

## ポータブル型全反射蛍光X線分析装置 による微量分析技術

---

アワーズテック(株)  
研究開発部 永井宏樹

*Ourstex Corporation*

### 背景

全反射蛍光X線分析法 : Y.Yoneda & T. Horiuchi, Rev. Sci. Instrum. 42, 1069 (1971)

現在の全反射蛍光X線分析装置は大型(X線管出力数KW)で主にシリコンウエハ表面の汚染分析などに利用



京都大学大学院工学研究科、河合潤教授らの研究により、数ワットの小型X線管ながらpgオーダーの検出感度が得られる小型の全反射蛍光X線装置が開発された。

従来は、高出力X線源を単色化して測定することが定説であったが、低出力のX線管の場合、非単色X線を試料に照射して、出来るだけX線管と試料と検出器の距離を短くすることで高い感度が得られるという研究結果

S. Kunimura, H. Ida, J. Kawai, Adv. X-Ray. Chem. Anal., Japan **40**, pp.243-248 (2009)



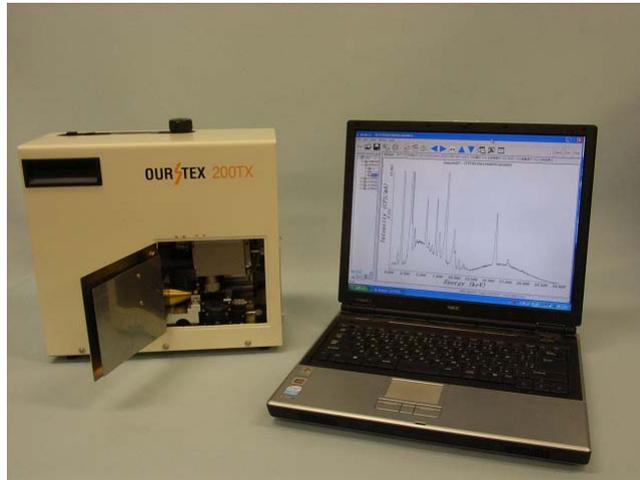
アワーズテック(株) : 装置の製品化(2009)



SDD検出器搭載(2010)

## 装置概観

**OURSTEX**

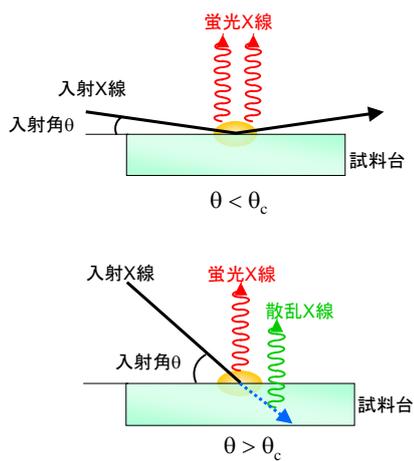


総重量: 8kg  
 供給電源: 100V  
 SDD検出器搭載型  
 (2010)

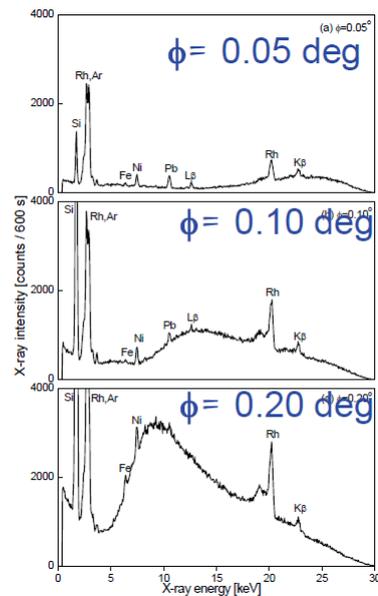
*Ourstex Corporation*

## 全反射蛍光X線分析法

**OURSTEX**

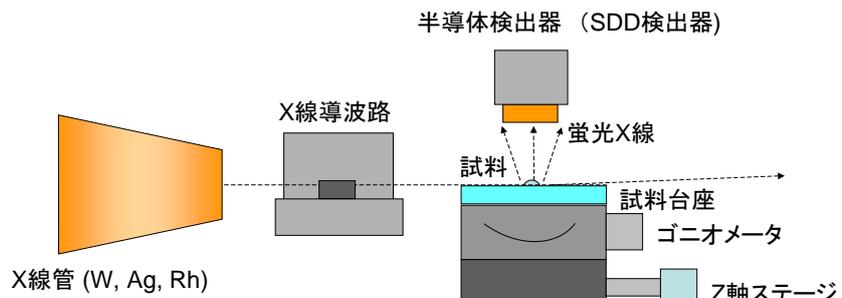


全反射臨界角  $\theta_c \cong 0.02 \times \sqrt{\frac{\rho}{E}} \text{ (rad)}$   
 $\cong 0.05^\circ$



