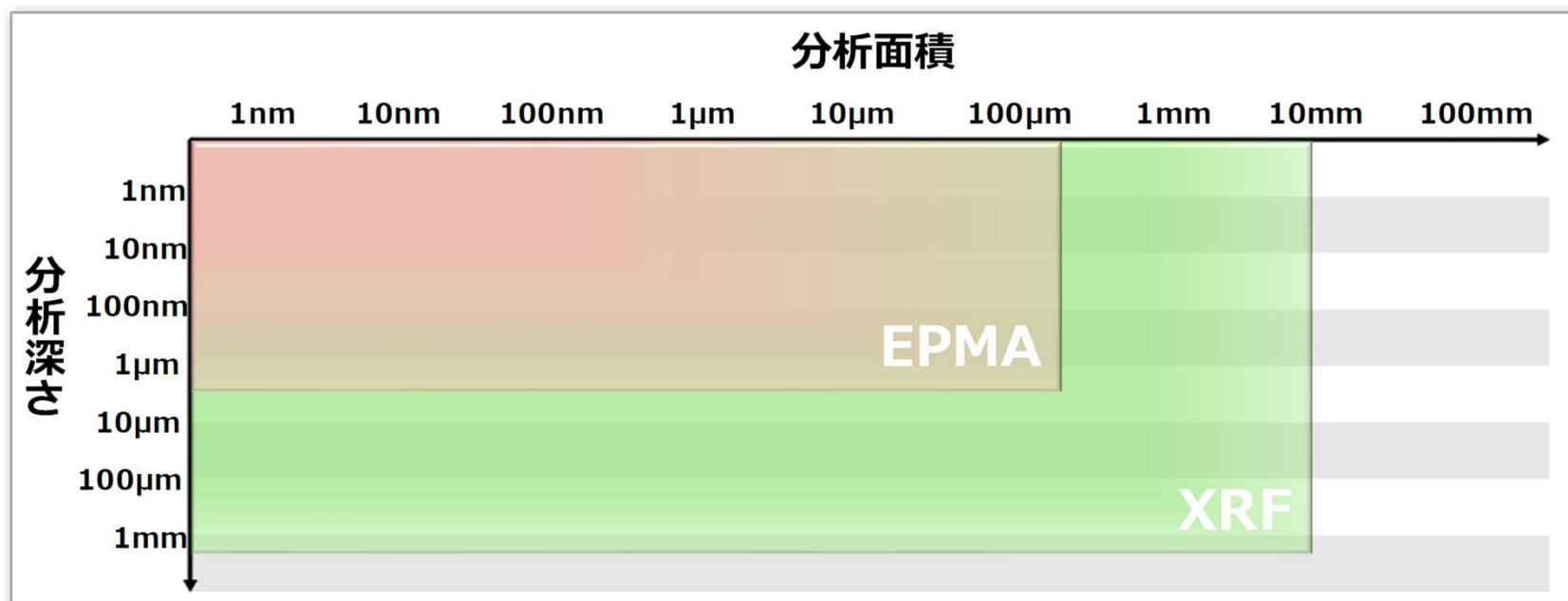
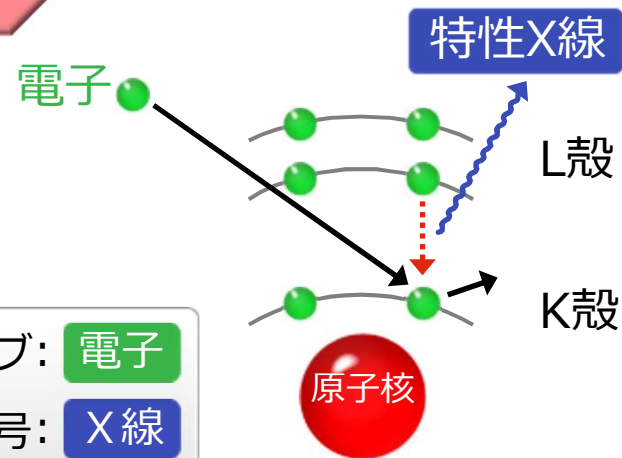
入射プローブ: X線
検出信号: X線



EPMA

Electron
Probe
Micro
Analyzer

入射プローブ: 電子
検出信号: X線

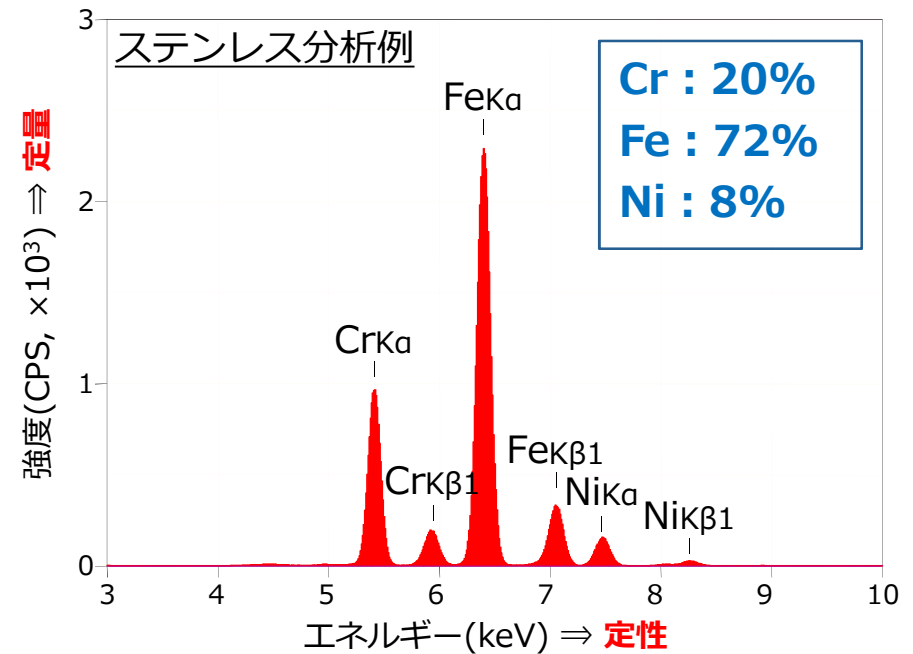


蛍光X線分析装置：XRF



JSX-1000S
“Element Eye™”

蛍光X線分析装置：XRF



- **X線照射領域** : 0.9, 2.0, 9.0 mm Φ
- **検出可能元素** : $_{9}\text{F} \sim _{92}\text{U}$
- **元素組成分析** : 平均濃度 (一次フィルター未使用時 : 約0.1 % $\sim$ / 使用時 : 約0.001 % $\sim$)
- **膜厚測定** : 平均付着量 (mg/cm 2) , 平均膜厚 (nm $\sim\mu\text{m}$)

