

 SHIMADZU

EPMA™の高いポテンシャルを引き出す 分析ノウハウとリモート機能のご紹介

Introducing the analytical know-how and
remote functions that draw out the high
potential of EPMA

株式会社 島津製作所 分析計測事業部

 SHIMADZU

目次

・ EPMAの概要

EPMAとは？
EPMAとSEM-EDSの比較

- ・ 分析する上での注意点
- ・ 分析効率を上げる機能
- ・ 弊社EPMAのご紹介

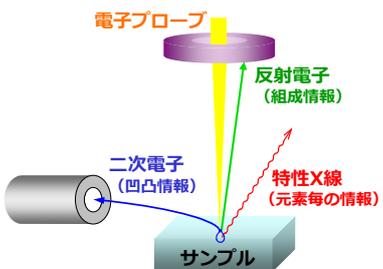


2

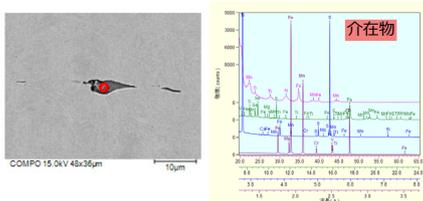
SHIMADZU

EPMAとは？

- **Electron Probe Microanalyzer (電子線マイクロアナライザ)**
 - 電子プローブを照射し、発生する電子を捉えて拡大像を得るSEM機能
 - 複数搭載した波長分散型X線分光器 (WDS) でX線を分析
 - 光学顕微鏡搭載
- **特徴**
 - 固体試料で、真空中にて分析
 - SEM観察、定性分析、定量分析、マッピング分析、線分析、状態分析
 - SEM-EDSに比べて波長 (エネルギー) 分解能や感度が高い



No.	元素	Wt%	At%
1	C	3.50	11.55
2	N	5.17	14.66
3	Mg	0.07	0.12
4	Si	0.42	0.60
5	S	13.77	17.05
6	Ca	0.04	0.04
7	Ti	10.65	8.83
8	V	2.34	2.13
9	Cr	1.57	1.20
10	Mn	21.16	15.29
11	Fe	38.62	27.45
12	Se	1.40	0.70
13	Mo	0.89	0.37
合計		100.00	100.00



COMPO 15.0kV 48x35um 10um

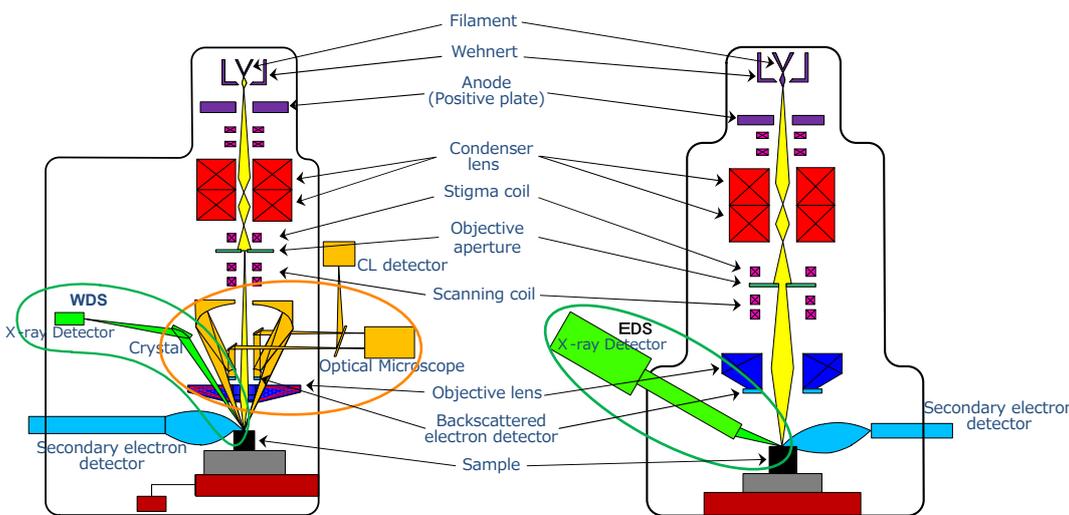
介在物

© Na 15.0kV 2.0x15mm 500um

3

SHIMADZU

EPMAとSEM-EDSの比較 (構造)

