

エネルギー分散型X線分析装置(EDS)による 軸受け部品の樹脂系すべり面の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 スペクトロスコピー営業本部
編集発行：マーケティング部

NS07001

Key Words

- EDS
- X線元素分析
- バルク試料
- 定量マップ
- 多変量解析
- 主成分分析
- S, Mo, Pb

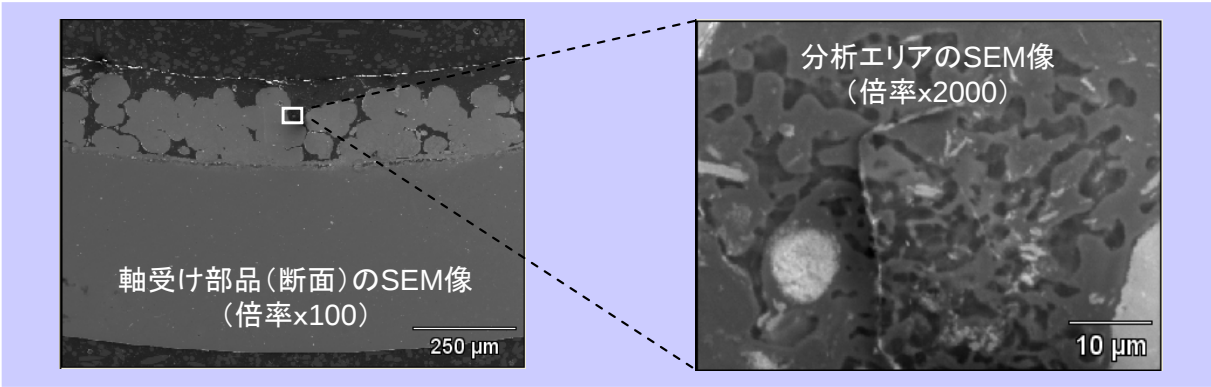
はじめに

軸受け部品の樹脂系すべり面には、その材料特性を向上させる為に、様々な添加物が使われている。今回は、ある軸受け部品について、それらの添加物が、実際どのような形で樹脂中に存在しているのか、EDSを使って分析した。

軸受け部品すべり面（断面）の分析

事前に、WDS(波長分散型X線分析装置)を使った分析に

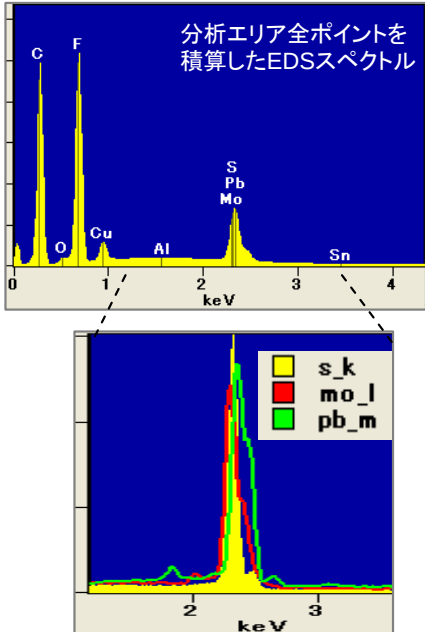
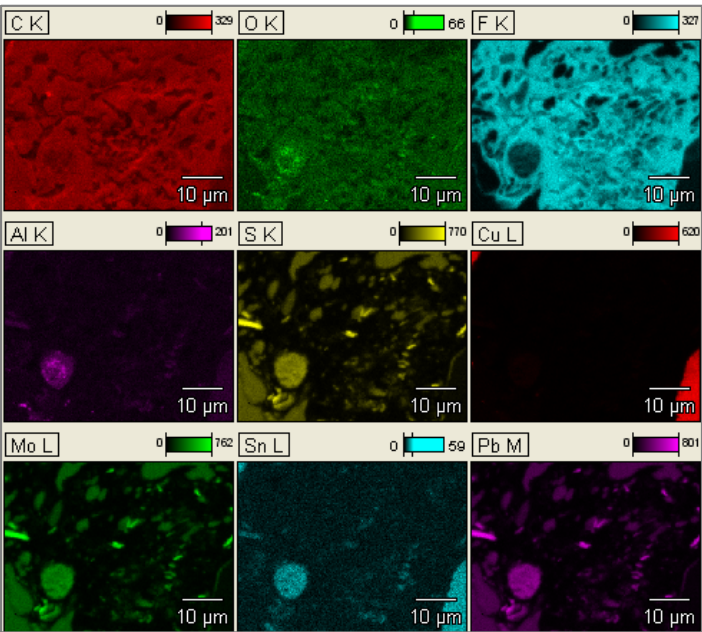
よって、すべり面にはS、Mo、Pbの存在が確認されている。ただし、WDSはEDSと比較して100倍程度の照射電流が必要なので、樹脂系の試料を高倍率で分析しようとする、試料にダメージを与えてしまう。今回は、EDSスペクトルイメージングデータ(256x192)を、加速電圧9kV、分析倍率2000倍の条件で収集した。EDSスペクトルイメージングとは、マップデータの各ポイント毎にスペクトル全体を収集および記録する手法で、収集後にイメージの再処理を任意に行うことができる。