- ★ 固体, 粉体, 液体を非破壊で迅速に測定可能
- ★ 最大8種類の一次フィルターで全元素を高感度に微量分析
- ★ 標準試料を用いることなく定量分析可能 (FP法)

電子線プローブマイクロアナライザー：EPMA

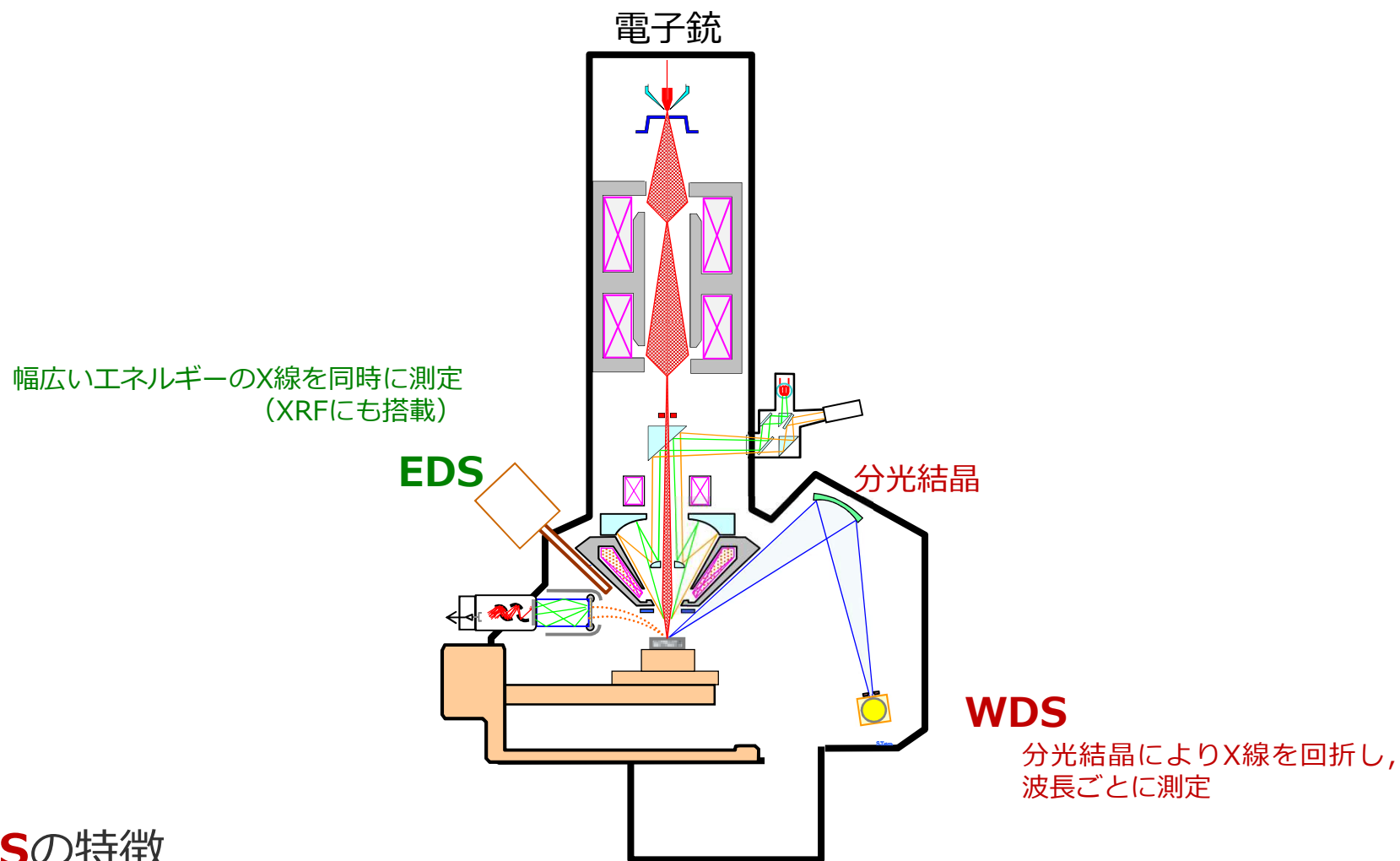
JXA-iSP100



JXA-iHP200F



電子線プローブマイクロアナライザー：EPMA



WDSの特徴

- ★優れた波長分解能
- ★精度の良い軽元素分析
- ★大電流・長時間測定による微量元素分析
- ★優れた定量精度

電子線プローブマイクロアナライザー：EPMA

電子銃

*この表では、XRFに搭載したEDSの検出能力を表しています。

SEMやEPMAに搭載のEDSの検出能力とは異なる部分もありますので、ご了承ください。

検出能力比較	XRF (EDS) *	EPMA (WDS)
検出可能元素	${}_{9}\text{F}\sim$	${}_{4}\text{Be}\sim$
多元素同時分析	全元素	分光器の数
全元素定性分析時間	2～3分	2～3分 × 分析視野
検出限界	約0.001 %	約0.01 %
エネルギー分解能 (Mn K α)	約130 eV	約10 eV