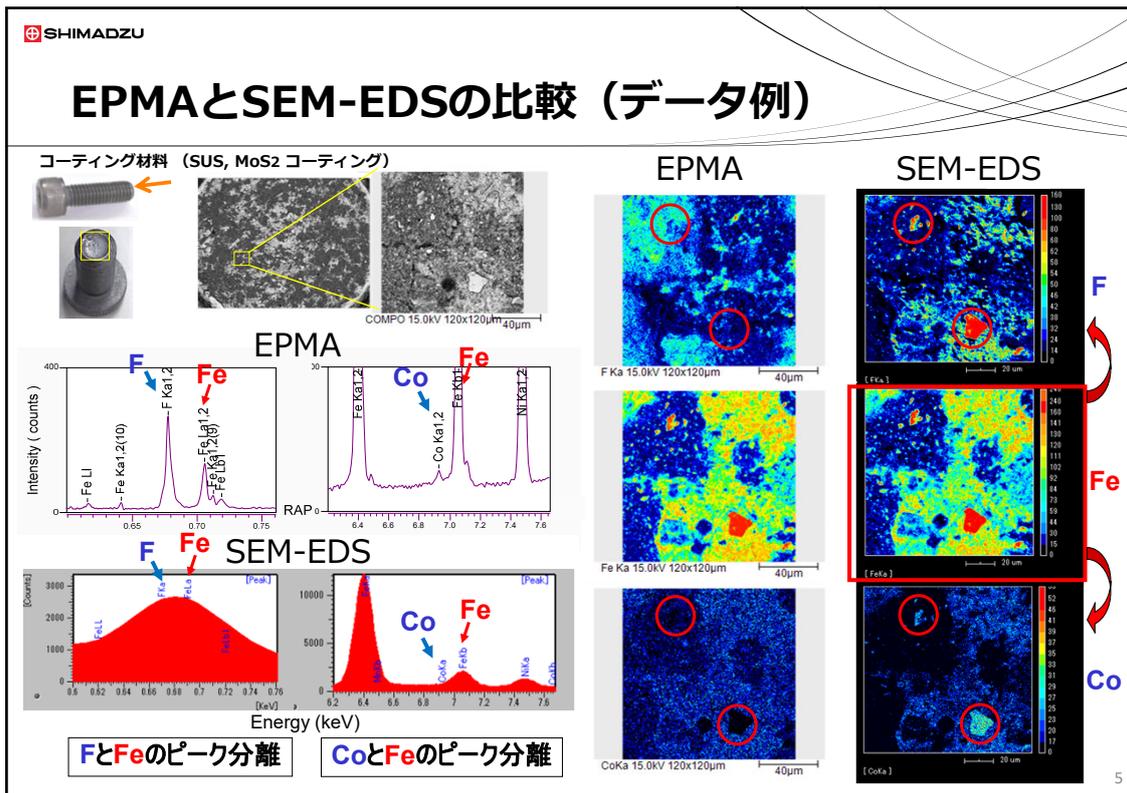


電子線マイクロアナライザ
Electron Probe Microanalyzer

走査電子顕微鏡
Scanning Electron Microscope

Labels: Filament, Wehnert, Anode (Positive plate), Condenser lens, Stigma coil, Objective aperture, Scanning coil, X-ray Detector, Crystal, WDS, Optical Microscope, Objective lens, Backscattered electron detector, Sample, Secondary electron detector, EDS, X-ray Detector, Secondary electron detector.