## 装置の構造

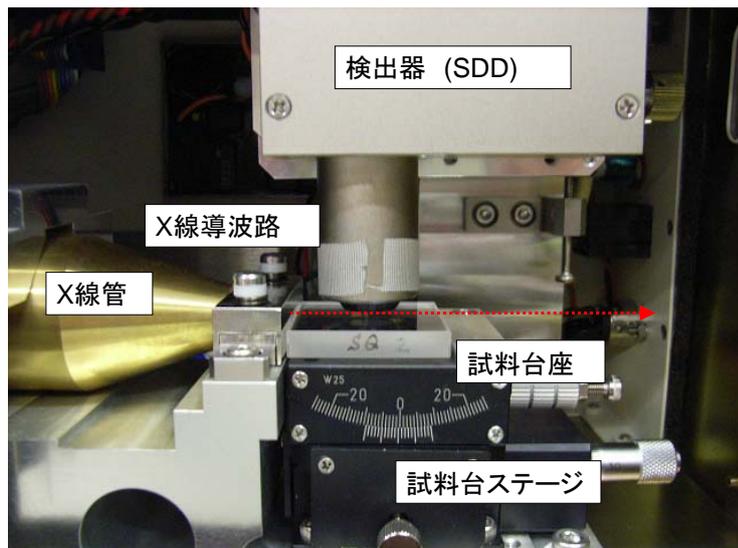
OURSTEX



Ourstex Corporation

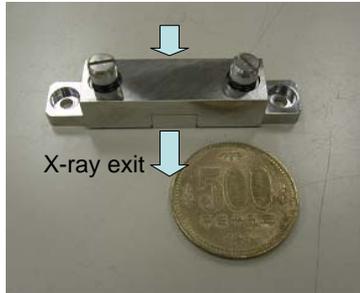
## 装置構成

OURSTEX

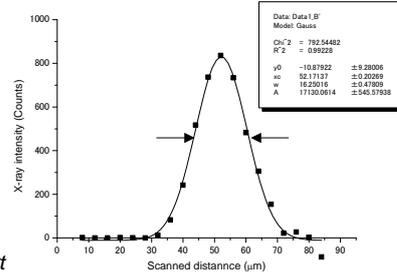
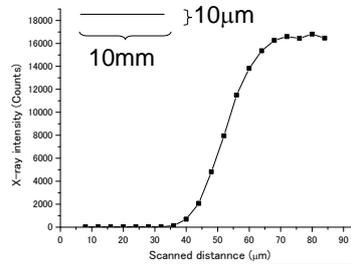


Ourstex Corporation

# X線導波路

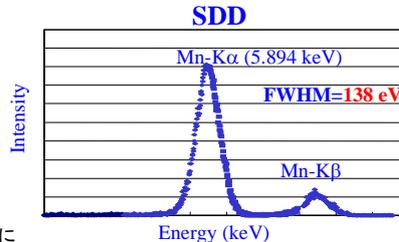
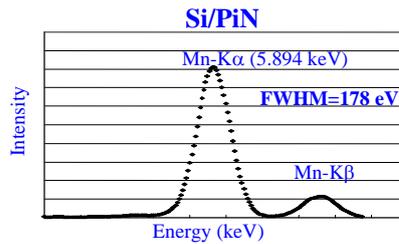
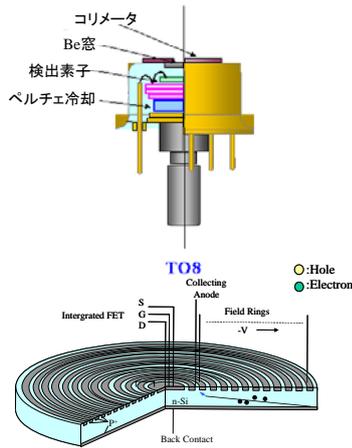