WDSの特徴

- ★優れた波長分解能
- ★精度の良い軽元素分析

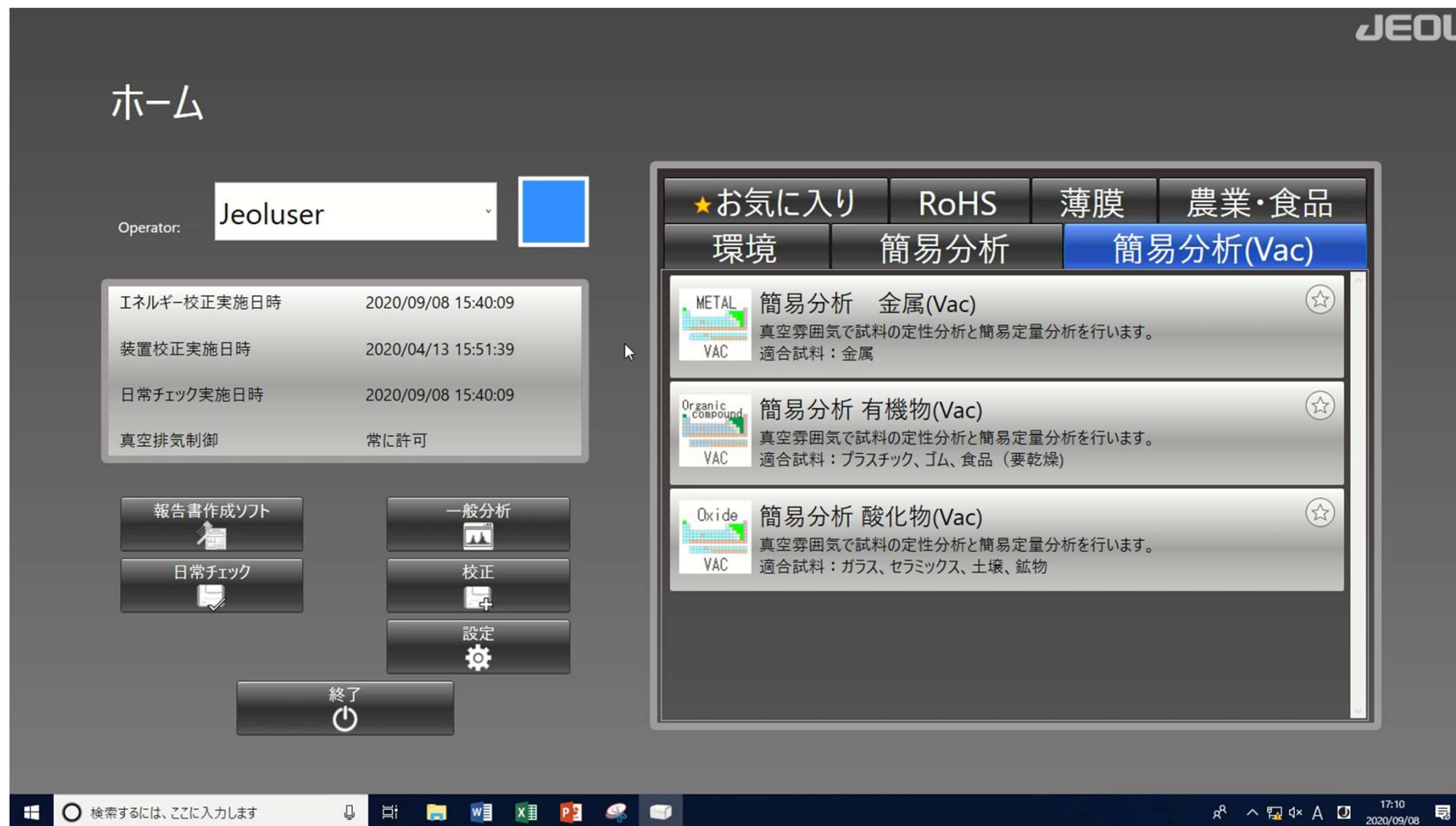
- ★大電流・長時間測定による微量元素分析
- ★優れた定量精度

EPMAとXRFの比較

XRF	EPMA
• mmオーダーのバルク分析 • 主要元素から微量元素の定性・定量分析 • EDSにより全元素のピークを短時間で検出 • X線エネルギーの高い重金属元素を高感度に検出	• μmオーダーの局所分析 • 主要元素から微量元素の定性・定量分析 • WDSにより高分解能なピークを検出 • B, C, O, Nなどの軽元素を高感度に検出

EPMA – XRFインテグレーションシステムでは
XRFによる試料構成全元素の定性・定量分析結果をもとに
EPMAで**より正確・効率的な局所分析が可能になります！！**

EPMA – XRFインテグレーションソフトのご紹介（動画）



EPMA – XRFインテグレーションソフトのご紹介（動画）

PC-EPMA Ver.2

編集(E) 表示(V) 分析(A) モニター(O) ツール(T) 保守(M) ヘルプ(H)

クイック 定性 線 面 定量 標準試料 ワザイン スタート ストップ リアルタイム データ 連続分析 周期表 ピークサーチ PHA 試料管理 OMEGA 分光器 トラッキング インスタント

プロジェクト名: XRF-WDS 1 保存パス: C:\EpmaData

面分析

レシピ名: 分析開始

コメント:

総分析時間: 00:00 連続分析へ登録 分析レシピへ登録

電子光学条件

加速電圧[kV]: 15.0 照射電流[A]: 1.00 x 10⁻⁸ 自動電流 ☒ 読み込み

分析位置条件

No. 1 コメント:

スキャン範囲: 256.000 x 256.000 um Z軸高底差: 0.0000 mm 分析時間: 00:20:08

拡大条件: 通常エリア指定

ピクセル数: 256 x 256 サイズ[um]: 1.00 x 1.00 固定比 ☒

分析元素条件

標準 P/B指定: ピークのみ 結晶名: 元素指定 ピーク重複 削除 全削除

CH-1	CH-2	CH-3	CH-4	CH-5	EDS	IMS
					☐	☐ SED ☐ BED-C ☐ BED-T ☐ PCL1 ☐ AUX2 ☐ AUX3

周期表

検索 元素選択

最適化登録

リストから登録

登録名	CH	X線名	結晶	位置 mm

X線強度

Ch	結晶名	L値[mm]	CPS
1	LDE1	146.538	0
2	LIF	191.302	0
3	LIFH	191.299	0
4	TAPL	90.817	0
5	LIFH	191.288	0

サウンド CH-1

OMモニタ 分光器制御 フローブランキング

OM制御 光量: Low Mid High 50

分析ジョブリスト

No	種類	コメント	状態
3	定量分析		完了
4	標準試料		完了
5	定量分析		キャンセル
6	定量分析		完了
7	定量分析		完了
8	定量分析		完了

