

# Readout

HORIBA Technical Reports

特集 粒子をはかる

January 1992 ■ No.4

---

エネルギー分散形X線  
マイクロアナライザを使った粒子の分析

Particle Analysis Using the Energy-  
Dispersive X-ray Microanalyzer

坂東 篤・大堀謙一

Atsushi BANDO, Kenichi OHBORI

(Pages 53-57)

---

株式会社 堀場製作所



# エネルギー分散形 X 線マイクロアナライザ を使った粒子の分析

## Particle Analysis Using the Energy-Dispersive X-ray Microanalyzer

坂東 篤・大堀 謙一

Atsushi Bando, Kenichi Ohbori

### 要 旨

電子顕微鏡の普及にともないエネルギー分散形 X 線マイクロアナライザは、金属、セラミックス、半導体などの材料分野だけではなく、品質管理の分野などにおいても広く利用されてきている。最新のエネルギー分散形 X 線マイクロアナライザ EMAX-2770 Type-P は、従来の定性、定量、X 線マッピングに加えて、X 線画像処理、粒子解析の機能をそなえている。本稿では、粒子の分析に EMAX を用いた時の特長について述べ、元素分析および粒子解析の分析例を紹介する。

### Abstract

With the increasing widespread use of electron microscopes, energy-dispersive x-ray microanalyzers have also become widely used, both in materials analysis (e.g., metals, ceramics, and semiconductors) and in quality control. Horiba's latest energy-dispersive x-ray microanalyzer, the Model EMAX-2770 has added new features to the conventional microanalyzer's ability to do qualitative analysis, quantitative analysis, and x-ray mapping ; these new of the EMAX-2770 Type-P features include x-ray image processing and particle analysis. This paper discusses the use of the EMAX-2770 Type-P in particle analysis, giving examples of both elementary analysis and particle analysis.

### 1. はじめに

エネルギー分散形 X 線マイクロアナライザ EMAX-2770 Type-P は、電子顕微鏡に半導体 X 線検出器を取り付け、微小領域(数  $\mu\text{m}$ )の元素分析を行うシステムである。この装置の特長は、電子顕微鏡で形状を観察しながら、元素分析を容易に行うことができる点である。さらに、X 線像や電子顕微鏡像 (SEM 像) の画像処理により、粒子解析(粒子径、面積、周囲長など、特徴値の計測)が可能である。

また、X 線マイクロアナライザは、原料としての粒子の分析だけではなく、成形後の粒子の状態(分散状態、結合状態など)や、異物として混入した粒子の分析(フィルターに付着した粒子など)にも有効である。

図 1 に EMAX-2770 Type-P と走査型電子顕微鏡 S-2400(日立製作所製)を組

み合わせたシステムの外観を示す。



図1 エネルギー分散形 X線マイクロアナライザ EMAX-2770 Type-P (走査電子顕微鏡S-2400(日立製作所製との組合せ)  
The Model EMAX-2770 Type-P, energy-dispersive x-ray microanalyzer

## 2. 粒子の元素分析

図2は、CuとSiO<sub>2</sub>の粒子を混合した試料のSEM像である。試料は、粒子を純水中で分散させ、試料台上に載せ乾燥し、導電性を持たせるためにカーボン蒸着して作製した。

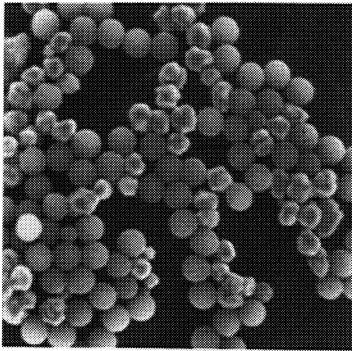


図2 SiO<sub>2</sub>, Cu 粒子のSEM像  
SEM image of SiO<sub>2</sub> and Cu particles

### 2.1 定性分析

SEM像を観察すると、粒径がほぼ同じで形状の異なることがわかる。そこで、それぞれの粒子のX線スペクトルを測定した。

図3に球形の粒子(A点)のスペクトル、図4にもう一方の粒子(B点)のスペクトルを示す。図3のスペクトルにはO(酸素)およびSi(シリコン)の特性X線ピークがみとめられ、球形の粒子はSiO<sub>2</sub>の粒子であることがわかる。図4のスペクトルからは、もう一方の粒子がCu(銅)の粒子であることがわかる。