Egorov, V. K.; Egorov, E. V. *Spectrochim. Acta, Part B* 2004, 59, 1049-1069



Ourstex Corporation

# SDD検出器とSi-PIN検出器の比較



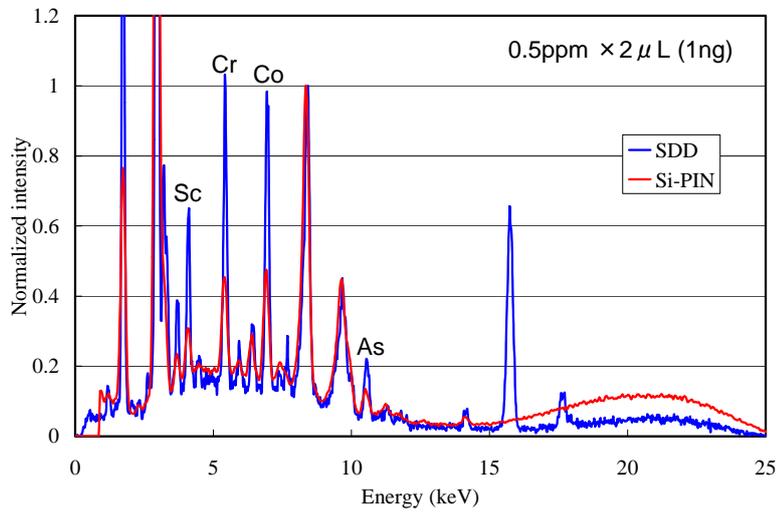
Fe55線源を用いて測定

SDDは、効率良く電荷収集を行うように入射面反対側の電極に多重リング状の電極を設けてX線の入射により生じた電子をアノードに向かってドリフトさせる事ができる。

Ourstex Corporation

## SDD検出器とSi-PIN検出器の比較

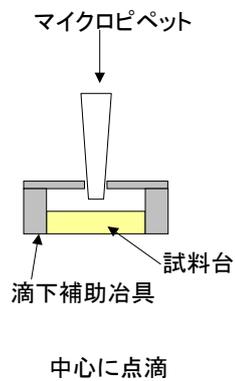
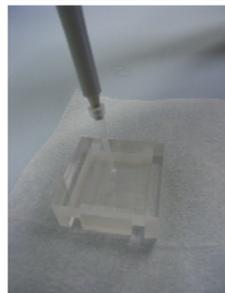
OURSTEX



