

# SEM-EDS による自動粒子解析サービス

内村 大道<sup>\*1</sup> 露木 徳哉<sup>\*1</sup>  
Uchimura Hiromichi Tuyuki Naruya

当社は SEM-EDS を用いた自動粒子解析システムを導入した。本システムでは、数千～数万個という大量の粒子の形状情報および元素組成を自動で計測することが可能である。本稿では、粒子解析の概要や分析までの流れ、実際の分析例について紹介する。

キーワード：粒子解析、ISO16232、清浄度、摩耗、介在物、SEM、EDS

## 1. はじめに

自動車業界では、エンジン、ミッション、ブレーキ、ステアリング等の流体部品の高性能化に伴いクリアランスや噴射孔等が小さくなっている。これにより流体内に混入した粒子(コンタミ)がしゅう動部に噛むことによるスティックやバルブの目詰まりが起きたり、ノズルやフィルタが閉塞する等の不具合が問題となってきた。特に、欧州では VDA19.1-2015<sup>(1)</sup> および ISO16232<sup>(2)</sup> の規格に基づいた、流体部品へのコンタミ付着量の管理(清浄度管理)が実施されている。日本でも、最近この動きに追従し流体部品の清浄度管理を検討・実施する会社が増えてきている。清浄度管理においては、部品の製造時のどの工程からコンタミが発生しているかを把握し工程改善・管理を行うことが重要である。コンタミの発生由来を特定するためにはコンタミの元素組成・形状(粒子状なのか粉状なのかなど)を把握する必要があり、そのためには走査型電子顕微鏡(SEM)とエネルギー分散型 X 線分光分析(EDS)による観察・分析が有効である。しかし、手動による観察・分析で

は時間・コストともにかかるため、自動観察・分析が必要である。

このような背景を受け、当社では SEM-EDS による自動粒子解析システムを導入した。本システムでは、 $\phi 45\text{mm}$  の範囲に存在する長さ  $10\mu\text{m}$  以上の粒子(1万個)の計測を8時間程度(計測条件により時間は変化)で実施可能である。

## 2. 粒子解析の手順

図1に装置の外観を示す。粒子解析に用いる SEM-EDS 装置は、電界放出(FE)型 SEM に EDS 検出器を取り付けた構造となっている。FE 型 SEM はタングステン(W)フィラメント型 SEM と比較して高分解能である。さらに、ショットキー型電子銃を採用しているため、FE-SEM の中でもビームが安定しており、長時間の計測が可能である。

粒子解析にあたっては、一般的には粒子をフィルタ上に捕集し、フィルタごと装置に導入して計測をする。図2に、試料採取から分析までのフローチャート(清浄度分析の例)を示す。手順は以下の4段階に分かれる。

\*1：計測事業部 材料試験部



図1 粒子解析に用いる SEM-EDS 装置

- ①異物の採取
- ②フィルタでの異物の捕集
- ③SEM-EDS 分析
- ④結果の出力

## 2.1 異物の採取

清浄度を計測する場合は、対象となる部材に対して純水等を用いたかけ流しや超音波洗浄を実施し、表面に付着した異物粒子を回収する。汚染物質の少ない洗浄液や器具を用い、計測したい異物のみを回収する必要がある。潤滑油中の摩耗粉や原料粉末を一部採取して計測に用いる場合は、対象となる油や粉体をよく攪拌、縮分して母集団と相違がないように採取することが重要となる。

## 2.2 フィルタでの異物の捕集

この工程は、精度のよい計測のために最も重要である。粒子同士が凝集した状態では、複数の粒子を一つの塊として認識してしまい、誤った形状および組成情報が得られることになる。個々の粒

