

FE-EPMA事始め

なぜ？

EPMAにFE電子銃が必要だったのか

物質・材料研究機構 名誉研究員
鉄鋼材料研究グループ

木村 隆

なぜ？ EPMAにFE電子銃が必要だったのか

JEOL UM 40周年記念

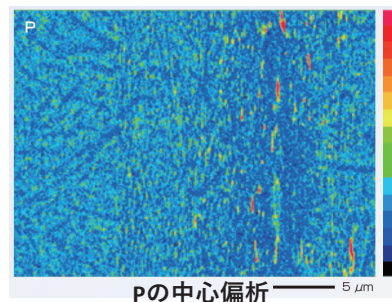
発表内容

1. FE-EPMAへの道のり
 - FE-EPMAの歴史
 - 炭化物分析の実例
 - FE-EPMAの特徴とまとめ
2. 散布図分析の勧め
 - 良く分かる散布図の見方・考えかた
 - 散布図解析例の紹介
3. まとめと将来への展望



1982年発表 JCMS-733

散布図分析の開発 → 材料組織の統計的評価
マッピングデータから材料を評価する
(ミクロの目でマクロ組織を俯瞰する)



特徴

- 広域・高速マッピング
- すべての分析点のX線強度データがコンピュータに格納されている
- それらのデータは何時でも呼び出して再評価・再計算できる
- ソフトウェアの開発環境を備えていた (JASCAL)

3

各信号発生領域

JEOL UM 40周年記念

AES、2次電子

ビーム

FE-AES

フィラメント	輝度 $A/cm^2 \cdot sr$	寿命 hour	ソースサイズ μm	エネルギー幅 $\Delta E/eV$	安定度 %
W	10^5	40-100	30-100	1-3	1
LaB ₆	10^6	200-3,000	5-50	1-2	1
FE cold	10^8	>10,000	< 5nm	0.3	5
FE hot	10^8	>10,000	< 5nm	1	5
ショット・キー	10^8	>10,000	1.5-30nm	0.3-1	2