従来のピークカウントマップの結果

最初に、最も一般的に行われているピークカウントマップの結果を下に示す。これは、分析元素の特性X線ピークに相当するエネルギーのX線パルスを直接記録するものである。従来のピークカウントマップでは、試料の分析エリアにS、Mo、Pbが共存する場合、元素の分布状況を特定することは

ほぼ不可能である。なぜなら、加速電圧9kVで収集可能なS、Mo、Pbの特性X線ピークは、右下図のようにきつく重なり合うからである。ピークカウントマップでは、ピーク範囲に相当するX線のカウントをそのまま記録するので、ピークの重なり合う元素のマップ像は、殆ど同じものになってしまう。

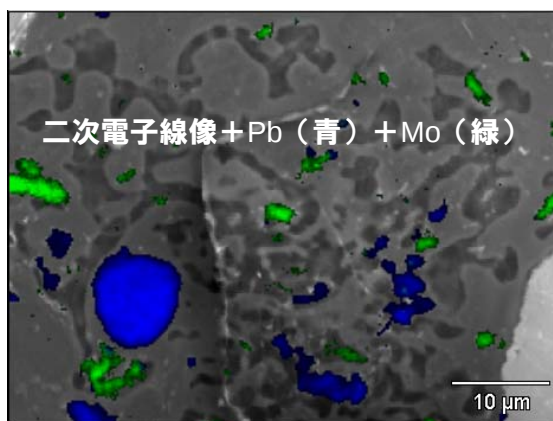
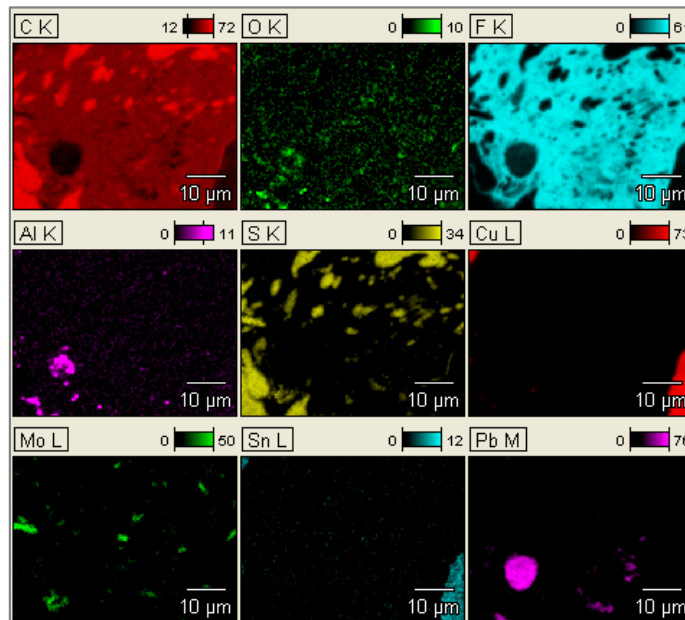