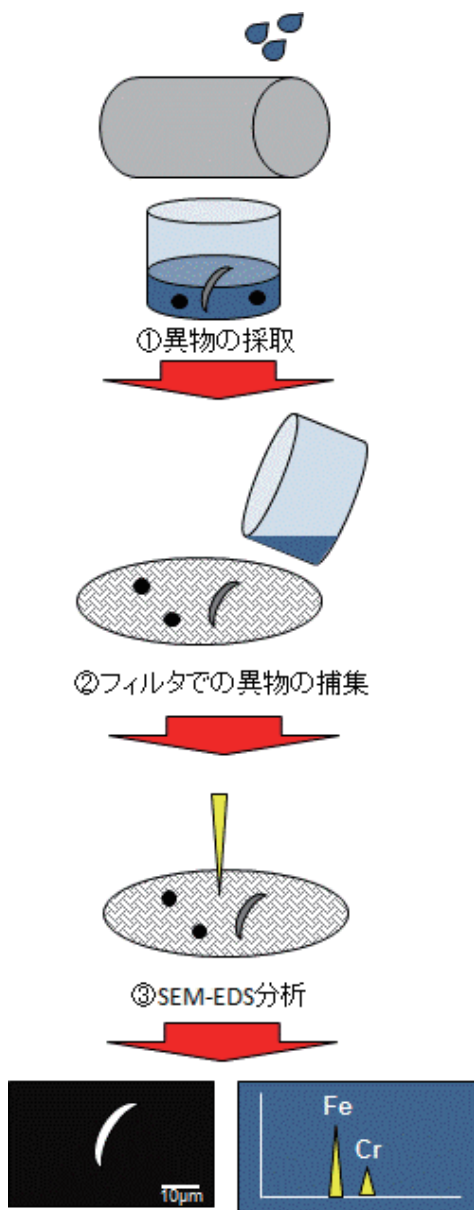


図2 分析のフローチャート

子を正確に計測するには、粒子を分散させてフィルタ上に捕集する必要がある。また、フィルタ上に粒子を捕集する際は、周辺環境から汚染物質が混入しないよう、使用する器具類に注意が必要である。

### 2.3 SEM-EDS 分析

粒子を検出するにあたって反射電子像の輝度を調整する。本システムは粒子を輝度で検出するため、ベースとなるフィルタとフィルタ上の粒子の輝度差が大きくなるよう調整する必要がある。計測は、一定の倍率でフィルタ上の指定した範囲を連続撮影し、1 視野ごとに粒子を検出して分析する。そのため、計測時間は計測範囲や倍率で大きく変化する。計測時間と要求精度から、最適な計測条件を設定することが重要となる。

### 2.4 結果の出力

粒子の面積や寸法、アスペクト比（縦横比）等の形状に関する情報や、組成情報を出力する。各粒子の個別データ（粒子画像含む）および数千～数万個の粒子のヒストグラム等を出力可能である。また、検出された粒子はクラス（サイズおよび成分）ごとに分類可能で、ISO16232 に準拠したクラス分け設定で結果を出力することができる。

## 3. 分析例

### 3.1 模擬摩耗粉試料の作製

模擬試験として、摩耗粉試料を作製した。SUS304 および純 Cu の板材を、SiC 耐水研磨紙で研磨した。研磨後の板材から、純水のかけ流しにより付着した粒子を回収した。回収した粒子を分散処理した後、メンブレンフィルタに捕集し、計測用のフィルタ試料とした。

### 3.2 計測条件設定

計測条件は、計測したい粒子サイズや解像度により、適切に設定する必要がある。本試験では、下記の条件で計測を実施した。

- ・ 計測倍率：150 倍
- ・ 計測面積：約  $\phi 20\text{mm}$

- ・ 計測視野数：800 視野
- ・ 計測粒子サイズ：長径  $10\mu\text{m}$  以上

### 3.3 結果の出力

解析にあたって、Fe が強く検出された粒子を「SUS」、Cu が強く検出された粒子を「Cu」、Si が強く検出された粒子を「SiC」としてクラス分けした。図 3 にフィルタ上の粒子分布マップを示す。クラスごとに色分けしており、黄色が SUS、赤色が Cu、青色が SiC の粒子であることを示している。クラスごとの分布に偏りはなく、均一に分散しているようすが確認できる。最大長  $10\mu\text{m}$  以上の粒子を、計 8454 個検出した。

