

## 走査型電子顕微鏡 (SEM-EDX)

### —依頼分析の手引き—

#### 1. 分析項目

形態観察および微小部X線分析（成分分析の定性分析）。

#### 2. 装置

- ・形態観察……VE-7800（キーエンス製）
- ・微小部X線分析……Genesis-XM1（EDAX製）

#### 3. 測定可能範囲

- ・形態観察……倍率は100,000倍までです。帯電しやすい試料や電子線の衝撃（熱）で形態が変わってしまう試料（高分子材料など）は、この倍率まで測定できない場合もありますが、ご了承下さい（通常観察は5,000倍程度）。
- ・微小部X線分析
  - 1) 分析可能な元素は、 ${}^5\text{B}$  から  ${}^{92}\text{U}$  までです。X線分光器はエネルギー分散型(EDX)ですので、特性X線のピークが重なりやすいため、多成分の場合には元素の組み合わせによっては検出できないこともあります。
  - 2) 走査型電子顕微鏡の特性として、照射した加速電子が試料内で拡散するため、測定箇所以外も同時に励起してしまいます。そのため分解能の高い電子顕微鏡であっても精度良く分析できるのは、分析場所が半径で  $10\mu\text{m}$  程度までです。また薄膜などの場合には下地のデータも重畳されてしまいます（深さ  $5\mu\text{m}$  程度）。試料の特性を良く理解して、ご依頼下さい。
  - 3) 定量計算プログラム（ZAF補正プログラム）による組成の定量も行いますが、精度は悪いです（特に粉末試料）。目安とお考え下さい。

#### 4. 分析内容

- ・形態観察……1試料について1ヶ所の写真を撮影します。写真は低倍率から高倍率まで3枚程度撮影いたします。予め撮影したい場所にマークを付けて下さい。その場所を撮影いたします。
- ・X線分析……1試料、1ヶ所について200secの積算時間で測定します（分析誤差を最小にするため）。

#### 5. 試料の形態

- ・形態観察……固体試料（バルクでも粉末でもかまいません）。生体試料の場合には、特別な方法により試料を固定化しなければなりませんので、現在は対応しておりません。
- ・微小部X線分析……形態観察に同じ

6. 試料の大きさ

バルク試料……直径=3 cm、高さ=1.5 cm

範囲内に必ず入れて下さい。

7. 予備処理（依頼者が予め行って下さい）

- ・バルク試料の場合は、アセトン、ヘキサン等で脱脂後、真空乾燥して持参して下さい。脱脂後は素手で試料に触れないで下さい。
- ・粉末試料の場合には、試料から揮発成分が出ないように充分真空乾燥して下さい。
- ・水を含む試料の場合には、加熱真空排気を数時間以上行って下さい。

8. 測定前処理（こちらで実施します）

- ・形態観察では、試料の表面に Pt or Au-Pd 合金のコーティングを施します。特に高倍率（10,000 倍以上の場合）での観察や非導電性試料では必須です。試料は回収再利用できませんので御了承下さい。

9. データの形式

- ・形態観察—写真を TIF または JPEG 形式の電子ファイル
- ・X線分析—word 形式の電子ファイル

10. その他、ご不明の点は県南技研 佐藤至 (itaru@sirc.or.jp) 岩渕紀恵までお気軽にご相談下さい。