

フェイズマップメーカーによる散布図解析を活用した材料評価事例の紹介

日本電子株式会社
塚本 一徳, 林 真一

Electron Probe Micro Analyzer (EPMA)

JXA-iSP100
integrated Super Probe

JXA-iHP200F
integrated Hyper Probe

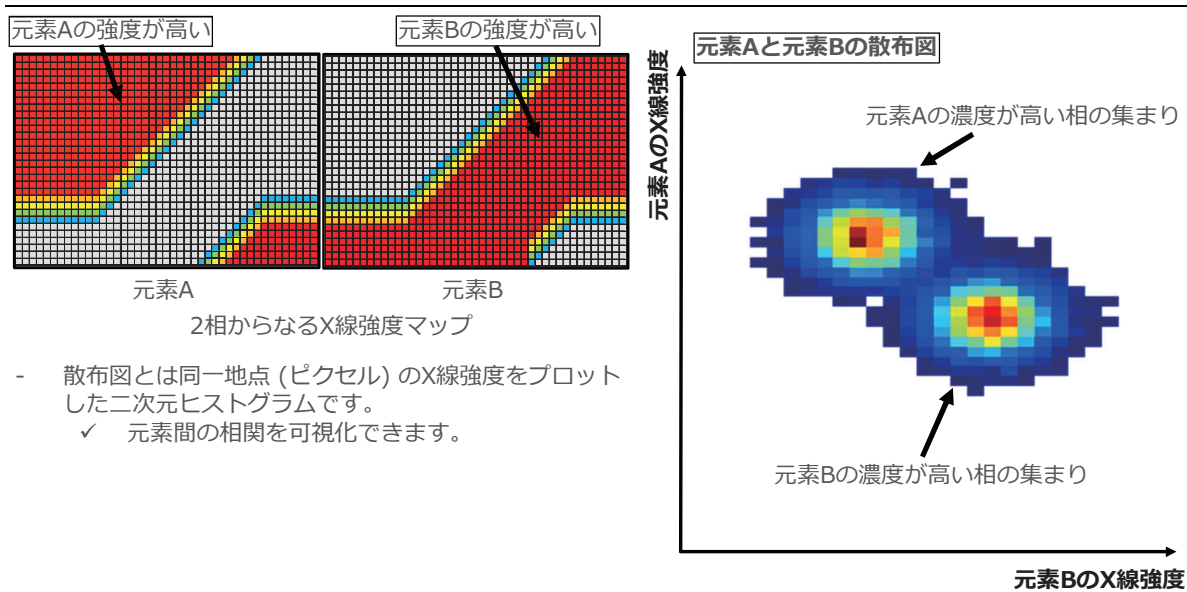


発表の概要

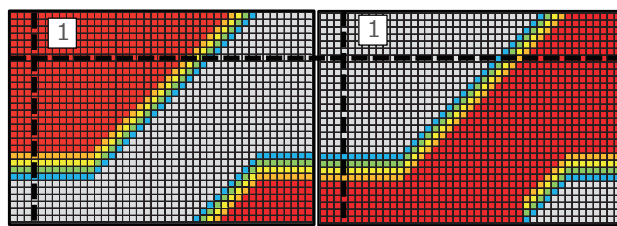
1. 相分析・散布図解析について
2. 分析ソフトと新機能のご紹介
3. 材料分析例：溶射皮膜
4. まとめ



X線強度散布図解析

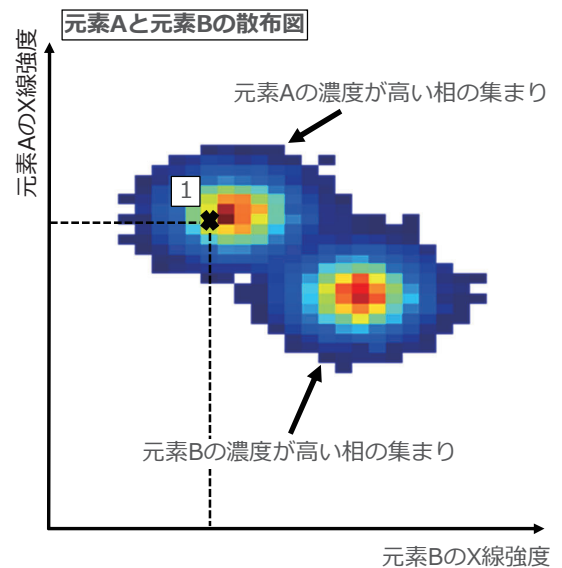


X線強度散布図解析



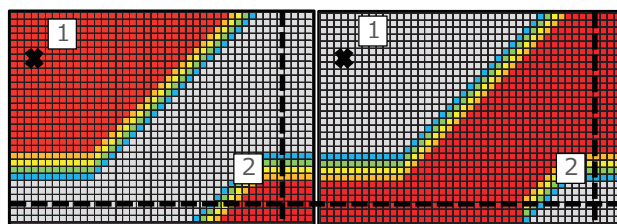
元素A 元素B
2相からなるX線強度マップ

- 散布図とは同一地点 (ピクセル) のX線強度をプロットした二次元ヒストグラムです。
✓ 元素間の相関を可視化できます。



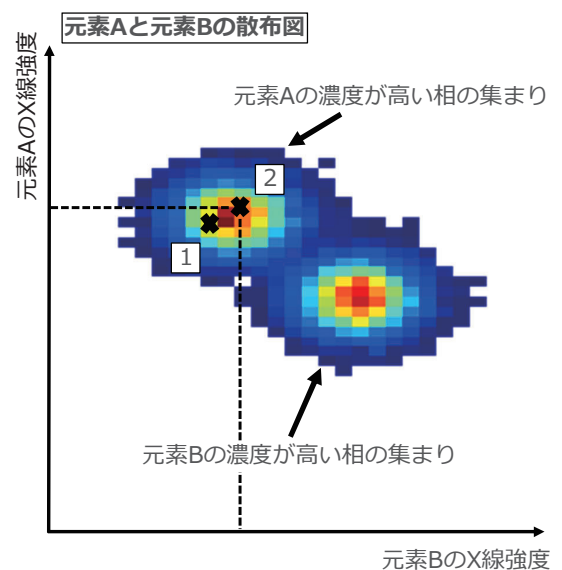
Solutions for Innovation JEOL

X線強度散布図解析



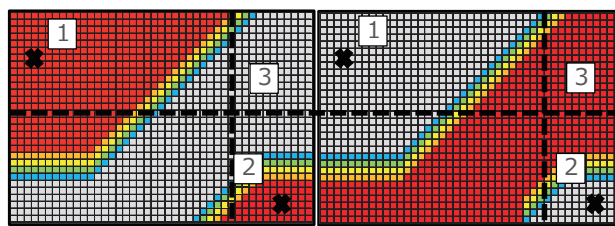
元素A 元素B
2相からなるX線強度マップ

- 散布図とは同一地点 (ピクセル) のX線強度をプロットした二次元ヒストグラムです。
✓ 元素間の相関を可視化できます。
- 同じ相の点同士は散布図上で近くに集まります。