4

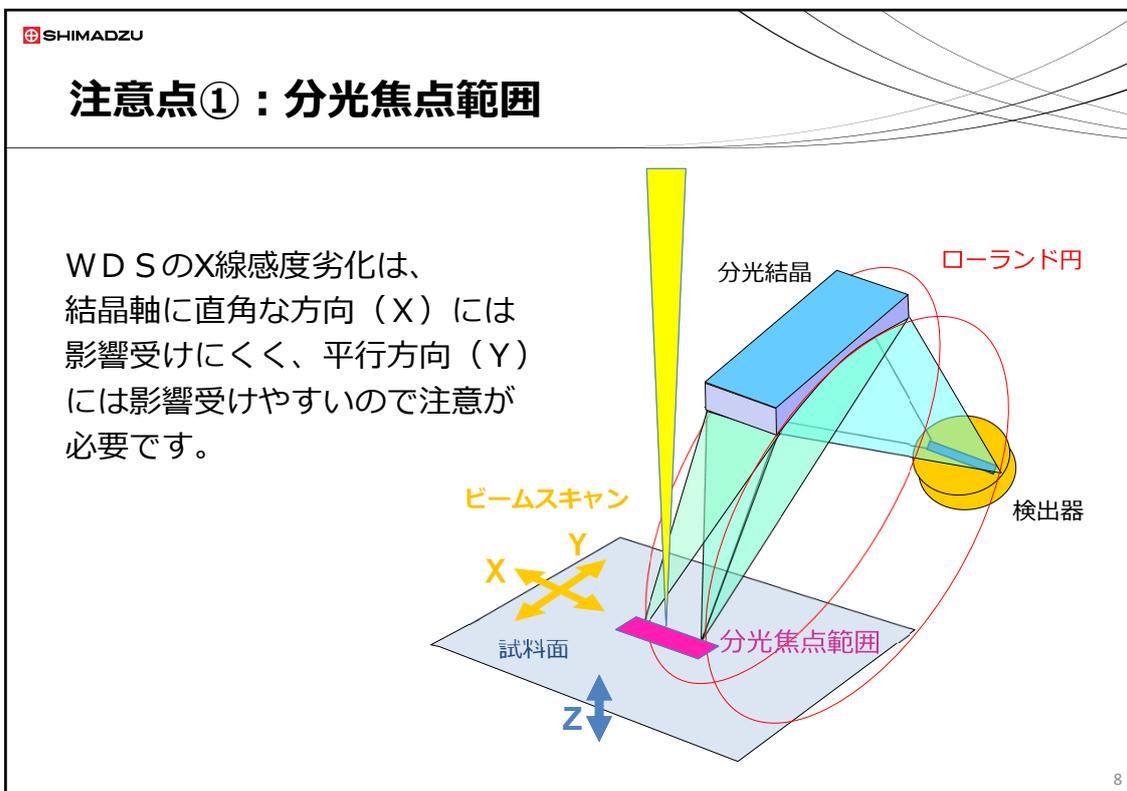
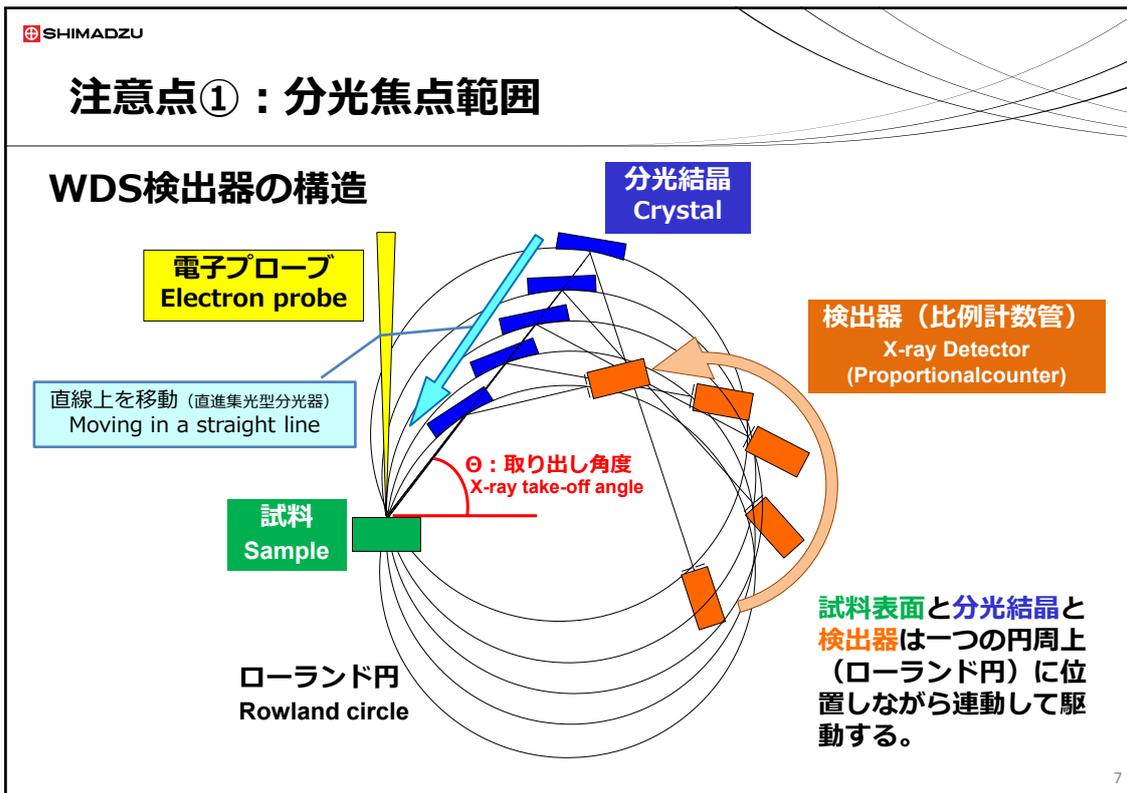


SHIMADZU

目次

- ・ EPMAの概要
- ・ 分析する上での注意点
 - 分光焦点範囲
 - エッジ効果
 - X線発生領域
 - 試料損傷
- ・ 分析効率を上げる機能
- ・ 弊社EPMAのご紹介

6



SHIMADZU

注意点①：分光焦点範囲

ビーム照射位置がずれると
分光焦点から外れることになります

広範囲のビームスキャン (Y方向)

Z軸変化

9

SHIMADZU

注意点①：分光焦点範囲

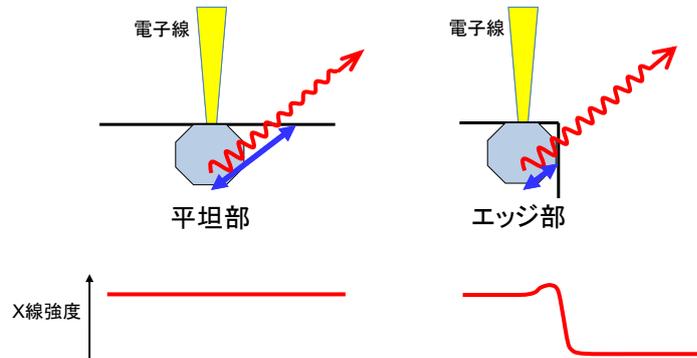
分光器 (分光結晶) の向き

