

電子プローブマイクロアナライザ (EPMA) の概要と運用状況

技術センター 理学部等部門
研究実験技術班 柴田 恭宏

1. はじめに

広島大学自然科学研究支援開発センター (N-BARD) の低温・機器分析部門 物質科学機器分析部 (<http://www.sci.hiroshima-u.ac.jp/kiki/>) では、10種類以上の分析機器が一元的に管理・運用され、学内共同利用機器として研究支援の役割を果たしている。電子プローブマイクロアナライザ (EPMA) は学内共同利用機器のひとつであり、著者は操作担当者としてその任にあっている。

以下、EPMA の概要と現在の運用状況を紹介する。

2. EPMA の概要

EPMA (Electron Probe MicroAnalyzer) は、固体試料表面に細く絞った電子線を照射し、試料と電子線の相互作用により発生する特性 X 線を検出することで、試料を構成している元素とその量を知ることができる分析機器である。固体試料表面の化学組成分析を行う機器として、大学のみならず一般企業および研究機関などで広く利用されている。

EPMA は様々な分析手法のなかで、表面組成分析法として位置づけられており、“ミクロンオーダーの局所分析”・“測定可能元素の幅広さ”・“非破壊分析”の3点を機器の特徴として挙げることができる。

照射する電子線の直径は、一般的な定性・定量分析条件であれば1ミクロン程度に細く絞ることができ、試料における特性 X 線の発生範囲の広がりを考慮に入れても、ミクロンオーダーの局所分析が可能である。

また、ホウ素からウランまでの元素すべてを検出可能であり、分光結晶と検出器により構成

された X 線分光器 (波長分散型 X 線分光器, WDS) を備えているため、Si (Li) の半導体検出器 (エネルギー分散型分光器, EDS) と比較してエネルギー分解能がよい。

さらに、固体試料を溶液化などして“破壊”せず、“非破壊”に近い状態で分析に供することができる。ただし、高い分析精度を求める場合において、電子線を照射する面が鏡面研磨仕上げであることが望ましいので、現実的には試料に対してある程度の加工や調製が必要である。しかし、分析の目的や精度に対する要求を満たす状況であれば、文字通りの“非破壊”分析も可能である。

これらの主な特徴に加えて、機器操作が比較的簡単であること、平面での元素分布分析が可能であることなども利点として挙げられる。

つぎに、EPMA に不向きな試料および分析内容について述べる。

電子線照射位置では局所的に温度が上昇し、試料の分解などが起こる場合がある。このような状況下では、単位時間あたりに発生する特性 X 線の強度が変動する可能性がある。X 線強度の変動は分析結果に多大な悪影響を与えるため、熱に対して不安定な試料は EPMA に不向きといえる。

また、試料や分析条件により値は変わるが、検出限界はおよそ数10ppm～数100ppm なので、微量元素の分析には適さない。ほかにも、ガスの放出量が多い試料は装置内の真空度を悪化させるため不向きな試料といえるし、ホウ素から酸素までの軽元素は重元素と比較して検出感度が劣るため分析精度がやや落ちる。

その他、分析の障害となる様々な要素が存在するが、それらは分析条件の見直しや試料調製

の工夫によって改善できる場合もあるので、文献等で調べていただくか、操作担当者にご相談いただきたい。

3. 運用状況

N-BARDの低温・機器分析部門物質科学機器分析部には新旧2台のEPMAが設置されている。新しく導入されたEPMAは2003年3月より運用開始され、装置に付与された機能の充実度の点から稼働率が高い。平成16年度では利用件数9374件、利用時間1600時間、平成17年度では利用件数9442件、利用時間2027時間となっている。

利用者の所属は、理学研究科、工学研究科、先端物質科学研究科、生物圏科学研究科、教育学研究科、総合科学研究科と広範にわたり、そのなかで理学研究科が利用時間全体の約7割を占めている。この利用実態は、EPMAに対するニーズが理学研究科に多く存在することを示していると同時に、学内全体に散在するニーズに対してN-BARDのEPMAが効率的な“受け皿”の役割を果たしている表れと捉えている。

また、過去に利用実績のない研究分野や研究室などから装置利用に関する問い合わせがあり、これは表面組成分析に対する恒常的ニーズの存在を示していると思われる。そこで、機器分析講習会実施やHPでの広報機会を通じて潜在的ニーズに働きかけ、学内共同利用機器としての役割を果たせるよう努めている。

近年、オープンキャンパスなどの大学施設公開の機会に関連した装置見学およびデモンストレーション実施の申し込みが増えている。これらについては、マシンタイムの調整を行い、できる限り要望に応じている。

EPMAの利用に際して、利用者本人が装置を操作する“直接測定”と、操作担当者に分析を依頼する“依頼測定”を選択できる。現在のところEPMAには操作担当者が配置されているので、機器のメンテナンスやトラブル発生時の処理のみならず、依頼測定、分析上の技術相談、直接測定に必要な技術習得に向けた操作指導などの要望に幅広く応じることができる。ただし、マシンタイムが混みあっている状況で、操作技術習得のためだけに長い時間を充てることは難しく、将来的に直接測定を希望する利用者は、依頼測定の過程でトレーニングを積み、必要な操作技術を習得した段階で直接測定へ移行する。

4. おわりに

様々な組成分析法が確立している現在では、EPMAよりも“空間分解能”、“エネルギー分解能”、“検出感度”などの面で優れた分析機器は多く、表面組成分析のニーズは寄せられるものの、高分解能・高感度の分析結果を求める利用者に対して、EPMAの能力では十分応えることができないケースがたびたび発生している。

しかし、ある程度の空間分解能およびエネルギー分解能を備え、主成分あるいは少量成分であれば定性・定量分析が比較的容易で、かつ、試料調製が非破壊に近い状態で行われるために試料が本来有する組織と化学組成の対応関係が把握しやすいなどの理由から、EPMAは今後も活用され続けられると思われる。

操作担当者としては、効率的な機器運用への取り組みや新たな分析技術の習得を通じて、利用者の利便性向上により一層貢献したい。