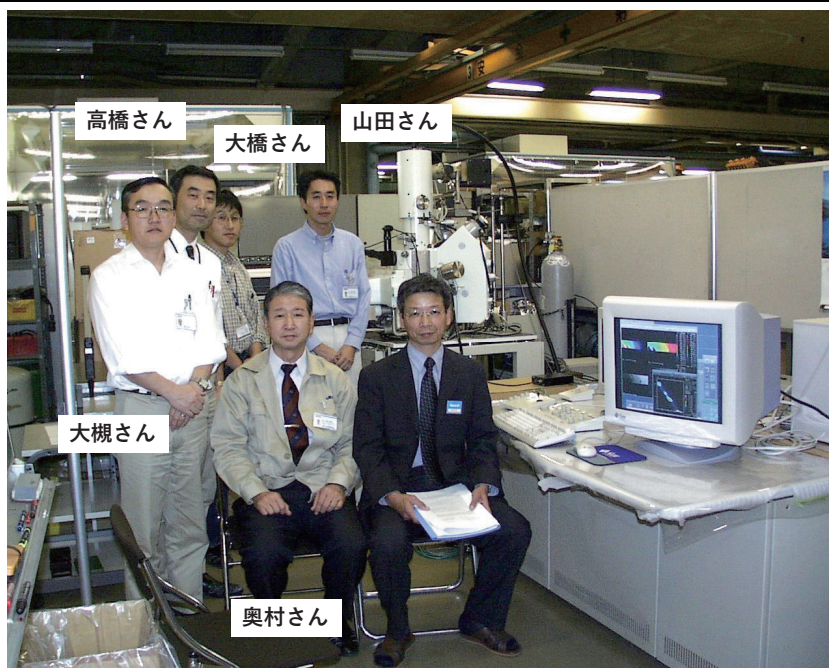
可能

もっと微細組織を・・・！

4

- ・1998年 日本電子(株) 江藤社長と勉強会スタート
 - ・2002年 FE-EPMAを新聞発表
 - ・2002年 春の金属学会で発表
 - ・2002年 表面分析研究会で口頭・ポスター発表
パウエル賞受賞
 - ・2002年 ICEM2002で発表(山田ユニット長)
 - ・2003年 商用機発売
 - ・2005年 EMASで発表
 - ・2006年 M&Mで発表
 - ・2007年 日本金属学会 開発技術賞受賞
-
- ・2011年 カメカ SXFiveFE発表
 - ・2014年 島津 EPMA-8050G発表

5



6

新旧 FE-EPMAの比較



プロトタイプ FE – EPMA (JXA – 8900改)

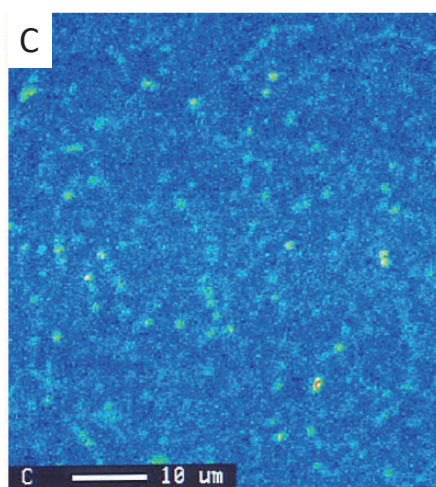


最新の FE – EPMA (JXA-iHP200F)

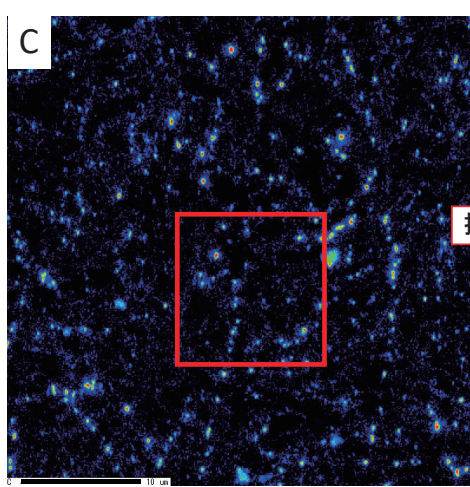
	JXA-8500F	JXA-iHP200F
最大照射電流	500nA	3 μ A
電流安定度	$\pm 0.3\%$ / h	$\pm 0.3\%$ / h, $\pm 1.0\%$ / 12 h
二次電子像分解能	3.0 nm (30kV) 40 nm (10kV,10nA) 100 nm (10kV,100nA)	2.5 nm (30kV) 20 nm (10kV,10nA) 50 nm (10kV,100nA)

7

FE-EPMA の実力は？



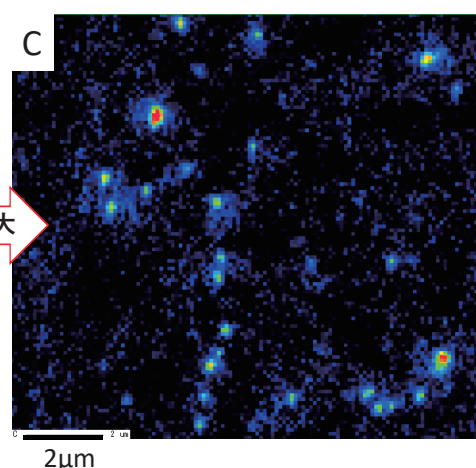
W-EPMA



10 μ m

NIMS (FE-EPMA)