広い範囲をビームスキャンで面分析すると検出範囲は帯状になります

10

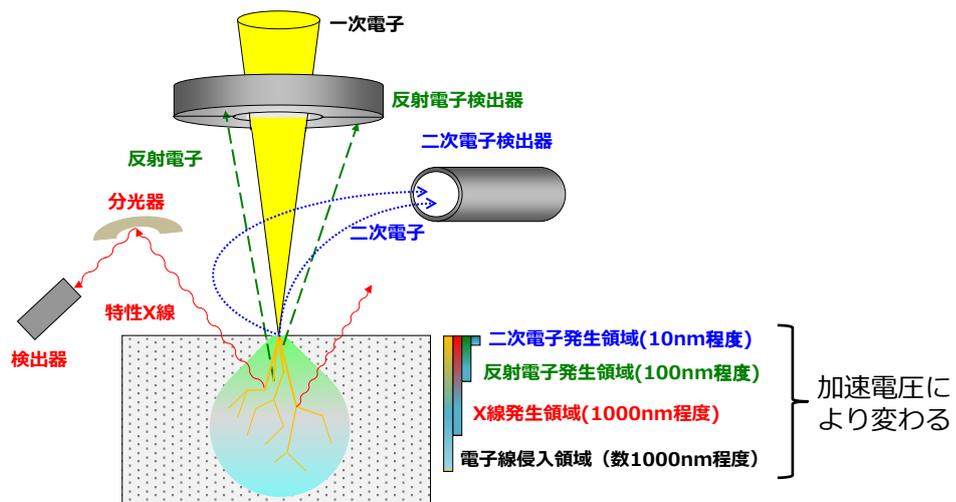
注意点②：エッジ効果

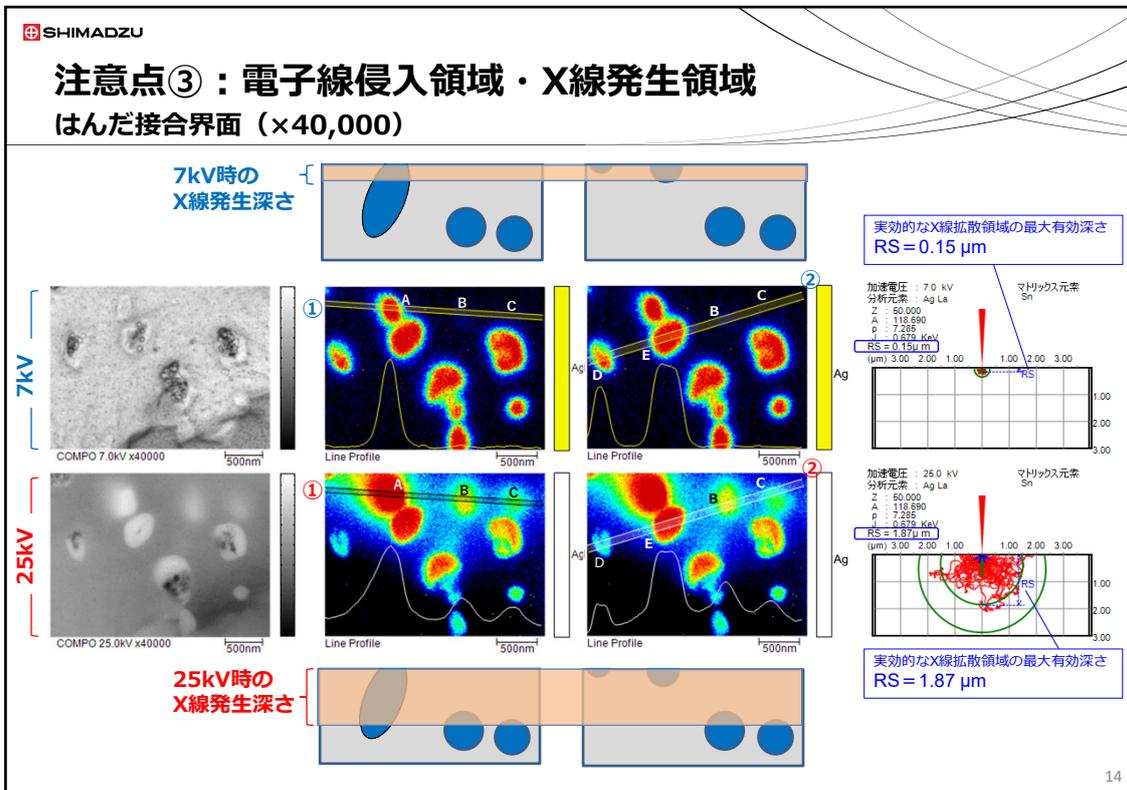
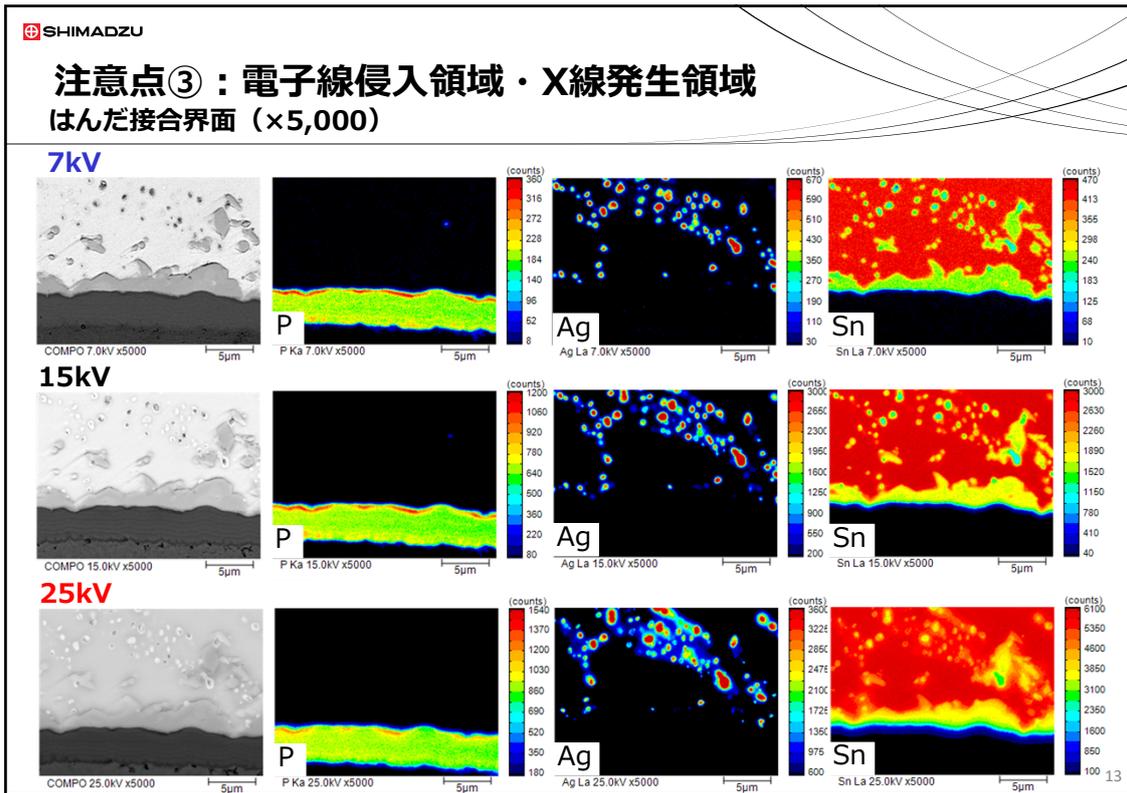
エッジ効果とは、マッピング分析などにおいて試料のエッジ部において対向するX線分光器でX線検出量が増加する現象を言います。あたかもエッジ部に元素が偏析したような誤った判断をする場合があります。



