

分析事例の紹介

粉体の SEM 観察における 試料調整法の検討

キーワード

- ✓ 粉体試料
- ✓ 走査型電子顕微鏡

装置 JSM-5610LV (JEOL)



はじめに

本センターが有する走査型電子顕微鏡装置を用いて、粉体試料の形状観察における試料調整法を検討した事例を紹介する。試料は、乳鉢ですり潰した臭化カリウム(KBr)を測定対象とした。測定に用いた試料は、①スパーテルとカーボンテープ、②剥離紙とカーボンテープ、③プレス成型を用いてサンプリングし、形状観察の比較を行った。

実験

円柱状の試料台に固定した導電性カーボンテープ上に、スパーテルを用いて KBr を振りかけ、測定試料とした。また、両面テープの剥離紙に KBr 粒子を吸着させ、導電性カーボンテープ上に転写した。DSC 用のアルミパンに、KBr 粉末を入れ、プレス成型した。それぞれの試料は、以下の条件で観察した。

- 加速電圧 : 15 kV
- 観察像 : 二次電子像
- 測定雰囲気 : 高真空モード
- 倍率 : 300, 1000, 5000 倍

結果

図1は、スパーテル、剥離紙およびプレス成型を用いて調整した KBr 粉末の SEM 観察結果である。スパーテルで調整した試料は(図1 a-c)、粒子同士が重なっており、粒子単体の形状を観察することができなかった。一方、剥離紙で調整した試料は(図1 d-f)、カーボンテープ上に粒子がきれいに並んでおり、粒子同士の重なりもなく、10 ~ 1 μm 程度の粒子を確認することができる。プレス成型した場合(図1 g-i)、プレス圧にも依存するが、粒子が押しつぶされている。プレス成型した試料は、形状観察には適さない

が、試料全体の組成分析には適しており、繰り返し試料を使用できるメリットもある。また、蛍光 X 線装置などにも適用でき、異種装置間での測定結果の比較検討する際に好都合である。

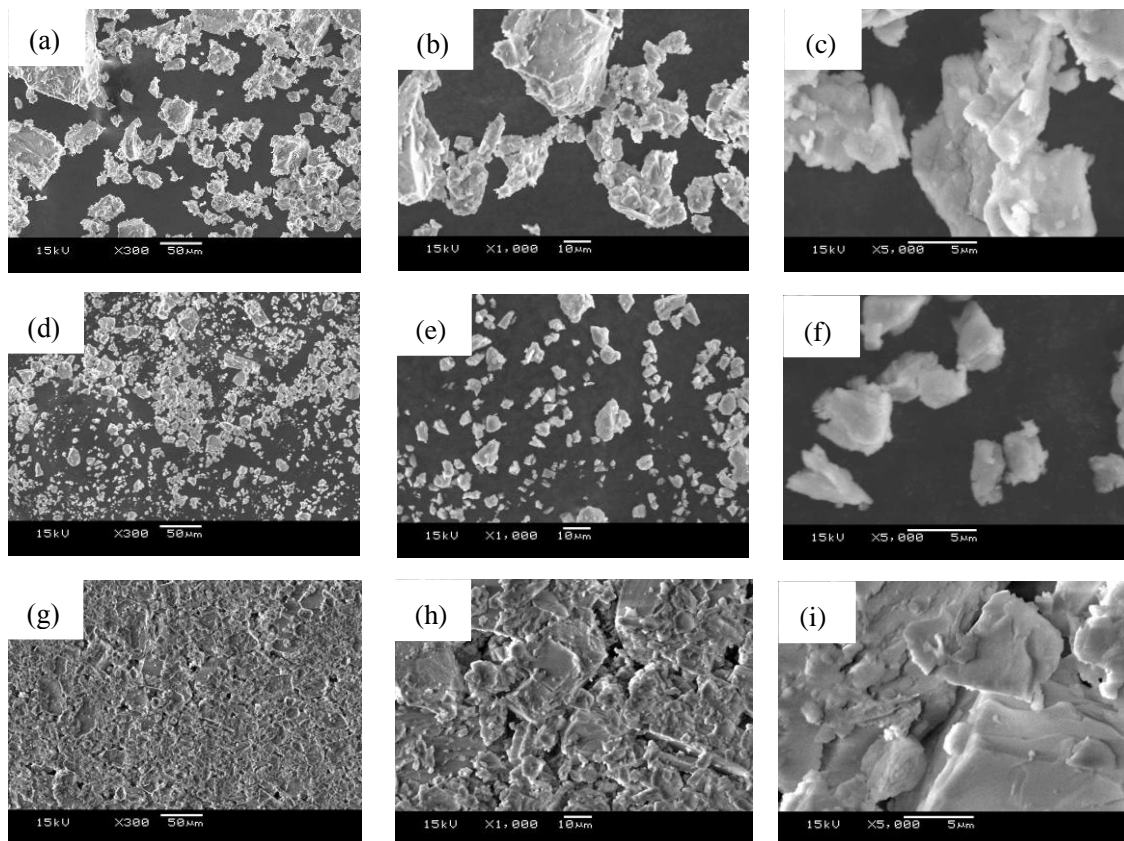


図1 KBr 粉末の SEM 観察画像。測定試料は、それぞれスパーテル((a)-(c)), 剥離紙((d)-(f))および油圧プレス機を用いて調整した。

まとめ

走査型電子顕微鏡装置 JSM-5610LV を用いて、粉体試料の形状観察における試料調整法を検討した結果を紹介した。剥離紙を用いた粉体試料の調整方法は、樹脂埋込試料に比較して、簡便で確実に粒子を分散させることができる。

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