拡大



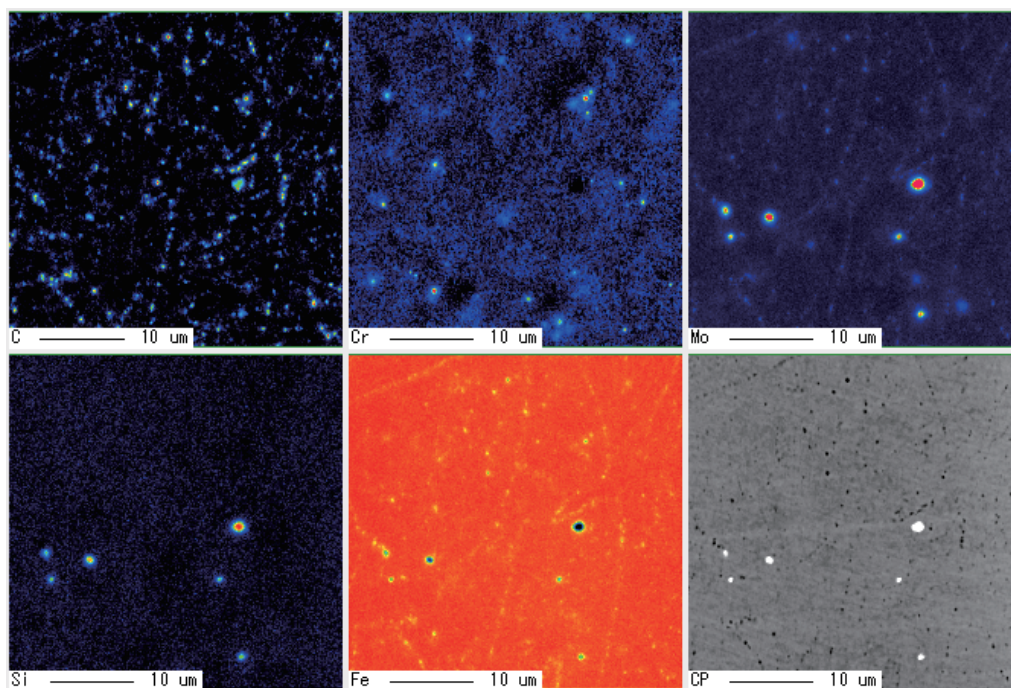
2 μ m

NIMS (FE-EPMA)

工具鋼中の炭化物観察

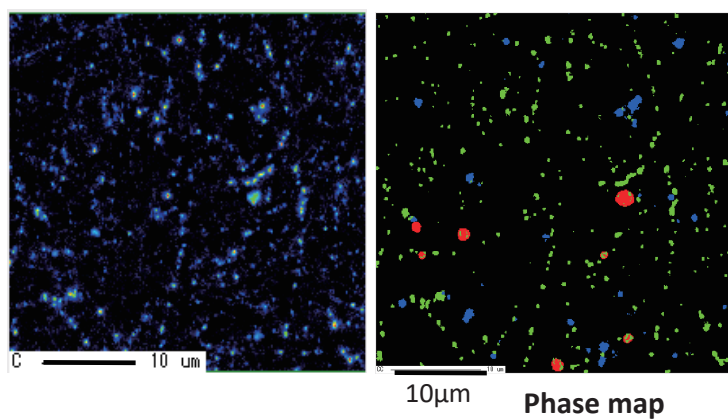
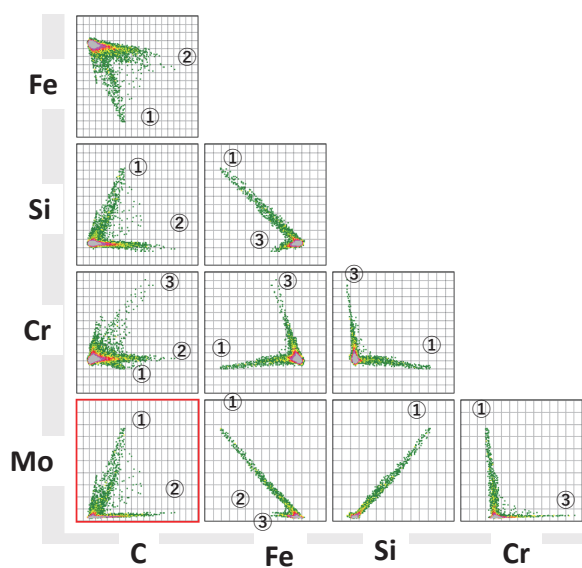
8

