

走査電子顕微鏡-エネルギー分散型X線分光法(SEM-EDS)

試料に電子線を照射することで発生する二次電子、反射電子、特性X線を検出器で検出することにより、試料の表面観察及び含有元素の定性・定量分析を行うことができます。また、EDSはEDXとも呼ばれています。

原理

電子線を試料上に二次元走査し、電子線照射点から発生した二次電子や反射電子の検出量を各点の明るさとして画像表示します。光より波長の短い電子を利用しているため、光学顕微鏡よりも高倍率で観察することが可能です。

入射電子が原子核の周りにある電子に衝突して弾き飛ばすと、軌道に空孔が生じます。空孔に外殻の電子が遷移すると、電子軌道のエネルギー差に相当する特性X線が放出されます(図1)。元素ごとに軌道間のエネルギー差が決まっているので、特性X線のエネルギーを調べることで、その物質がどのような元素から構成されているかが分かります。

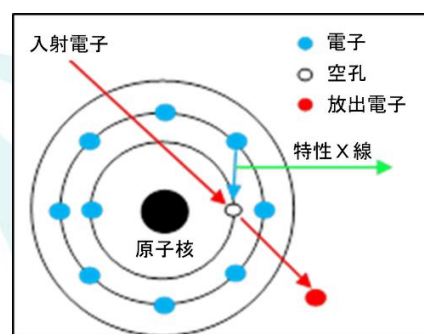


図1 特性X線の発生メカニズム模式図

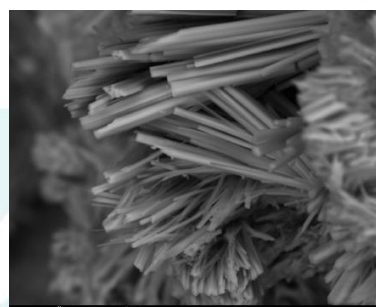


写真1 エトリンガイトの組成像

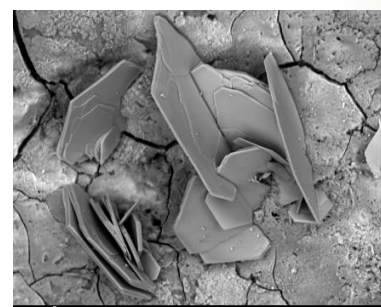


写真2 モノサルフェートの組成像

二次電子像、反射電子像

二次電子像は試料の表面形状を反映しているので形態観察が可能であり、反射電子像(組成像)は一般的に試料中の物質の組成(原子番号)の違いがコントラストの明暗で表現され、明るい箇所は暗い箇所より原子番号が大きい元素から構成されます。また、反射電子は結晶方位に対する電子の入射角に大きく影響を受けるため、結晶ごとに異なったコントラストが得られます。

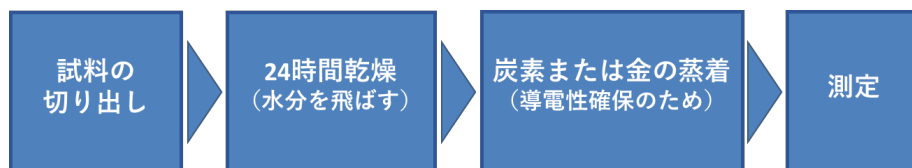
EDS分析

SEM画像を取り込み画像上で指定した場所のスペクトルを取得することで、指定箇所の元素組成や含有元素の濃度が分かります。



分析評価

作業手順



走査電子顕微鏡 (SEM)



エネルギー分散型 X 線分光器 (EDS)



写真 4 蒸着装置

写真 3 SEM-EDS 装置

アルカリシリカゲルの分析

アルカリシリカゲルは、コンクリート中のアルカリと反応性骨材が反応することで骨材内部や周辺に生成する透明～白色の物質です。吸水したときの膨張圧によりコンクリートにひび割れなどの劣化を引き起こします。

SEM 観察による表面組織の形状としては、写真 5 に示すようなひび割れた形状（真空雰囲気下で観察時）やロゼット状を呈します。

EDS による元素組成分析を行うと、ケイ素 (Si) を主成分とし、ナトリウム (Na)、カリウム (K) 等を含みます (図 2)。

上記の観察・分析結果と目視による表面状態の観察を合わせて、アルカリシリカゲルの判断基準としています。

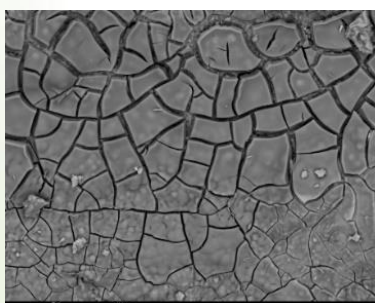


写真 5 アルカリシリカゲルの組成像

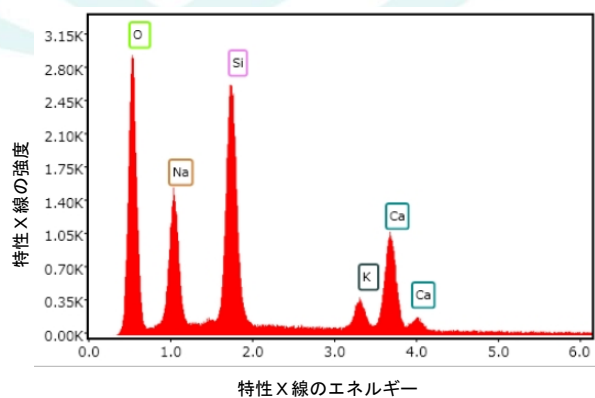


図 2 アルカリシリカゲルの EDS 分析