図5 SiO<sub>2</sub>, Cu 粒子のX線像  
X-ray image of SiO<sub>2</sub> and Cu particles

### 2.2 X線マッピング

図5は、SEM像(図2)と同じ視野のSiとCuのX線像である。X線像は、X線の強度を輝度とするデジタル画像で、輝度の高い所ほど元素濃度が高いことを示している。SiのX線像はSiO<sub>2</sub>の粒子に、CuのX線像はCuの粒子に対応している。

### 2.3 X線像の合成

図6は、SiのX線像をR(赤)、CuのX線像をB(青)、SEM像をG(緑)に対応させ一枚に合成した画像である。画像を一枚に合成することにより各位置での組成の対応がさらにわかりやすくなる。

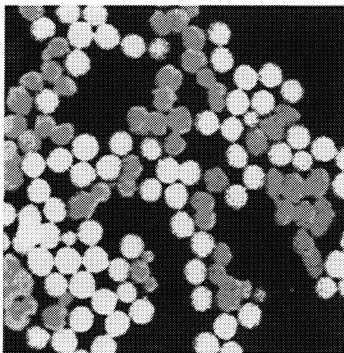


図6 SiO<sub>2</sub>, Cu 粒子 X線像の合成像  
False color image of SiO<sub>2</sub> and Cu particles



図3 SiO<sub>2</sub>粒子のスペクトル  
SiO<sub>2</sub> particle spectrum



図4 Cu粒子のスペクトル  
Cu particle spectrum

### 3. 画像を用いた粒子解析

以上のように、EMAXの元素分析機能を使うことにより、粒子を組成によって識別することができる。さらに、粒子解析機能を使いX線像やSEM像を画像処理し、画像の中から粒子の部分抽出することにより粒子のさまざまな特徴値を計測できる。EMAXで計測できる主な項目を表1に示す。

#### 3.1 X線像を用いた粒子解析

前項「粒子の元素分析」で元素分析を行ったSiO<sub>2</sub>粒子、Cu粒子のX線像を用いて各々の粒子の粒子径、円形度を計測した。計測結果を表2に示す。図7および図8は、粒子が正しく分離されていることを確認するためにSEM像の上に抽出した粒子の輪郭を重ね合わせた画像である。

