

島津檢測(SAT)

EPMA分析サービスのご提案



创造，给世界带来惊奇，感动！

Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

電子線マイクロアナライザ(EPMA)のメリットと応用

電子線マイクロアナライザ(EPMA)は微小領域の超高感度分析を可能にする分析装置として、物理、化学、化工、地質学、環境、冶金学、半導体、機械、材料、生物、医療医学、考古学、核物理及びその他の領域によく活用されている。



特長:

- 微小領域、微量性
- 多様化なメソッド
- 元素マッピングの範囲が広い
- 超高感度の定量分析
- 簡単に分かりやすく操作
- 様々な領域に利用可能
- 非破壊分析
- 観察しながら、分析操作を調整可能



分析応用領域:

- 1) 合金材料中不純物分析
- 2) X射線で微量元素を検出
- 3) 合金材料の結晶分析、内部構造分析
- 4) ミクロ偏析
- 5) 軽元素の分析

島津検測(SAT) 高精度なEPMA分析サービス



島津製作所は世界中有名な分析装置生産メーカーであり、国内や海外へ様々なユーザーに表面分析装置を納入されて、その内、先端的なEPMAも含めています。



EPMA-8050G



島津検測(SAT)は島津グループの第三者受託分析会社として、専門性の高い技術分析チームで、快速的なEPMA分析ソリューションを提供しております。品質確認、材料の信頼性、不良品分析及び新商品開発をサポートさせていただきます。



EPMA-1720 Series

创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その1:鉛蓄電池におけるEPMA分析

試験対象:鉛蓄電池

負極材料の劣化状態を確認するため、特定の元素を同定する必要がある。鉛蓄電池の正負極材料、電解液及び充放電時の化学反応など様々な特徴を基に、元素Sと元素Pbをめぐり、分析できたら、劣化状況を判断できると思われています。但し、同じテスト条件でもEPMAによる元素面分布はEDSより、分析感度は明らかに異なっています。

下面左側はEPMAによる元素分布図ですが、PbとS元素が明確に区別されており、右はEDSによる検査結果ですが、PbとS元素の分布域が本質的に同じであるという虚像が見られます。

