

平成 18 年度 分析・物質技術系技術講習会

森田千明

工学研究科・工学部技術部 分析・物質技術系

今年度は以下のような技術講習会を開催した。

日 時：平成 18 年 9 月 30 日（金）、13 時 30 分～15 時

場 所：工学研究棟 1 号館

演 題：「走査型電子顕微鏡 (JEOL-5600) の実践講習」

講 師：駒井慎一

参加者：7 名

はじめに

電子顕微鏡は試料観察の手段としてよく使われている。なかでも走査型電子顕微鏡 (SEM) は、透過型電子顕微鏡 (TEM) に比べ、観察試料の作成が容易であるため手軽に利用されている。本講習会では、主として初心者を対象にして、観察試料 ZnO、元素分析装置燃焼管充填剤 (Cr 203 が主体) による 1. 試料の作成、2. 電顕操作および、3. 定性・定量分析を行った。

講習の概要

1. 試料の作成について、① ZnO：超音波洗浄器を用いて分散させた ZnO 粉末溶液をあらかじめ両面テープ (電顕観察用) を貼った真鍮製試料台にたらす。② 元素分析装置燃焼管充填剤：非導電性のため両面テープ (電顕観察用) を貼った真鍮製試料に載せた後、蒸着装置により金蒸着を施す。
2. 電顕操作について、操作マニュアルに沿って、焦点合わせ、非点調整を行い、目的の倍率で観察した後、画像を保存する。
3. 定性および定量分析について、EDS (エネルギー分散型 X 線分光) を用いて、元素分析装置燃焼管充填剤を含有金属の定性、分布状態、定量分析を行う。

本講習会の実施にあたり、走査像観察でサンプルの形状がどのように観られるか。また、きれいな画像を得るための操作や EDS によるサンプル分析により何がわかるのか (定性分析、分布状態等) といった実践的な実技講習を中心に行った。その際、ZnO は走査像のチェックに使われることから、低倍率から高倍率と倍率を変えて、焦点合わせや非点補正の操作の実習を行った。特に高倍率で観察を行うには、非点調整が重要なこと。画像を撮影する場合には目的の倍率より高い倍率で焦点を合わせてから、目的倍率に下げた撮影を行う実習を行った。また、元素分析装置燃焼管充填剤においては、ロットの違いについて幾つかの SEM 観察から、ロットにより Cr 203 の粒子サイズの分布に大きな違いがあること。EDS 分析観察でも、含有成分と成分比に大きな違いがあることの知識を習得した。

本講習会を通じて、走査型電子顕微鏡による分析は他の分析手段に比べ、試料が直接的に観察できることを体験してもらう初期の目的が達成された。