Ourstex Corporation

## 試料前処理

OURSTEX

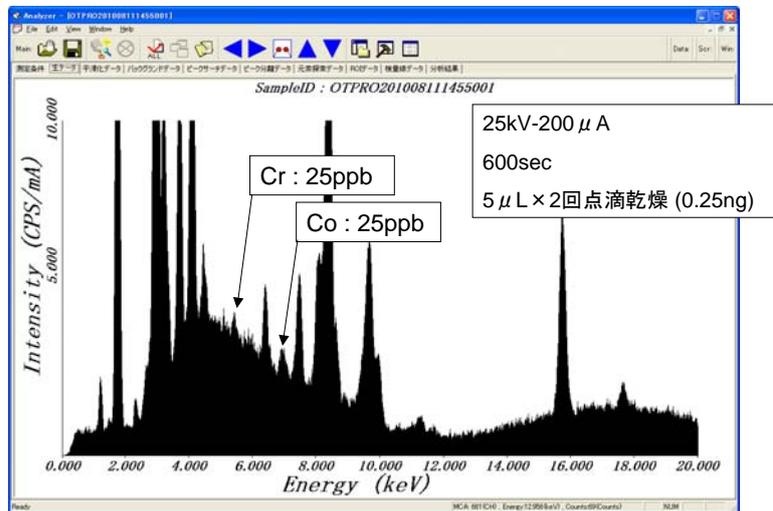


乾燥処理

試料台(オプティカルフラット)上に数 $\mu$ L滴下

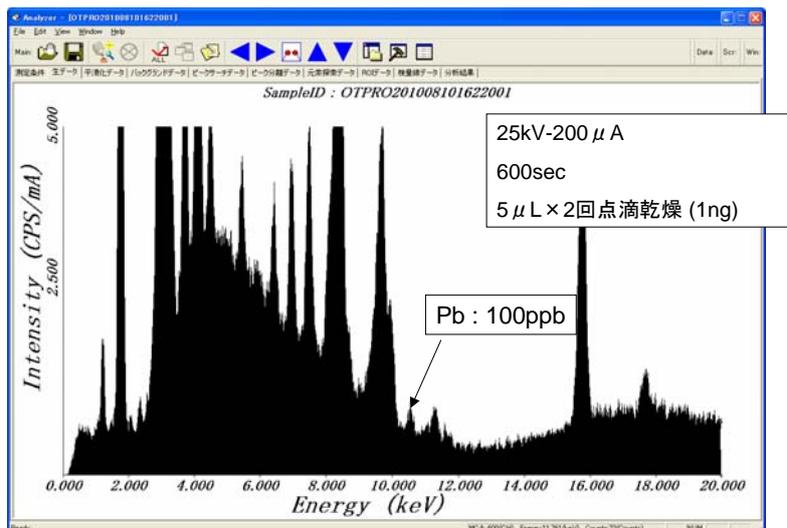
Ourstex Corporation

## 溶液測定スペクトル (1)



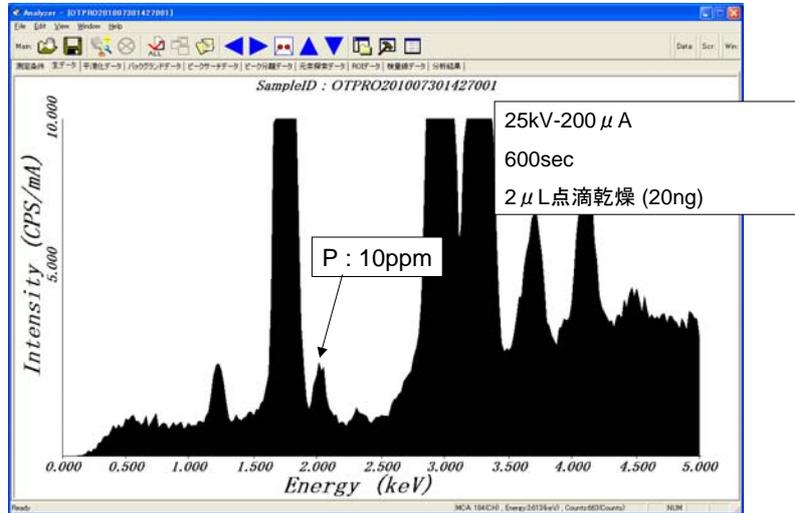
Ourstex Corporation

## 溶液測定スペクトル (2)



Ourstex Corporation

## 溶液測定スペクトル(3)



Ourstex Corporation