これは、2つの元素のメインピークが互いに重なり合い、機器によるエネルギー的な区別がつかなくなった為起こった現象です。

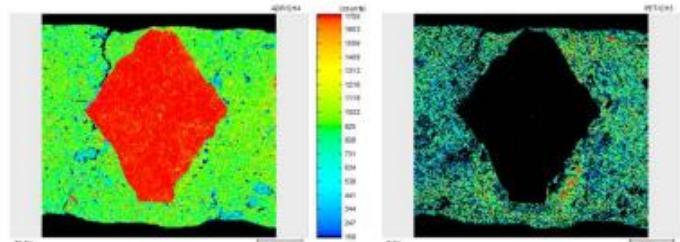


図1 EPMAにより元素Pbと元素Sの面分布図

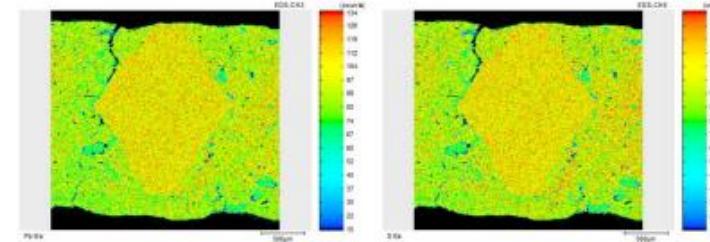


図2 EDSにより元素Pbと元素Sの面分布図

创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その2:磁石におけるEPMA分析

試験対象: 磁石

EPMA分析とは真空中で細く絞られた電子線を固体試料表面に照射し、表面の組織及び形態の観察とミクロンオーダーの局所元素分析を行います。

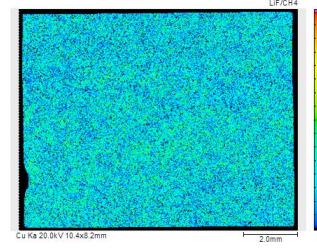
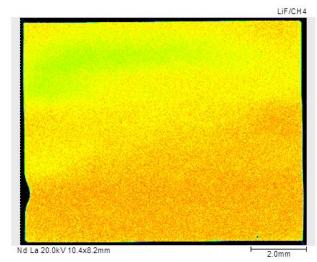
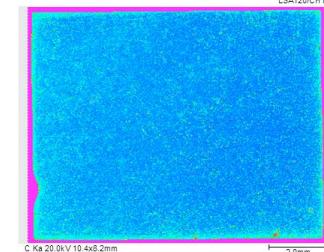
SEM観察条件から $1\mu\text{A}$ オーダーに至るまで、全てのビーム電流条件でかつてない卓越した空間分解能が得られる最新鋭のFE電子光学系を搭載。分析感度もEDSよりかなり優れているので、新エネルギー電池業界によく活用されている。



EPMA-1720



試料写真

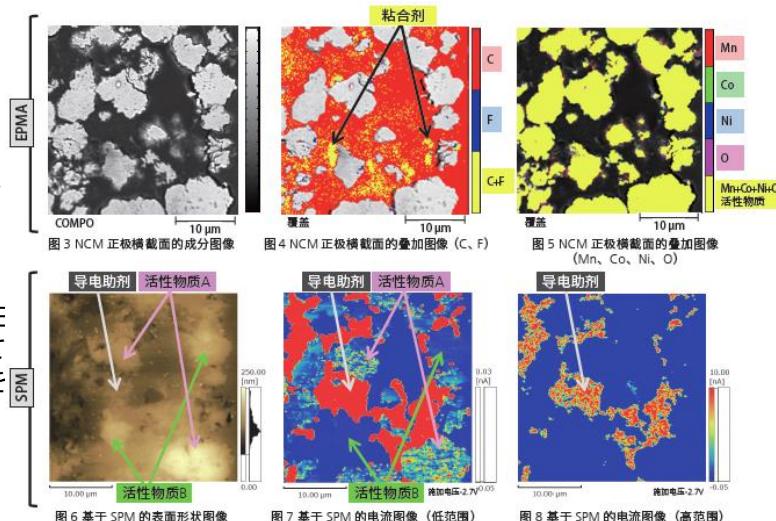


创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

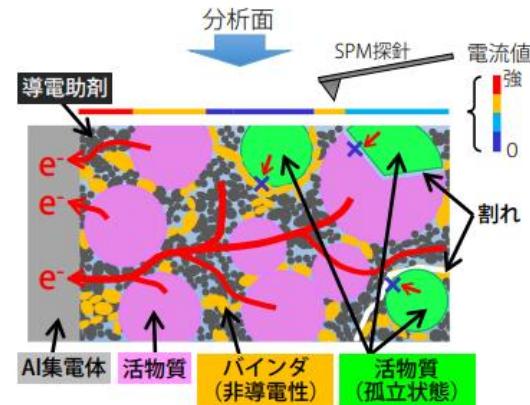
実例応用その3: EPMA とSPMでリチウム電池における正極材料分析(三元NCM)

試験対象:リチウム電池の正極材料(三元NCM)

EPMA と SPMで同じ分析箇所でマッピング分析を行い、リチウム電池の正極材料において導電性評価を進めていきます。



EPMA元素マッピングでリチウム電池中に、活性物質、導電助剤と粘着剤など、各成分の分布特徴を確認でき、それにSPMで表面形状と導電性も把握できる。多種目の分析装置を連用で試料の同じ箇所を分析することにより、いろんな角度で試験材料の状態を分析でき、もし各成分の分布や隔離状態に不具合があれば発見されますので、品質向上と生産品開発をサポートいたします。



実例応用その4: ジェネリック医薬品の品質と有効性の一貫性評価、医薬品の粒度と形態分析

試験対象: 医薬品

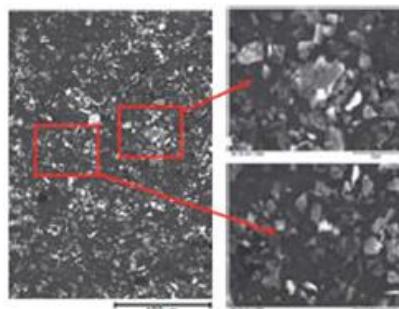
粉体の顆粒粒度と粒度分布分析の必要性

原薬の粒度分布(Particle Size Distribution, PSD)は、最終製品の性能に著しい影響を及ぼす可能性がありますし、原料薬品と補助材料の粒度分布は薬物の生産特性に影響を与えます。粉体の粒度分布は経口固体製剤の生産プロセスにも大きな影響を与えます。

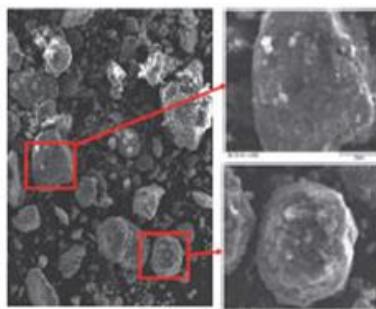
顆粒形態

島津製電子線マイクロアナライザ(EPMA-1720)で先発医薬品とジェネリック医薬品について、顆粒形態の比較分析を行います。

先発医薬品の形態



ジェネリック医薬品の形態



先発医薬品は主に小さな顆粒であり、偶に少量の凝集がみられ、表面積はジェネリック医薬品のものより大きいです。一方、ジェネリック医薬品は主に大きな結晶粒子が見られ、緊密な凝集もよく発見されますし、生産ロットにより、差異も明らかにみられます。顆粒形態面でも、かなり差異を見つけられるますが、形態は粒径分布の結果と一致しています。

実例応用その5: PCB基板の生産プロセス改善

試験対象:スマートフォンに搭載されているアンテナ用の電子基板

図1は各層の元素を色分けした画像です。赤色は銅箔層(Cu)を表しています。10 μm程度の厚さの銅箔が4層確認できます。緑色は炭素(C)の分布で樹脂層を表しています。またアルミニウム(Al)を含む層(青色)はフィラーハードウェア層と考えられます。左端のピンク色で示した層は保護膜で、保護膜中の窒素(N)分布を表しています。また右端の樹脂層にはケイ素(Si)のフィラーが混入している事がわかります。これは耐熱性を向上させる目的で使用されていると考えられます。

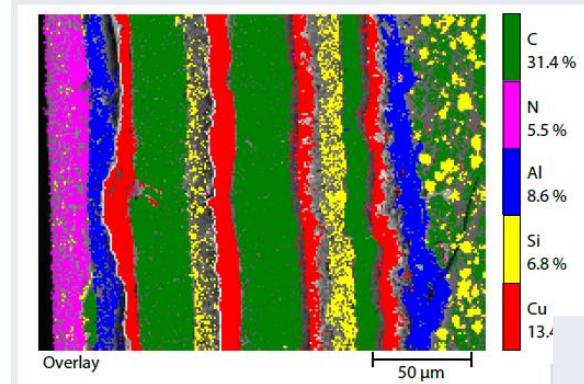


図1

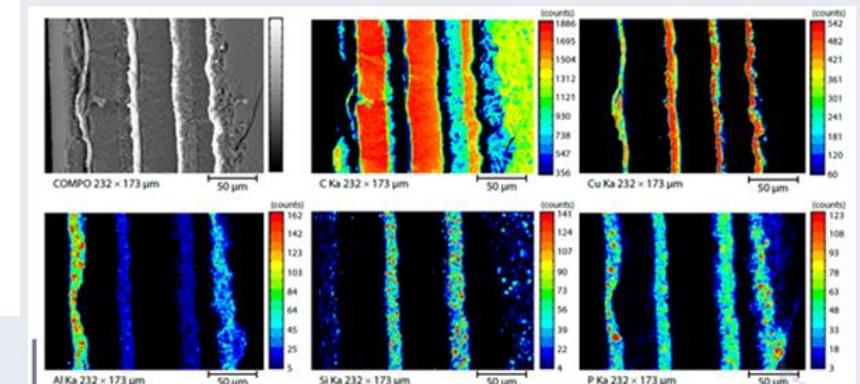


図2

図2は各元素ごとのマッピングデータです。このデータからリン(P)がアルミニウム(Al)やケイ素(Si)と同じ層に存在している事がわかります。この電子基板では有機リン系難燃剤を使用することで、ハロゲンフリー対策が施されていると考えられます。