試料のエッジ部分で試料内部で発生したX線の脱出距離がエッジ部分では少なくなります。その結果平坦部に比べ試料内でのX線吸収量が少なくなりX線検出量が増加する現象が生じます。

注意点③：電子線侵入領域・X線発生領域

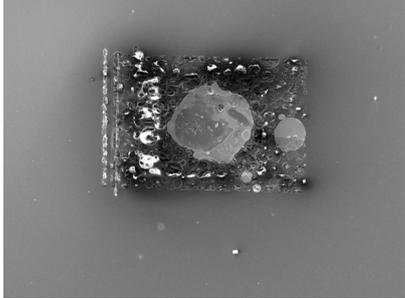




SHIMADZU

注意点④：試料損傷

- 試料損傷
 - 電子線と試料との相互作用により、試料損傷が生じる
 - 熱による昇華や熱膨張による歪みのため、変形・亀裂・窪みが発生
 - 組成の変動（試料性質の変化）
(例：ガラスのNaやK)
- 試料損傷の一般的な軽減方法
 - 照射電流を下げる
 - ビーム径を拡げる（倍率を下げる）
 - 加速電圧を下げる
 - 観察分析時間を短縮
 - 試料を冷却する・熱を逃がす



・電子線照射による中心温度上昇

$$T = 0.48 \times E_0 I_p / kd$$

温度上昇T (K), 加速電圧E₀ (kV),
 プローブ電流I_p(nA), 電子線の直径d (μm)
 試料の熱伝導率k (W・m⁻¹・K⁻¹)

etc

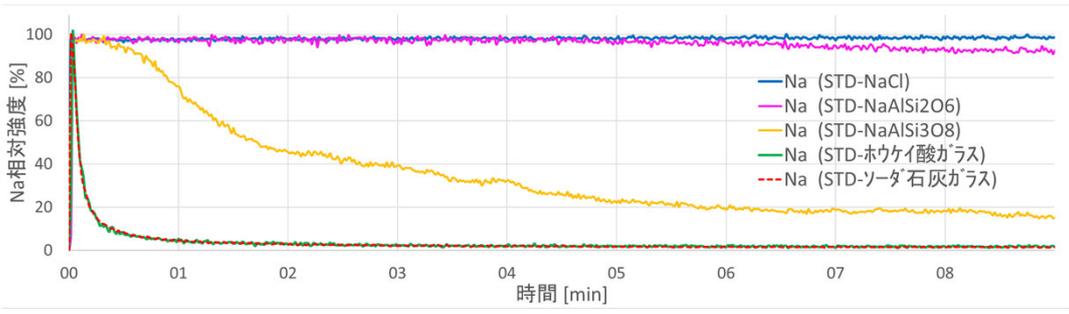
15

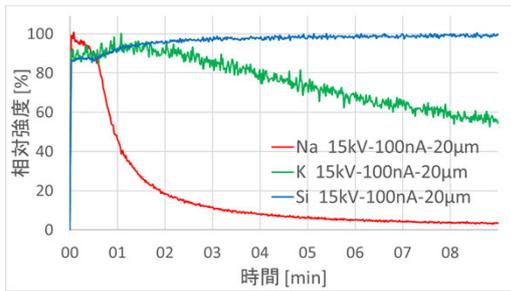
SHIMADZU

注意点④：試料損傷

ソーダ石灰ガラスの
X線相対強度変化

各標準試料のNaの相対強度変化
(15kV-100nA-5μm径)



