

2023年8月22日
分子科学研究所

EPMA 講習会報告書

【概要】 EPMA の原理、測定方法から試料作製のノウハウを初心者向けに説明をおこなった。【初歩～初級】

【開催日時】 2023年8月10日(金)、13:30～15:00

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

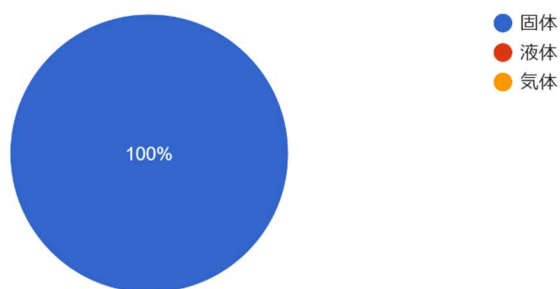
【講師】 富本晃吉 (東京農工大学)

【参加対象者】 EPMA 装置の使用者・管理者および、今後使用する予定のある方。

【参加者数】 57 名

【アンケート】 回答数 37

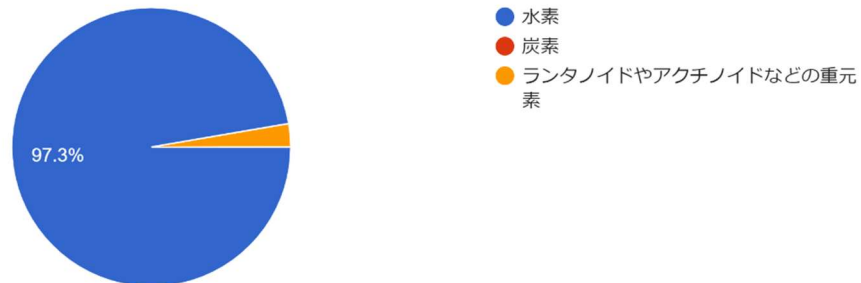
問1. 電子線マイクロアナライザー (EPMA) が対象とする分析試料の形態は次のどれか？
37 件の回答



正答：固体

問2. EPMAで分析できない元素は次のどれか？

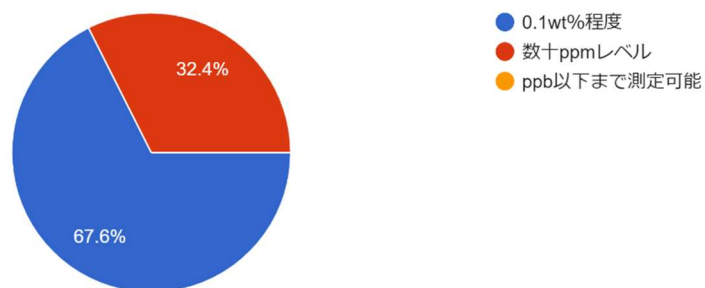
37件の回答



正答：水素

問3. EPMAにおける定量分析の一般的な下限値として正しいのは次のどれか？

37件の回答

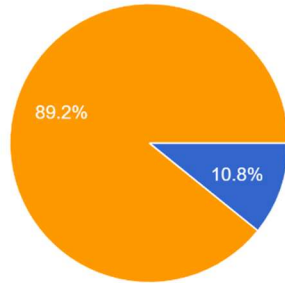


正答：0.1wt%程度

補足：恐らく実務担当者レベルでご存知の方には当然かもしれませんが、「0.01wt%程度」を下限とする教科書が一般的です。しかし現実問題として、そのレベルで元素含有の有無を返答するのはオペレーターとしてはかなり悩みます。ですので、ここでは初心者向けの初歩講座と云う事でもありますので、一般的な下限値として「0.1wt%程度」を正答とさせて頂きました。（設問前提の『一般的な』下限値ではありませんが、軽元素マトリクス中の重元素や、バルク中の偏析成分狙い撃ちで測定すれば、下限値～数十ppmレベルもアリです。）