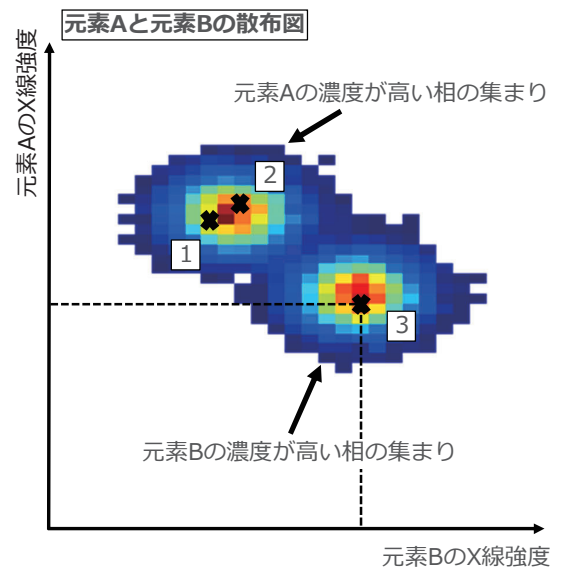
Solutions for Innovation JEOL

X線強度散布図解析



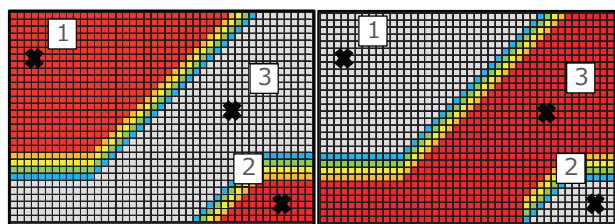
元素A 元素B
2相からなるX線強度マップ

- 散布図とは同一地点 (ピクセル) のX線強度をプロットした二次元ヒストグラムです。
✓ 元素間の相関を可視化できます。
- 同じ相の点同士は散布図上で近くに集まります。
- 異なる相の点は散布図上では離れた位置にあります。



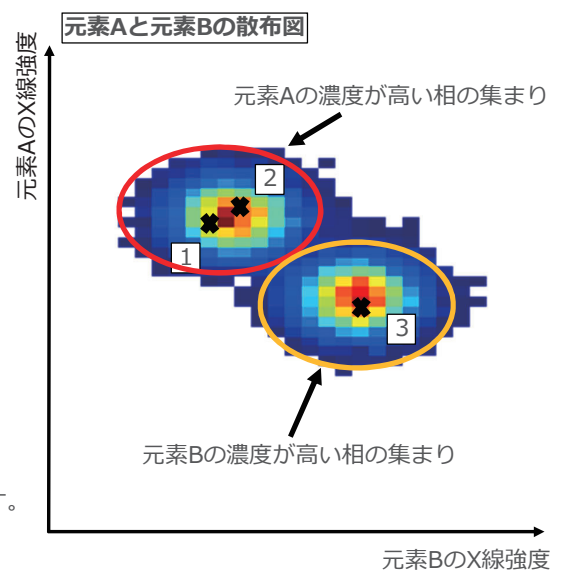
Solutions for Innovation JEOL

X線強度散布図解析



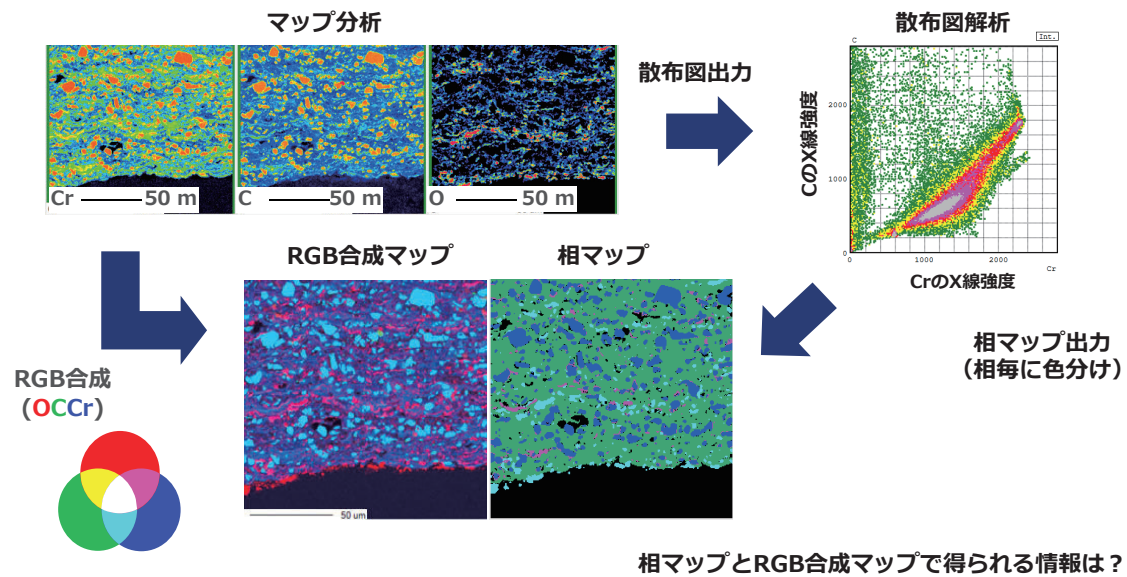
元素A 元素B
2相からなるX線強度マップ

- 散布図とは同一地点 (ピクセル) のX線強度をプロットした二次元ヒストグラムです。
✓ 元素間の相関を可視化できます。
- 同じ相の点同士は散布図上で近くに集まります。
- 異なる相の点は散布図上では離れた位置にあります。
- 相の散布図上の広がり理想的には統計変動によります。
✓ 均一な試料の場合は 3σ 程度に収まります。



