

【執筆者】 (執筆順)

吉野雅彦 (東京工業大学)	走査型電子顕微鏡, 共焦点レーザ顕微鏡
鈴木俊明 (日本電子株式会社)	走査型電子顕微鏡
梅原徳次 (名古屋大学)	環境制御型電子顕微鏡
山中晃徳 (東京工業大学)	透過型電子顕微鏡 電子後方散乱装置
近藤行人 (日本電子株式会社)	透過型電子顕微鏡
松村 隆 (東京電機大学)	集束イオンビーム装置
楊 明 (首都大学東京)	原子間力顕微鏡
月山陽介 (新潟大学)	走査型トンネル顕微鏡
山本貴富喜 (東京工業大学)	光学顕微鏡, 蛍光顕微鏡, 位相差顕微鏡, 微分干渉顕微鏡
益満秀治 (株式会社キーエンス)	共焦点レーザ顕微鏡
赤上陽一, 久住孝幸 (秋田県産業技術センター)	超高精度三次元測定機, 走査型白色干渉計, 位相シフト干渉計
安田公一 (東京工業大学)	示差熱天秤
品川一成 (香川大学)	熱機械分析装置
山崎敬久 (東京工業大学)	ガウスメータ, 超伝導量子干渉素子磁束計, 四重極質量分析計
新保 實 (株式会社 SMS)	動的粘弾性測定装置
齊藤卓志 (東京工業大学)	自動複屈折測定装置
大竹尚登 (東京工業大学)	分光エリブソメータ, グロー放電発光分光分析 装置, フーリエ変換型赤外分光分析装置
平山朋子 (同志社大学)	X線・中性子線反射率計
源関 聡, 中村 吉男 (東京工業大学)	飛行時間型二次イオン質量分析装置, 誘導結合プラズマ発光分光分析装置, 有機元素分析装置, 蛍光 X 線分析装置
早川邦夫 (静岡大学)	電子線マイクロアナライザ
野老山貴行 (名古屋大学)	オージェ電子分光装置
野崎智洋 (東京工業大学)	ガスクロマトグラフ
坂井田喜久 (静岡大学)	X 線透過試験装置, X 線回折装置
津島将司 (東京工業大学)	核磁気共鳴装置
上坂裕之 (名古屋大学)	ラマン分光装置
鈴木清一 (株式会社 TSL ソリューションズ)	電子後方散乱装置
柏谷 智 (住鋇潤滑剤株式会社)	X 線光電子分光分析装置
黒川 悠, 井上裕嗣 (東京工業大学)	超音波探傷装置

(所属は 2012 年 4 月現在)

ま え が き

近年、さまざまな分析装置が発達し、種々の試験片についてこれまで得られなかったような詳細な情報が得られるようになり、機械工学においても有力な研究手段として広く利用されるようになってきた。しかしその半面、分析装置の発達が早く、分析の専門家以外にはその基本原理や、何が測定できるのかなどの基本的な特徴がわかりにくくなってきている。そのため、何らかの物性や物理量を測定したいがどのような装置を使えば良いのか皆目見当がつかず、いたずらに無駄な時間を費やしてしまうことも多々ある。

そこで本書では、分析装置についてあまり知識のない研究者・技術者を対象とし、使いたい装置を手早く見つけ出すための案内書として編集した。そのためどのような装置により何が測定・分析でき、どのようなデータが得られるかということ、大ざっぱであっても手軽に見つけ出すことを主眼に置いている。本書では顕微鏡観察、元素分析、構造解析、物性計測に関する装置を取り上げている。なお材料試験や力・変位・寸法の計測については機械工学では一般的なのでここでは取り扱っていない。またなるべく実際に装置を使っている研究者、ユーザーに執筆してもらい、これら装置を使った研究例についても紹介している。どのような装置でもさまざまな機能があり、本書で紹介した事例にとどまらない素晴らしい成果があるとは思いますが、機械工学に関連した事例のほうが感触を掴みやすいだろうと考えている。足りないところは多々あるとは思いますが、分析装置の簡便な入門書として少しでも役に立てば幸いである。

