



ULV-SEMによるセラミックス破面の 有機系添加剤の占有率評価

製品中に残る軽元素の分布を、迅速に評価できます。

概要

セラミックス製品の品質確保には、有機系添加剤の残留を防ぐ脱脂工程の適切な管理が重要となっています。しかし、脱脂体内部の有機系添加剤が十分除去されていることを評価することは容易ではありません。

ULV-SEM[†]では、セラミックスの成形体中に含まれる有機系添加剤の分布を高コントラストで可視化し、断面積占有率から脱脂量を迅速に推測できます。

アルミナ成形体の破面分析例

図1(a)、(b)はそれぞれアルミナ成形体の反射電子像です。四角枠で囲った領域のEDXスペクトルを図1(c)に示しています。反射電子像の暗いコントラスト領域は、明るいコントラストの領域に比べて、有機系添加剤に起因するC(炭素)のスペクトル強度が高く検出されています。一方で、明るいコントラスト領域は、暗いコントラストの領域と比べて、アルミナに起因するO(酸素)のスペクトル強度が高く検出されています。このことから、反射電子像で暗いコントラストは有機系添加剤、明るいコントラストはアルミナ粒子であることがわかります。

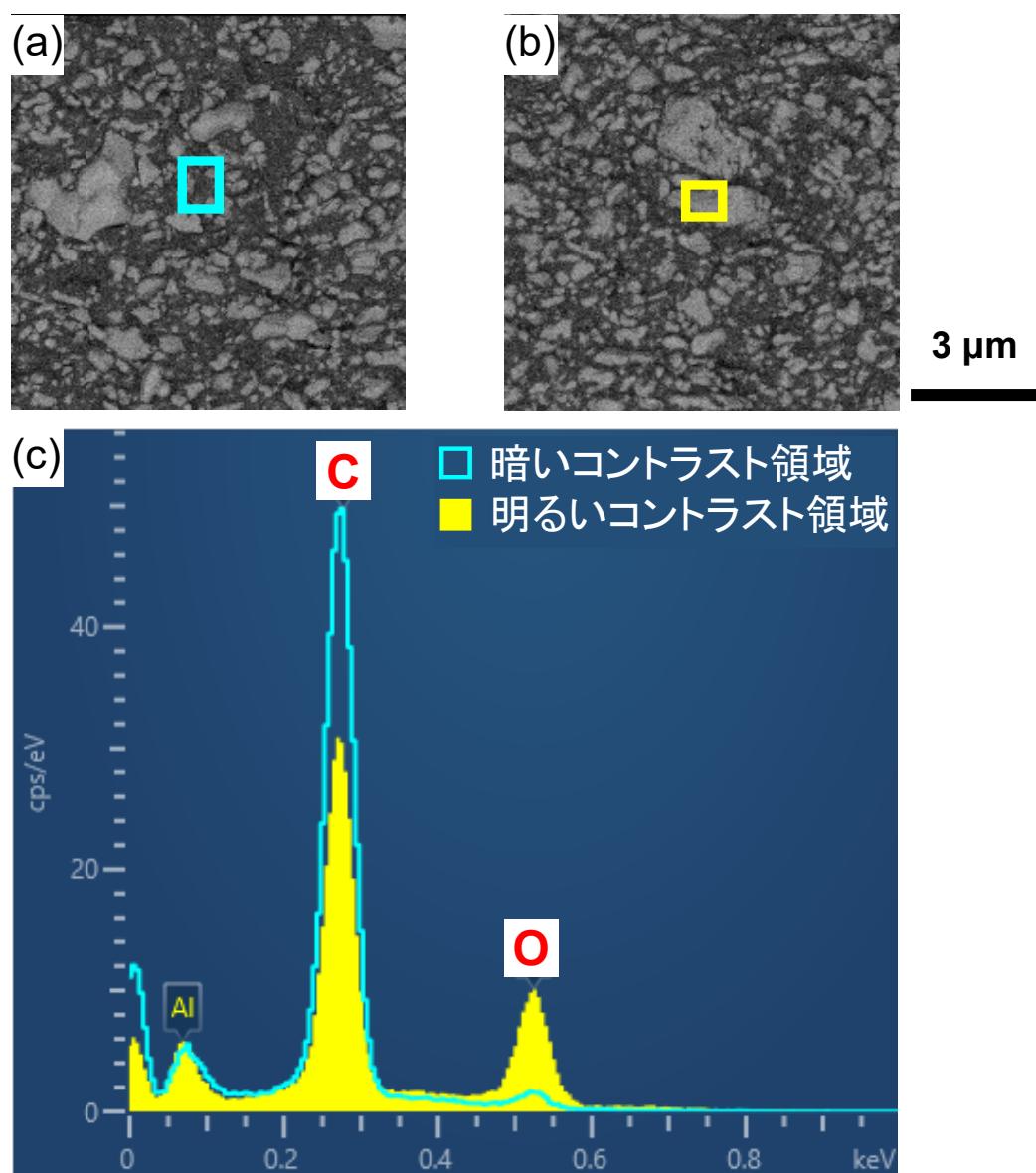


図1 (a)、(b) 反射電子像と(c) EDXスペクトル

† ULV-SEM : Ultra Low accelerating Voltage Scanning Electron Microscope : 極低加速電圧走査電子顕微鏡