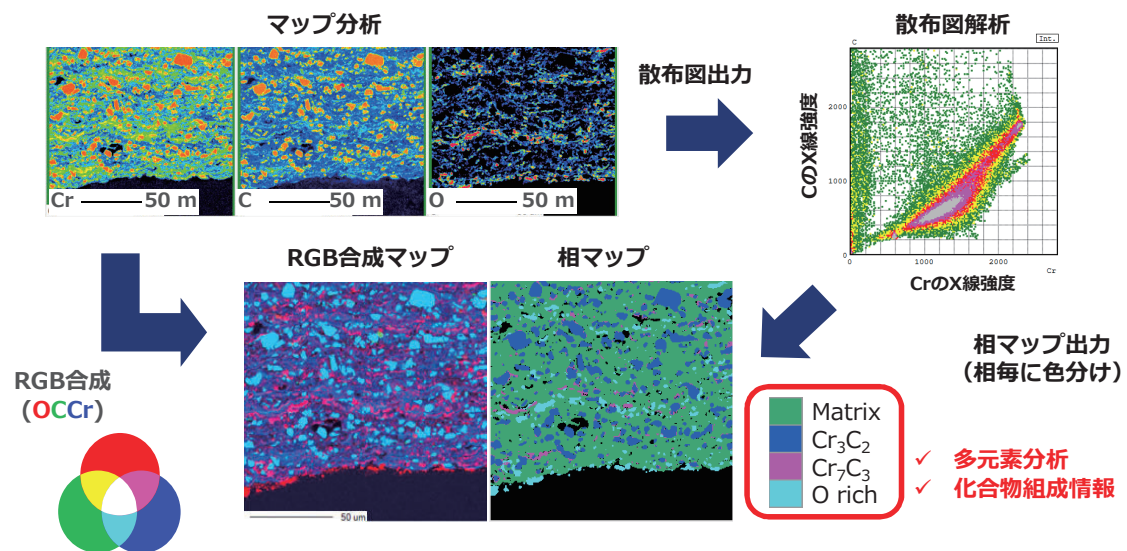
Solutions for Innovation JEOL

散布図解析による相マップ



Solutions for Innovation JEOL

散布図解析による相マップ



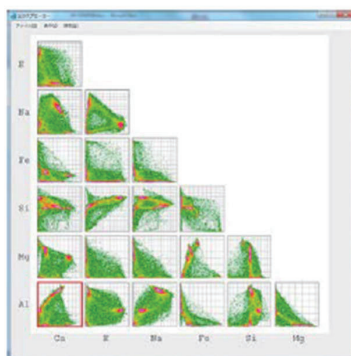
Solutions for Innovation JEOL

分析ソフトと新機能紹介

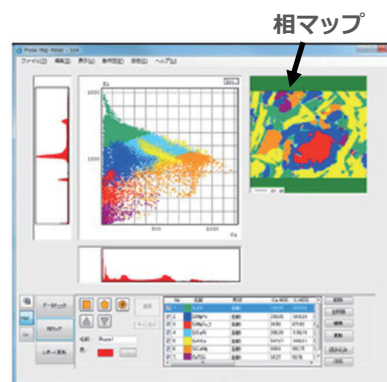


相分析ソフト: フェイズマップメーカー

- 階層クラスター分析、主成分分析等の自動相分析機能や散布図解析機能を搭載しています。
- 誰でも散布図解析が手軽に行えるように、操作性向上や分析機能の拡充のためのアップデートを行いました。



エクスプローラ(散布図一覧)画面

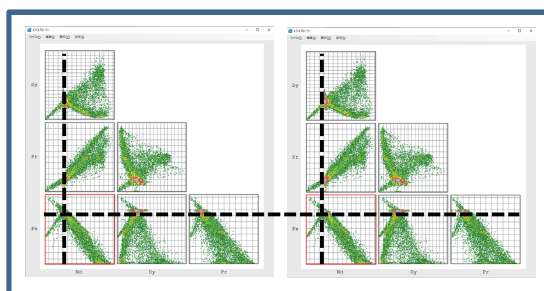


メイン(散布図操作)画面

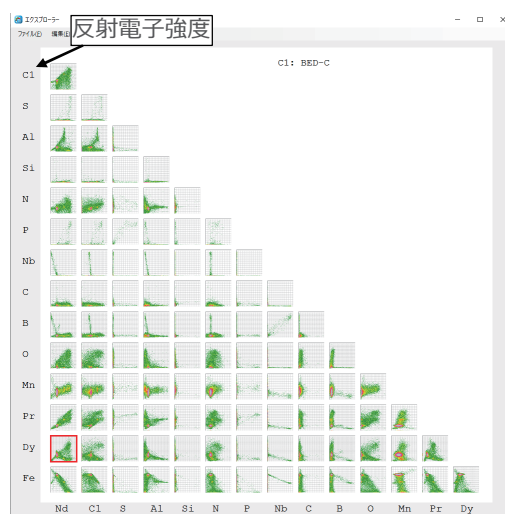
- ✓ 散布図密度/相表示
- ✓ 相分離
- ✓ 相マップ表示

フェイズマップメーカー散布図解析機能

- 散布図解析機能をさらに使いやすくなりました。
 - ✓ 最大表示元素数を15に増加
 - ✓ 二次電子強度・反射電子強度の散布図表示
 - ✓ 複数散布図一覧同時表示と軸範囲設定の共通化



