

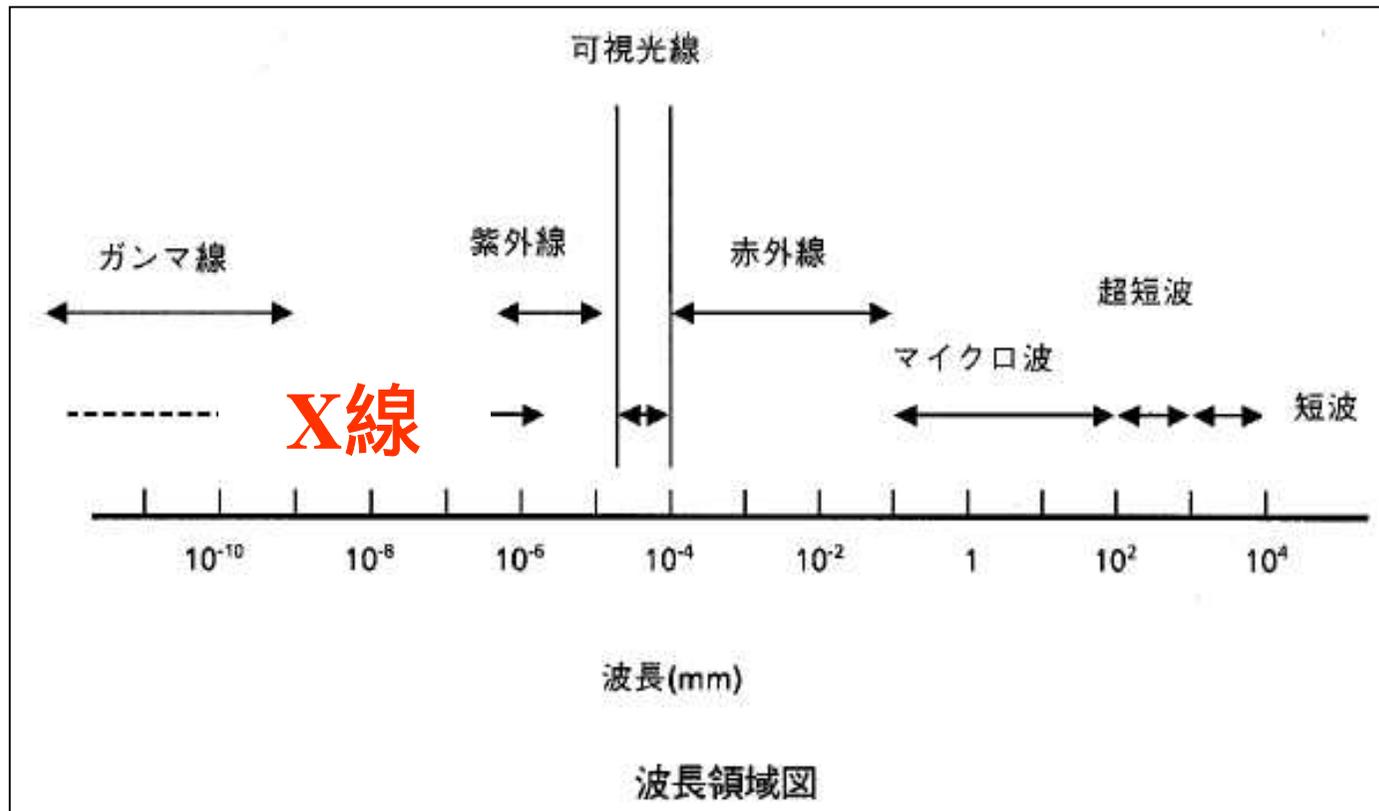
蛍光X線分析の概要

2006.01

アワーズテック株式会社

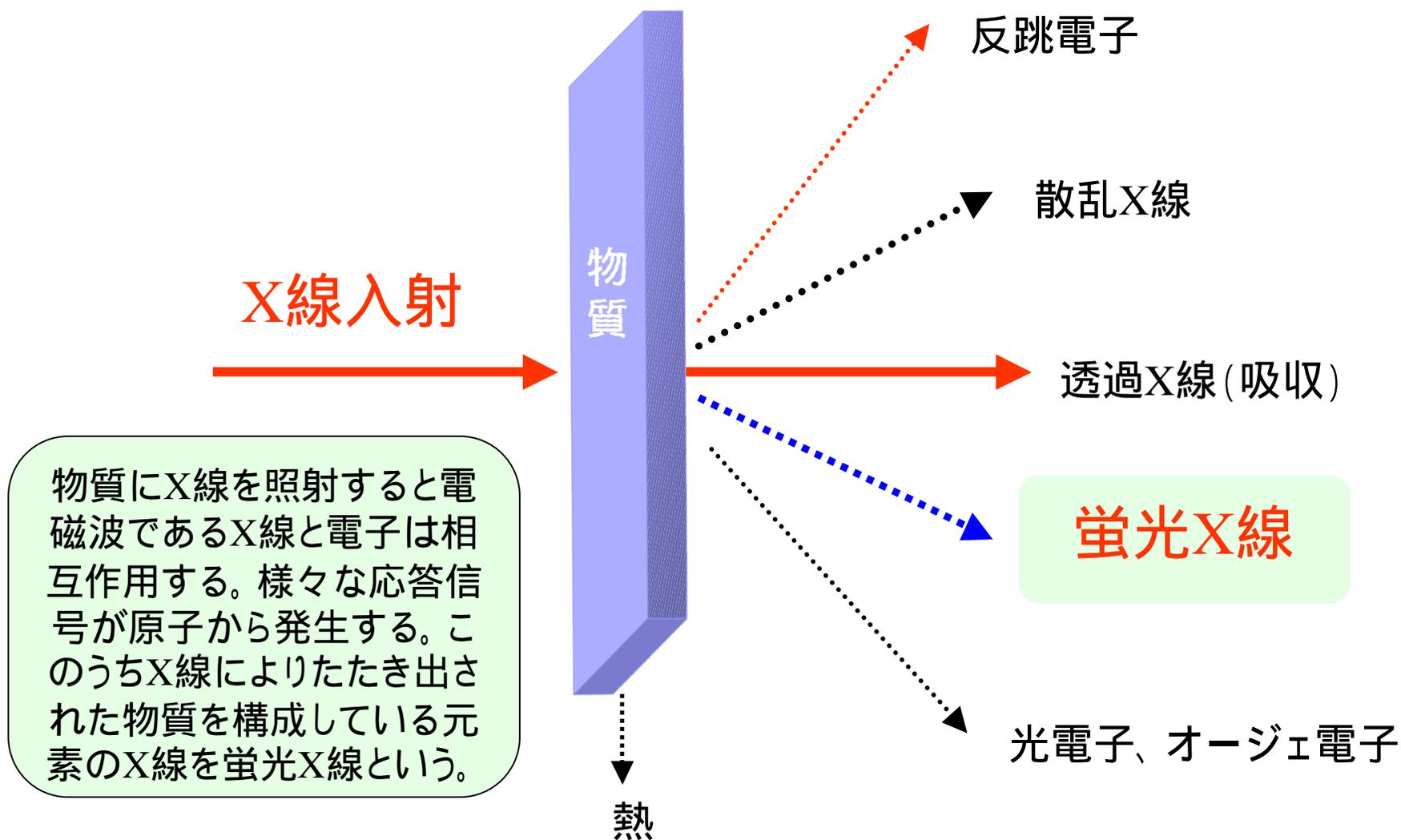


X線のエネルギー

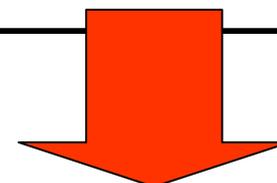