分析ジョブインフォメーション
ジョブ ID: 8 開始時間: 16:39 2020/09/08
経過時間: --:--

ジョブの状態: 完了

EPMAデータ 連続分析 元素周期表 ピークサーチ PHAスキャン

ovation JEOL

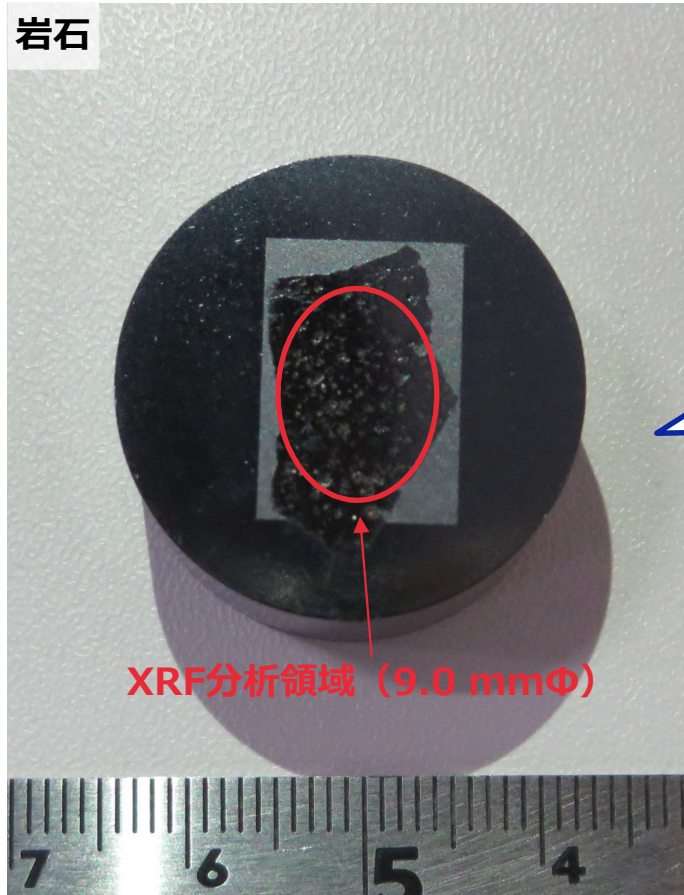
分析事例

岩石試料の組成分析

めっき試料の組成分析・膜厚測定



岩石試料の組成分析



EPMAで元素マップを作成し、
組成・元素分布の解析を行いたい！

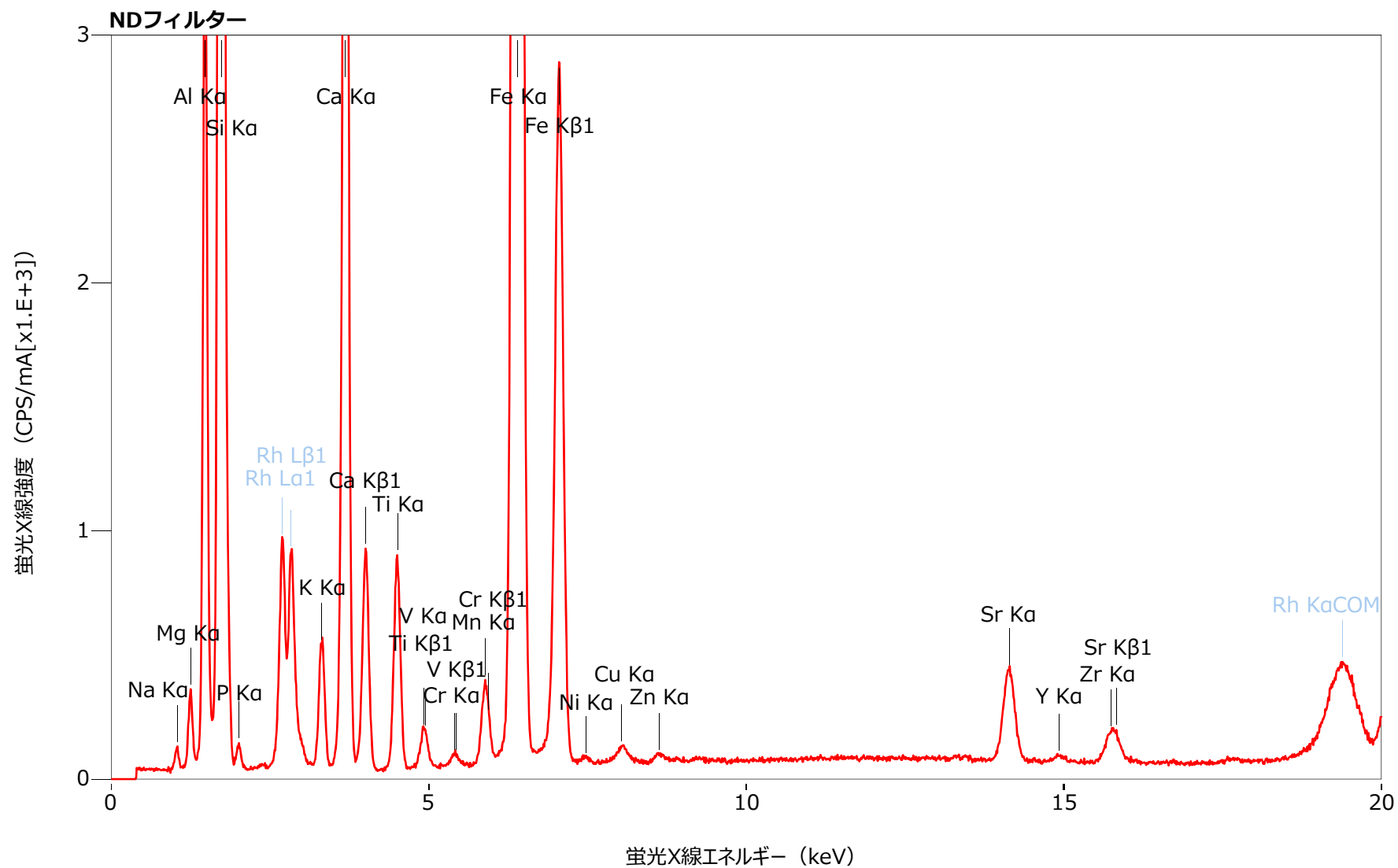
しかし…

- 全元素定性には時間がかかる…
- 分析視野を見誤ると定性モレが…

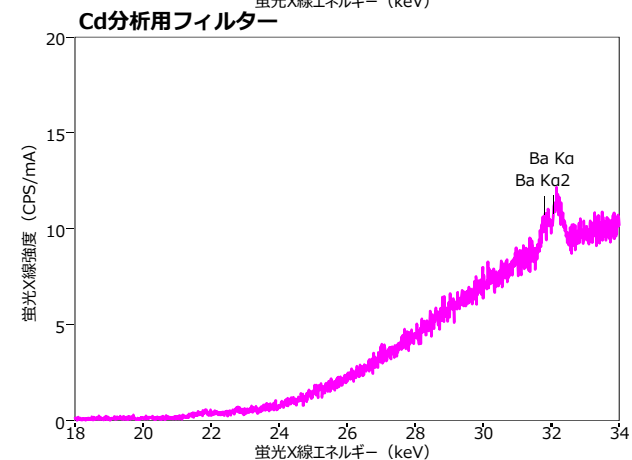
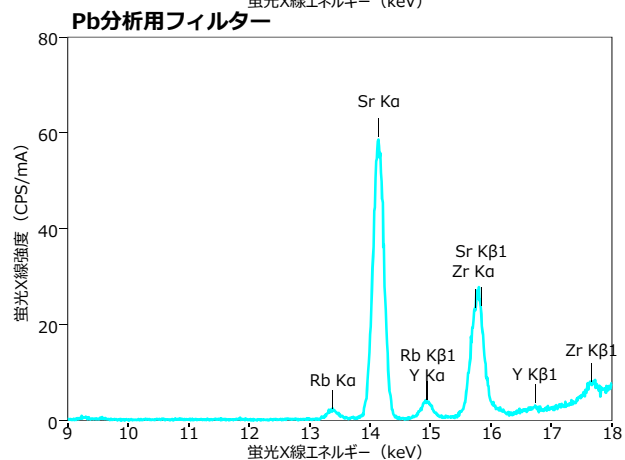
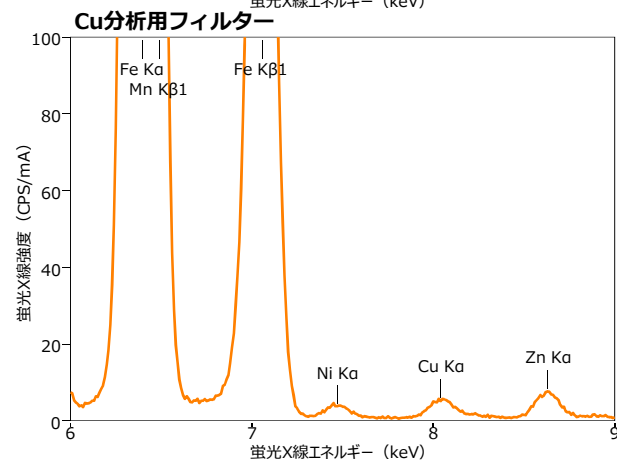
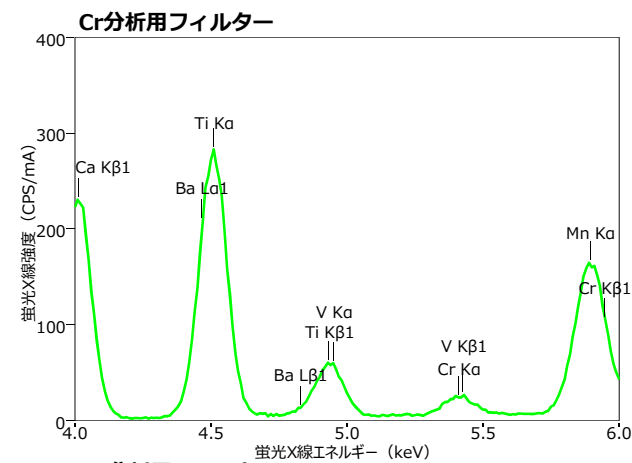