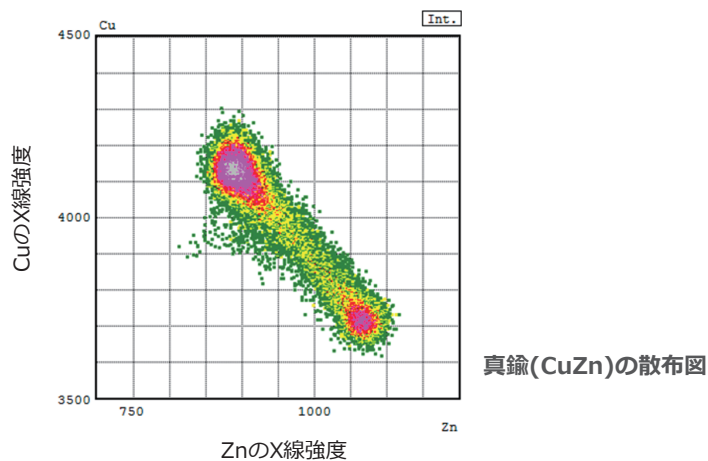
1. 構成元素の化学状態も含めた散布図解析
2. 類似サンプルの相対比較



Solutions for Innovation JEOL

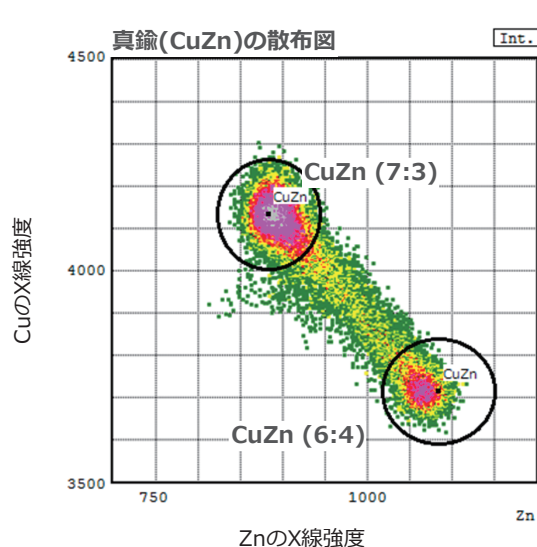
フェイズマップメーカー化合物プロット機能

- 統計変動の影響やデータの信頼性を確認するため、散布図解析にはX線強度を用います。
- しかし、X線強度の散布図では、散布図上の分布がこういった組成なのか分かりにくくなります。



Solutions for Innovation JEOL

フェイズマップメーカー化合物プロット機能



化合物編集

名前: CuZn

コメント:

原子比

元素名	値
Cu	7
Zn	3

削除

登録

閉じる

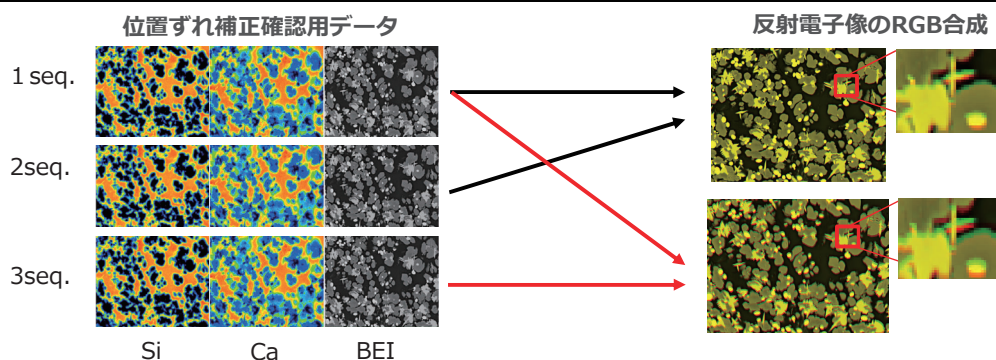
化合物プロット機能画面
原子比、質量濃度での入力が可能

- 計算X線強度のプロット方法

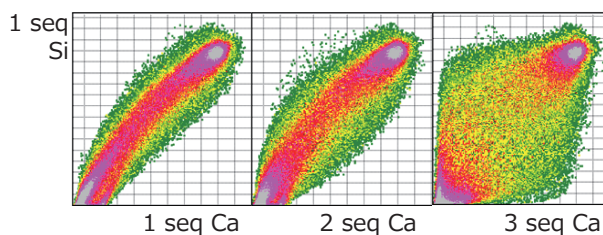
- ① 組成比からZAF補正係数を算出
- ② 精度向上したスタンダードレス定量分析の標準感度データとZAF補正係数から各元素の予想X線強度を算出
- ③ 算出したX線強度を散布図上にプロット

Solutions for Innovation JEOL

マップ分析位置ずれ補正



- 高倍率のマップやチャージしやすい試料の場合、シーケンス毎のマップにずれが生じやすい。
- 散布図解析機能により相関分析を行うためには、同一の分析点のX線信号を用いる必要があります。
 - ✓ 特に相が微小領域に分かれている場合

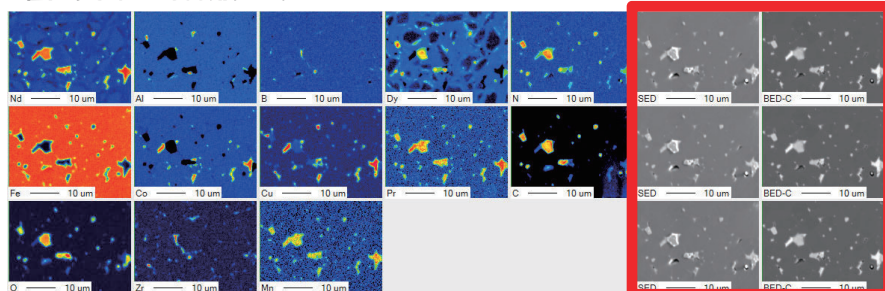


Solutions for Innovation JEOL

マップ分析位置ずれ補正方法

全てのシーケンスで反射電子、二次電子信号のMAPを取得（デフォルトで有効）

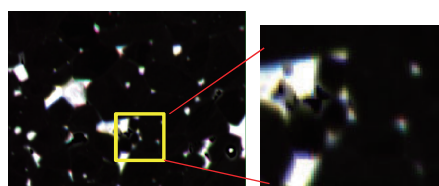
位置ずれ補正確認用データ



1 Seq

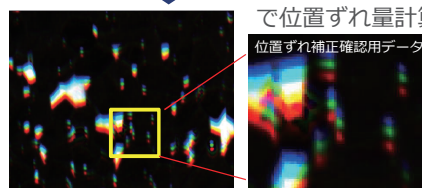
2 Seq

3 Seq



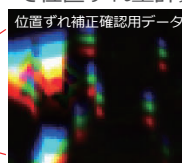
補正適用後

位置ずれ補正適用



補正適用前

二次電子像、反射電子像で位置ずれ量計算

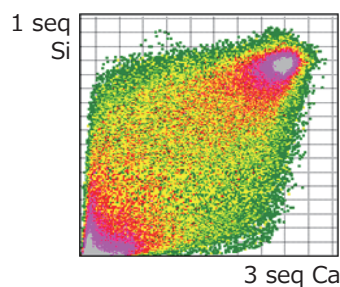


Solutions for Innovation JEOL

マップ分析位置ずれ補正結果

- マップ位置ずれ補正により、ずれが生じたマップでも散布図解析が可能になりました。
 - ✓ 複数シーケンスを使用するような多数の元素分析が容易になりました。
- 散布図解析だけでなくラインプロファイルの抽出などあらゆるマップ分析処理に有用です。