脱脂工程の途中で抜き取ったアルミナ成形体の破面を、ULV-SEMにより観察した例を図2に示します。(a)、(b)はともに同一視野(試料1)であり、(a) 加速電圧10kVおよび(b) 500Vの反射電子像です。

(a) 10kVでは、電子線のエネルギーが高いため、電子との相互作用が弱い有機系添加剤を透過し、アルミナ粒子のみが観察されています。(b) 500Vでは、電子線のエネルギーが十分小さく極表面の情報が得られるため、明るいコントラストのアルミナ粒子および暗いコントラストの有機系添加剤を判別できています。

(c)は脱脂工程を進めた成形体(試料2)を500Vで観察した反射電子像です。(d)、(e)はそれぞれ試料1、試料2の反射電子像を二値化処理し、有機系添加剤を緑色で示しています。緑色の面積率(占有率)から、脱脂工程を進めた試料2のほうが試料1よりも多く有機系添加剤が除去されていることがわかります。

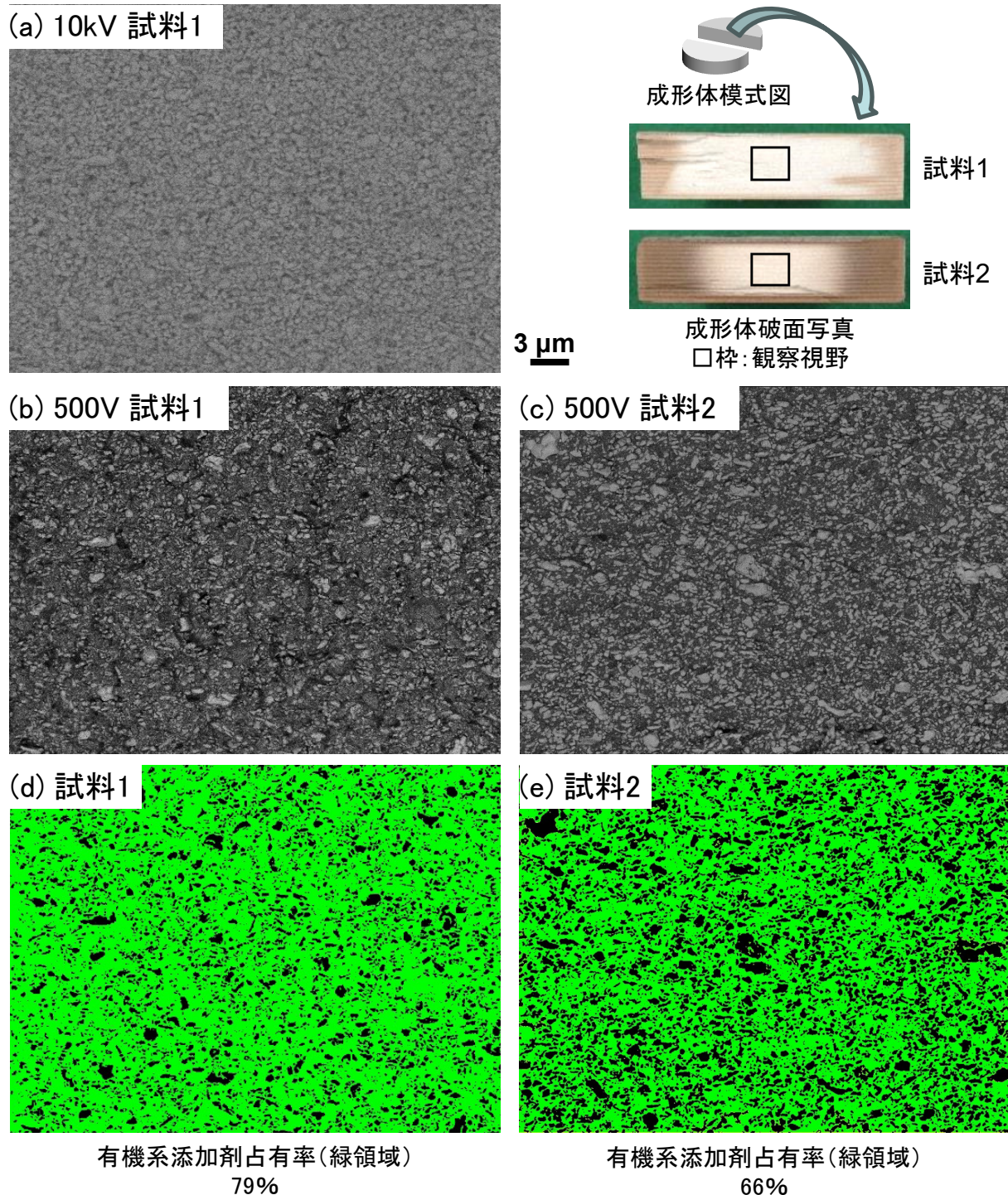


図2 破面画像 (a) : 加速電圧 10kV 反射電子像
(b)、(c) : 加速電圧 500V 反射電子像
(d)、(e) : 二値化画像