X線は電磁波の一つで可視光線や紫外線に比べ短い波長を有している。波長と光子エネルギーは反比例するのでX線のエネルギーは可視光線や紫外線に比べると高い。

X線と物質の相互作用

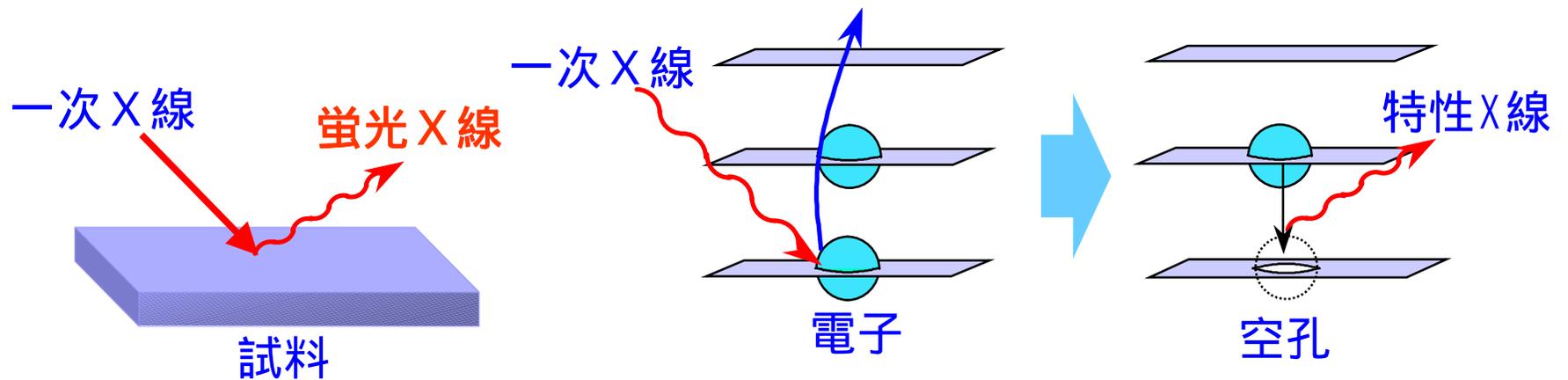


性質	使用例
物質を透過する。その際物質を構成する元素により吸収することもある。	レントゲン撮影 手荷物検査など。
物質を構成している元素のX線をたたきだす。(励起)	蛍光X線分析