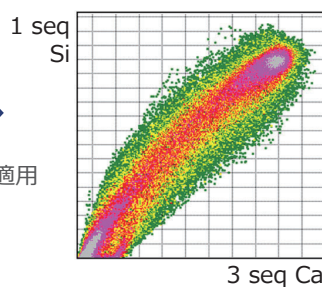
位置ずれ補正確認用データに対する補正適用結果



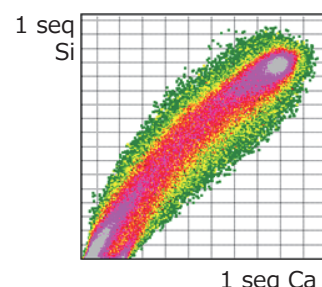
補正適用前散布図



ずれ補正適用



補正適用後散布図



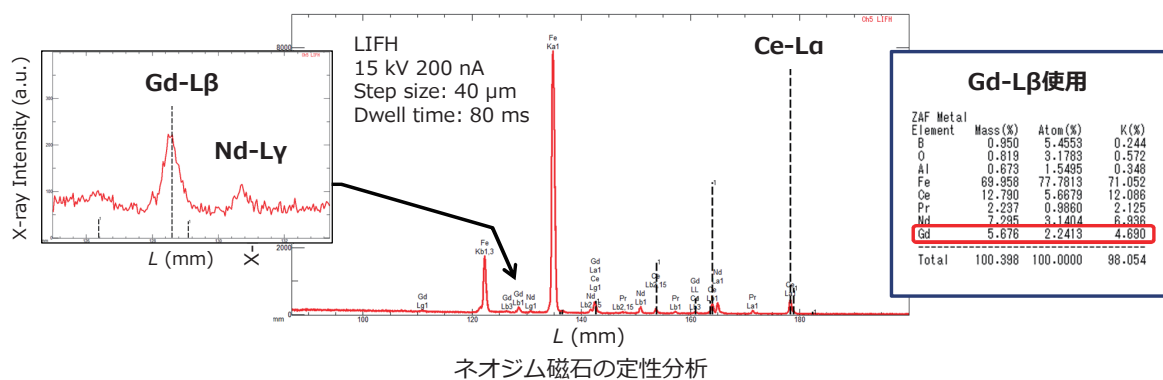
1 seq Ca

Solutions for Innovation JEOL

スタンダードレス定量分析

- スタンダードレス定量分析を加速電圧 3 kVから 30 kVで行えるようになりました。
- K β , L β , M β 線も含めたスタンダードレス定量が可能になりました。

市販のネオジム磁石の定性分析例ですが、Gd-LaとCe-Lyはピークの重なりが存在します。
Gd-L β 線を使用することで干渉補正を考慮することなく定量分析できます。



Solutions for Innovation JEOL

分析ソフトと新機能まとめ

- EPMAデータに対する、散布図解析をはじめとした相分析用ソフトとしてフェイズマップメーカーをリリースしています。
- 以下の新機能により散布図解析機能の操作性が向上しました。
 - ✓ フェイズマップメーカーの散布図表示の機能向上
 - ✓ 化合物プロット機能
 - ✓ マップ分析位置ずれ補正機能
 - ✓ スタンダードレス定量分析の機能向上

Solutions for Innovation JEOL

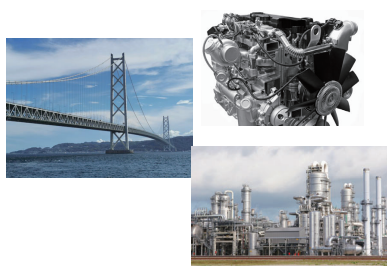


分析事例：溶射皮膜

溶射

- 溶射は、クロム炭化物などの加熱した粒子を物体表面に吹き付けて皮膜を形成する表面処理法的一种です。
 - ✓ 金属、セラミックス、プラスチックなどに適用ができ、耐摩耗性の向上や耐食性の向上などのために多方面で使用されています。

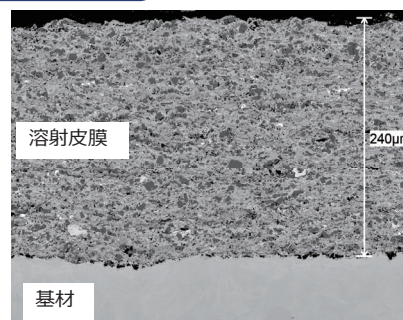
Cr₃C₂-NiCr粉末を溶射材とした溶射皮膜をJXA-iHP200Fで分析しました。



溶射の適用例



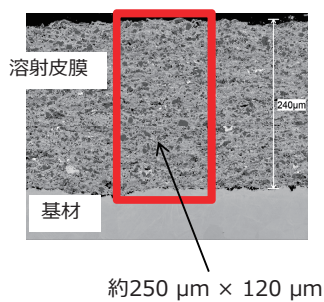
溶射装置



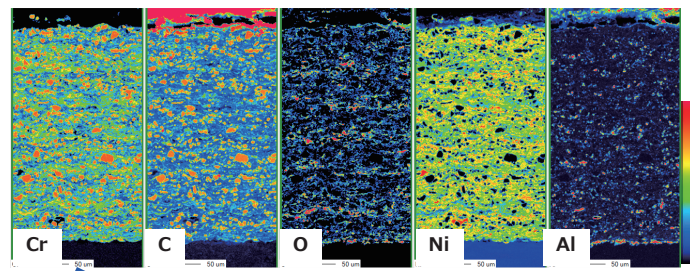
桑嶋孝幸 JEOL EPMA・表面分析
ユーザーズミーティング発表資料(2004)より

試料ご提供：岩手県工業技術センター 桑嶋様

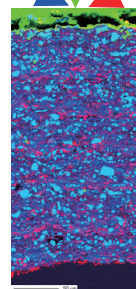
溶射皮膜 マップ分析結果



試料：溶射皮膜
(溶射材： Cr_3C_2 -NiCr粉末)



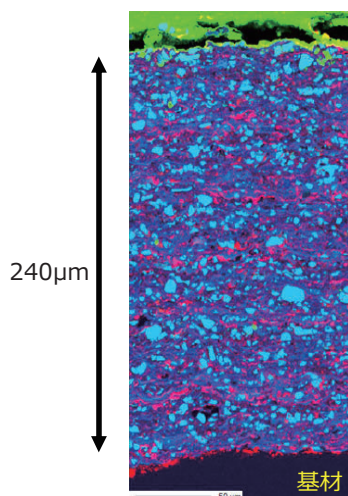
ステージスキャンマップ
Acc.V 15.0 kV
Probe curr. 200nA



X線強度マップのRGB合成
(Cr青C緑O赤)

Solutions for Innovation JEOL

マップ分析データから見る溶射皮膜の特徴



X線強度マップのRGB合成(Cr青C緑O赤)

酸素が多い部分が層状に分布

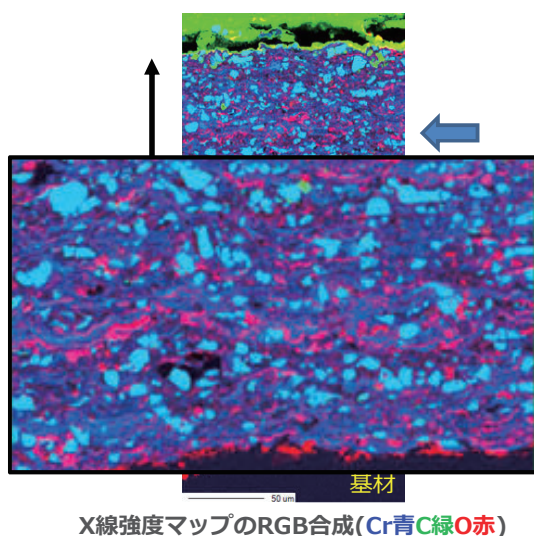
溶射材吹き付け開始時に酸素が多く含まれたと考えられます。
溶射皮膜が240μmと厚みがあるため、成膜が複数回に分けて行われたと考えられます。

クロム炭化物について

X線強度マップ、RGB合成では、濃度分布は分かるが、
化学状態(Cr_3C_2 等)は、分かりません。

Solutions for Innovation JEOL

マップ分析データから見る溶射皮膜の特徴



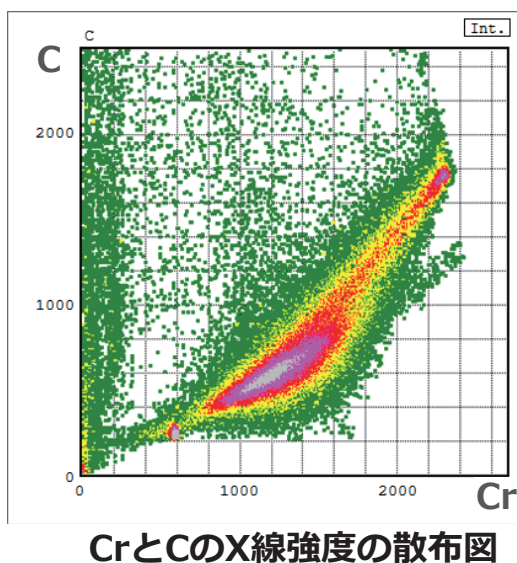
酸素が多い部分が層状に分布

溶射材吹き付け開始時に酸素が多く含まれたと考えられます。
溶射皮膜が240μmと厚みがあるため、成膜が複数回に分けて行われたと考えられます。

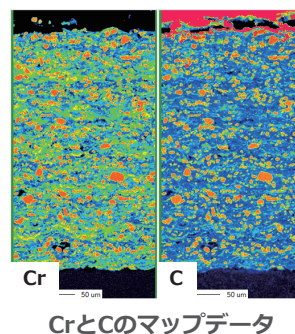
クロム炭化物について

X線強度マップ、RGB合成では、濃度分布は分かるが、
化学状態(Cr_3C_2 等)は、分かりません。

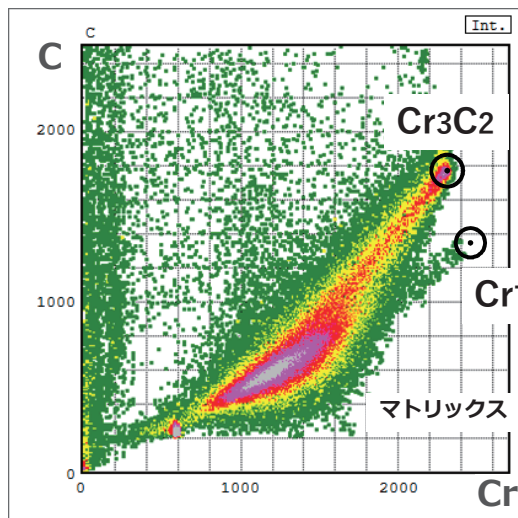
溶射皮膜の散布図解析



- フェイズマップメーカーの散布図解析機能にて、溶射材の主成分であるクロム炭化物に着目して、マップデータの散布図解析を行いました。



溶射皮膜の散布図解析



CrとCのX線強度の散布図

- フェイズマップメーカーの散布図解析機能にて、溶射材の主成分であるクロム炭化物に着目して、マップデータの散布図解析を行いました。
- ✓ 「化合物プロット機能」を用いると、「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」などの化学式の入力により散布図上に化合物のX線強度をプロットして確認することができます。

化学式から
X線強度をプロット

化合物編集

名前:

コメント:

原子比

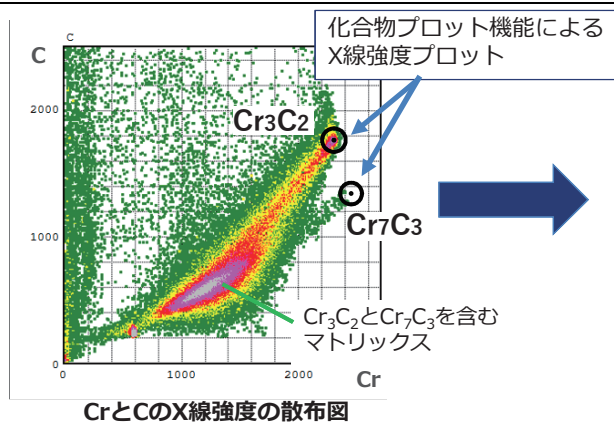
元素名	値
Cr	3
C	2

削除

登録 閉じる

Solutions for Innovation JEOL

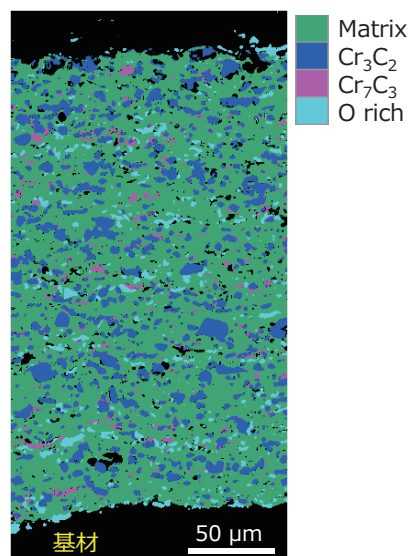
溶射皮膜 フェイズマップ



CrとCのX線強度の散布図

化合物プロット機能による「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」位置を参照して、 Cr_3C_2 (青)と Cr_7C_3 (ピンク)と、それらを含むマトリックス(緑)を相に分け、相マップに示しました。