FE-EPMA による炭化物の同定例（工具鋼）



9

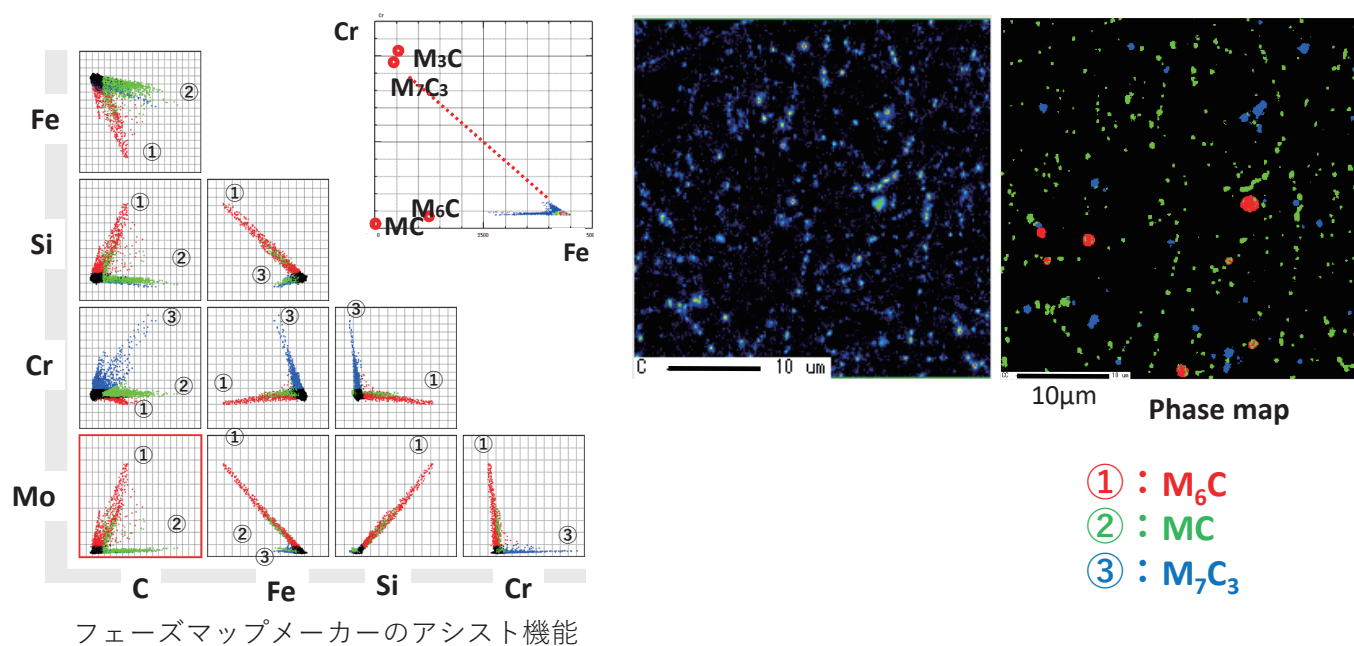
FE-EPMA による炭化物の同定例（工具鋼）



- ① : M_6C
 ② : MC
 ③ : M_7C_3

10

FE-EPMA による炭化物の同定例（工具鋼）



11

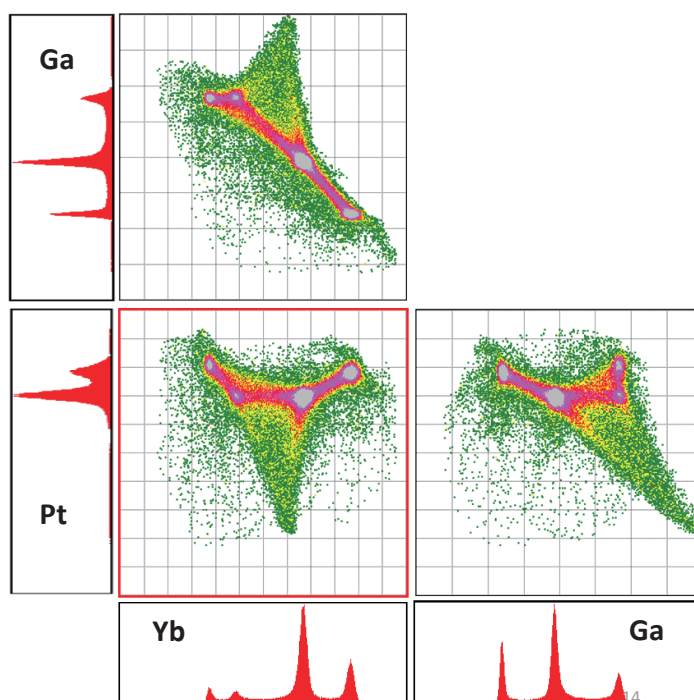
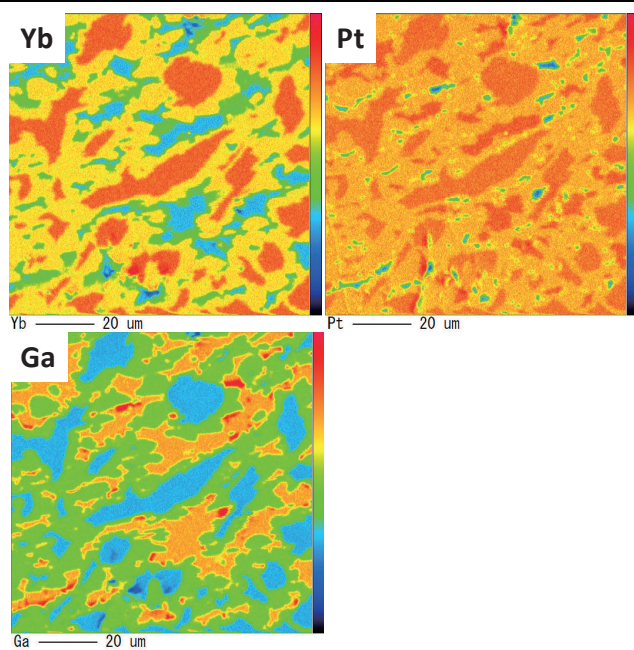
まとめ FE-EPMAの特徴・利点

- 高分解能サブミクロン分析が可能
 - 散布図分析が有効
- 操作性が向上
 - フィラメントが長持ち
 - 組織観察（SEM, BEI）から分析までシームレス
 - 解析ソフトウェアが充実（例：フェーズマップ ➡ 化合物の同定）
- ビーム電流安定度が向上
 - $\pm 1\% / 12\text{hr}$ （連続分析が可能、再現性の良い分析が可能）
- コンタミネーション対策のバリエーション
 - プラズマクリーナー
 - 長時間LNT（液体窒素トラップ）
 - O_2 ジェット
 - 加熱試料ホルダー