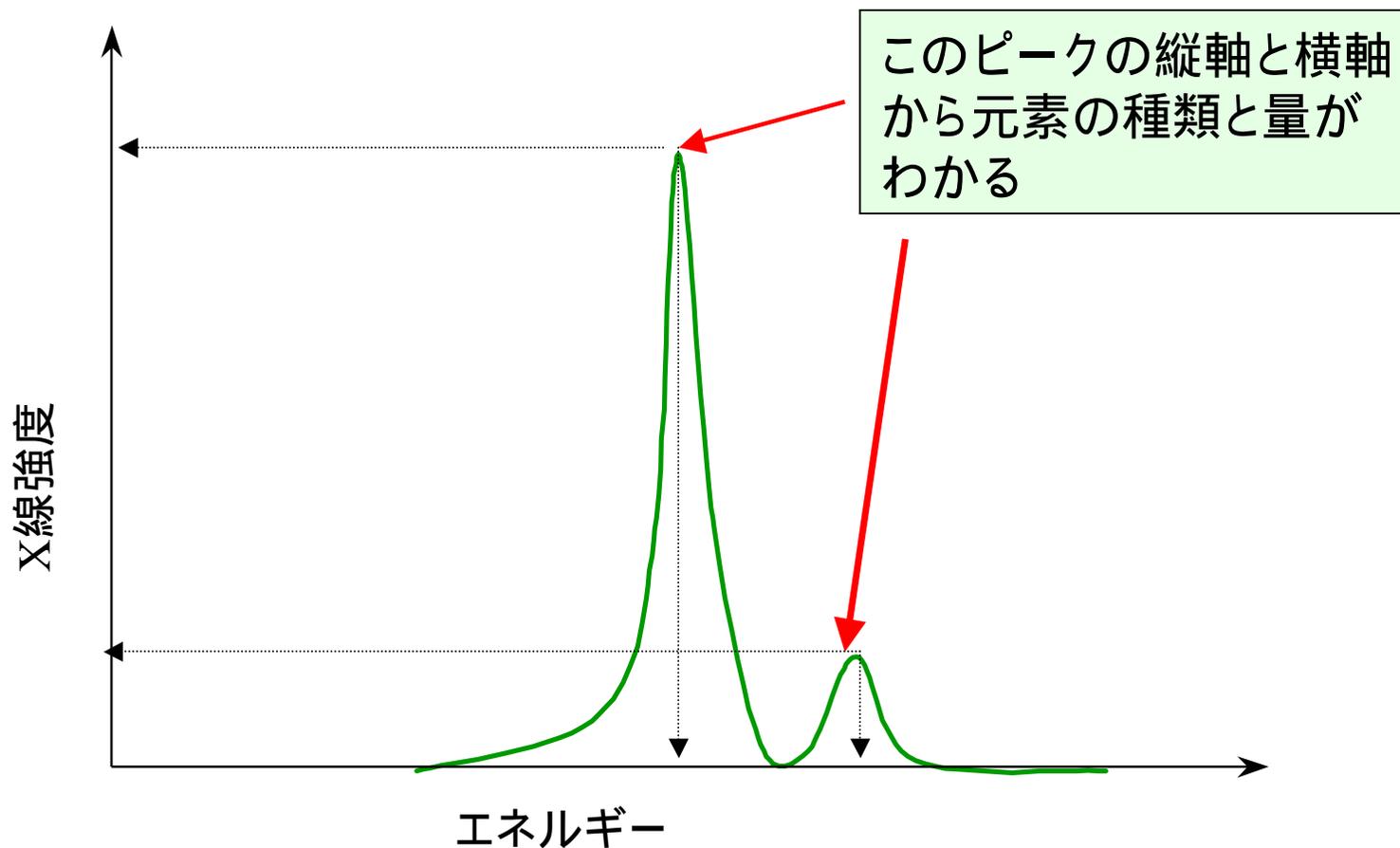
- ・ 蛍光X線は**元素固有のエネルギー (波長)**を持つ
- ・ X線エネルギーを分析し**試料の材料・量を特定**

蛍光X線の原理



一次X線を試料に照射するとX線のエネルギーによって電子がはじき飛ばされ、原子は励起される。そこに外殻電子が落ち込み、そのエネルギー差に相当する蛍光X線が放射される。このとき発生する蛍光X線は元素に固有のエネルギーを持っているため定性分析ができる。また、蛍光X線の強度から定量分析もできる。

強度から元素量が解る



エネルギーは元素によって固有の値を持つ

定性分析

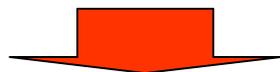
分析対象試料が**どのような元素によって構成されているか**調べる操作。測定後のスペクトルからコンピュータによりピーク値を割り出し、ピーク値を元にデータベースに記録されている既知特定X線データと照合し元素を特定する方法。

定量分析

試料を構成している**元素がどの程度の割合(濃度)で含まれているか**、調べる操作。元素濃度の明らかな標準試料の特性X線と未知試料の特性X線強度とを比較することにより実現。

マトリックス効果

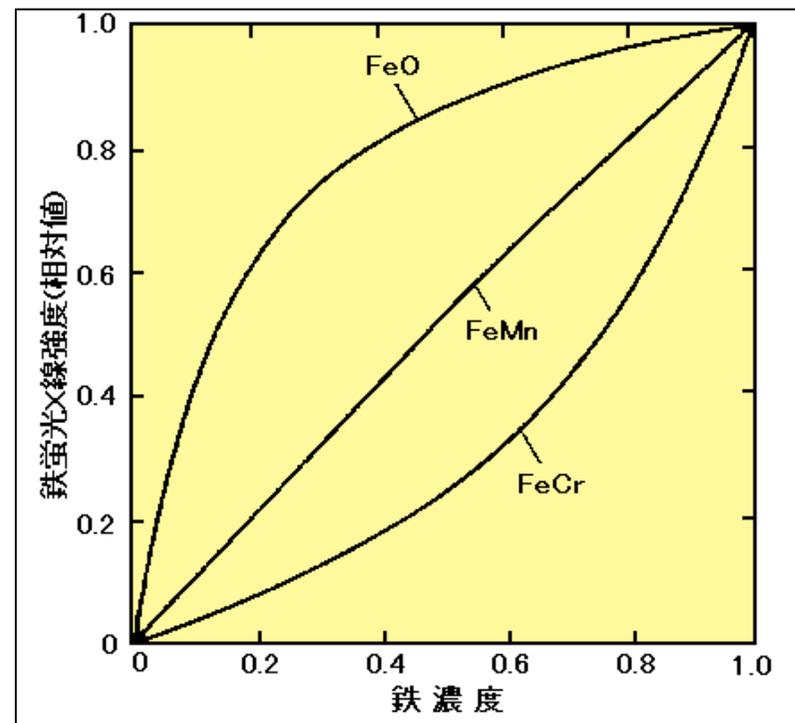
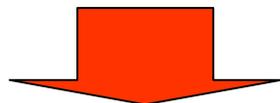
蛍光X線強度は濃度(元素量)に比例するが必ずしも直線関係が得られる訳ではない