問4. 入射電子線の加速電圧を増加させた場合の正しい記述は次のどれか？

37件の回答

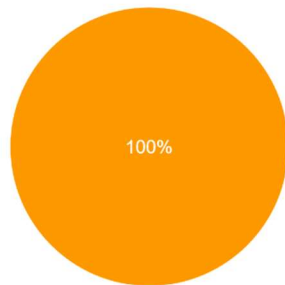


- 試料から発生する特性X線のトータル強度が低下する
- 測定できる元素種が減る
- 対象となる分析領域が深くなる

正答：対象となる分析領域が深くなる

問5. 絶縁体のEPMA分析を行う際に適した対応はどれか？

37件の回答

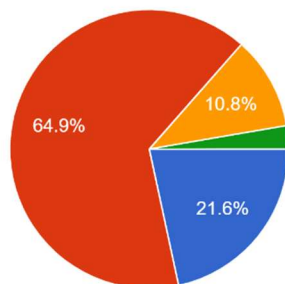


- そのままEDSを用いて分析する
- そのまま大気圧（低真空）SEMを用いて分析する
- 炭素などの導電性コーティング処理を施して分析する

正答：炭素などの導電性コーティング処理を施して分析する

講習会のレベルはいかがでしたか

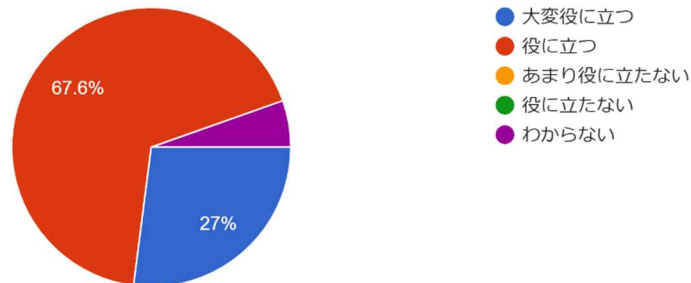
37件の回答



- 十分理解できた
- 理解できた
- やや難しかった
- 難しかった

今回の講習会は今後の業務に役に立つでしょうか

37件の回答



今回の講習会の感想、改善点、良かった点、質問等

- コンクリート分析のお話について、普段聞くことのない測定者目線のお話が聞けてよかった。
 - SEM ユーザーで EPMA を使い始めたばかりの者です。ちょうど良い難易度でした。ありがとうございました。
 - とてもわかりやすく基本的な事項が学べました。
 - 原理から他装置との違い、解析ノウハウまで、非常に分かりやすい説明でした。
 - 大変わかりやすい抗議でした。
 - 基礎的な知識から学べわかりやすかった。
 - 機会に触れたことがなかったので、良い学習になりました。
 - 勉強になりました
 - 未経験者です。説明は聞き取りやすく、入門レベルの内容も助かりました。ありがとうございました。
 - 原理から実作業まで SEM との比較、EDS と WDS の比較を中心に講習していただき、初心者としては非常に分かり易かった。ありがとうございました。
 - 大変分かりやすい説明を頂きありがとうございました
 - 普段は SEM を担当しており、EPMA も若干携わったことがあります。SEM との比較点を細かくお話してくださり、理解がしやすかったです。
 - 公定法を確認したことがなかったので、確認し一度自分でも計算してみようと思います。
 - EPMA の説明のところ(2章や3章)で少しはやいと感じることがあったので、もう少しゆっくりですとより理解が深まりそうです。
- 自分でも早いなど思いながら進めてしまい申し訳ありませんでした。反省しております。**
- 内容が盛り沢山でとても勉強になりました。私は EPMA は担当してないのですが、SEM と WDX-XRF を担当しているので共通する部分も多くあり理解がしやすかったです。全くの初

心者の方にとっては、理解しながら説明のスピードについていくのは少し大変かもしれないと思いました。

同前、申し訳ありません。

- わかりやすかったです。
- 勉強になりました。ありがとうございました。
- SEMは少し使用したことがあったのですが、EPMAは使用したことがなく、今回の講習会を受講して、基礎的なことを学べてよかったです。
- 簡単な測定原理を理解している程度だったが、測定原理や実験方法、注意点など分かりやすかった。
- TEMを担当していますが、EPMAは操作したことがありません。初めていろいろ教えていただき、大変わかりやすい内容でした。ありがとうございました。
- 定期的に装置の点検や、メンテナンスを行う重要性を再認識できた
- 【質問】講演後の質疑応答で定量について質問させていただきました者です。重ねて教えていただきたいです。1.WDSがEDSより定量精度がよいというのは、波長分解能が高く元素を区別できるという意味合いにおいてでしょうか？それとも、X線の強度検出もEDXよりよいのでしょうか？2.表面が平らではない試料の定量をした場合、EDXとWDXでどちらの方がまだ真の値に近いのでしょうか？3.大体の組成を知るために標準試料を使わず半定量をする場合、EDXとWDXで精度の違いはありますか？4.標準データを元に半定量する機能がありますが、未知試料の組成がデータの元となった標準試料と近い場合は、標準試料を使わなくても正確ですか？5.どのような標準試料を標準装備していますか？測りたいサンプルごとに標準試料を毎回購入しているのでしょうか？6.粉末試料は粒子間の空洞・表面の凹凸により、ZAF法で誤差が大きくなると聞きました。適した補正法はあるのでしょうか？長くなり申し訳ありません。よろしくお願いいたします。