実例応用その5: PCB基板の生産プロセス改善

試験対象:スマートフォンに搭載されているアンテナ用の電子基板

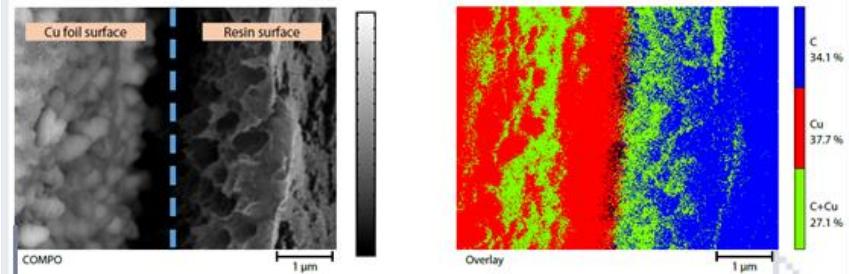


図3

図3は剥離界面のマッピング分析を行ったデータです。COMPO像は界面の中心線(青色破線)の左側が銅箔表面で右側が樹脂表面になります。銅箔表面にはスノーボールと呼ばれる微細な凹凸加工(約 $\phi 0.3\text{ }\mu\text{m}$)が見られ、樹脂表面は銅箔の凸面に対応した凹面が確認できます。またマッピングデータ(重ね合わせ画像)では中心付近を境に左側に銅(Cu)の分布(赤色)、右側に炭素(C)の分布(青色)が確認できます。銅箔表面には樹脂の残渣があり、樹脂表面には銅の残渣が確認できます(緑色)。この剥離残渣は接着強度の高さを表しています。

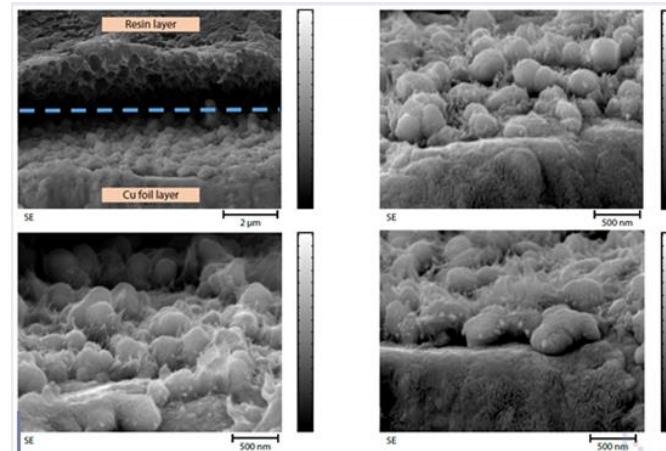


図4

図4は銅箔表面各部を拡大したSEM像です。電子基板では信号が銅箔を伝わりますが、高周波数域では表皮効果と呼ばれる現象により伝送損失が発生します。この伝送損失は銅箔表面の凹凸形状に影響を受け、凹凸が大きいと伝送損失が大きくなります。一方で凹凸が小さいと接着強度が不足するという課題が有り、最適な表面加工の研究が行われています。

実例応用その6:ステンレス鋼管部品の膨張亀裂失効分析—超軽量元素NにEPMA分析

試験対象:ステンレス鋼管部品

膨張亀裂の近くに5箇所に対して、島津のEPMAで微小部の定量分析を行った結果、亀裂から離れるほど、N元素の含有量が徐々に減少していき、亀裂から $250\mu\text{m}$ 離れてから、基材成分の含有量や他の元素の含有量はほぼ均一です。

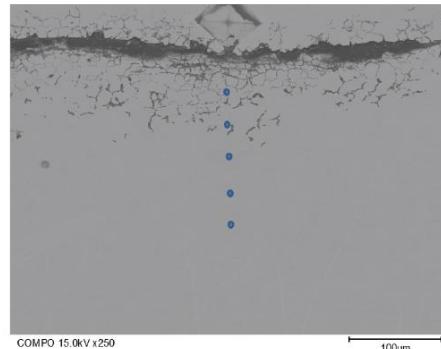


图 1 定量测试位置示意图

表 1 从裂纹附近到基体定量测试结果 (Wt%)