最後に、本書の出版にあたり、本書の執筆、編集にご協力頂いた方々に感謝申し上げます。

2012年6月

執筆者代表 吉野 雅彦

目 次

1. 走査型電子顕微鏡	1
2. 環境制御型電子顕微鏡	9
3. 透過型電子顕微鏡	14
4. 集束イオンビーム装置	20
5. 原子間力顕微鏡	26
6. 走査型トンネル顕微鏡	32
7. 光学顕微鏡	36
8. 蛍光顕微鏡	43
9. 位相差顕微鏡	48
10. 微分干渉顕微鏡	52
11. 共焦点レーザー顕微鏡	57
12. 超高精度三次元測定機	62
13. 走査型白色干渉計	69
14. 位相シフト干渉計	76
15. 示差熱天秤	83
16. 熱機械分析装置	88
17. ガウスメータ	94
18. 超伝導量子干渉素子磁束計	98
19. 動的粘弾性測定装置	104
20. 自動複屈折測定装置	111
21. 分光エリプソメータ	117
22. X線・中性子線反射率計	123
23. 飛行時間型二次イオン質量分析装置	128

24. 誘導結合プラズマ発光分光分析装置	134
25. 有機元素分析装置	140
26. 蛍光 X 線分析装置	145
27. 電子線マイクロアナライザ	151
28. オージェ電子分光装置	155
29. グロー放電発光分光分析装置	160
30. 四重極質量分析計	164
31. ガスクロマトグラフ	167
32. フーリエ変換型赤外分光分析装置	178
33. X 線透過試験装置	183
34. X 線回折装置	189
35. 核磁気共鳴装置	196
36. ラマン分光装置	201
37. 電子後方散乱装置	207
38. X 線光電子分光分析装置	214
39. 超音波探傷装置	220

1. 走査型電子顕微鏡

(Scanning Electron Microscope : SEM)

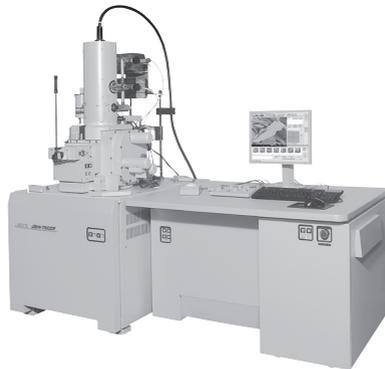


図 1.1 走査型電子顕微鏡の外観

■ 用途

- ・ 電子線による試料表面の高倍率観察
- ・ 真空中での観察

■ 得られるデータ

- ・ 試料表面形状のモノクロ画像
- ・ 試料によっては結晶方位差のコントラストが得られる場合もある。
- ・ 倍率は数十倍～数万倍程度。分解能は 0.5～4 nm 程度。電界放射型電子顕微鏡 (FE-SEM) では数十万倍まで観察可能。

■ 分析できる試料

- ・ 固体材料
- ・ 真空中で破壊、蒸発、分解等せず、水分やガスの放出がないもの。
- ・ 導電性試料が適している。非導電性材料の場合にはコーティングなどの前処理が必要。生体材料などは乾燥させる必要がある。ただし低真空モードが使える SEM であれば非導電性試料をそのまま観察できる。

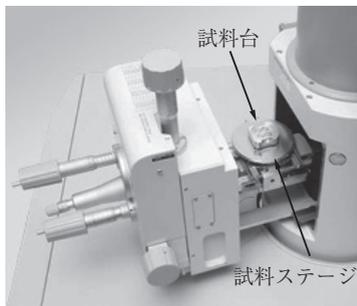


図 1.2 SEM ステージおよび試料台

- ・ 図 1.2 に示すようなステージ上の試料台に乗る電導性の試料なら、ほとんどの場合、そのまま観察できる（おおよそ $\phi 20 \sim 30$ mm くらいまで）。
- ・ 試料にダメージを与えないため、同一の試料を繰り返し観察できる。

■ 原理

【装置構成】

図 1.3 に走査型電子顕微鏡の構成を示すが、大きく分けて鏡筒と試料室からなっている。鏡筒上部に電子銃があり、そこから放出された電子は、高電圧（1～30 kV）に印加された陽極により加速され、電子線となって集束レンズ（コンデンサレンズ）、対物レンズを通り試料に照射する。このとき走査コイルで電子線の照射位置を制御し、試料表面を X, Y 方向