→

1. 定量精度の比較ですが、特性X線の波長重畳・近接があれば勿論それを避けるのが前提(WDSが優位)ですが、検出強度自体はEDSが優れます。但しEDSですとP/B比がどうしても低く、結果としてBG除去や面積強度のROI設定がソフト(アルゴリズム)依存になります。
2. (個人的には)表面が平らでない試料を定量分析した場合はEDS, WDSどちらも信じては駄目だと思いますが、WDSで複数分光器を使って分析する場合には、分析点の傾斜方向とWDSの設置方位により影響が出ますので、異なる分光器で検出された元素間の濃度補正は困難です。一方、EDSは(通常は)一台で全元素を同時測定しますので、この様な方位・傾斜の影響は全元素に等しく影響しますので多少マシです。
3. 半定量の分析精度はお使いのソフト(アルゴリズム)と、感度係数・CALファクター入力後のハードウェア側の経時劣化の影響が大です。予め値付けのされた多元素含有の標準試料などで定期的にEDS・WDS双方で半定量分析結果をモニターすることをお勧めします。

4. ご利用の半定量機能がどの程度賢いのかにも依りますが、元素の濃度傾向を試料間で比較する程度にはよく使われていると思います。現行市販の最新鋭機能については知識が無く分かりません(MSやNMR等の他分野ではAI活用の解析ソフトの話題も最近耳にしますが)。

5. 民間受託分析業や研究室所属の頃の装置では、入手可能な市販サンプルはほぼ全て揃えておりました。但しそれらは装置導入・更新時に一気に導入したもので、個々の単価を考えますと分光器を増設できる金額に匹敵しますので、現実的には都度必要なものを揃えれば十分かと思えます。また例外として、受託顧客先より検量線用に値付けされた一連標品や定比結晶品等をお預かりしたことはあります。なお、セミナー中にもお話しました通り標準試料も劣化しますが、適切な処理(再研磨～再蒸着等)で再生利用が可能です。

6. 残念ながら「粉末試料に適した補正計算法」と云うものは聞いたことがありません。原則論で恐縮ですが、粉末試料ではその一次粒子サイズと分析領域サイズの大小によって分析の可否が分かります。一次粒子サイズが10ミクロン程度もあれば、ごく少量の樹脂で練り込んだものを硬化させ、それを再度樹脂包埋して一般試料と同様に処理して一次粒子断面を分析することは可能です。ミクロンサイズ程度以下の粒子では樹脂包埋～研磨してもあまり意味は無く、むしろ、試料に含有されない元素からなる既知組成の化合物・純物質等微粉末と重量比を決めて混合圧粉・ペレット化して分析することはありますが定量性は悪いです。何れにしても破壊分析に近い状態ですから、試料の稀少度に応じて他の分析方法(XRFや各種湿式化学分析等)も検討すべきかと思えます。

- 入門者向け講習としては、EPMAとは？というところから始まりEDSとの違いや試料作製の話まで幅広い内容の概論で良かったと思います。
- EPMAは、一度触ったことがあるだけで、よくわかっていませんでしたが、おおよそどういったものなのか把握することができました。
- 基本内容だけでなく、依頼分析事例等をお示しいただき、非常に興味がありました。分析するにあたり、何をどのような目的で、どこにフォーカスを当てて分析するのか...、そこを強調されていたところ、非常に共感いたしました。大学の機器分析センターに所属するものとして、学生には常に声掛けし、自分自身が重きを置いているところです。電子顕微鏡全般、重箱の隅をつついて、EDX分析でなんでも検出されて路頭に迷う...ということ多々あります。分析感度を見ると、やはりEPMAデータはいいものだとは再認識しました。できるものにもよりますが、EPMAで分析可能な試料が手元に来たら、EPMAでも分析したいと思います。非常に有意義な時間でした。ありがとうございました。
- SEMの説明からEDS、WDSの違いまで幅広く説明して頂き、参考になりました。
- 初心者向けとしては内容が豊富でした。時間の制約もあり仕方がないことだとは思いますが、説明のペースがやや早かったように感じました。