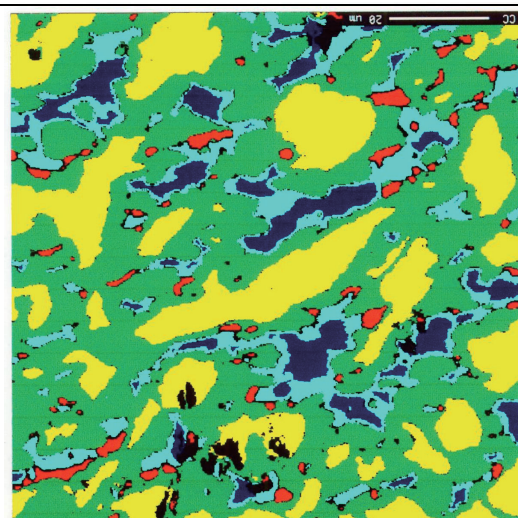
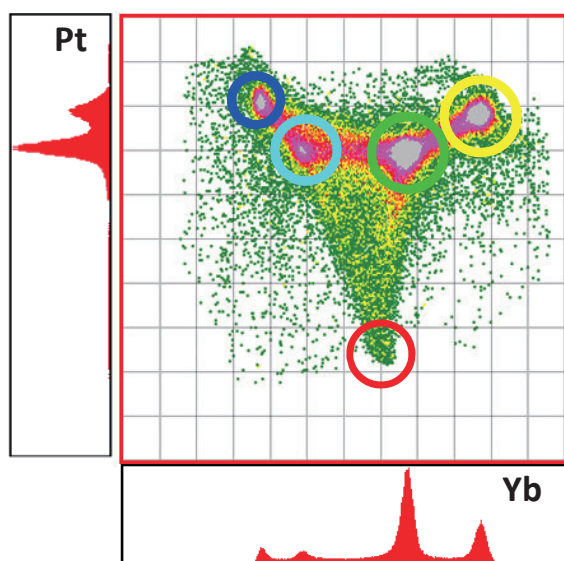
12