Data	N Ka	Si Ka	V Ka	P Ka	Cr Ka	Mo La	Mn Ka	Ni Ka	Fe Ka	Total
1	0.53	0.43	0.07	0.01	22.44	3.08	1.32	4.76	63.80	96.43
2	0.46	0.45	0.08	0.03	22.23	2.94	1.41	5.44	66.98	100.02
3	0.45	0.43	0.08	0.02	22.98	3.04	1.35	5.13	65.93	99.40
4	0.27	0.48	0.05	0.02	22.49	2.84	1.44	5.41	66.50	99.50
5	0.26	0.42	0.08	0.03	22.91	2.85	1.38	5.16	67.26	100.36

创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その6:ステンレス鋼管部品の膨張亀裂失効分析—超軽量元素NにEPMA分析

試験対象:ステンレス鋼管部品

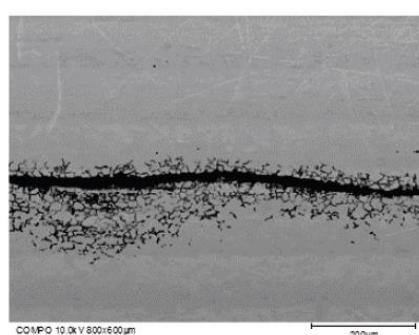


图 2 裂纹附近元素 N 的分布图

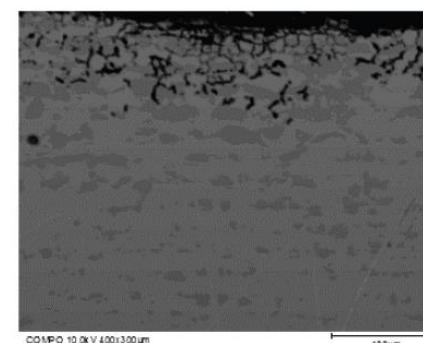
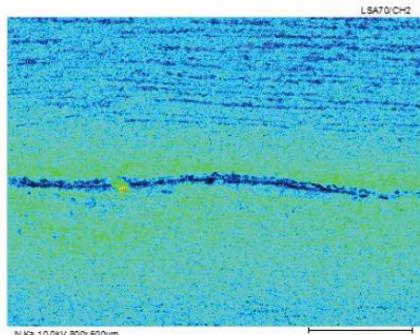
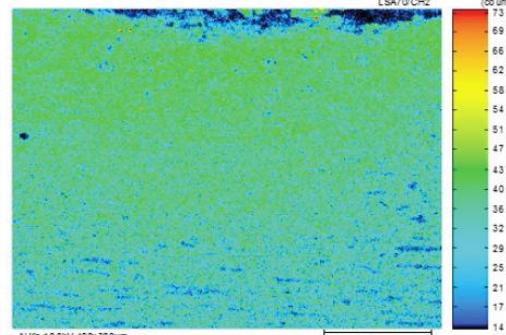


图 3 裂纹一侧元素 N 的分布图



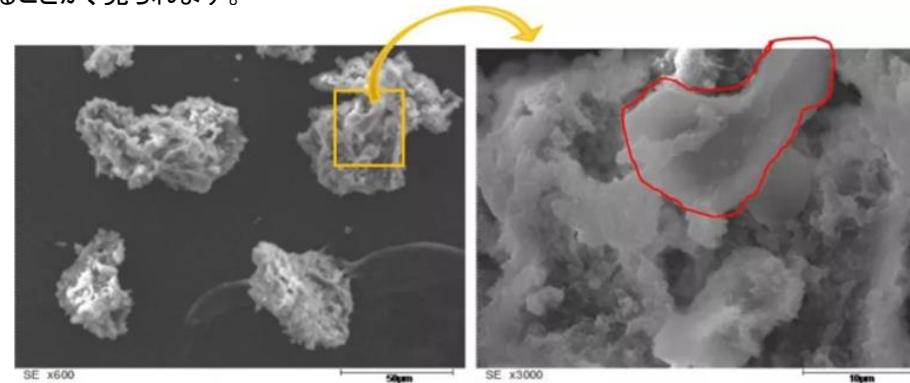
ステンレス鋼管部品に対して、島津のEPMAで微小部の定量分析を行った結果、き裂付近に超軽元素Nの凝集が見られ、それに、亀裂付近に元素のマッピング結果も同じ現象を発見されました。超軽元素Nの凝集により、異常な粗大オーステナイト組織を生じてしまったので、部品の性能を下させ、亀裂が発生するだと考えられました。