このようにX線像を用いると異なる粒子が混在している場合でも、あらかじめ粒子を分離することなく各々の粒子の特徴値を計測することができる。

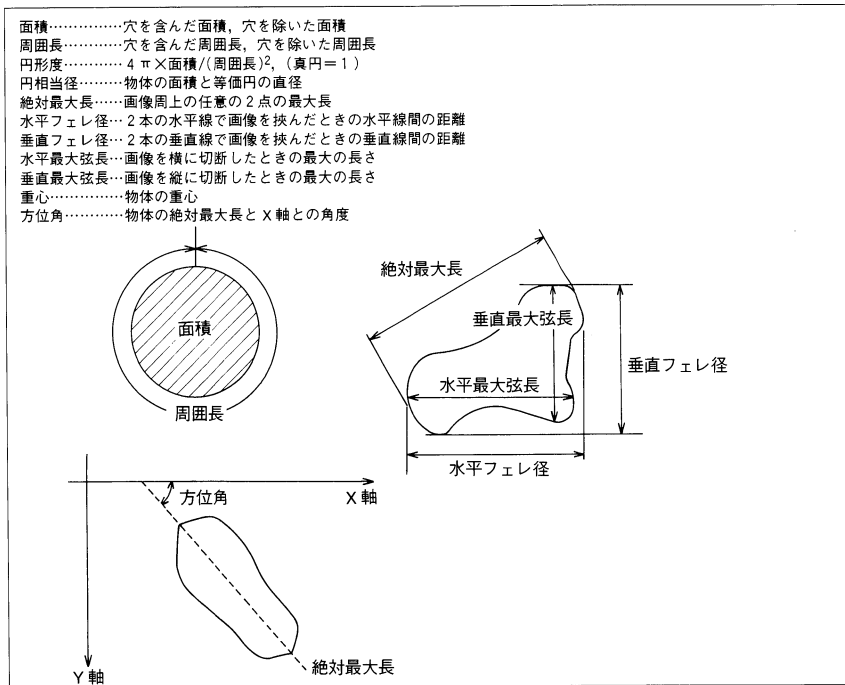


表1 EMAXで計測できる主な特徴値  
 Characteristic values of the main parameters measurable with the EMAX

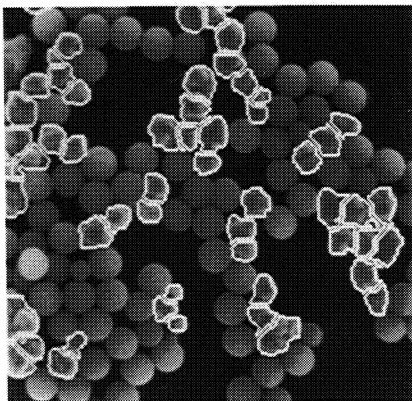


図7 SEM像とCu粒子の輪郭重ね合せ  
 SEM image superimposed on Cu particle contour

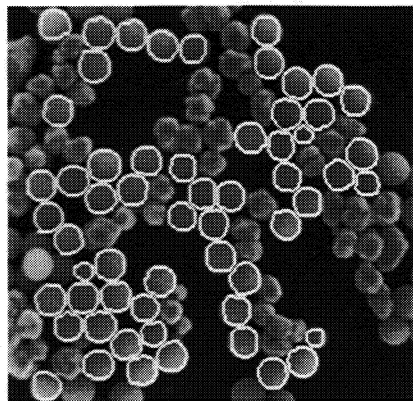


図8 SEM像とSiO<sub>2</sub>粒子の輪郭重ね合せ  
 SEM image superimposed on SiO<sub>2</sub> particle contour

	個数 (個)	円相当径 ( $\mu\text{m}$ )	円形度
SiO <sub>2</sub> 粒子	58	2.50	0.87
Cu 粒子	55	2.29	0.60

表2 SiO<sub>2</sub>、Cu粒子の粒子径、円形度測定結果  
 Results of measuring SiO<sub>2</sub> and Cu particle

### 3.2 SEM像を用いた粒子解析

図9は、粉体物性測定の基本粒子として使用される白色溶融アルミナ(No.3 : 粒子径10 $\mu\text{m}$ , 粒径範囲2~30 $\mu\text{m}$ )のSEM像である。図10に当社のレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置 LA-700で測定した粒度分布を示す。LA-700は、球形粒子でのレーザ回折/散乱モデルにより粒度分布を求めているが、SEM像を見ると不定形の粒子であることがわかる。そこで、白色溶融アルミナの特徴値(円相当径, 面積, 水平フェレ径, 垂直フェレ径, 絶対最大長)を計測した。表3に計測結果, 図11に円相当径のヒストグラムを示す。