鉄の蛍光X線強度と濃度の関係を共存する元素を変えて示すと右のようになる



蛍光X線強度は共存元素、特に主成分元素の影響を受ける。(マトリックス効果)



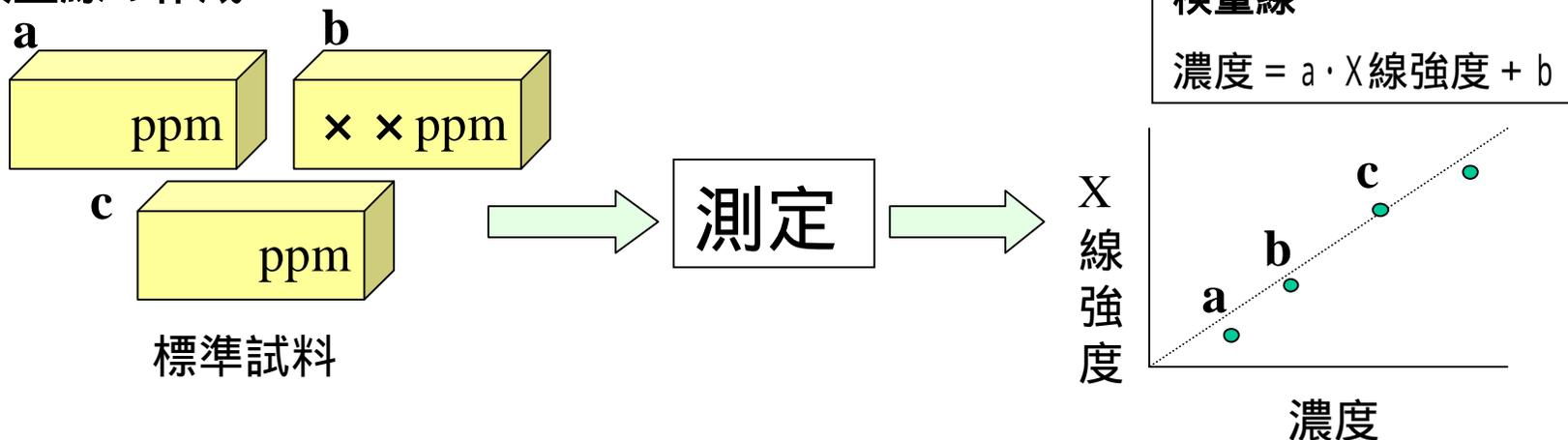
例:鉄の蛍光X線強度と濃度の関係

検量線法による測定の実必要性

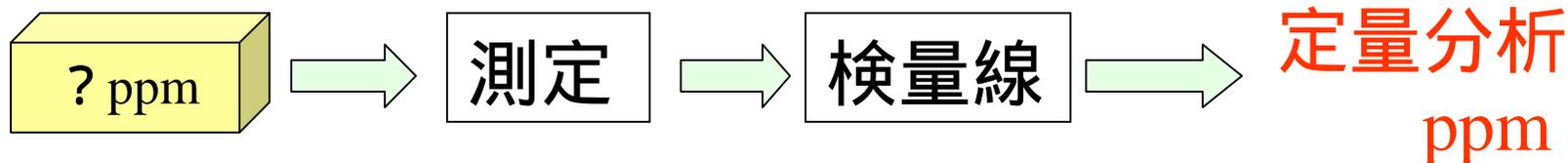
検量線法とは？

標準試料を測定しX線強度と濃度の関係を求め未知試料を分析する方法。検量線作成に用いる標準試料と測定対象となる試料は共存成分が大きく変らないことが条件となり検量線は作成に使用した標準試料の濃度範囲内(内挿)で適用される。