実例応用その7:ワクチンの微小的形態

試験対象:ワクチン

ワクチンの微小形態

『百白破』というワクチンを例として、ピペットでワクチンを少し吸い上げ、導電性テープ付きのアルミニウム試験台に点滴、乾燥してからカーボンフィルムをスプレーした後、分析を行った。図1はワクチンの微視的形態を低倍率(600倍)で撮影された二次電子画像です。ワクチン粒子が明確にクラスター化されていることが、見られます。



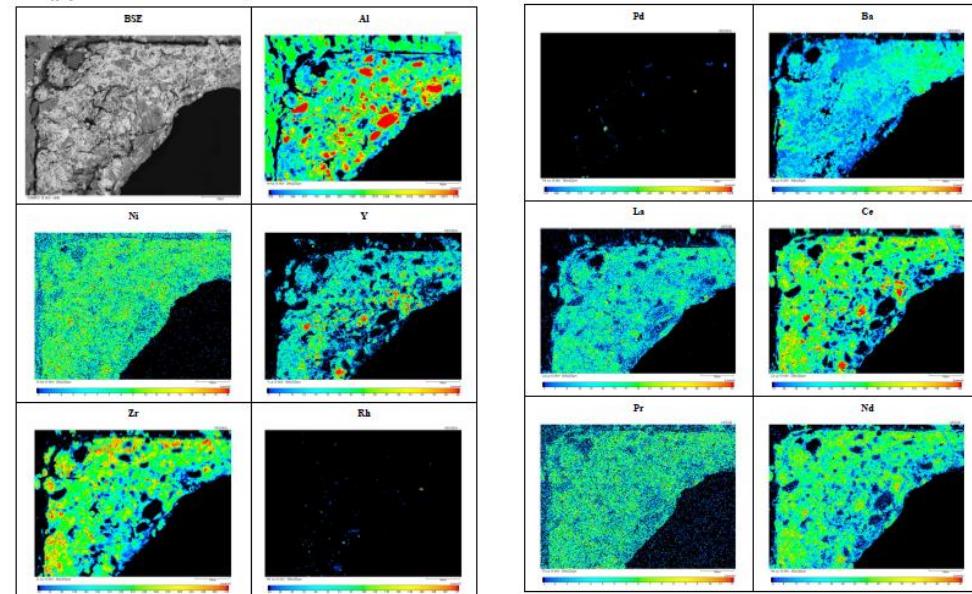
左側図の黄枠の箇所をさらにフォーカス(3000倍)すると、ワクチン粒子を細かく観察できます。

创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その8:ハニカムセラミックにおける元素分析

試験対象:ハニカムセラミック

ご依頼者の要求により、EPMAで試験対象に対して、元素マッピングを行います。

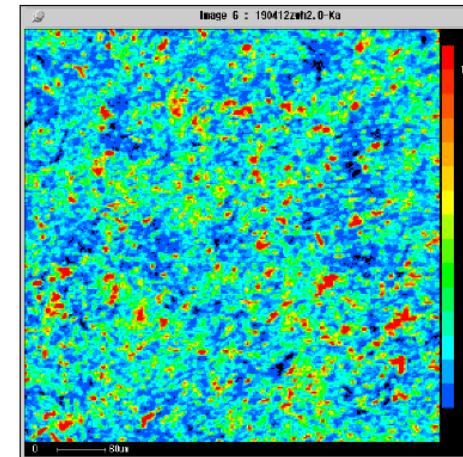


创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その9: 気門における酸素のマッピング分析

試験対象: 気門

ご依頼者の要求により、試験対象をアセントに浸した後、超音波洗浄してから、EPMAで元素マッピングを行います。



強度は145を超えるエリアは酸素カバレッジエリアだと考えられますので、当該試験箇所の酸素カバー面積率は83.3%だと確認できました。

実例応用その10:自動車ベアリングにおける異常割れをEPMA分析

試験対象: 自動車ベアリング部品

ある自動車ベアリングは成型していたところに異常割れを見つけましたので、弊社へサンプルをご提供して頂いて、電子探針で自動車ベアリングの表面形態や割れの中央部について、EPMAマッピングなどを行い、割れの発生原因を分析。

