

SEM-EDS-Ramanによる有機素材の解析

関連製品：走査電子顕微鏡(SEM)、元素分析(EDS)、ラマン(Raman)

はじめに

プラスチックやゴムなどの高分子材料、およびサプリメントなどの食品・薬品は有機素材で構成されており、その加工の容易さから多様な用途で広く活用されている。しかし、構造・添加剤・加工条件により性質が大きく変化するため、品質管理や新材料開発には正確な解析が不可欠である。本発表では、SEM-EDSによる形態観察・元素分析に加え、Raman分析で化学結合情報を取得することで、有機材料の同定を可能にするSEM-EDS-Raman結合システムを用いた解析事例を紹介する。このアプローチにより、同一試料の同一領域で形態、元素組成、化学構造を総合的に評価できることを示した。



装置構成
SEM: JSM-IT810SIL (JEOL)
EDS: Gather-X (JEOL)
Raman: RISE (Oxford)

分析手法	広範囲元素分布把握 (該当箇所把握)	結合状態把握
SEM-EDS	容易	困難(相分析など による推測)
SEM-Raman	困難	構造の特定可能

試料作製

加工装置冷却クロスセクションポリッシャ™
IB-19520CCPを使って断面を作製した。

加工温度:
消しゴム: -20℃
Znサプリメント: -120℃
PE: 0℃

EDSとRamanを組み合わせることで、より詳細な分析が可能になる。

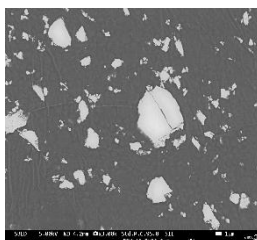
含有元素同定

相の絞り込み

構造決定

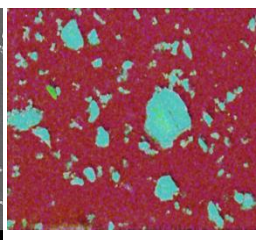
1. 消しゴム

SEM image



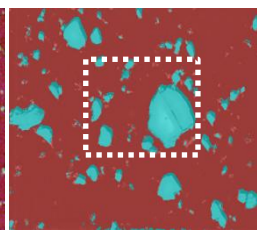
加速電圧: 5 kV
検出器: SBED

EDS map (overlay)



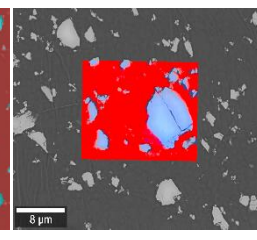
加速電圧: 7 kV
検出器: Gather-X
■ C-K ■ Cl-K ■ Ca-K
■ O-K ■ Na-K