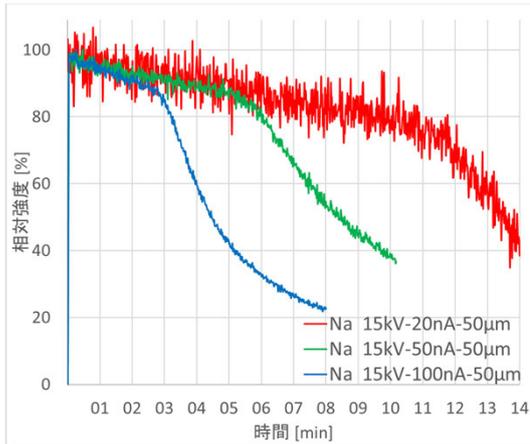


16

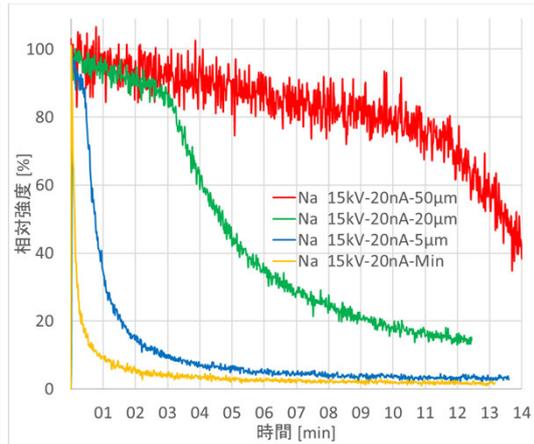
注意点④：試料損傷

ソーダ石灰ガラス中のNaのX線相対強度変化

ビーム電流の違い



プローブ径の違い



17

目次

- ・ EPMAの概要
- ・ 分析する上での注意点
- ・ **分析効率を上げる機能**
 - リモート機能
 - 大型ステージ
 - 大電流短時間分析
- ・ 弊社EPMAのご紹介



18

SHIMADZU

リモート機能

- 遠隔地から装置を操作できます
- データ処理だけでなく観察や分析操作もできます

アパーチャ切替が無く、マウスのみであらゆる操作ができる
島津EPMAならではの長特です

19

SHIMADZU

大型ステージ

最大で100mm×250mmの大きなサンプルが搭載可能

- 大きなサンプルをそのまま分析
～小さく加工する手間が省けます～
- 多くのサンプルを載せて分析
～サンプルを入れ替える手間が省けます～

標準のステージ

大型ステージ

20

SHIMADZU

大電流短時間分析

島津の最新FE-EPMAは、大電流照射条件でも分解能が優れています。

	EPMA-8050G
二次電子分解能	3nm (30kV)
二次電子分解能 (大電流照射時)	20nm (10nA・10kV) 50nm (100nA・10kV) 150nm (1μA・10kV)
最大照射電流	3μA



↓

従来よりも大電流+短時間で分析しても高分解能なX線像が得られる。

21

SHIMADZU

大電流短時間分析

EPMA-8050G(FE) 20nA 100ms

128min
1/5

EPMA-8050G(FE) 100nA 20ms

26min
1/10

EPMA-8050G(FE) 200nA 10ms

13min
1/20

EPMA-8050G(FE) 400nA 5ms

7min

SE 15.0kV x4000
COMPO 15.0kV x4000
O Ka 15.0kV x4000
Al Ka 15.0kV x4000
S Ka 15.0kV x4000
Mn Ka 15.0kV x4000

FE-EPMAは大電流でも分解能を維持
⇒ 短時間分析が可能

SHIMADZU

目次

- ・ EPMAの概要
- ・ 分析する上での注意点
- ・ 分析効率を上げる機能
- ・ **弊社EPMAのご紹介**
島津EPMAのラインナップ
高いX線取り出し角度
リアルタイムX線像取得



23

SHIMADZU

島津EPMAのラインナップ



- ・ EPMA-8050G (FEタイプ)

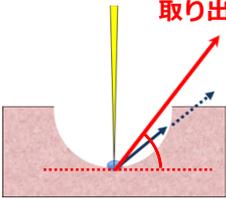
- ・ EPMA-1720H (CeB6タイプ)

- ・ EPMA-1720 (Wタイプ)