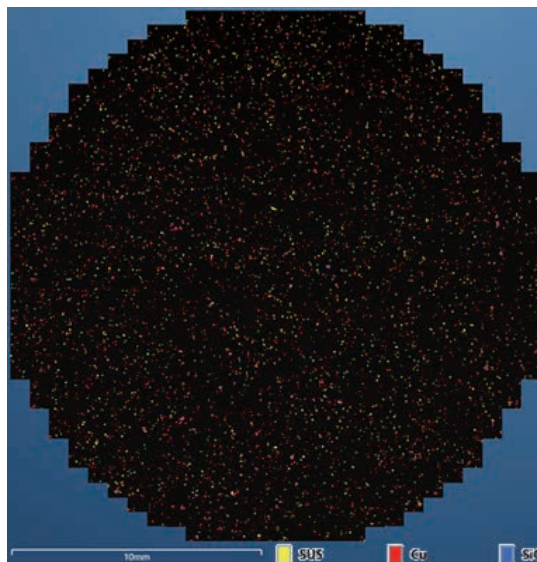


図 3 フィルタ上の粒子分布マップ

クラスごとの粒子数を表 1 に示す。SUS および Cu 材由来の粒子が大半を占めたが、研磨紙由来の SiC も検出した。

表 1 クラスごとの粒子数

クラス	SUS	Cu	SiC
粒子数 [個]	3090	4605	62

図4に、各粒子の面積に対するアスペクト比をプロットした散布図を示す。SUS および Cu とともに、面積が大きくアスペクト比が小さい粒子や、面積が小さくアスペクト比が大きい粒子等、さまざまな形状の粒子が存在することがわかった。

個別の粒子解析事例を図5に示す。散布図から任意に選んだ1粒子の結果であるが、この粒子の形状は切粉状であった。また、成分はFe、Cr、Niが強く検出されており、SUS材であることがわかった（濃度はフィルタ成分であるC、Oは除外して計算している）。

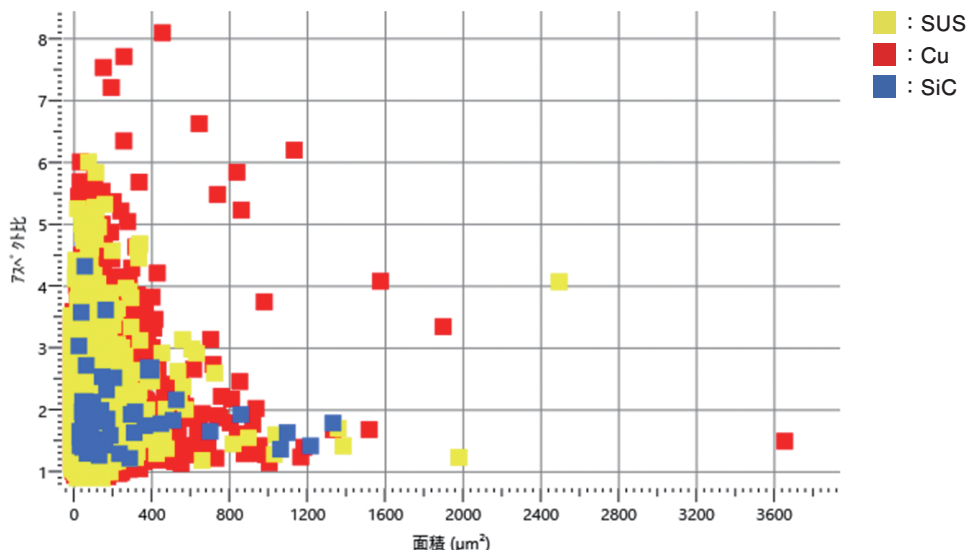
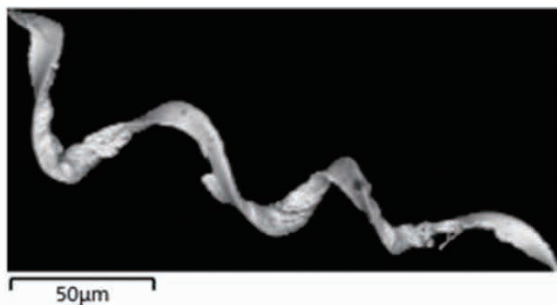