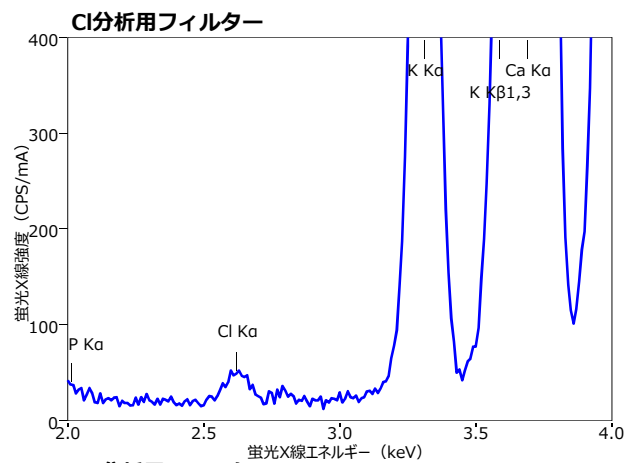
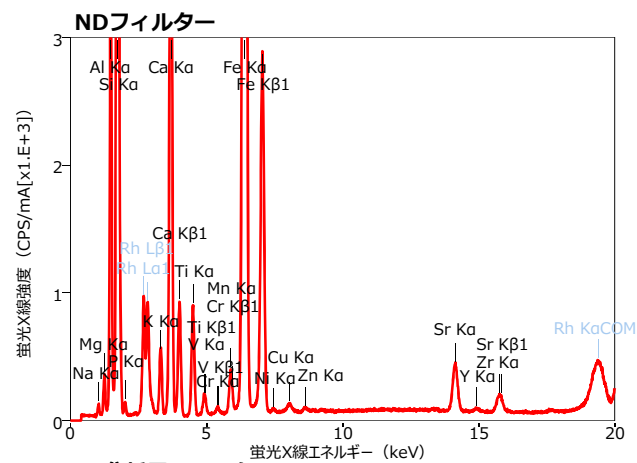
事前にXRFで広範囲を測定することにより、
全含有元素の定性・定量結果が得られる。

⇒EPMAによる元素マップの作成をスムーズに行える！

岩石試料の組成分析【XRF】



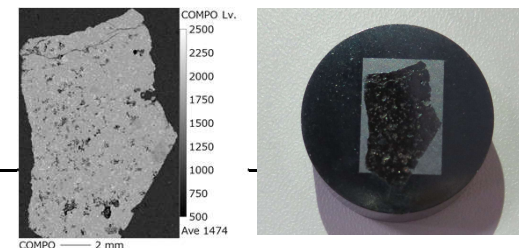
岩石試料の組成分析【XRF】



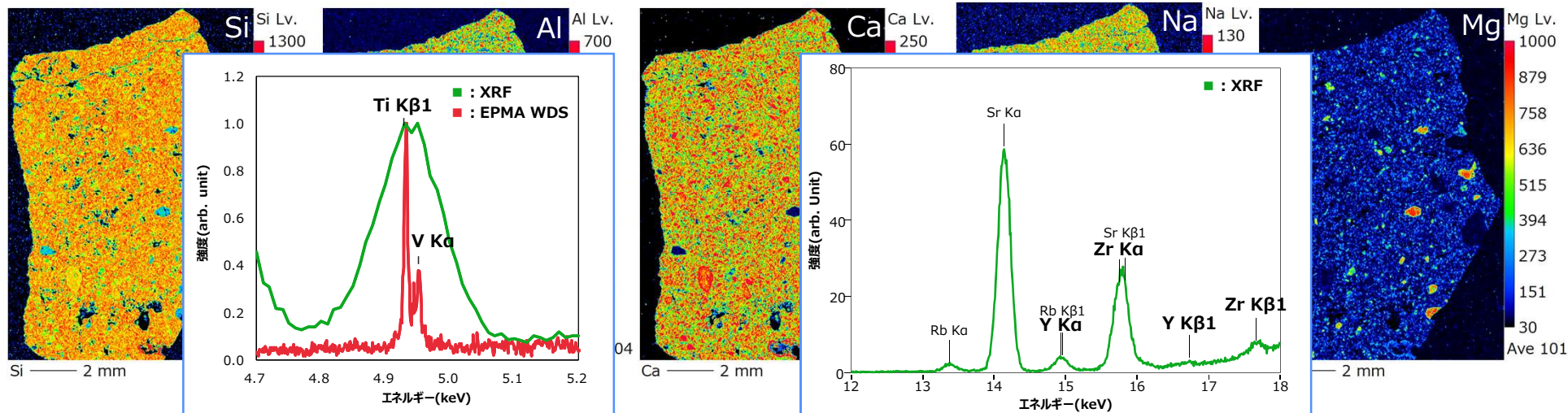
Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr
3.3	3.6	17.0	46.6	0.26	0.15	1.4	11.9	1.2	0.054	0.036
Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	
0.29	13.8	0.018	0.020	0.021	0.0045	0.13	0.0060	0.032	0.0054	

