

平成 26 年度 東海・北陸地区国立大学法人等技術職員合同研修

(物理・化学コース)

「A コース EPMA CL を用いた材料解析実習」

都築 賢太郎

工学系技術支援室 分析・物質技術系

はじめに

本研修は東海・北陸地区の国立大学法人に所属する技術職員に対し、その職務遂行に必要な専門的知識及び技術等を習得させ、技術職員としての資質の向上を図るとともに技術職員相互交流に寄与することを目的としている。今回は全 8 コースある実習のうち、A コース「EPMA CL (カソードルミネッセンス) を用いた材料解析実習」に参加したのでここに報告する。

1. 研修の日程

1) 期間

平成 26 年 7 月 30 日 (水) ~ 平成 26 年 8 月 1 日 (金)

2) 日程

日付		内容
7 月 30 日	午後	講義 I 「環境と防災」 プレゼンテーション (自己紹介) 意見交換及び懇親会
7 月 31 日	午前	実習 A コース
	午後	「EPMA CL (カソードルミネッセンス) を用いた材料解析実習」
8 月 1 日	午前	講義 II 「森林・林業の現状と森林作業システム」 講義 III 「持続可能な地域社会を目指して ~自然エネルギーを 利活用した地域内循環のしくみづくり」
	午後	施設見学

2. 実習

1) アクリル樹脂および常温硬化樹脂を用いた樹脂包埋方法の実習

斜長石をアクリル樹脂に包埋し、研磨機により試料の研磨を行った。樹脂包埋は自動包埋機(ビューラー社 SIMPLIMET2000) (図 1) を用いて、粉末状アクリル樹脂を加圧・加熱し硬化させた。硬化後の樹脂を #300 のディスクに研磨剤カーボラダム C600 を適宜加えながら研磨した。

また常温硬化樹脂 (Technovit5000) を用いて Ni 皮膜 Al_2O_3 粉末試料の包埋を行った。Technovit5000 は液体



図 1 包埋機と試料

と粉末を混ぜ合わせ、型に流し込むだけで常温硬化する。また導電性を持つため、硬化後は研磨するだけでコーティングの必要がないというのも魅力のひとつである。

2) カソードルミネッセンス (CL) 法による蛍光剤の観察

CLとは試料に電子線を照射したときに、荷電子帯や分子軌道の励起に基づき発生する近赤外光—可視光—近紫外光のことである。発生した光を赤、青、緑の三色のフィルターにより分光し、光電子増倍管により検出する。本研修ではEPMA(日本電子JXA-8530F)(図2)を用いて蛍光剤のCL像の観察を行った。

蛍光剤はAUTO FINE COATER(日本電子JFC-1600)を用いてPtコーティングした(図3)。

加速電圧10 kV、吸収電流 8×10^{-10} A、倍率2000倍の条件で、SIE像、COMPO像、CL像を観察した。最初に緑、次に赤のフィルターを用いてCL像の撮影を行った。撮影した画像を図4に示す。図4.(a)と図4.(b)と二つのCL像を見比べると発光の分布に違いがあることがわかる。これは、試料が三色蛍光灯の蛍光剤であり、二種類の異なる蛍光を示す粒子が混在していることを示している。

CLは主に元素分析前に分析対象の位置確認を行うスクリーニング分析に用いられる。SEI像では試料の拡大像しか得られない。COMPO像であれば画像の濃淡から電子密度の分布程度であれば確認できる。一方、CLならば蛍光物質の分布を一目で確認できる上、分析対象の蛍光波長を予め知っていればフィルターによりさらに絞り込める。CL像により分析対象の位置を確認し、特性X線検出器を用いて元素分析を行うというのが主な分析の流れである。今回の実習ではその一部を体験することができた。



図2 EPMA(日本電子JXA-8530F)

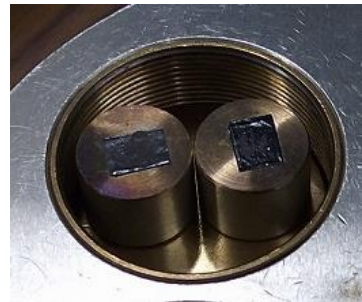


図3 調製後の蛍光剤

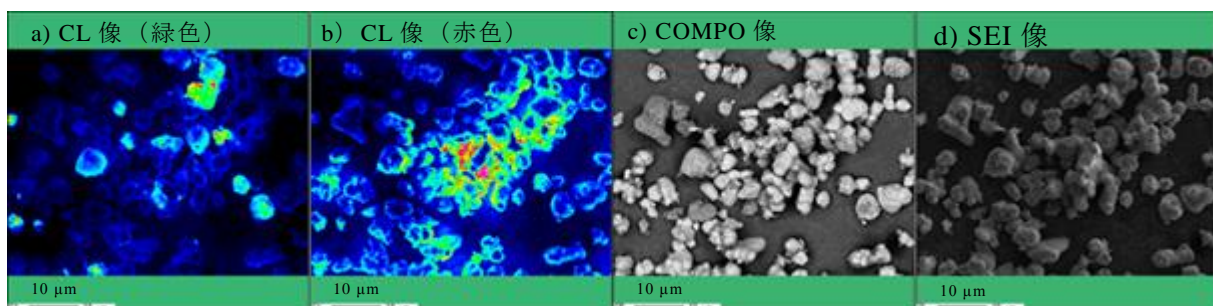


図4 蛍光剤のEPMA測定結果(a)緑フィルターCL像(b)赤フィルターCL像(c)COMPO像(d)SEI像

3. まとめ

樹脂包埋といった試料調製や、CL法による測定は行なったことがなかったので、今回の実習はとてもよい経験になった。また東海北陸地区に在籍する技術職員との懇親を深めるよい機会であった。最後に講義、実習を担当していただいた講師の方々、研修を企画、運営していただいたスタッフの方々に厚くお礼申し上げます。