検量線の作成



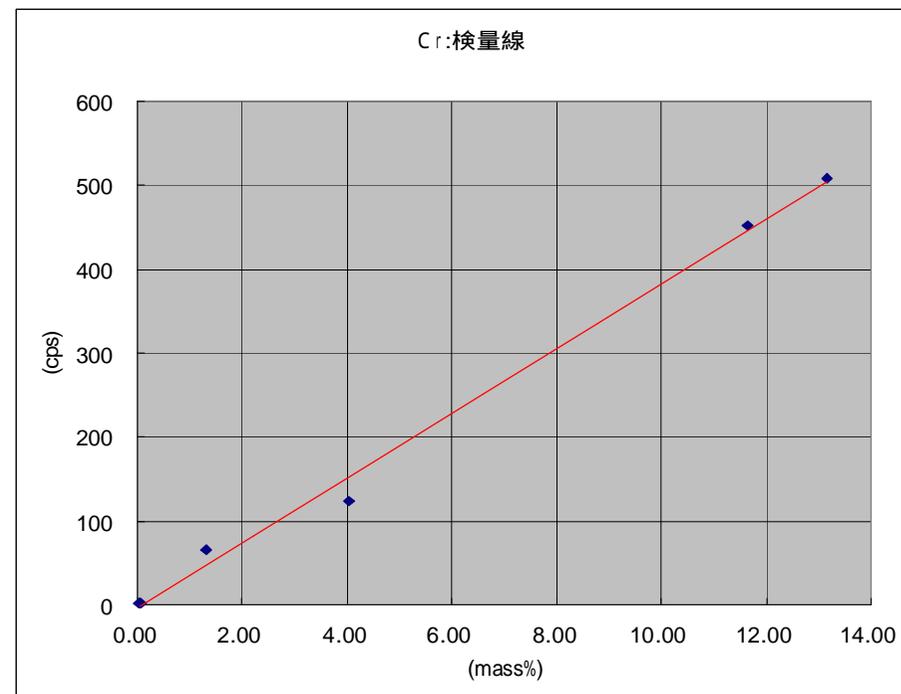
未知試料の分析



検量線例



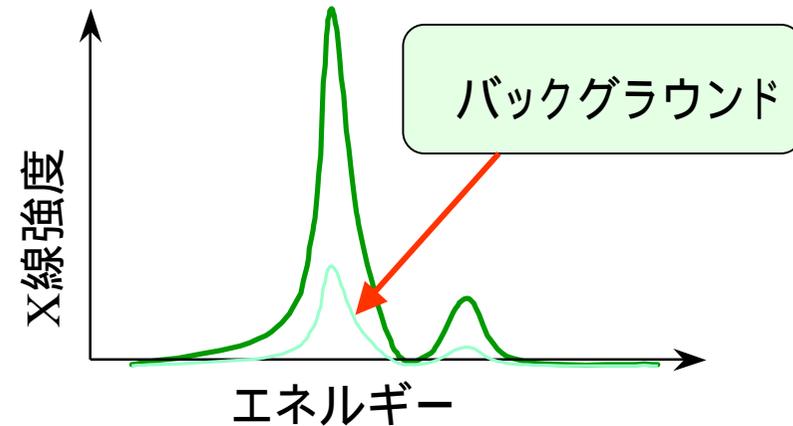
Cr		分析誤差	(分析誤差) ²
mass%	cps		
11.65	451	-0.075	0.006
0.05	2	-0.071	0.005
0.08	1	-0.015	0.000
0.02	2	-0.101	0.010
4.04	124	0.766	0.587
13.16	509	-0.064	0.004
1.31	65	-0.439	0.193
検量線定数(a,b)		(分析誤差) ² 総和	0.805
0.02584	0.06965	正確度(n-2)	0.401



例: ステンレス中のCrの検量線

バックグラウンドとフィルター

プラスチックのように軽元素主成分の試料にX線を照射すると入射X線が散乱される。**この散乱X線(コンプトン散乱)をバックグラウンドという。**バックグラウンドは蛍光X線とは無関係に観測されるX線であるため微量物質検出の妨げとなる。

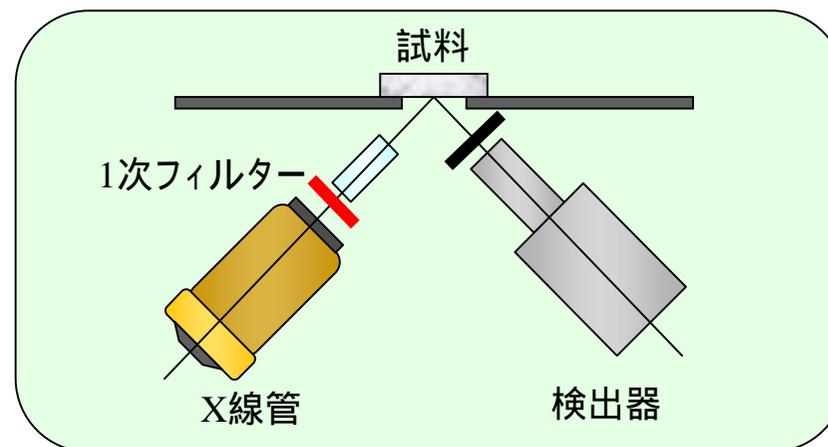
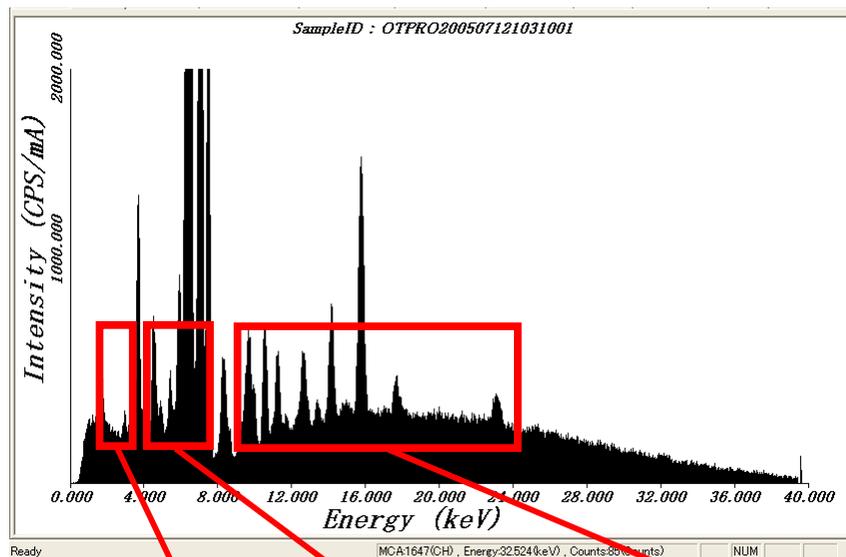