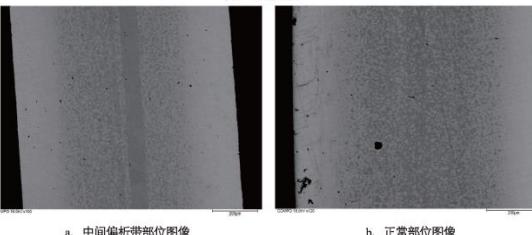
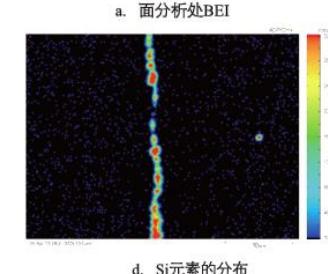
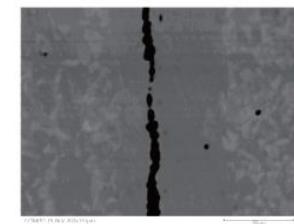
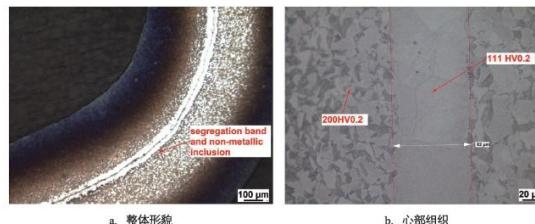
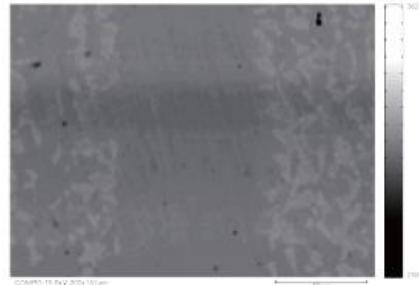


图2 背散射电子图像

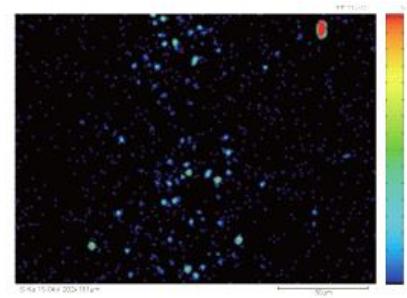
创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —

実例応用その10:自動車ベアリングにおける異常割れをEPMA分析

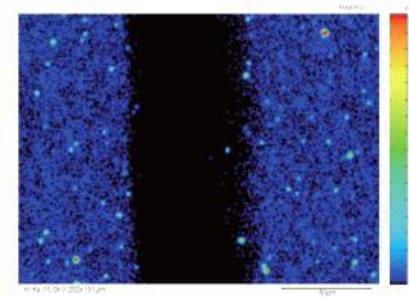
試験対象:自動車ベアリング部品



a. 面分析处BEI



b. S元素的分布



c. Al元素的分布

图5 偏析带位置另一区域元素分布图

AIとS元素の偏析分布はサンプルに共通性があるかどうかを確認するために、超大型非金属不純物を避けて、他の箇所でAIとSの分布を再確認、分析結果を図5の通りに、初回目の結果と一致した。

結論:サンプル中央部にアルミニウムの偏析がありますので、加熱処理中に粗大な結晶粒子を生じてから、中央部の力学性能を低下させます。また、中央部に大型な複合性非金属不純物がありますので、基材の均一性を壊させ、原材料の性能を悪化させます。しかも、中央部に硫黄の含有量が高すぎますので、サンプルの中に、優れた総合性能を持っているフェライト+パーライトと一致する組織が発生しにくいと思われます。

対応窓口



Address

广东省广州市黄埔区80号广州
科技创新基地D区二阶201-213#



Phone & E-mail

連絡先: 020-32058871
ファックス: 020-32068891
メールアドレス: satsales@shimadzu-sat.com.cn



Website & Social Media

www.shimadzu-sat.com.cn



创造，给世界带来惊奇，感动！
Make a Difference Together
— Best for Our Customers —