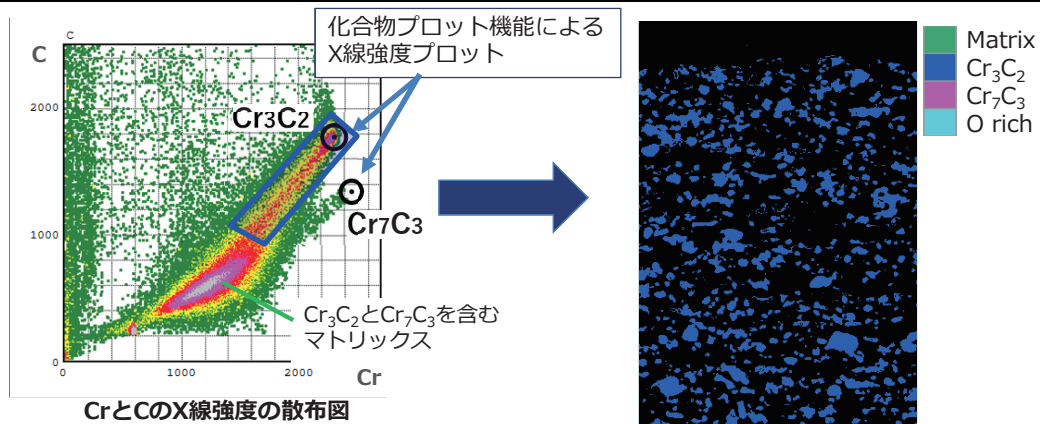
また酸素が多い部分を水色で示しました。



フェイズマップ

Solutions for Innovation JEOL

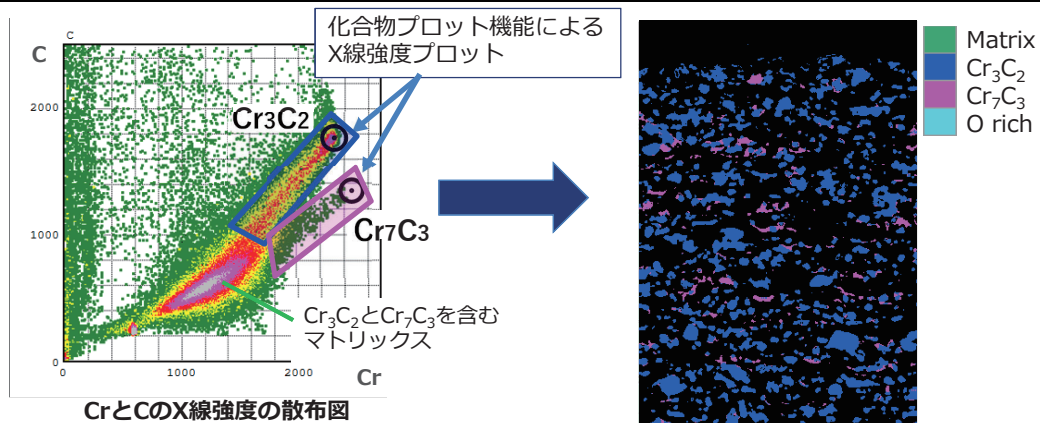
溶射皮膜 フェイズマップ



化合物プロット機能による「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」位置を参照して、 Cr_3C_2 (青)と Cr_7C_3 (ピンク)と、それらを含むマトリックス(緑)を相に分け、相マップに示しました。
また酸素が多い部分を水色で示しました。

Solutions for Innovation JEOL

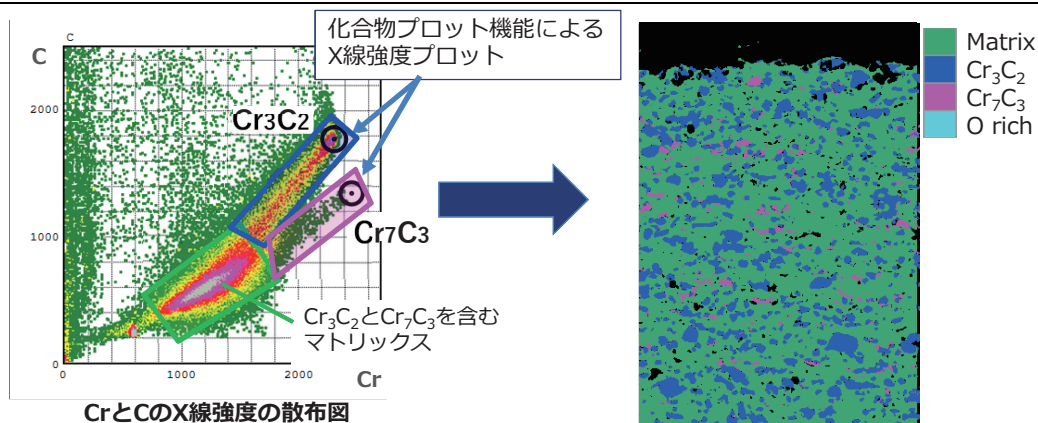
溶射皮膜 フェイズマップ



化合物プロット機能による「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」位置を参照して、 Cr_3C_2 (青)と Cr_7C_3 (ピンク)と、それらを含むマトリックス(緑)を相に分け、相マップに示しました。
また酸素が多い部分を水色で示しました。