定量マップの結果

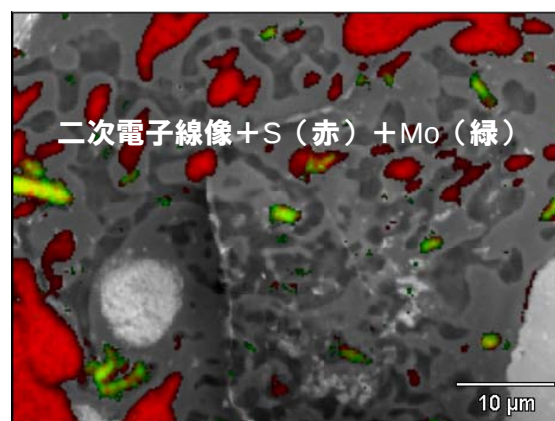
前頁と同一のイメージングデータを、定量マップで処理した結果を右に示す。定量マップの処理を、以下に箇条書きする。

1. デジタルトップハットフィルターを適用し、連続X線バックグラウンドを除去。
2. 各元素の特性X線ピークのリファレンス波形を使ってピーク分離し、純粋なピークネットカウントを抽出。
3. 定量マトリクス補正を行い、各分析元素の定量濃度を、その元素マップ像の輝度として表示。