良く分かる 散布図の見方・考え方

13



散布図の使い方

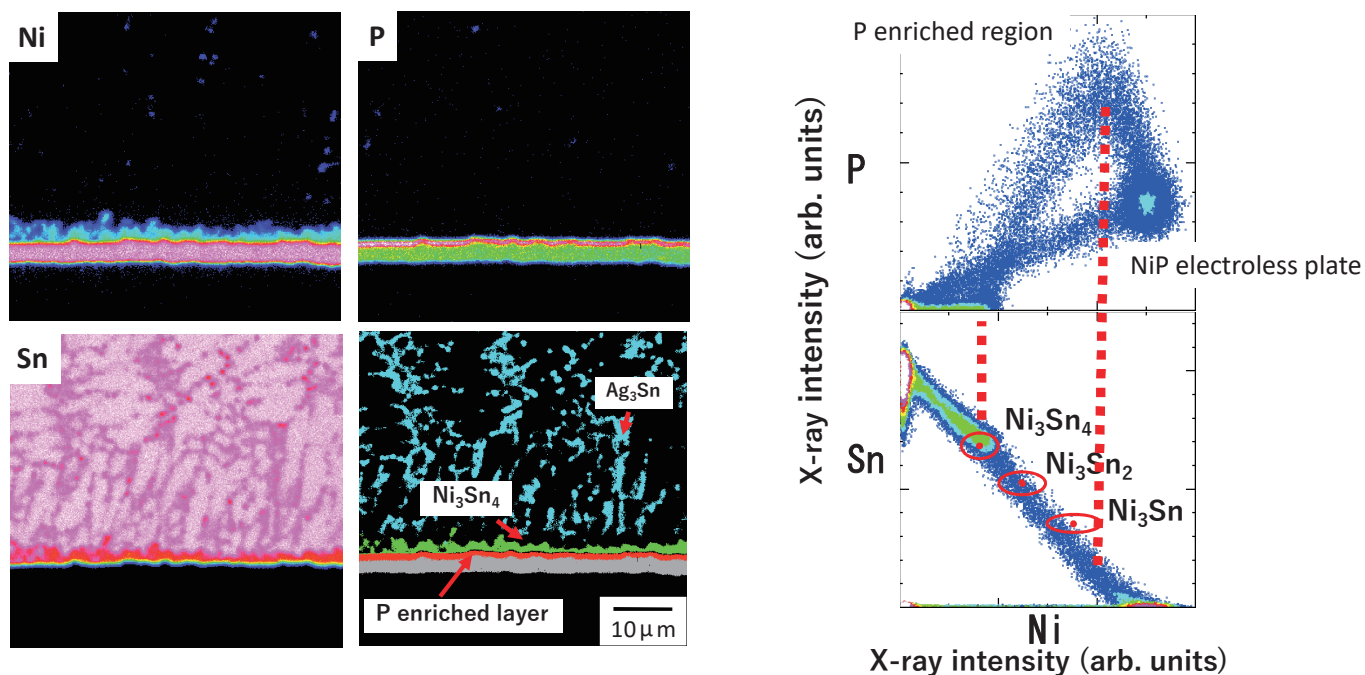


	Yb-La	Pt-Ma	Ga-Ka	相
1	33.0	27.4	39.6	黄色
2	24.9	22.5	52.7	緑
3	11.9	22.0	66.1	青
4	16.9	8.8	74.3	赤
5	18.5	19.1	62.4	水色