単位: mass%

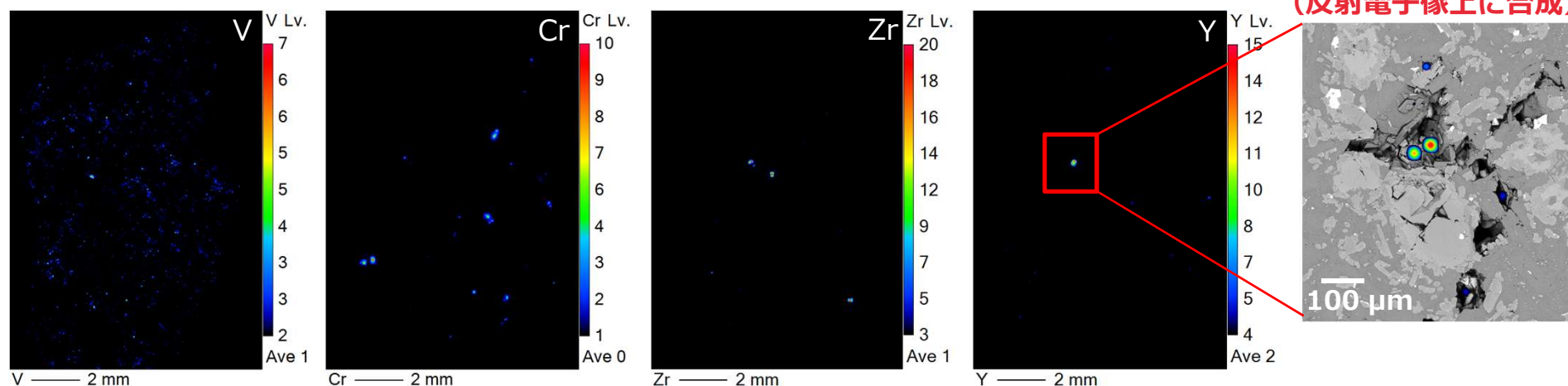
岩石試料の組成分析【EPMA】



EDS : 主要元素



WDS : 微量元素



めっき試料の組成分析・膜厚測定

Auめっきワッシャー



層ごとの組成・膜厚を
XRFで大量にスクリーニングしたい！

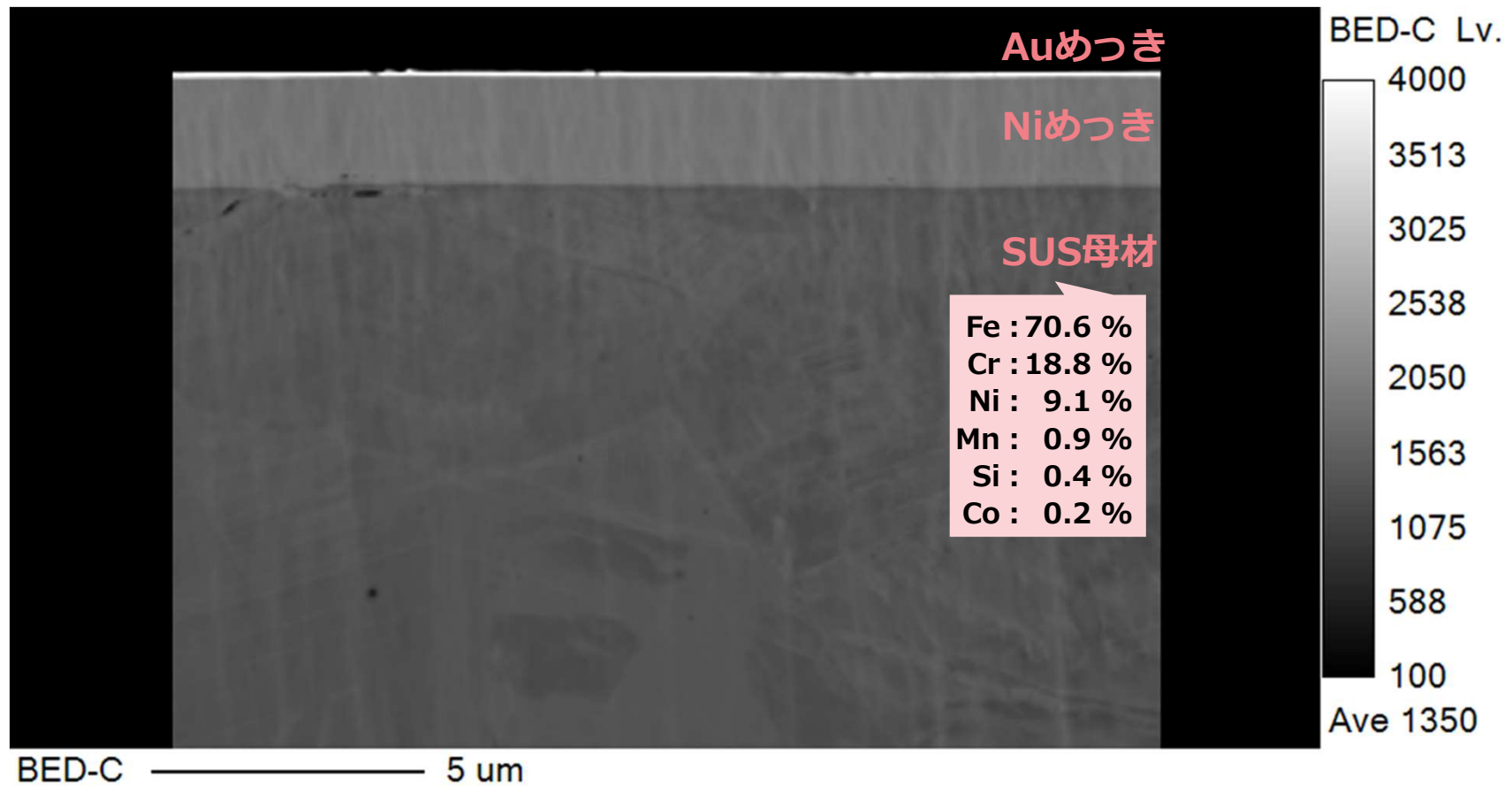
しかし…

- 層ごとの含有元素の情報が必要…