表示したS、Mo、Pbの定量マップ像からは、お互いの影が消え、各元素のマップが非常に明瞭に分離しているのが分かる。



PbとMoのマップ像を重ね合わせて表示すると、それらが互いに重なっていないことが分かる。

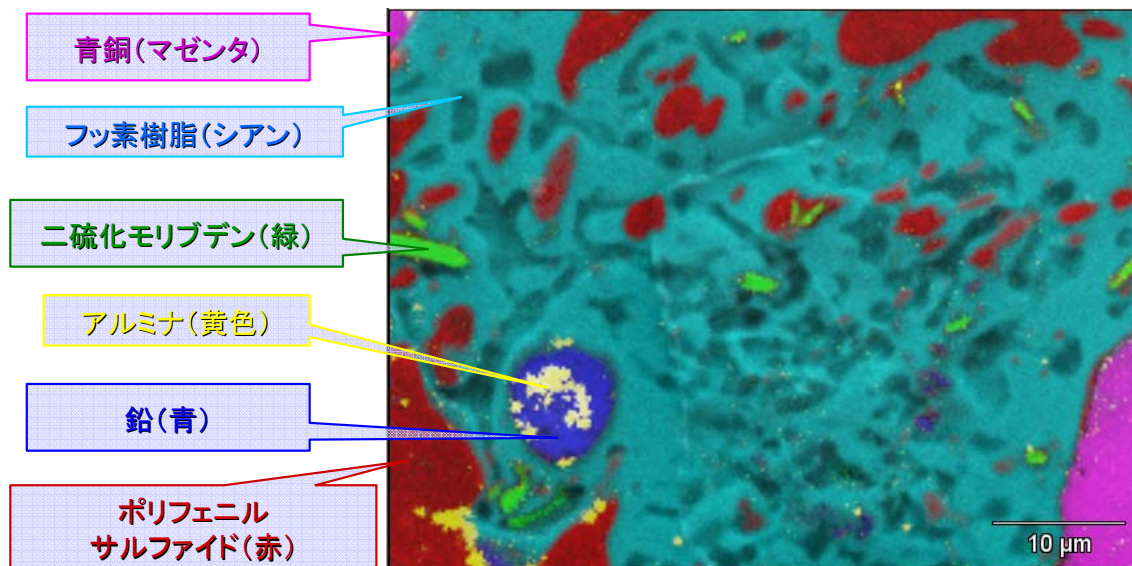


SとMoを重ね合わせて表示すると、SはMoと重なっている部分と、そうでない部分が存在することが分かる。

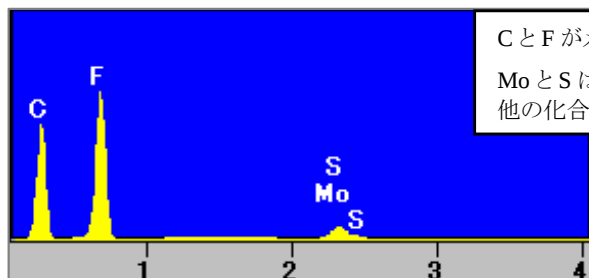
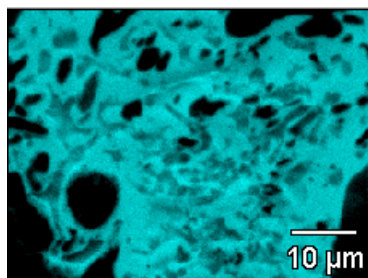
多変量イメージ解析を使った化合物成分マップの自動抽出

EDSシステム NORAN System SIX (NSS) には、定量マップとは別に、多変量解析を使って各主成分のEDS波形とその強度マップを自動抽出するCOMPASSソフトウェアがある。COMPASSは、前情報やパラメータ設定を一切必要とせず、ワンクリックで主成分を自動で抽出する。従って、オペレータによる分析結果の偏りは生じない。

COMPASSは、想定外の化合物成分や、分析エリアに占める面積が比較的小さい成分も自動検出するので、未知試料の分析に、とくに大きな効果を発揮する。下図に、前述のイメージングデータから自動抽出した各化合物成分を重ね合わせたマップを示す。次頁に、各化合物成分の波形とその強度マップを個々に表示した。

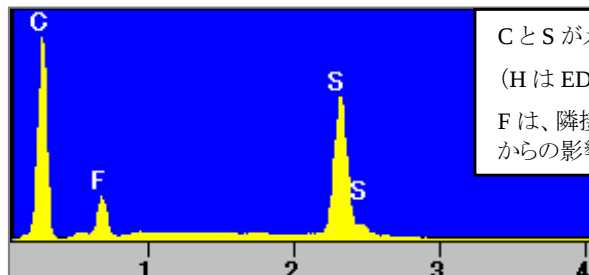
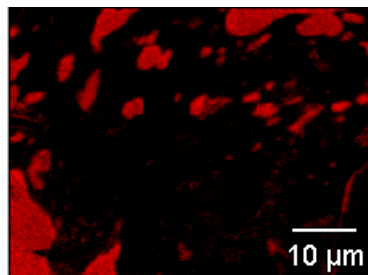


第1主成分: フッ素樹脂



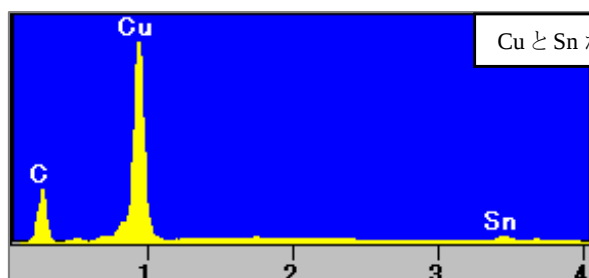
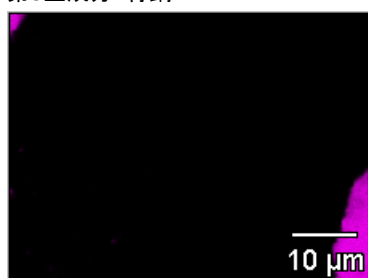
CとFがメイン。
MoとSは、隣接する
他の化合物からの影響。

第2主成分: ポリフェニルサルファイド



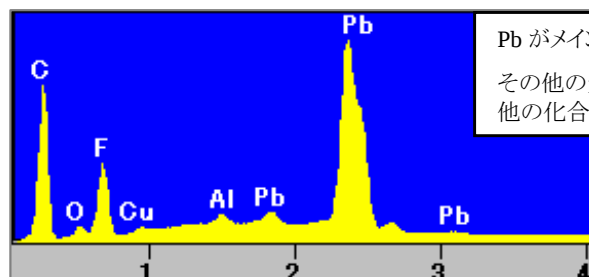
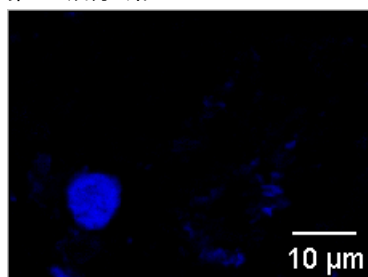
CとSがメイン。
(HはEDSでは検出不能)
Fは、隣接するフッ素樹脂
からの影響。