スペクトルのピークとバックグラウンドの比が大きいほど低濃度の検出が可能

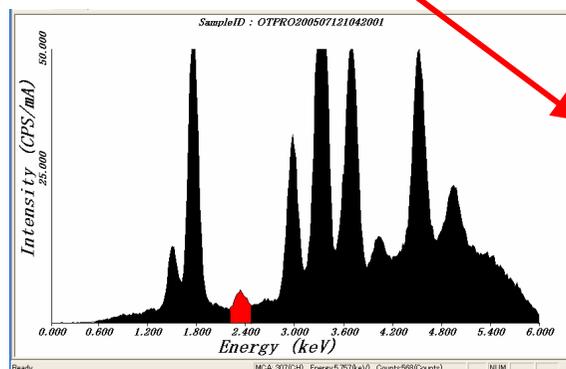
X線管球と試料の間にフィルターを入れバックグラウンドの原因のX線を低減し照射

高感度化が図れる！

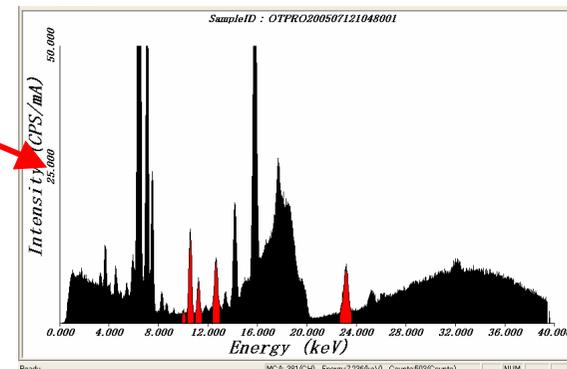
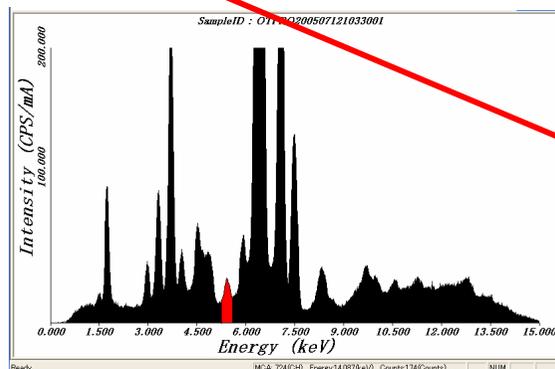
1次フィルターによる効果



1次フィルタとは、バックグラウンドを下げて目的元素スペクトルを強調し、検出下限を下げる



SEMモード

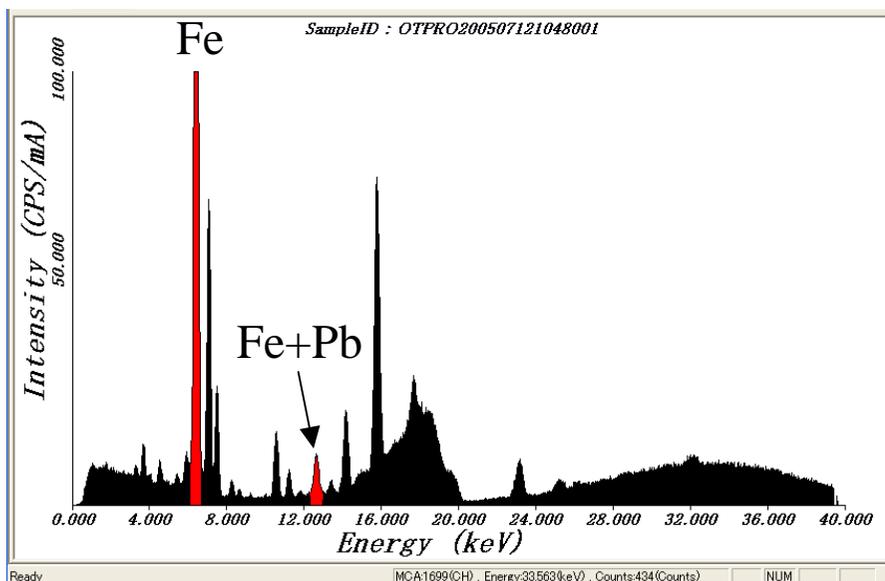
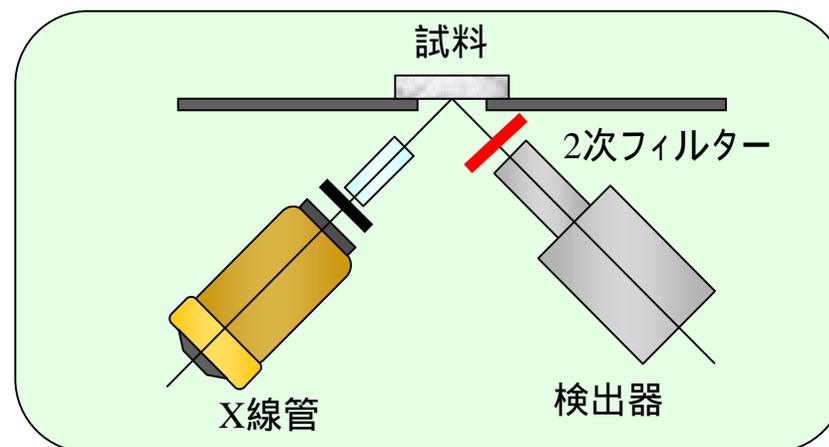