24

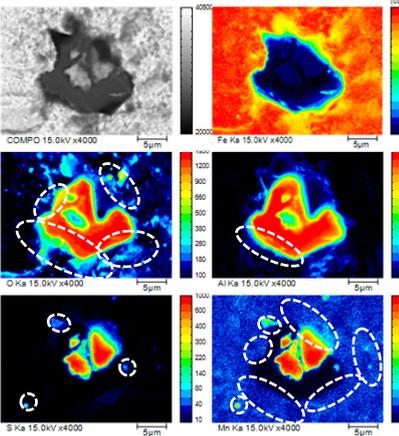
SHIMADZU

高いX線取り出し角度（金属破断面）



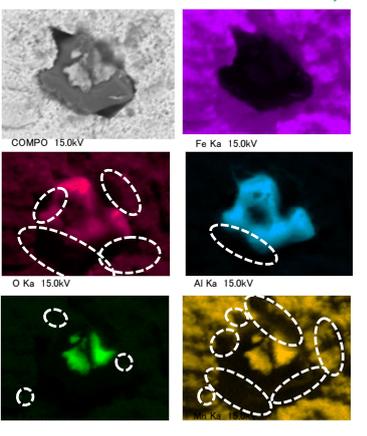
取り出し角度

EPMA
取り出し角度：高い



SEM-EDS
取り出し角度：低い

EDS Detector

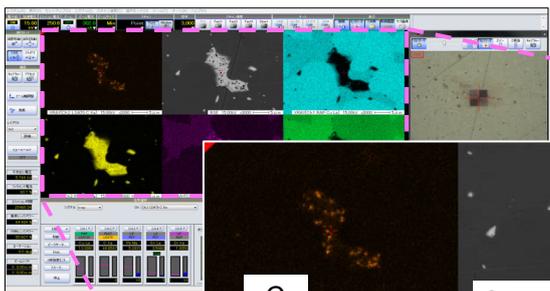


取り出し角度が高いほど、深く開いた穴や隙間の分析の際にX線の吸収の影響が小さくなります

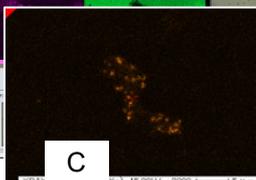
25

SHIMADZU

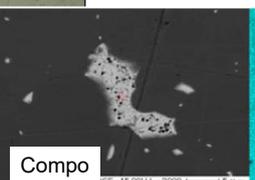
リアルタイムX線像の取得



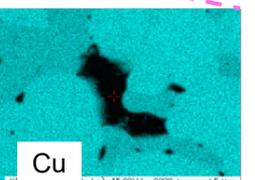
C



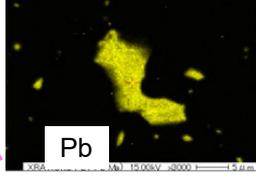
Compo



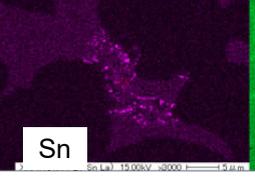
Cu



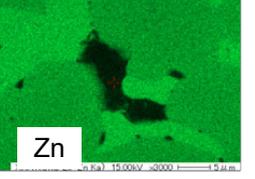
Pb



Sn



Zn



最大5元素のX線像のライブ像を取得・表示可能

26

SHIMADZU

リアルタイムX線像の取得

スキャン2秒後

スキャン4秒後

スキャン6秒後

- ・短時間でEDSよりも鮮明な元素分布を得ることが可能
- ・視野探しや異物分析などにも有効

27

SHIMADZU

まとめ

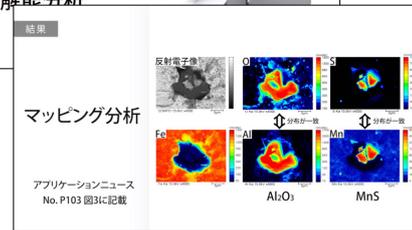
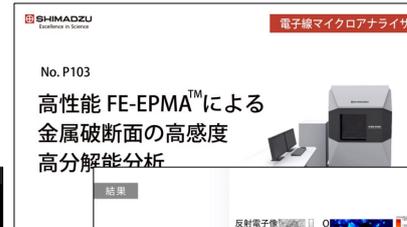
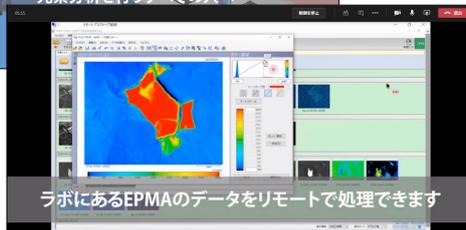
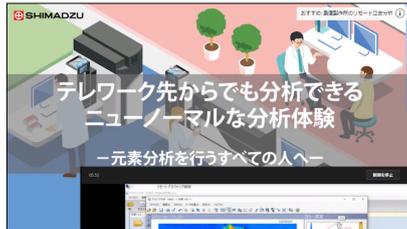
1. EPMAを用いる際の基本的な注意点やノウハウを知り、正しい分析を行うことで、より信頼性の高い分析結果を得ることができます。
2. 島津EPMAは、制御画面を遠隔地から操作出来るリモート機能、大型ステージ、大電流短時間分析により、分析業務を効率良く行うことができます。

28

SHIMADZU

最後に

- **YouTube** でも紹介しています。『**島津 EPMA**』で検索！
- 弊社会員制サイト「**Solutions Navigator**」にご登録頂ければ最新の情報をお届けします。→ <https://solutions.shimadzu.co.jp/>



EPMAは、株式会社島津製作所の商標です。

29