## 単位について



1ng : 10億分の1 ( $10^{-9}$ g)

1pg : 1兆分の1 ( $10^{-12}$ g)

1mL : 1g

1ppm :  $10^{-6}$

$$1\text{ppm} \times 1\ \mu\text{L} = 10^{-6} \times 10^{-3}\ \text{mL (g)} = 1\ \text{ng}$$

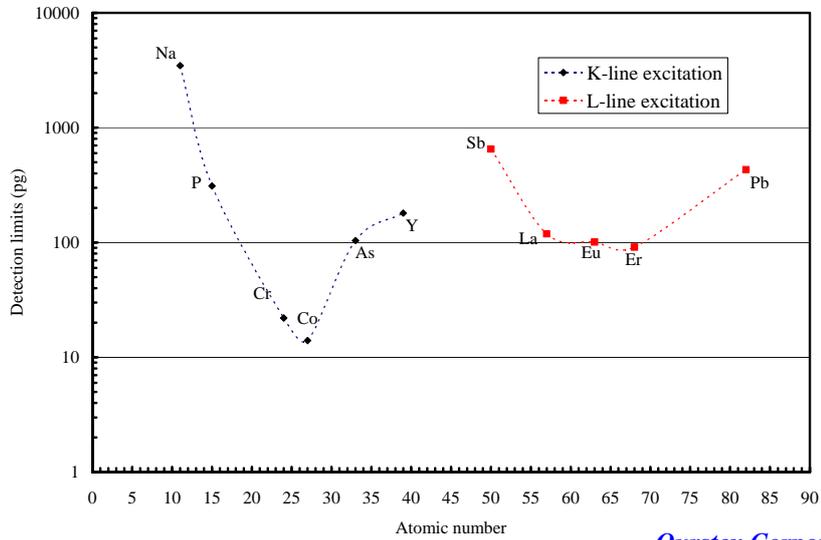


$$0.01\text{ppm (10ppb)} \times 100\ \mu\text{L} = 10^{-8} \times 0.1\ \text{mL (g)} = 1\ \text{ng}$$