第3主成分: 青銅



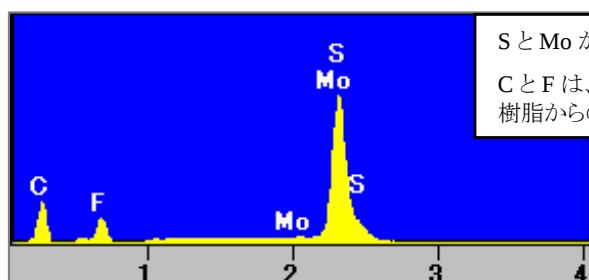
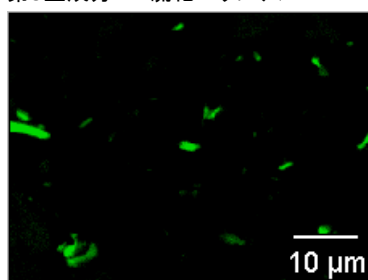
CuとSnがメイン。

第4主成分: 鉛



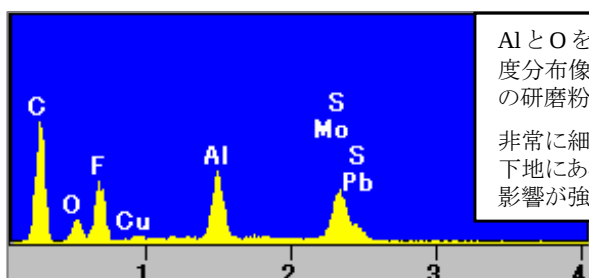
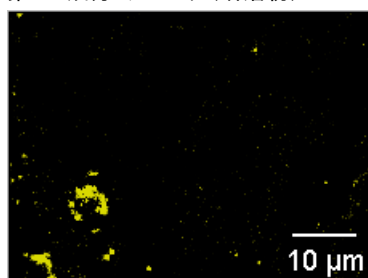
Pbがメイン。
その他の元素は、隣接する
他の化合物からの影響。

第5主成分: ニ硫化モリブデン



SとMoがメイン。
CとFは、隣接するフッ素
樹脂からの影響。

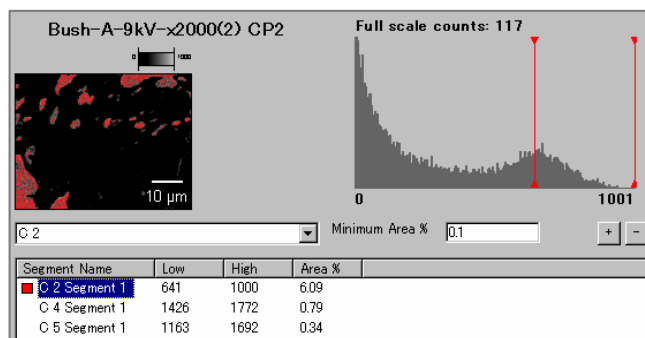
第6主成分: アルミナ(研磨粉)



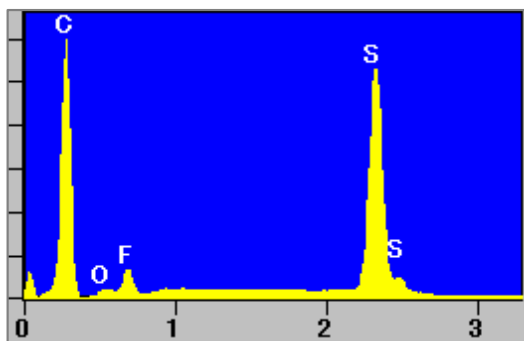
AlとOを含んでおり、その強
度分布像の形状からアルミナ
の研磨粉と特定できる。
非常に細かい粒子なので、
下地にある他の化合物の
影響が強く出ている。