As, Pb, Hg, Cdモード

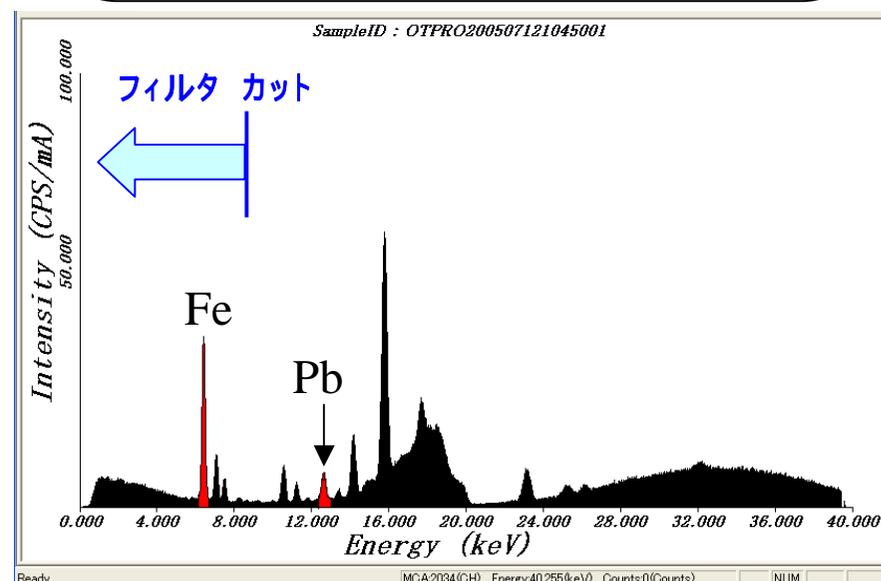
2次フィルターによる効果

2次フィルターを用いることによって共存元素によるピークの重なりを補正

例えば、土壌の場合、Fe-ka線のサムピークがPb-Lb線に重なる



2次フィルター無



2次フィルター有

蛍光X線分析と他の分析（比較）



	蛍光X線分析	原子吸光・ICP法
測定法	非接触・非破壊	破壊
対象試料	液体・粉体・固体	水又は溶液
定性分析(再現性)	可能	不可能
操作熟練度	不要	必要

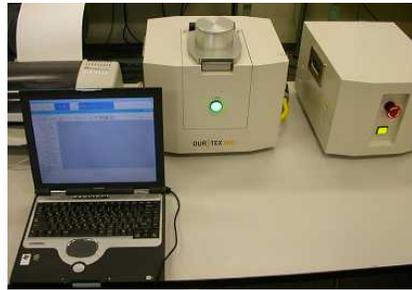
1. 試料の形状、状態を選ばない（大型試料、液体、固体）
2. 非破壊検査（検査後の試料保管可能・文化財測定可能）
3. 試料の前処理が簡単（化学的前処理不要）
4. 多数の元素の同時分析可能
5. 短時間測定で高感度（通常100秒で数 P P M ）
6. 省エネタイプ（液体窒素、冷却水不要、A C 1 0 0 V ）
7. 操作简单（報告書作成サポート機能付）
8. 届出だけで取扱資格不要（一部機種は除く）
9. 小型、軽量、可搬で簡易、迅速測定が可能！
10. 現場分析・スクリーニングに最適！！

エネルギー分散型蛍光X線分析装置の利用分野



1. 環境	<ul style="list-style-type: none">・ 土壌中の有害重金属などの元素分析・ 焼却灰、産廃、排水、塵埃、汚泥などの分析
2. 電子材料	<ul style="list-style-type: none">・ 電子部品の有害重金属の測定・ 半導体、電子部品メッキ等の膜厚測定
3. 化学	<ul style="list-style-type: none">・ 化学原材料の元素分析・ 触媒、オイル、顔料などの元素分析
4. 高分子	<ul style="list-style-type: none">・ プラスチック中の成分分析・ セラミック、セメント、ガラスなどの成分分析
5. 資源	<ul style="list-style-type: none">・ 鉱石の探査、鉱物、岩石、土壌、リサイクル材の分析・ 果樹・植物葉の分析
6. 鉄鋼非鉄	<ul style="list-style-type: none">・ 精錬スラグの分析・ ハンダ・合金・非鉄金属、貴金属の不純物分析
7. 機械	<ul style="list-style-type: none">・ 素材、部品材料の判別分析・ 多層膜厚の測定
8. 文化財他	<ul style="list-style-type: none">・ 埋蔵文化財、宝石、絵画、美術品の分析・ 科学捜査の鑑識

測定手順(OURSTEX160型)



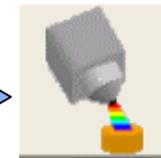
装置の起動



試料のセット
(試料室に置くだけでOK)