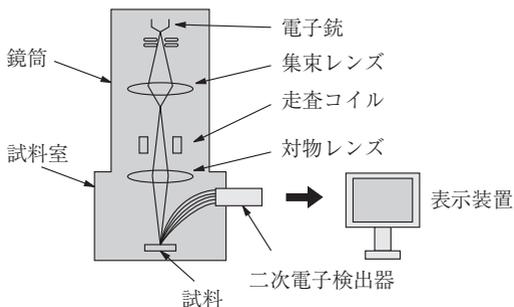


図 1.3 SEM の原理図

に走査する。電子線が試料に当たると電子は試料内部に侵入し、図 1.4 に示すようにそこから二次電子、反射電子、X線、蛍光などが発生する。試料室内に取り付けた検出器で、試料より放出された二次電子や反射電子を検出し、ディスプレイに表示する。

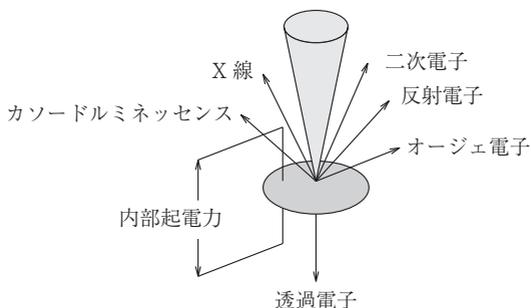


図 1.4 試料に電子線を照射したときに生じる現象

【基本的な原理】

二次電子は電子線が試料表面に入射する際の角度によって発生強度が変わるため、二次電子像は試料表面の微細な凹凸を二次電子の強弱として映し出すことができる。それに対して反射電子は、試料の原子番号の増加に伴い強度が増加するため、それをディスプレイに表示した反射電子像は合金などにおける組成の分布を観察するのに適している。

【鏡筒および試料室】

鏡筒と試料室の内部は電子の減衰を防止するため真空中に保たれている。このため試料は真空中で観察することになり、試料は真空中でガスなど汚染物質が放出されないものでなければならない。

【加速電圧】

電子の加速電圧が高いと電子線をより細く絞ることができるため、分解能が高くなる。その反面、電子が試料内部に深く進入するため、試料のごく表面を観察するのは困難である。

【集束レンズ】

集束レンズ（コンデンサレンズ）の強さを変化させることにより電子線の径を調整することができる。図 1.5 に示すように集束レンズのレンズ作用を強くすると電子線は細くなり、SEM 像の分解能は向上するが画質は粗くなる。一方、集束レンズ作用を弱くすると電子線は太くなり、SEM 像の分解能は悪くなるが画質は向上する。図 1.6 に具体的な画質の違いを示す。

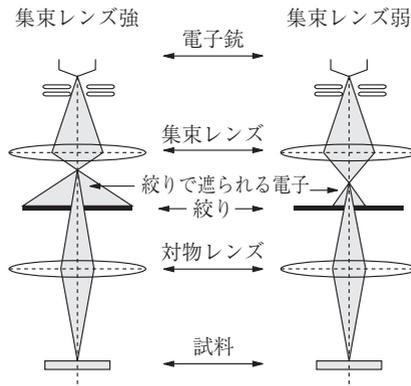


図 1.5 集束レンズの作用

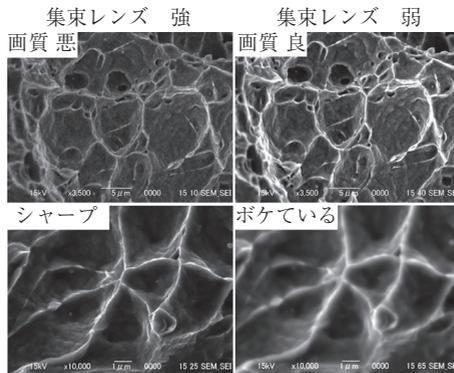


図 1.6 集束レンズの調整例（金属破面）

【X線】

電子が試料に照射されると特性X線も発生する。そこで試料室にX線分析装置（EDSやWDS）を取り付け、その特性X線を分析することにより、試料の元素分析（EPMA）も可能となる。