Solutions for Innovation JEOL

溶射皮膜 フェイズマップ

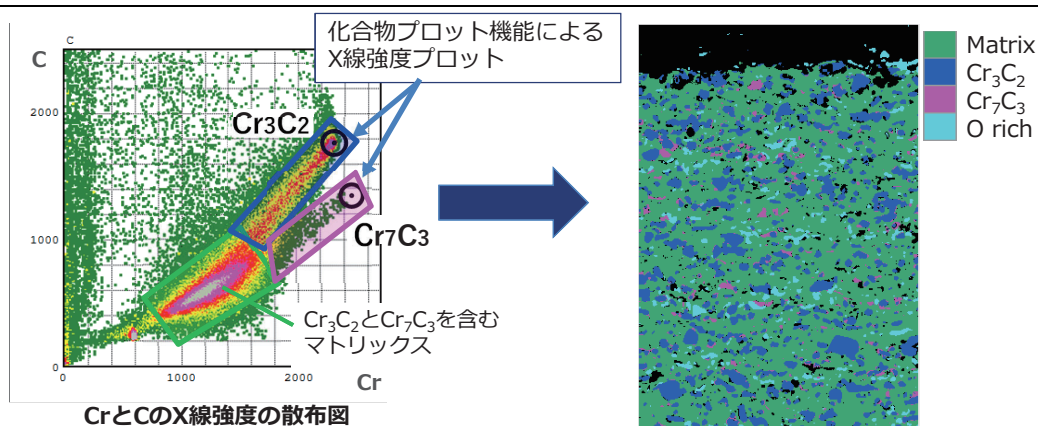


化合物プロット機能による「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」位置を参照して、 Cr_3C_2 (青)と Cr_7C_3 (ピンク)と、それらを含むマトリックス(緑)を相に分け、相マップに示しました。

また酸素が多い部分を水色で示しました。

Solutions for Innovation JEOL

溶射皮膜 フェイズマップ

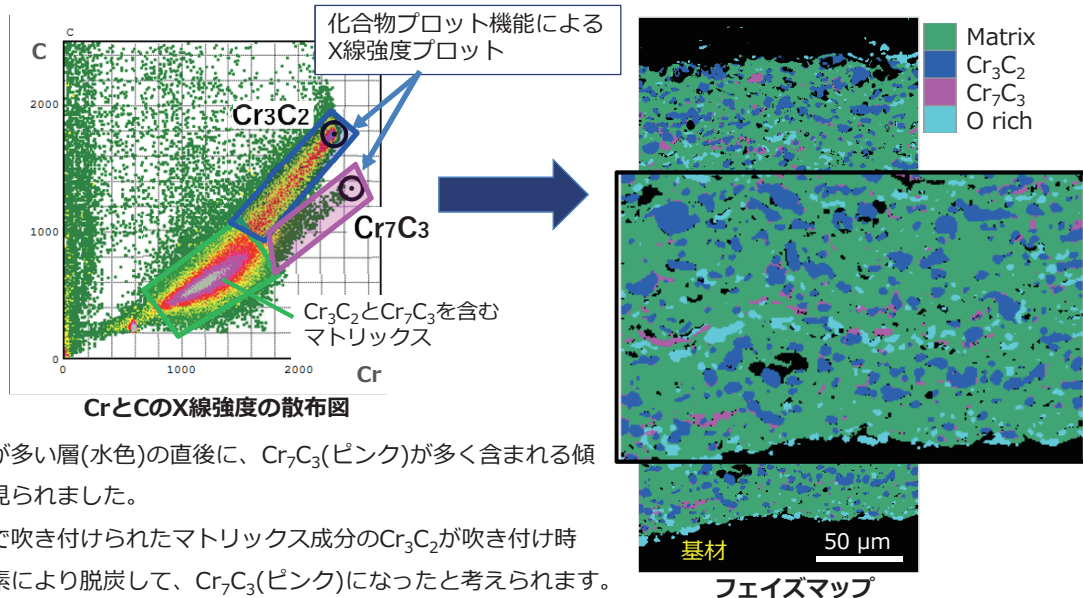


化合物プロット機能による「 Cr_3C_2 」「 Cr_7C_3 」位置を参照して、 Cr_3C_2 (青)と Cr_7C_3 (ピンク)と、それらを含むマトリックス(緑)を相に分け、相マップに示しました。

また酸素が多い部分を水色で示しました。

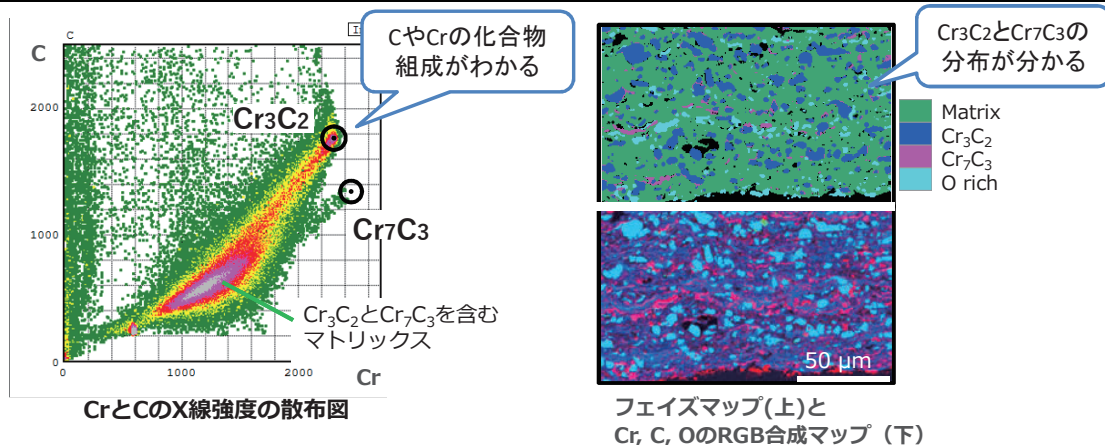
Solutions for Innovation JEOL

溶射皮膜 フェイズマップ



Solutions for Innovation JEOL

溶射皮膜分析まとめ



- マップデータの散布図解析において、化合物プロット機能にて散布図上に化学式からX線強度のプロットをすることが可能になり、化合物同定が容易になりました。
- 散布図解析機能を使用することにより、X線強度マップだけではわからないCr₃C₂やCr₇C₃のような構成元素の化合物組成とその分布の解析が可能になりました。

Solutions for Innovation JEOL

まとめ

- 以下の新機能により散布図解析機能の操作性が向上しました。
 - ✓ マップ分析位置ずれ補正機能
 - ✓ 化合物プロット機能
 - ✓ スタンダードレス定量分析の機能向上
 - ✓ フェイズマップメーカーの散布図表示の機能向上
- 散布図解析機能を使用することで、
構成元素の化合物組成とその分布などの解析が可能になりました。

使用ソフト

XM-27600PMM(フェイズマップメーカー)

XM-37820PMDV(EPMAフェイズマップデータビューア)

※化合物プロット機能は、XM-27600PMM(フェイズマップメーカー) のみの機能です。

Solutions for Innovation JEOL

*Thank you very much for
your attention.*



JXA-iSP100
integrated Super Probe

JXA-iHP200F
integrated Hyper Probe

Solutions for Innovation JEOL