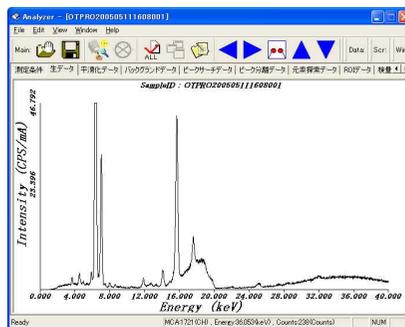
測定グループの選択
と試料情報の入力
(サンプルNo等)



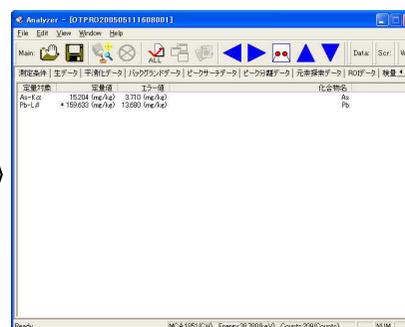
測定スタート



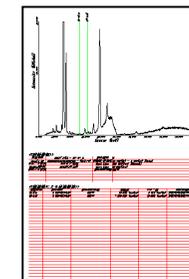
測定時間などの変更



測定中



結果表示



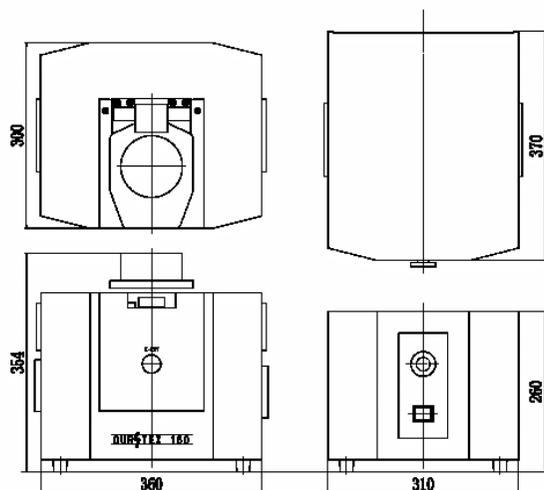
結果出力

試料セットから結果表示
まで数分で行えます

測定装置概要 (OURSTEX160型)



1. X線管 : 空冷式50Wエンドウインドウ型
2. 光学系 : 特殊フィルタ&キャピラリ光学系
3. 検出器 : 電子冷却式SDD
4. 計数回路 : デジタル処理方式
5. 試料室 : 試料サイズ78mm × 55mmH標準
その他サイズ : 要求仕様に対応
6. その他 : メイン電源スイッチ、照光式非常停止スイッチ
X線照射表示ランプ



重量

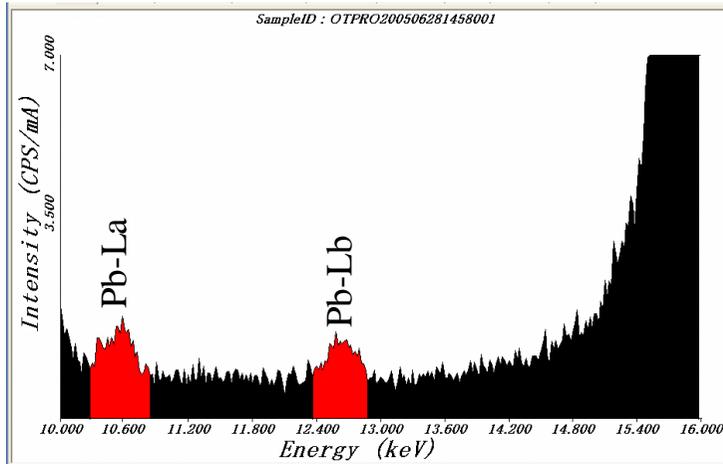
本体部 : 約18kg

電源部 : 約17kg

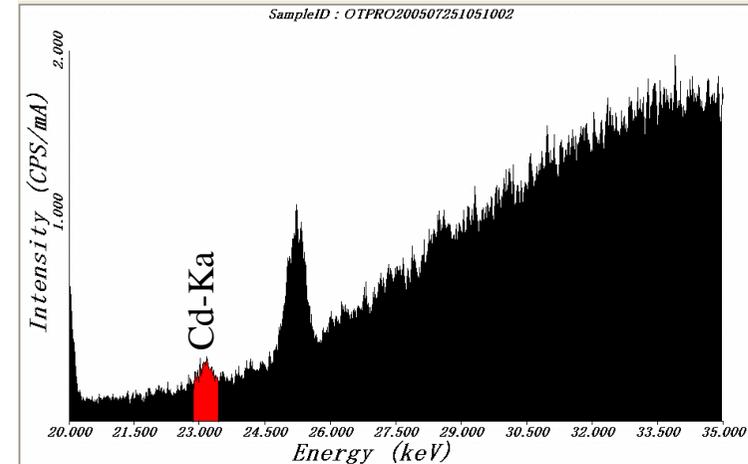


付属: キャリングケース

プラスチック・金属中の有害重金属 検出下限値



銅合金中の鉛分析 (200ppm)



銅合金中のカドミウム分析 (41ppm)

元素	検出下限値 (OURSTEX160型)		
	樹脂 (ppm)		金属 (ppm)
	PE	PVC	銅合金
Cd	3	3	10
Pb	1	4	80
Hg	1	5	
Br	5	8	
Cr	2	50	