重ねてお詫びします。

- 広く知識の整理ができ、大変今後の参考になりました。

- 実際の手順を見せてほしい。

これは非常に大事なご指摘だと思います。試料の前処理・準備から分析条件の選定や解析方法まで、試料や目的でかなり幅広い対応になり、具体的事案に即した個々の手法を知って頂く事も必要かと思えます。装置メーカー様の事例集などを参考にして頂くのも良いかと思えます。

- EPMA の原理や使用上の注意点について大変深く知見を得ることが出来ました。ありがとうございました。
- X線と聞けば、いまだに怖いイメージしか持ちませんが、試料に照射したり、逆に試料からの生成物を分析するなど、レントゲンはもちろん、多方面で有効利用されているのに改めて感心しました。(初心者の感想で恐縮です)

勿論、放射線全般にはその取扱いに細心の注意を払うべきですが、EPMAに限って言えば、X線の発生から検出まで全て真空装置内部(放射線管理区域が装置内部)ですので安心してお使い頂けます。学生向け講習などでは、むしろ高電圧(最高～30kV程度)の漏電・感電や、真空圧力差に伴う破損・爆縮等に注意すべき装置です。

- 今後使用する可能性のある EPMA の原理や測定時の注意点など様々なことを知ることができた。
- 全くの素人の為、機器について、「こういうものを見るため」という事がわかっただけでも役に立つと思っています。ありがとうございました。
- 頻りに利用する装置ではないのではないのですが、WEB講習会なので気軽に視聴、参加できました。有難うございました。
- 非常に勉強になりました。
- ・一般的な SEM や EDS との比較において、装置の構成や原理の違いについて良く理解することができた。・実用的なテクニックや、日々のメンテナンスについて理解が深まった。
- 急用のため、講習会を全部受けることができませんでした。上記の回答は経験上の回答になります。申し訳ございません。動画やPDF資料がありましたら、いただけると大変助かります。いつもご迷惑おかけしてすみません、どうぞよろしくお願いいたします。

今後 EPMA の講習会を開催するとしたら、どのような内容を希望されますか？

- E 定量分析の実際の手順や注意点について詳しくお聞きしたいです。
- 徐々に専門性(難易度・応用性)の高い講習をシリーズで行っていただきたいです。
- 実際のサンプルの測定。簡単な～難しいなど多数のサンプル
- 試料の前処理方法、定量分析の実習を希望します
- 分光結晶の特性や選択
- (EPMA 担当ではないですが...)実際に測定する際にどのような条件設定項目があるのか、またそれらはどのような基準や考え方で決めていく必要があるのかが気になりました。
- 代表的試料での具体的分析例を中心に紹介して頂けると有難い

- SXES。測定事例とどのようなことが分かるのか。トラブル事例
- 定量分析に関して条件などの違いや定量精度など、より実践的な内容を希望します。
- 試料調製実例などが興味があります。合金、コンクリートなど。特に、試料の腐食分析など大まかな手法など知りたいです。
- 実際に試料の測定、分析を行いながら測定におけるポイントや注意点等をお聞きしてみたいです。(オンラインでは難しいかもしれませんが、、、)
- メーカーによって測定結果は違うのか、参考データがあれば知りたい。
- 包埋、研磨の仕方、注意点を動画などで紹介。WDS の結晶の選び方など。

EPMA 以外で希望される講習会がありましたら記入ください。

- EBSD
- TEM の DIFF 像解析
- FE-SEM
- 電子顕微鏡に携わっている技術職員の情報交換を目的としたメーリングリストの管理人を担当しています。会員の皆様からは是非電子顕微鏡に関する技術交流会を実施したいという要望をいただいておりますが、予算がなく実現できておりません。来年度以降電子顕微鏡関連の実技を伴った講習会を企画していただけますと幸いです。今年度はオンラインで勉強会を行いたいと思っており、現在アンケートを取ってテーマを募集しているところです。
- SXES(軟 X 線分光器, 軟 X 線発光分光)
- FT-IR 分析
- SEM,TEM,XPS,装置の使い分け(講義内で紹介されていたのはこれから聞きます)
- EBSD を希望します。
- 今回の研修でも話がありましたが、SEM、EPMA の測定用試料作製・調整(研磨、CP 等)について、様々な試料条件(材質)での手法・方法を詳細に知りたいです。
- AFM による各種応用測定モードへの注意点
- SPM(KPAFM など)
- 他の機器の今回のような初歩・初級があれば参加したいと思います。
- TEM の実践的な講習 ・汎用の TEM で高分解能観察のための軸調整方法について ・調整方法手順に加えて、その原理や必要性についても知りたい

-以上-