低濃度試料の場合は、点滴回数を増やす事で測定が可能

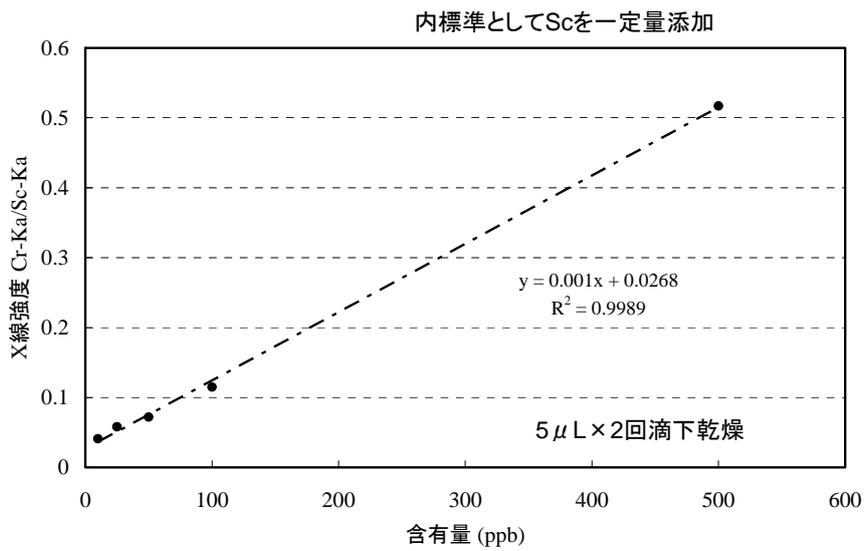
Ourstex Corporation

# 検出下限



Ourstex Corporation

# 検量線 (Cr)

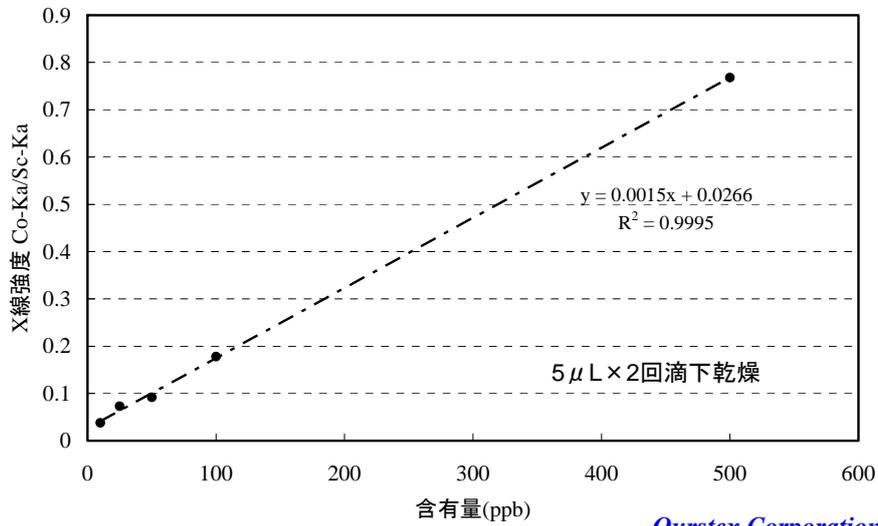


Ourstex Corporation

## 検量線 (Co)



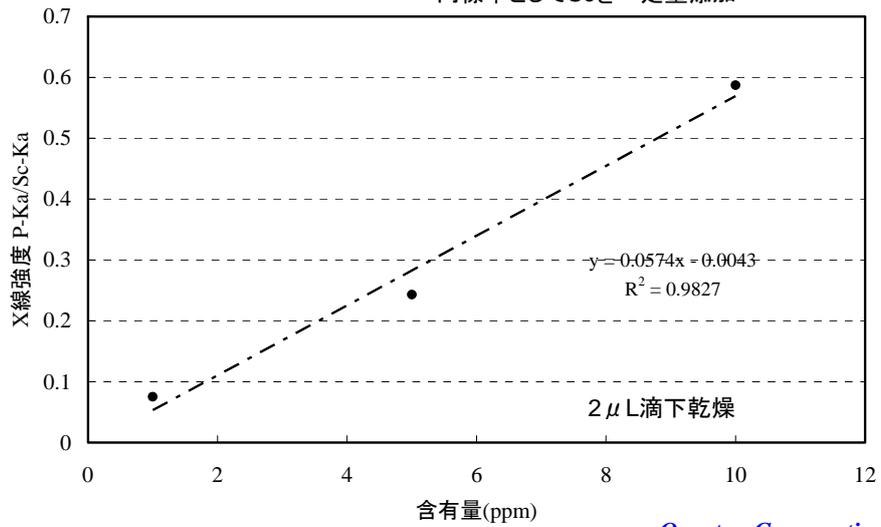
内標準としてScを一定量添加



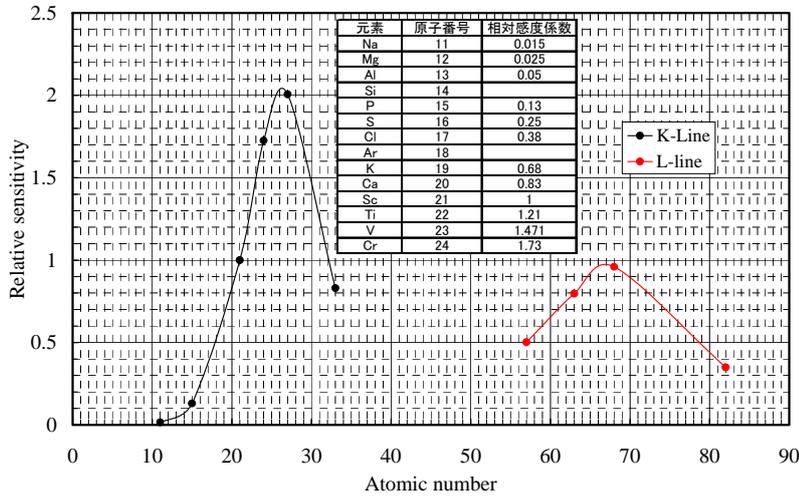
## 検量線 (P)