図4 粒子面積に対するアスペクト比散布図



面積 ( $\mu\text{m}^2$ )	2493.255
アスペクト比	4.073
幅 ( $\mu\text{m}$ )	52.513
方向 ( $^\circ$ )	154.688
ECD ( $\mu\text{m}$ )	56.343
長さ ( $\mu\text{m}$ )	213.889
外周 ( $\mu\text{m}$ )	609.92

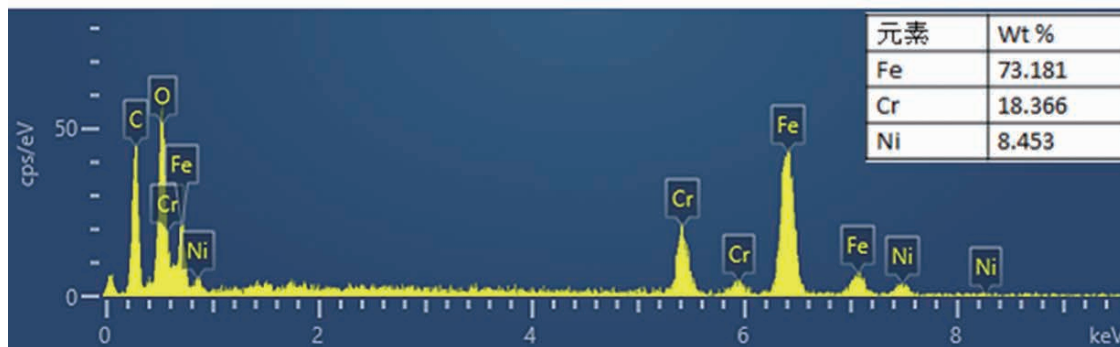


図5 個別粒子解析事例

#### 4. 自動車部品清浄度検査以外の分野への応用

溶射や3D造形などの粉末を使うプロセスでも、原料粉末中の粗大粒子や異物粒子の存在により被膜や造形に品質上の問題が発生することがある。本システムにより、数千～数万個の粉末中に数個程度しかない粗大粒子や異物粒子を検出することが可能である。

また、鋼の断面試料に応用すれば、鋼中の非金属夹杂物の数、寸法、成分を自動で広範囲に計測することができる。

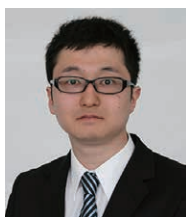
さらに、一般的なしゅう動部を有する機械において、潤滑油の定期検査は機械における健康診断と言われるほど重要である。その際に発見された潤滑油中の摩耗粉・異物等に対し、一般的にはフェログラフィ分析や SOAP 分析が行われる。しかし、フェログラフィ分析は粒子の形状情報は得られるが組成はわからず、SOAP 分析は全体の組成情報は得られるが形状や個別粒子の組成はわからない。そのため、どのような形状の粒子がどのような成分で構成されるかを1度の計測で明らかにすることのできる本システムの適用が有効である。

#### 5. まとめ

模擬試料分析例で示したように、粒子全体としての解析のみならず、特徴的な粒子を個別に抽出し確認することができる。また、形状の出力パラメータは一般的な画像解析ソフトの粒子解析機能におけるパラメータを網羅しており、クラス分け設定も任意の条件で設定可能であるため、目的に合わせた解析を行うことができる。異物の混入による不具合や摩擦・摩耗によるトラブルの低減対策を実施する上で、非常に有効な手法である。

#### 参考文献

- (1) VDA19.1-2015 : Quality Management in the Automotive Industry
- (2) ISO16232 : Road vehicles -- Cleanliness of components and systems



計測事業部  
材料試験部  
内村 大道  
TEL. 045-791-3519  
FAX. 045-791-3542



計測事業部  
材料試験部  
露木 徳哉  
TEL. 045-791-3519  
FAX. 045-791-3542