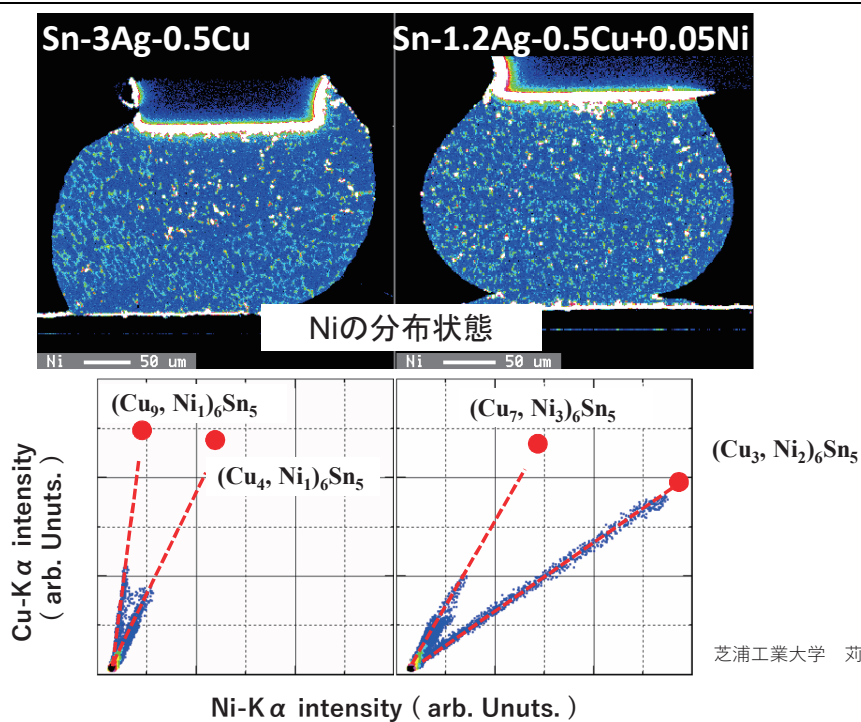
15

散布図を理解するために

- 散布図分析の実用例
 - 鉛フリーはんだ接合界面
 - はんだボール組織
 - 耐熱セラミックスの組織



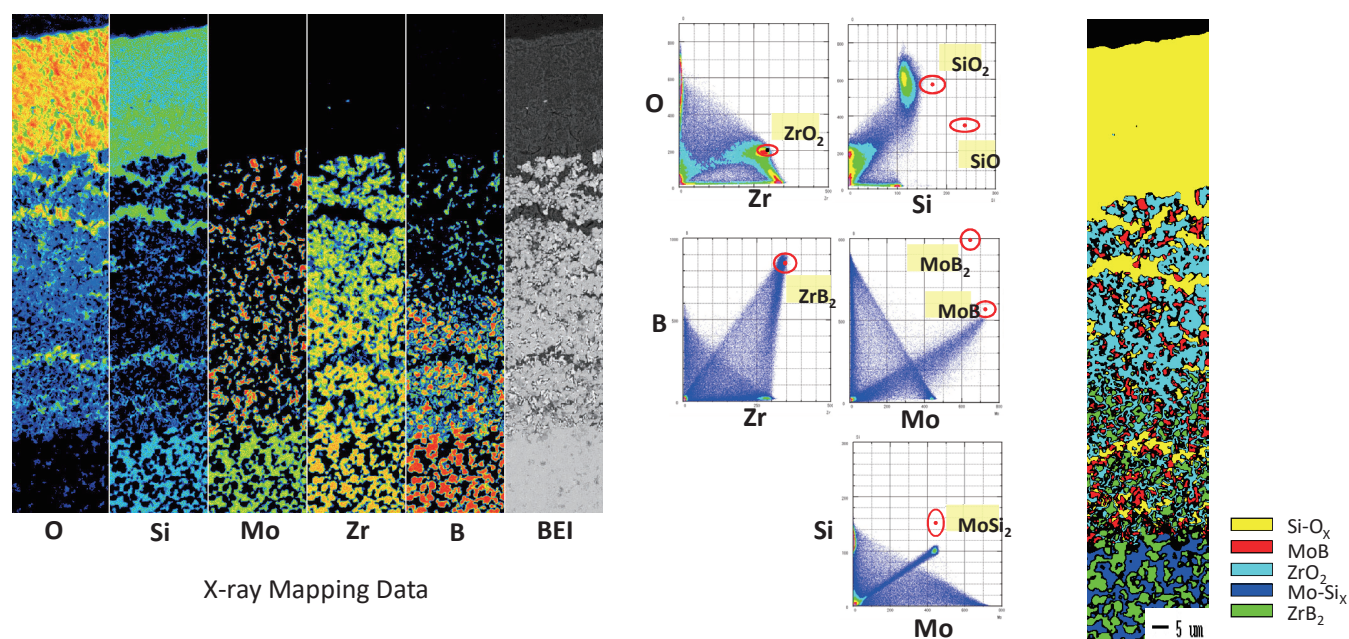
17



芝浦工業大学 荻谷教授ご提供

18

散布図分析手法の開発と応用 (ZrB₂系耐熱セラミックスの耐酸化性試験 1500°C-15時間)



19

散布図分析の勧め

JEOL UM 40周年記念

- 散布図とは？
 - 二次元～（n）次元のヒストグラム
- 散布図分析とは？
 - 複数の元素間の相関から化合物や析出物を同定する手法
- 特徴は？
 - 微細な組織（サブミクロン以下）の同定が可能
 - 材料組織を統計的に評価できる

20

まとめ 将来のEPMAに望むこと

- 超高速分析
 - 高速モンタージュ分析を可能にする
- **バックグラウンドの同時計測**
 - 微量元素の定量性向上
- 解析ソフトウェアの進歩
 - 冶金学（材料研究）の知見を応用した解析サポート

21

まとめ データの信頼性への要請

- 分析現場の経験知の向上のために
 - 材料部門と分析部門の風通しを良くする
 - 分析データが分かる材料研究屋と材料研究が分かる分析屋の養成
- 標準化の勧め
 - ガイドラインを示すことで、議論（分析・評価）すべき対象を明確にする
 - 初心者でも間違いや誤解を起こさないような教育的な手順書の作成
 - 分析時期や分析者によるデータのばらつきを防止する
 - 分析データの再現性や信頼性の向上につながる

22



2002年 つくば物質・材料研究機構にて

23

なぜ！ EPMAにFE電子銃が必要だったのか？

JEOL UM 40周年記念

- 時代の要請でもあり
- 人の運や
- 時の運に恵まれた結果でした

ご清聴ありがとうございました！

24