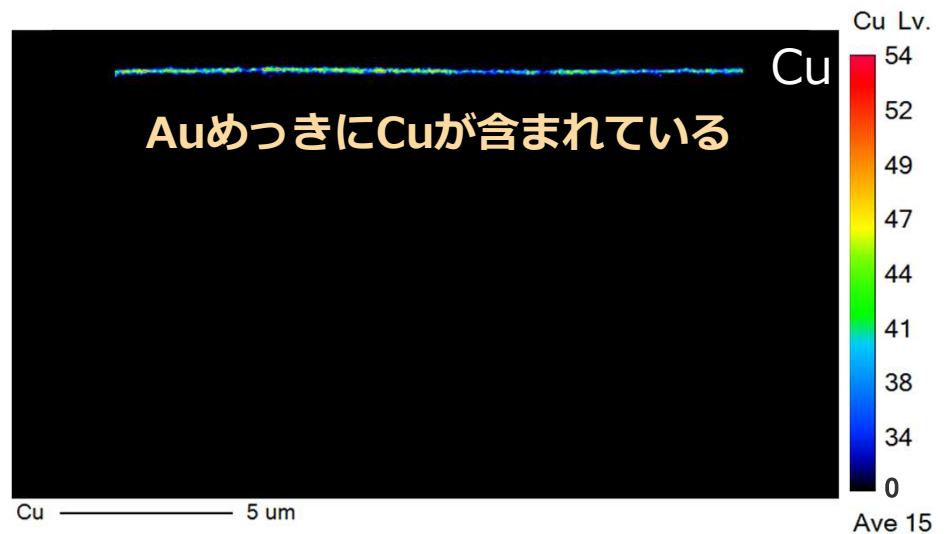
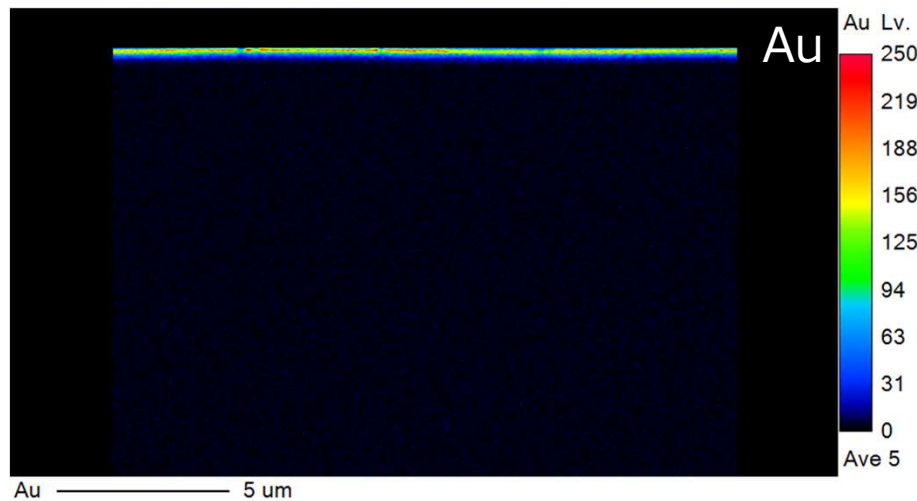
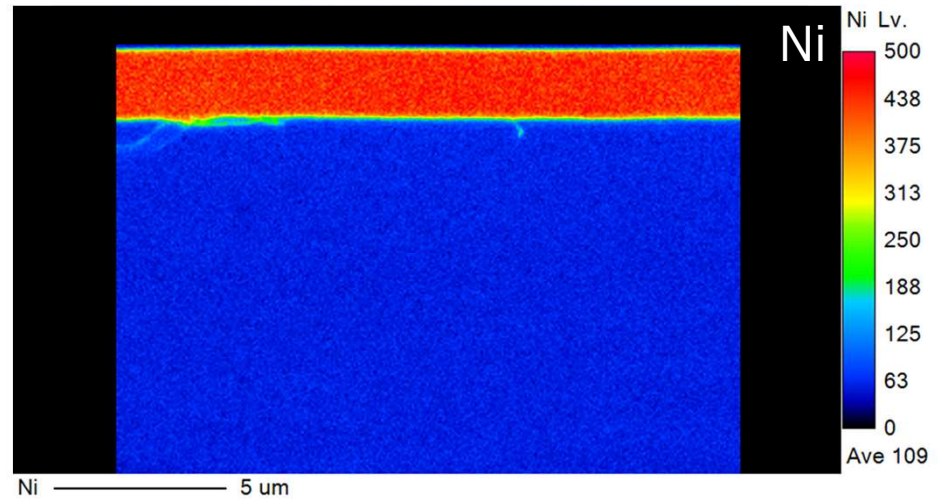
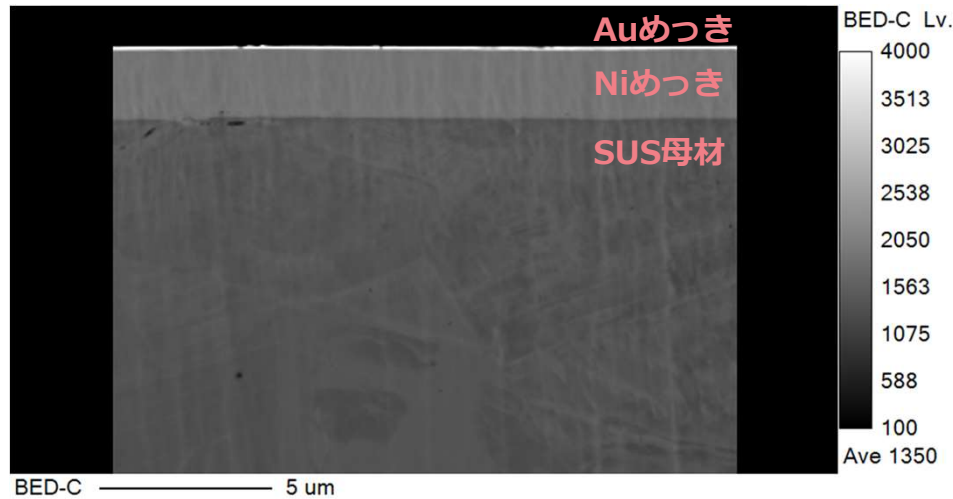
事前に1検体のみCPで断面加工し、EPMAで測定することにより、
正確な層構造を確認し、XRFの正確な条件設定ができる。