EDS phase map



加速電圧: 7 kV
検出器: Gather-X
■ : C, Cl
■ : Ca, C, O

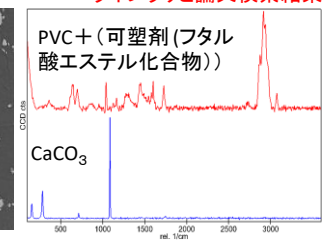
Raman image



励起波長: 532 nm
検出器: RISE

Raman spectra

ライブラリと論文検索結果

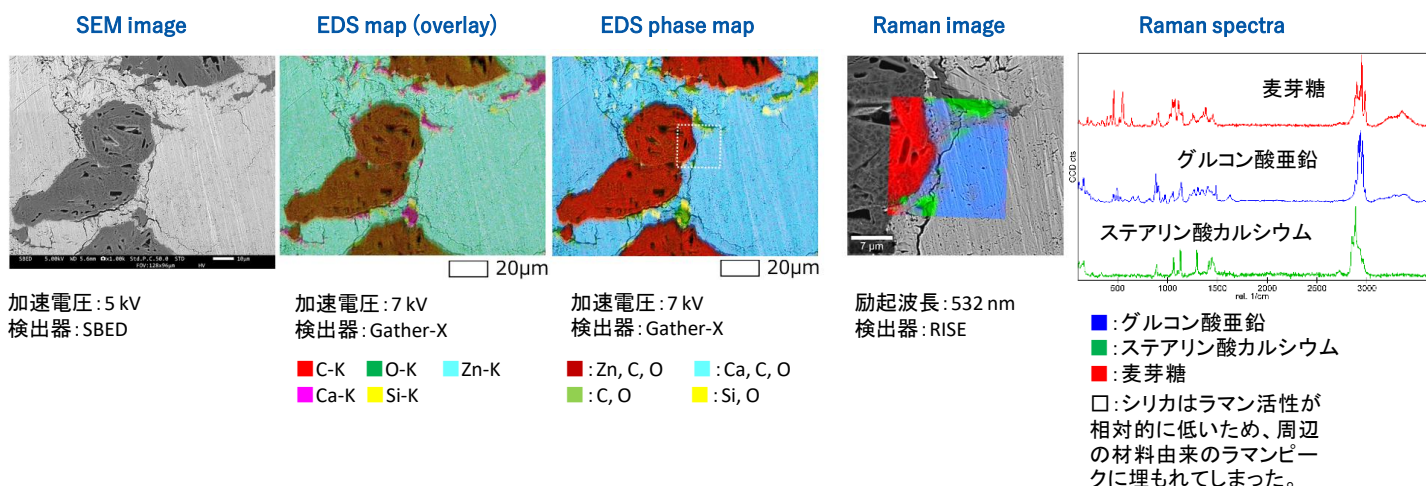


■ PVC + 可塑剤(フタル酸
エステル化合物)
■ CaCO₃

無機添加剤については、EDS分析によりCaCO₃と推測でき、さらにRaman分析により同定された。一方、有機素材はRamanによってPVC+可塑剤フタル酸エステル化合物と同定できた。さらに、PVCと可塑剤(フタル酸エステル化合物)が均一に混合されているため、Ramanイメージング分析においては同一領域として検出された。

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

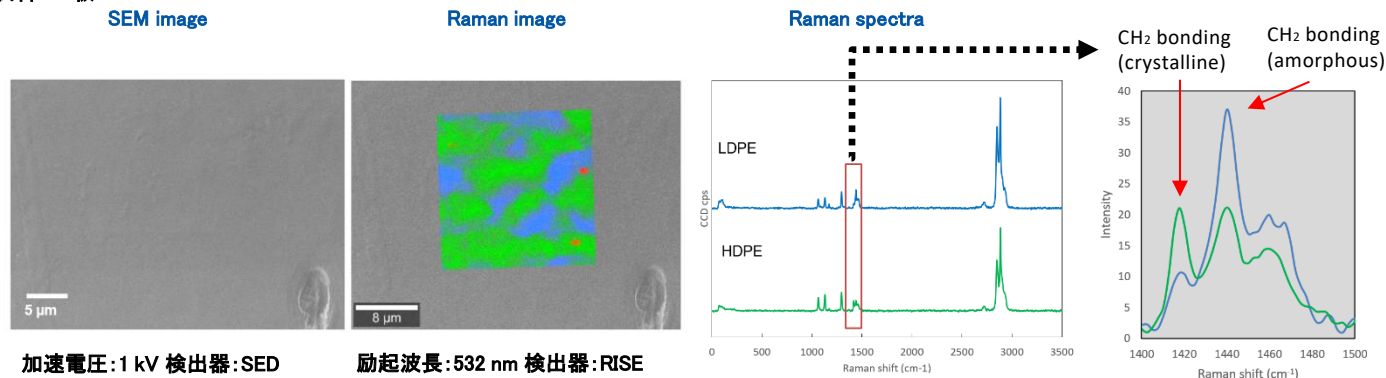
2. 亜鉛サプリメント



EDS元素分析により、亜鉛(Zn)とカルシウム(Ca)の分布を確認できるが、化学組成の特定が困難である。一方、Raman分析した結果、主成分は麦芽糖($C_{12}H_{22}O_{11}$)、グルコン酸亜鉛($C_{12}H_{22}O_{14}Zn$)、ステアリン酸カルシウム($Ca(C_{18}H_{35}O_2)_2$)と明確に同定できた。

3. ポリエチレン(PE)の密度判定

試料: PE板



赤枠内のピークを拡大して示すと、CH₂ bondingの違いが分かった。Amorphous CH₂ bonding が高いほど、PEの密度が低い。一方、crystalline CH₂ bonding が高いほど、PEの密度が高い。Ramanイメージングから高密度PEと低密度PEが混在していることが判明した。

まとめ

EDSとRamanを搭載したSEM複合測定システムを用いることにより材料の成分の特定・組成分布・構造変化の評価ができ、さらにそれらを可視化することができた。

- Ramanを使用すると、EDSだけでは分析が難しい化学状態が分析できる。
- 同じ領域のSEM観察、EDS分析、Raman分析が可能になるため、相互補完した材料解析を実現できる。