内標準としてScを一定量添加



## 相対感度係数



Sc強度を1として表示

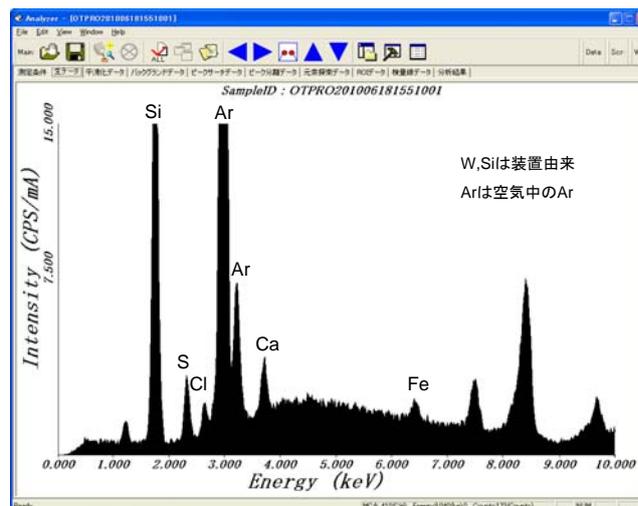
Ourstex Corporation

## 雨水の分析



10  $\mu$ L滴下

採取場所: 大阪府寝屋川市  
国道170号線沿線

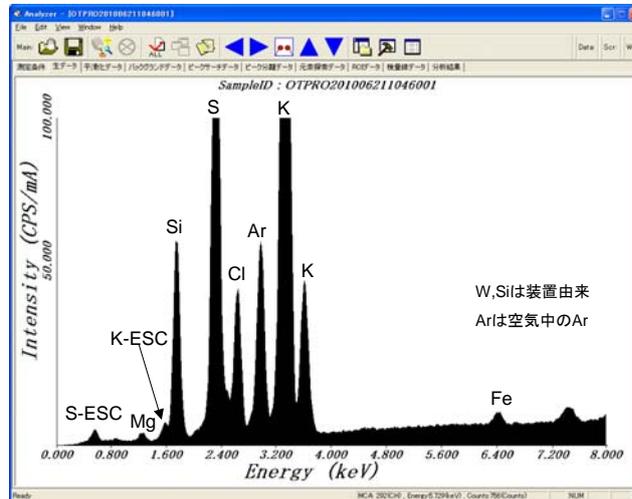


Ourstex Corporation

## 風邪薬の分析



風邪薬を純水に溶解して10 $\mu$ L滴下

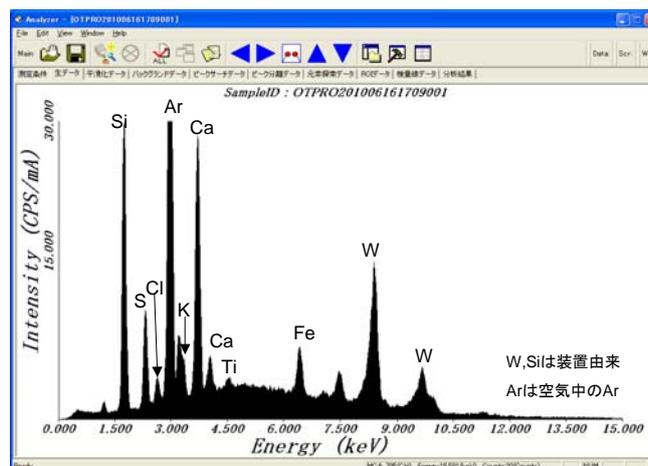


Ourstex Corporation

## 指紋の成分分析



オプティカルフラットに指を押し付け測定

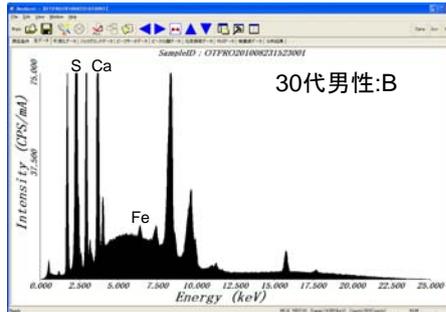
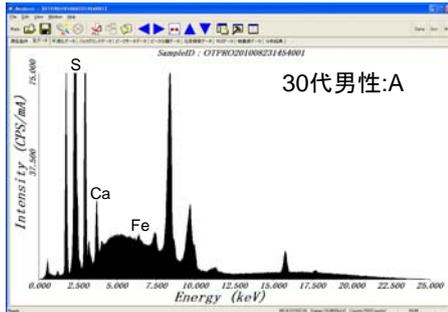


Ourstex Corporation

## 毛髪分析



毛髪1本を約1cmに切断し、試料台の中心に設置して測定



個人差による含有元素の差異を評価  
健康診断等への応用

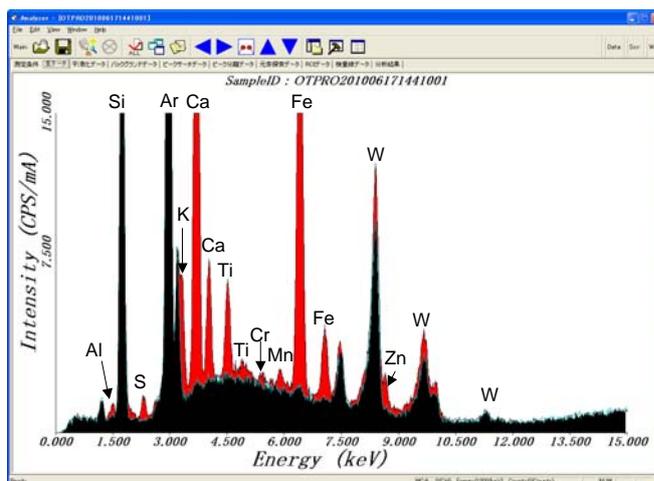
Ourstex Corporation

## 大気浮遊粒子の分析



試料設置写真

場所: 大阪府寝屋川市  
国道170号線沿線  
日時: 2010年6月17日 晴れ  
時間: 2時間設置



Ourstex Corporation

1. 小型X線源とX線導波路、半導体検出器を組み合わせ、入射X線を非単色で用いる事により、pgオーダーの検出下限を達成
2. 新しくSDD検出器を搭載したことにより、分解能及びS/N比が向上、軽元素の検出感度も大きく向上

地下水や土壌や玩具からの溶出水、食品、医薬品、鑑識、大気粉塵分析などの分析に応用

*Ourstex Corporation*