#### HORIBA LA-700 PARTICLE SIZE ANALYZER '91/09/26

試料名 : 3  
 ID# : '91/09/26-15:49-868  
 測定モード : 分布形態 屈折率設定 1.3 透過率 78.2%

#### 粒度分布グラフ

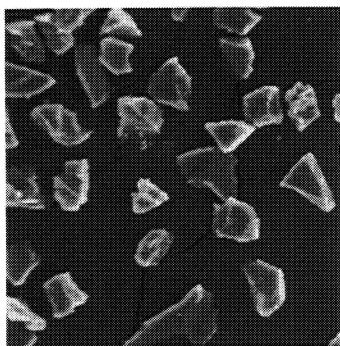
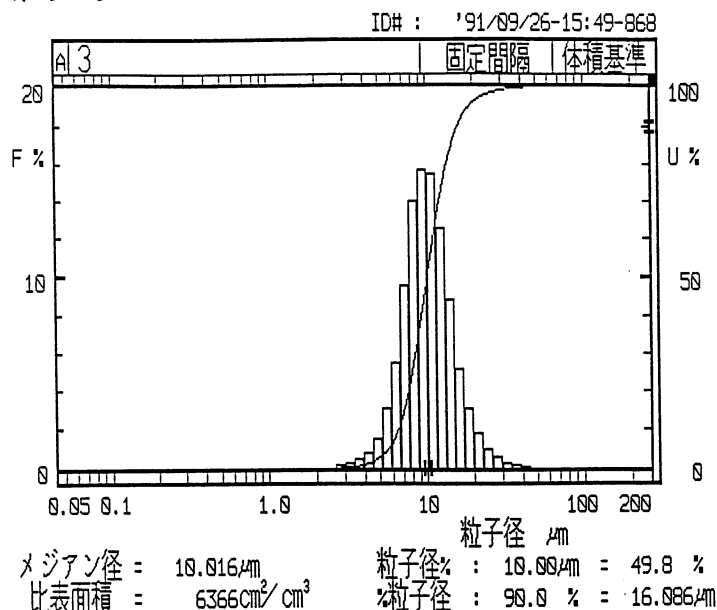


図9 白色溶融アルミナのSEM像  
SEM image of molten white aluminum oxide

図10 レーザ回折/散乱式粒度分布測定装置(LA-700)による白色溶融アルミナの粒度分布測定結果  
Particle size distribution of molten white aluminum oxide measurement by LA-700

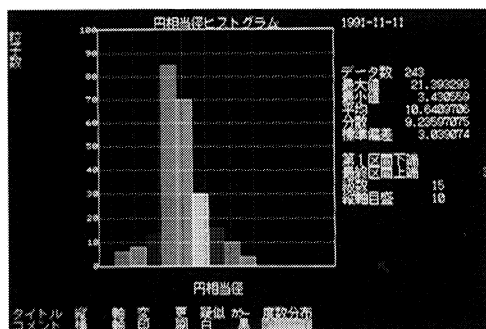


図11 円相当径のヒストグラム  
Histogram of heywood diameter

	水平フェレ径 ( $\mu\text{m}$ )	垂直フェレ径 ( $\mu\text{m}$ )	面積 ( $\mu\text{m}^2$ )	円相当径 ( $\mu\text{m}$ )	絶対最大長 ( $\mu\text{m}$ )
平均値	11.28	11.64	96.15	10.64	14.78
最小値	3.04	3.04	9.24	3.43	6.92
最大値	28.38	35.47	359.45	21.39	37.23
標準偏差	4.32	4.71	56.22	3.04	5.06

表3 白色溶融アルミナの特徴値計測結果  
Results of measuring molten white aluminum oxide

### 4. まとめ

EMAXは、直接目で粒子の形状を観察しながら微小部の定性分析やX線マッピングなどの元素分析が行え、さまざまな特徴値を計測できるという点において粒子の分析には欠かせない装置の一つであり、ますます普及すると考える。

また、最近普及してきている低真空 SEM と組み合わせることにより、生の試料(生物、食品など)の分析に応用できる期待がある。

なお、エネルギー分散形 X 線マイクロアナライザーの原理については、すでに本紙において紹介しているので興味のある方は参照していただければ幸いです。

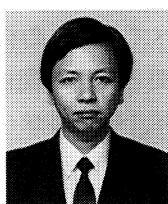
#### 参考文献

- 1) 高木幹雄, 下田陽久監修 “画像解析ハンドブック” 東京大学出版(1991).
- 2) (社)日本粉体工業技術協会, 粉体工学会編 “粉体物性図説” 日経技術図書(1985) p.602.
- 3) 坂東 篤, “エネルギー分散形 X 線マイクロアナライザ(EMAX-2700シリーズ)” Readout, 1, p.66-74(1990).



坂東 篤  
Atushi Bando

開発 3 部  
1961年 2 月13日生  
京都工芸繊維大学  
工学学部無機材料工学科



大堀謙一  
Kenichi Ohbori

開発 3 部 係長  
1955年 6 月 7 日生  
京都大学大学院  
工学研究科原子核工学専攻