■ 試料の準備方法

- ① 汚染された試料はアセトンなどで十分にクリーニングする。
- ② 非電導性試料の場合には、試料の帯電（チャージアップ）を防止するため、表面にスパッタコーティングや真空蒸着により金やカーボン薄膜をコーティングする。
- ③ 十分に乾燥させた後、試料室に挿入する。試料は素手で触らないこと。
- ④ 生体試料はタンパク質や脂肪の化学固定を行ったうえで、脱水し乾燥させる必要がある。液体や粘性体は標準では観察できないが、このような試料に対応できる付属装置（Cryo-SEMなど）がある。

■ 操作、データの見方、事例紹介**【二次電子像】**

観察倍率は数十万倍まで見えるので、二次電子像により試料表面のサブ μm レベルの微細な凹凸を観察できる。焦点深度が大きいので、ステージ傾斜を調整すれば、**図 1.7**のように立体的な像も観察できる。この像を

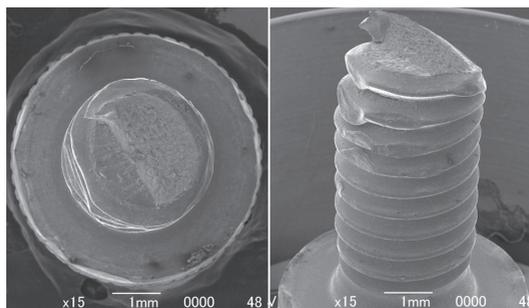


図 1.7 ステージの高傾斜による二次電子像

6 1. 走査型電子顕微鏡

利用し寸法の計測なども可能である。

加速電圧を変えると電子線の試料への侵入深さが変化するので、表面の微細構造が違って見える。特に樹脂など軽元素で構成された試料は変化が大きいので注意が必要である。

【反射電子】

反射電子の強度は試料の平均原子番号に依存するため図 1.8 に示すように、反射電子像は合金などにおける組成の異なる領域の分布を観察するのに適している。明るい場所は暗い場所より平均原子番号が大きい。

結晶方位の違いにより反射電子の強度が異なるため、図 1.9 に示すように、多結晶試料では結晶方位の差をコントラスト（チャンネルリングコントラスト）の差として示すことができる。

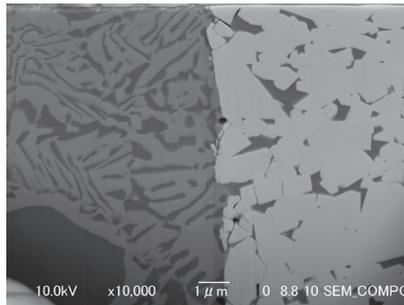


図 1.8 組成の差を示す反射電子（組成）像。
右側は銀ロウ（Ag/Cu 合金）、左側は超硬（WC/Co 合金）

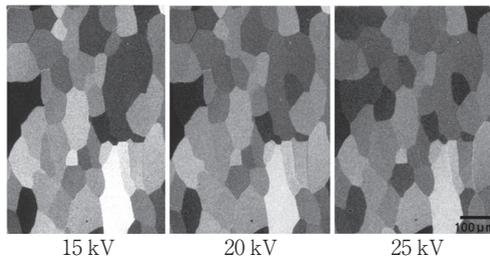


図 1.9 Al 多結晶試料の結晶方位の差を示す
反射電子像（チャンネルリングコントラスト）

機械屋のための
分析装置ガイドブック

Guidebook of Analyzers for Mechanical Engineer

© 一般社団法人 日本塑性加工学会 2012

2012年8月27日 初版第1刷発行

検印省略

編者 一般社団法人
日本塑性加工学会
東京都港区芝大門 1-3-11
Y・S・Kビル 4F
発行者 株式会社 コロナ社
代表者 牛来真也
印刷所 萩原印刷株式会社

112-0011 東京都文京区千石 4-46-10

発行所 株式会社 コロナ社

CORONA PUBLISHING CO., LTD.

Tokyo Japan

振替 00140-8-14844・電話 (03)3941-3131 (代)

ホームページ <http://www.coronasha.co.jp>

ISBN 978-4-339-04626-7 (吉原) (製本：牧製本印刷)

Printed in Japan



本書のコピー、スキャン、デジタル化等の無断複製・転載は著作権法上での例外を除き禁じられています。購入者以外の第三者による本書の電子データ化及び電子書籍化は、いかなる場合も認めておりません。

落丁・乱丁本はお取替えいたします