⇒XRFによる非破壊での大量スクリーニングが可能に！

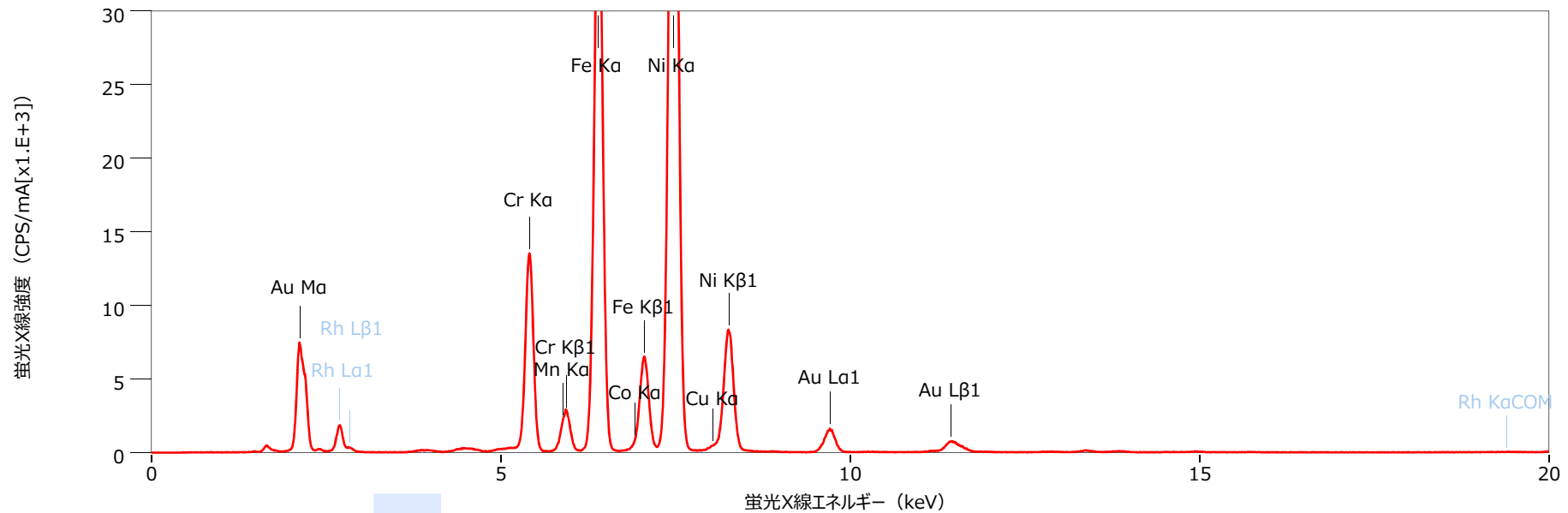
めっき試料の組成分析・膜厚測定【EPMA】



めっき試料の組成分析・膜厚測定【EPMA】



めっき試料の組成分析・膜厚測定【XRF】



EPMA分析結果をもとに層構造の設定

1層目：薄膜層／Au・Cu（密度：18.8 mg/cm³）

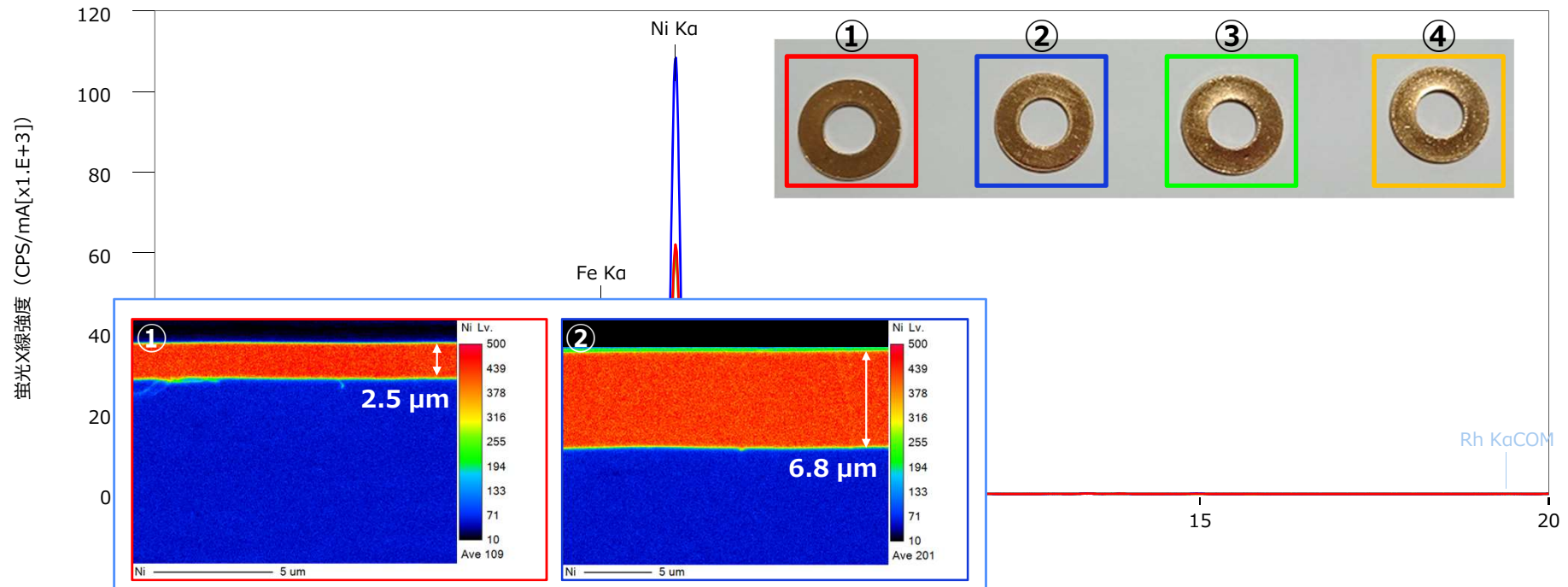
2層目：薄膜層／Ni（密度：8.85 mg/cm³）

3層目：母材／Fe・Cr・Ni・Mn・Si・Co

EPMAの定量値を組成情報として使用

		濃度	膜厚
		mass%	μm
1層目	Au	94.9	0.08
	Cu	5.1	
2層目	Ni	100	2.43
3層目	Fe	70.6	母材
	Cr	18.8	
	Ni	9.1	
	Mn	0.9	
	Si	0.4	
	Co	0.2	

めっき試料の組成分析・膜厚測定【XRF】



		①		②		③		④	
		濃度	膜厚	濃度	膜厚	濃度	膜厚	濃度	膜厚
		mass%	μm	mass%	μm	mass%	μm	mass%	μm
1層目	Au	94.9	0.08	93.6	0.08	95.0	0.09	94.7	0.10
	Cu	5.1		6.4		5.0		5.3	
2層目	Ni	100	2.43	100	6.91	100	2.27	100	2.28

まとめ

XRF	EPMA
バルク分析が得意！ 短時間 で全元素分析可能！ 重金属元素 の検出が得意！	局所分析が得意！ 高分解能なピーク を検出可能！ 軽元素 の検出が得意！

層構造がわからないと分析できない！

多点定性分析では時間がかかる…
分析視野を見誤ったらやり直し！

まとめ

XRF×EPMA	EPMA×XRF
バルク分析が得意！ 短時間で全元素分析可能！ 重金属元素の検出が得意！ 試料構造の情報をもとに、 適切な定量条件の設定が可能！	局所分析が得意！ 高分解能なピークを検出可能！ 軽元素の検出が得意！ 試料を構成する元素の情報をもとに、 効率的・高レベルな解析が可能！

**XRFとEPMAの強みを活かしたインテグレーション分析により、
より正確な解析を行うことが可能となります**

まとめ



**XRFとEPMAの強みを活かしたインテグレーション分析により、
より正確な解析を行うことが可能となります**