主成分マップを用いた定量分析

NSSには、強度マップを基に、バイナリイメージ(二値化像)を作成し、その箇所の生スペクトルデータを抽出するXphase機能がある。右図にそのインターフェイスを示す。ヒストグラムは横軸が信号強度で、縦軸がピクセル数である。バイナリイメージを見ながら、ノイズを除いたコアの部分を選択することができる。今回の分析ではS、Mo、Pbの特性X線エネルギー値が近接しているため、それらを含む主成分マップから強度の強い箇所のバイナリイメージを作成し、そのエリアの生スペクトルデータを半定量分析した。(カーボン蒸着がされているため、Cの濃度は、かなり高めている。)

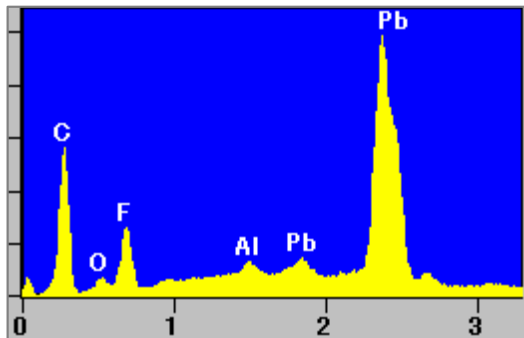


第2主成分: ポリフェニルサルファイドの箇所の生データと半定量の結果



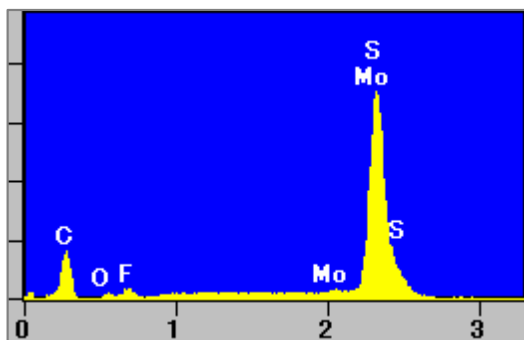
Element Line	Net Counts	K-Ratio	ZAF	Weight %	Atom %
CK	434249	0.418	3.585	66.20	82.26
OK	13998	0.015	3.714	2.39	2.23
FK	52201	0.045	2.407	4.75	3.73
SK	623934	0.490	1.138	24.62	11.46
MoL	29832	0.033	1.417	2.04	0.32
PbM	0	0.000	1.526	0.00	0.00
Total				100.00	100.00

第4主成分: 鉛の箇所の生データと半定量の結果



Element Line	Net Counts	K-Ratio	ZAF	Weight %	Atom %
CK	40407	0.137	1.566	16.56	58.43
OK	4132	0.015	2.098	2.45	6.49
FK	19546	0.059	1.897	8.62	19.24
AlK	5119	0.009	1.051	0.76	1.19
SK	0	0.000	0.816	0.00	0.00
MoL	0	0.000	1.019	0.00	0.00
PbM	190017	0.779	1.191	71.61	14.65
Total				100.00	100.00

第5主成分: 二硫化モリブデンの箇所の生データと半定量の結果



Element Line	Net Counts	K-Ratio	ZAF	Weight %	Atom %
CK	11568	0.104	4.567	30.89	62.53
OK	1049	0.010	3.530	2.34	3.55
FK	2568	0.020	2.377	3.17	4.06
SK	58044	0.425	0.999	27.64	20.96
MoL	41548	0.423	1.246	34.37	8.71
PbM	1609	0.017	1.405	1.60	0.19
Total				100.00	100.00

まとめ

サーモフィッシャーのEDSシステム NSS では、主成分分析による各化合物成分の自動抽出と、Xphaseによる半定量分析結果より、ポリフェニルサルファイド、鉛、二硫化モリブデン

が正確に識別できることがわかった。EDSスペクトルイメージデータを基に相分析を行う場合、多変量イメージ解析は非常に有効な手法といえる。

NS07001

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

スペクトロスコピー営業本部

横浜本社
045-453-9202 (EDS担当)

大阪支店
06-6863-1552

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermofisher.co.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2007 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.