

分析事例の紹介
EPMA を用いた金属酸化物中の微量元素測定
キーワード

- ✓ 金属酸化物
- ✓ 波長分散型 X 線分析
- ✓ 微量元素
- ✓ 元素マッピング

装置 EPMA-1720H (Shimadzu)

はじめに

本センターが有する電子線プローブマイクロアナライザー(EPMA)を用いて、金属酸化物粉末の微量元素を測定した事例を紹介する。測定試料は、タングステン、鉄、コバルトが主成分であり、微量元素としてタンタルが含まれている。タンタル、タングステンの特性エックス線 **La, Ma** のエネルギーを表 1 に示す。

表 1 タンタルおよびタングステンの特性エックス線エネルギー

	Ma 線		La 線	
	波長 / nm	エネルギー / keV	波長 / nm	エネルギー / keV
Ta	0.72520	1.7097	0.15220	8.1461
W	0.69830	1.7755	0.14764	8.3977

エネルギー分散型 X 線分析法(EDS)では、エネルギー分解能が **0.130keV** であるため、微量元素タンタルをタングステンと区別して分析することは困難である。そこで、波長分散型 X 線分光法(WDS)を採用している EPMA を用いて、タンタルを対象とした定性分析および面分析を行った。

実験

測定用試料は、両面テープの剥離紙に試料粉末を静電的に吸着させ、導電性カーボンテープ上に転写した。EDS 装置を搭載した走査型電子顕微鏡(JSM-5610LV)と EPMA を用いて、試料の定性分析を行い、EDS と WDS による測定の比較・検討を行った。また、EPMA による元素マッピング測定を、加速電圧 **15 kV**、照射電流 **20 nA** の条件で行った。

結果

図1に、EDS および WDS スペクトルを示した。EDS による定性分析では、主成分であるタングステンは検出されたが、微量成分であるタンタルを検出することはできなかった。これは、EDS 分析における測定感度とエネルギー分解能が不足していたためと考えられる。一方、EPMA による WDS スペクトルでは、タンタルとタングステンの特性 X 線を、区別して検出できていることがわかる。

図2は、タンタルおよびタングステンの元素マッピング結果であり、両元素とも一部で析出していることがわかる。

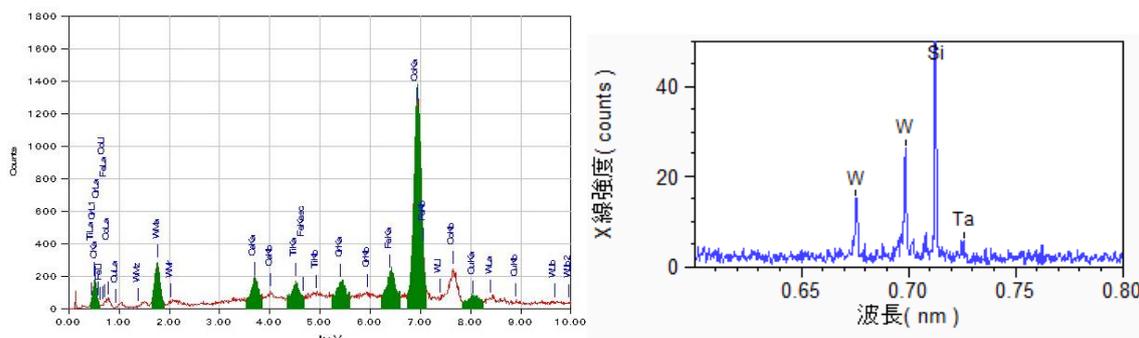


図1 EDS(左)およびWDS(右)スペクトル

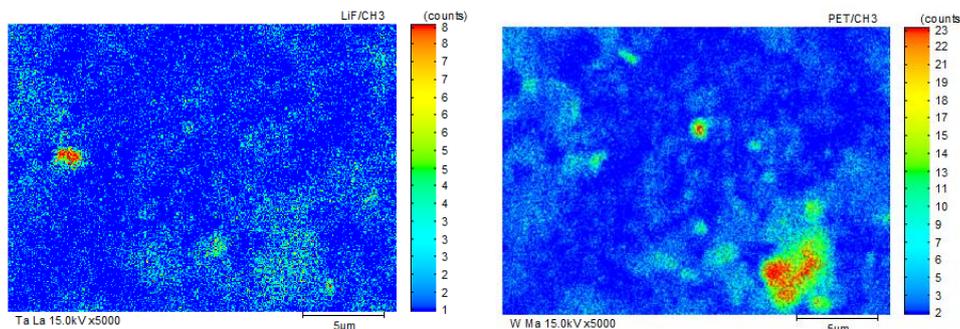


図2 タンタル(左)およびタングステン(右)の元素マッピング

まとめ

電子線プローブマイクロアナライザー(EPMA)を用いて、金属酸化物粉末の微量元素であるタンタルの定性・面分析を行った。EPMA は、様々な元素に対して高感度・高分解能で分析することができる。

静岡理科大学 先端機器分析センター www.sist.ac.jp/kiki/

Advanced Instrumental Analysis Center,
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555
静岡県袋井市豊沢2200-2

TEL : 0538-45-0175

E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp