

蛍光X線分析をはじめるとにあたって

(株)イーアンドエム

INDEX

- * 1. はじめに
- * 1-1、蛍光X線分析法とは
 - 蛍光X線分析法の特徴
 - 試料室と試料セット
 - 試料ホルダー
 - 固体試料のサンプリング
 - 液体試料のサンプリング
- * 1-2、分析にあたって
 - フィルタの効果
 - 入射X線の進入と蛍光X線の反射の深さ

1. はじめに

スクリーニングといえども、①試料の種類が増大や②分析内容の高精度化へ対応するため蛍光X線分析法の理解が必要となる

★ 蛍光X線分析データへの不安、不満

- 含有していないのに、検出される元素がある。
- ICPと値が異なる
- 同じ試料で分析値が変動する

★ 蛍光X線分析の基本を理解する

- 装置は正常に動作しているか？ 管理試料での確認
- 試料は蛍光X線装置に適しているか？
均一？ 種類は？、厚みと面積は？ 平面？ メッキ？
- 全て条件が満足されてはじめて分析ができる
- 妨害X線がある。→最終判断は人間

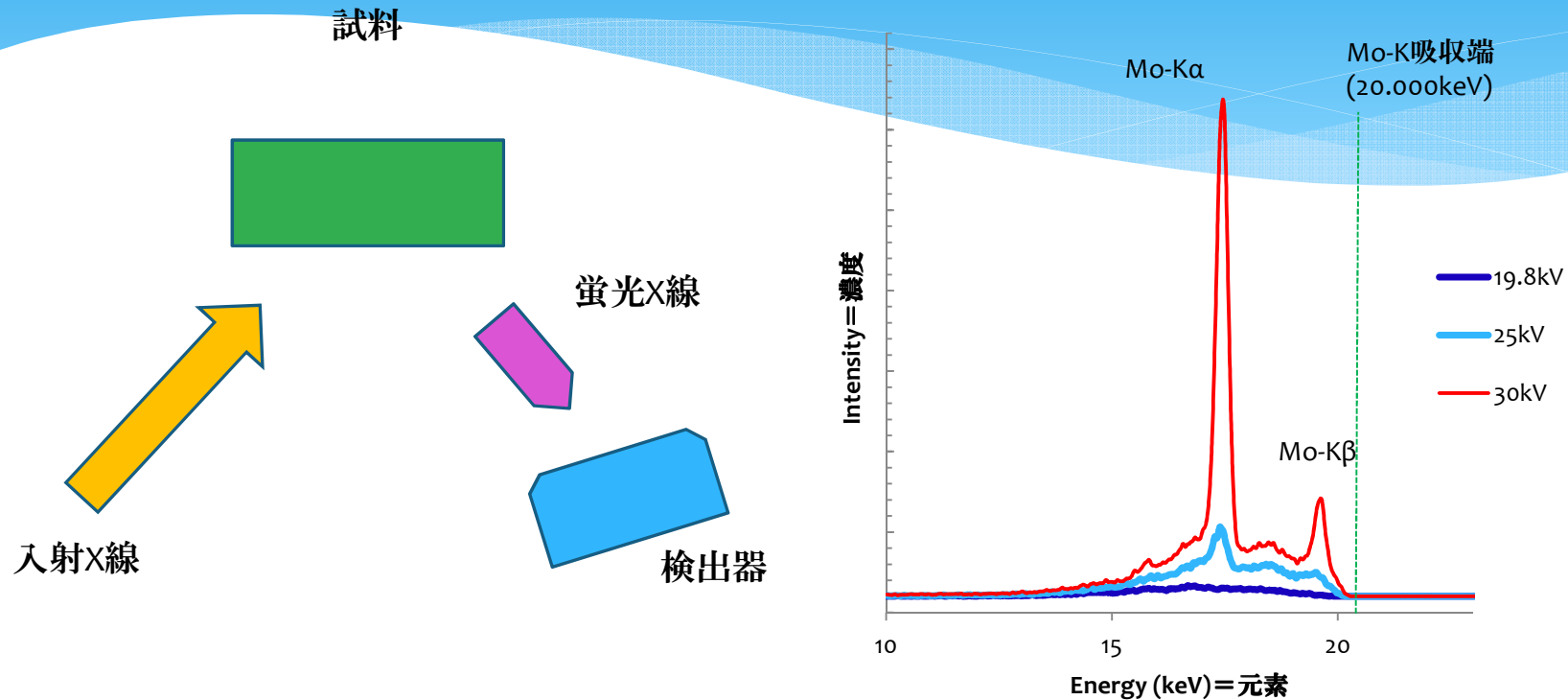
蛍光X線分析法によるスクリーニング

| 物質 | スクリーニング | 精密分析 |
|-------------|-------------|----------------------|
| Cd(カドミウム) | 蛍光X線分析 | ICP-OES |
| Pb(鉛) | | AAS |
| Hg(水銀) | | ICP-MS |
| Cr6+(六価クロム) | 蛍光X線分析(全Cr) | 吸光光度法 イオンクロマトグラフィ |
| PBB *1 | 蛍光X線分析(全Br) | GC-MS |
| PBDE *2 | | IAMS |

*1 ポリ臭化ビフェニール

*2ポリ臭化ジフェニルエーテル

1-1. 蛍光X線分析法とは



■ エネルギー分散型蛍光X線分析法

試料に(一次)X線を照射すると、試料に含まれる元素特有の蛍光線が発生する。この蛍光X線を半導体検出器で検出し、エネルギー(横軸)から元素の種類を、X線の強さ(縦軸)から元素の濃度を算出する分析法

蛍光X線分析法の特徴

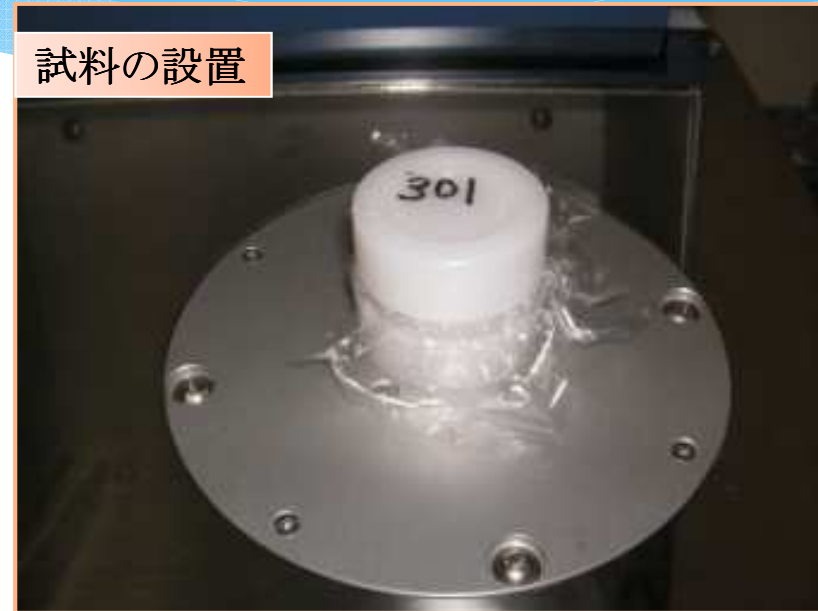
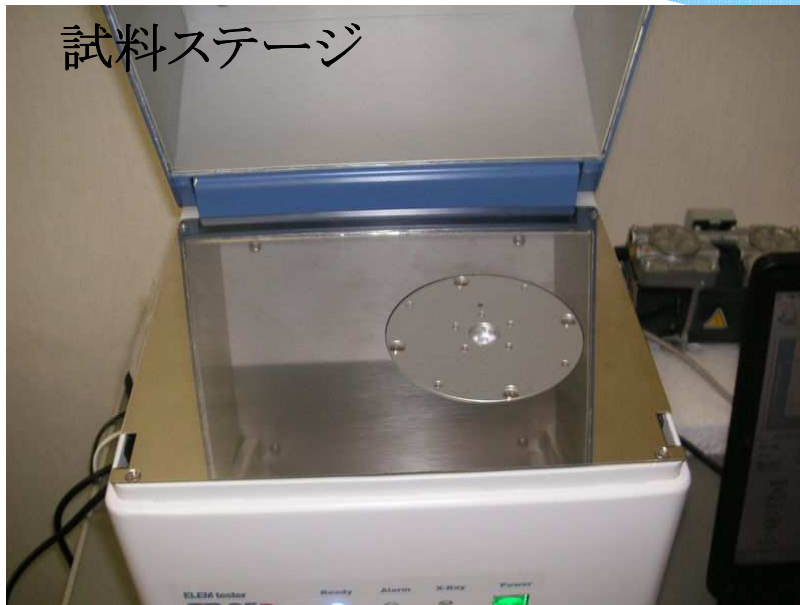
長所

- ★非破壊分析 → 固体のまま分析可能 試料は均質
- ★重元素分析が得意
- ★簡単操作
- ★小型、廉価

限界にチャレンジ

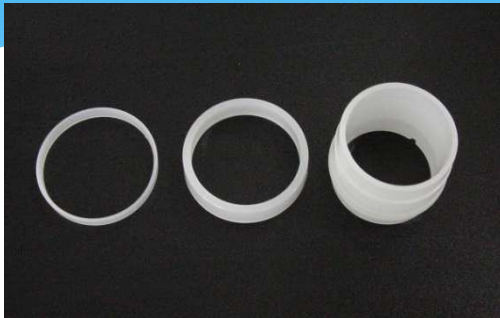
- ★感度向上 → 専用フィルター、光学系の短縮
試料は大きく、厚く、測定時間を長く
- ★精度向上 → 試料条件、標準試料での管理
- ★分析値のバラツキ 統計変動
- ★ピークの重なり
互いの元素の重なり
ゴーストピーク エスケープピーク、SUMピーク
回折ピーク、コンプトン散乱

試料室と試料セット

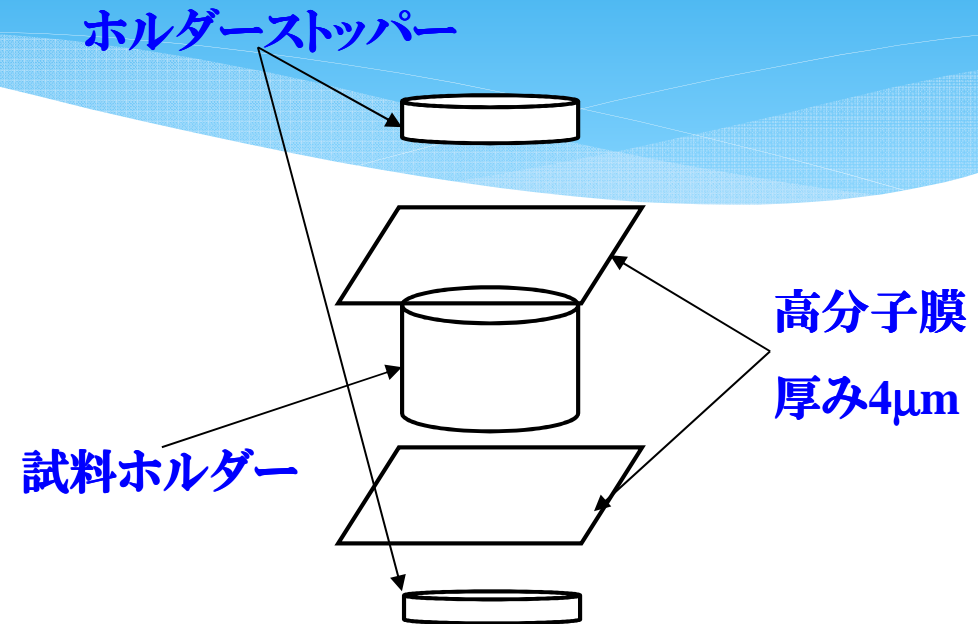


中央の穴に試料を置く。
試料の下から試料にX線が照射され、試料から発生した蛍光X線は下にある検出器に導かれる。

試料ホルダー



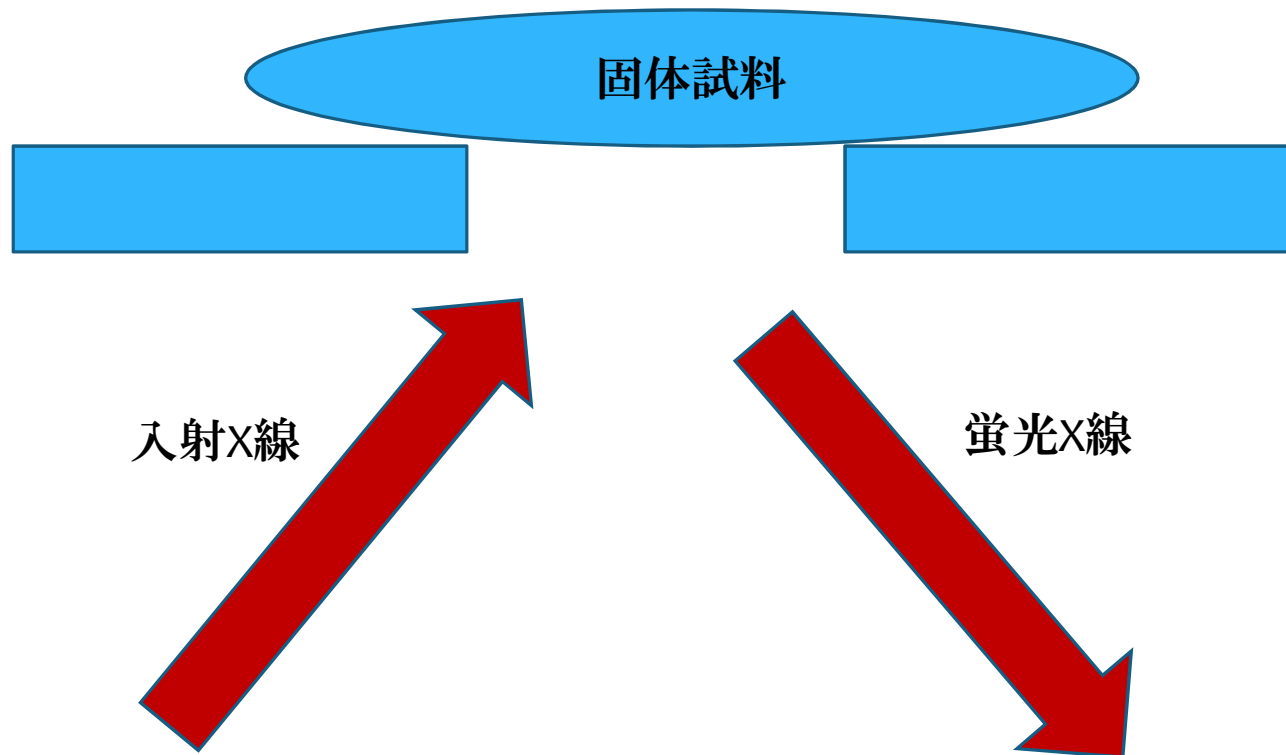
CHEMPLEX製試料ホルダー



- 液体、粉体、オイル、等の様々な試料に対応
- 試料のサンプリングが簡易
- 試料による装置の汚染が少ない

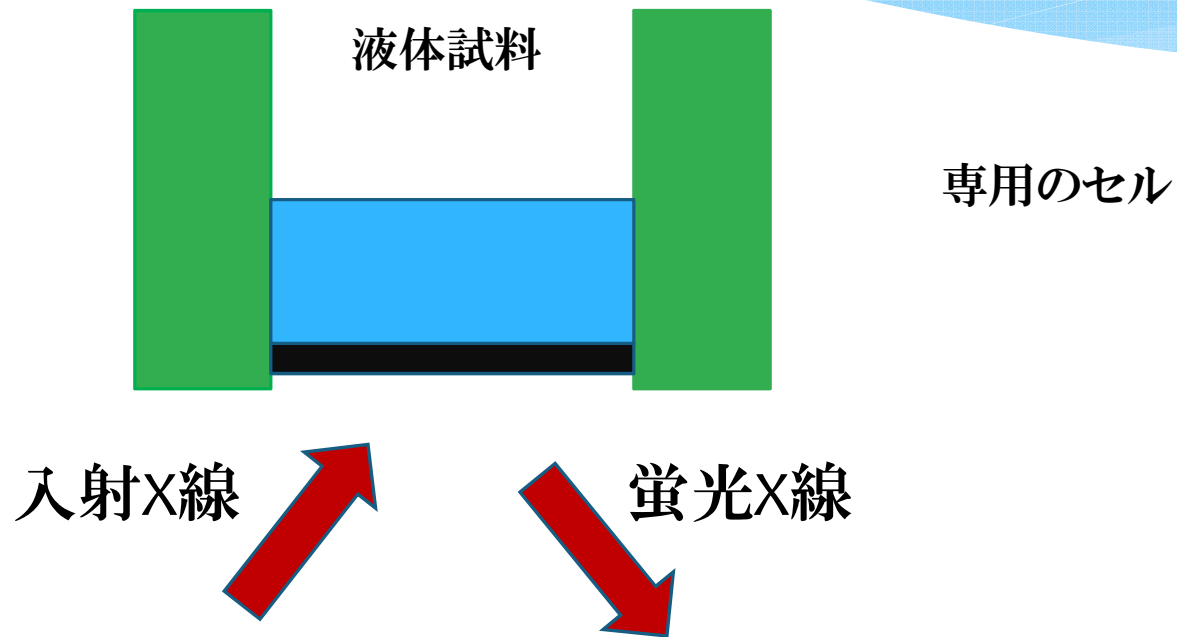
固体試料のサンプリング

固体試料は載せるだけ



液体試料のサンプリング

- * 液体を専用の試料セルに満たし、
- * 試料室にセットする。



- * 深さ5~10mm、液をこぼさないようにする。

1-2. 分析にあたって

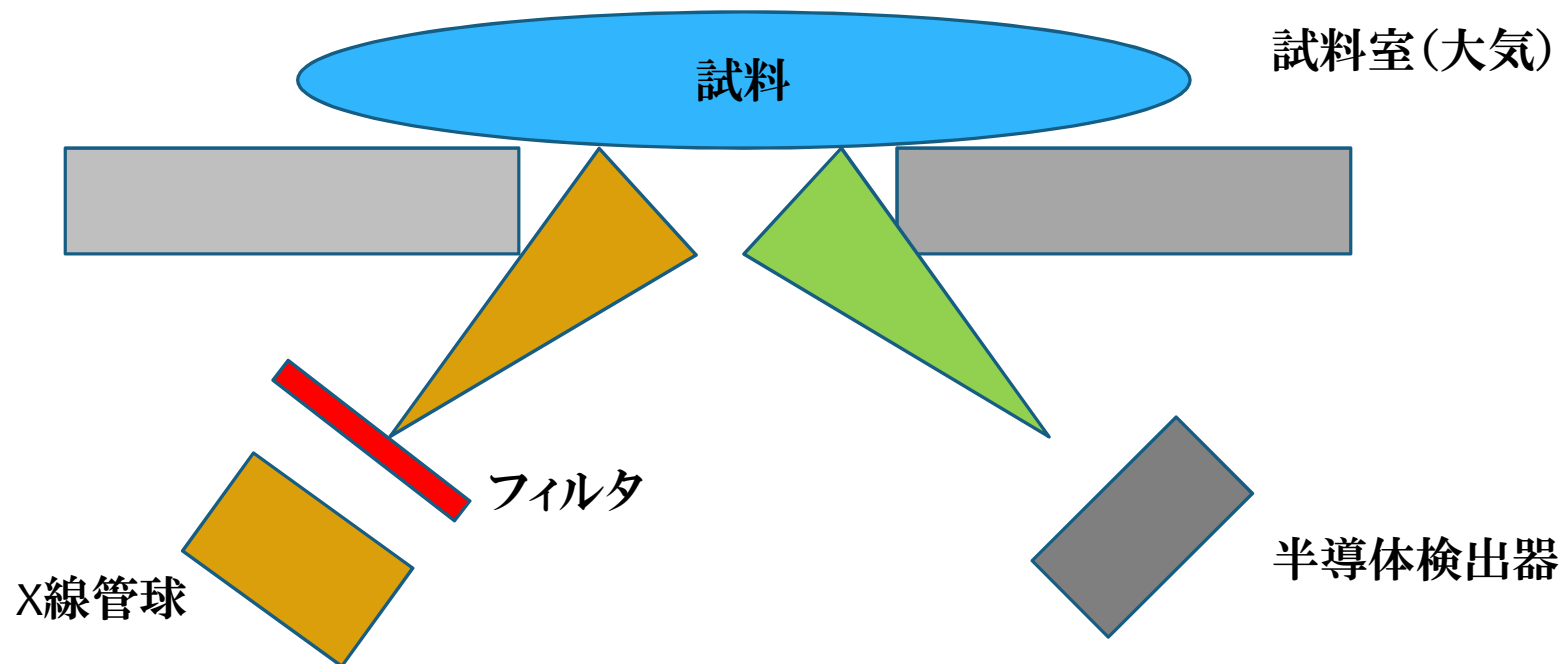
検出限界 (LLD) : どれくらい低い濃度まで検出できるか
LLDは、試料の種類と元素毎に異なる

試料と使用条件

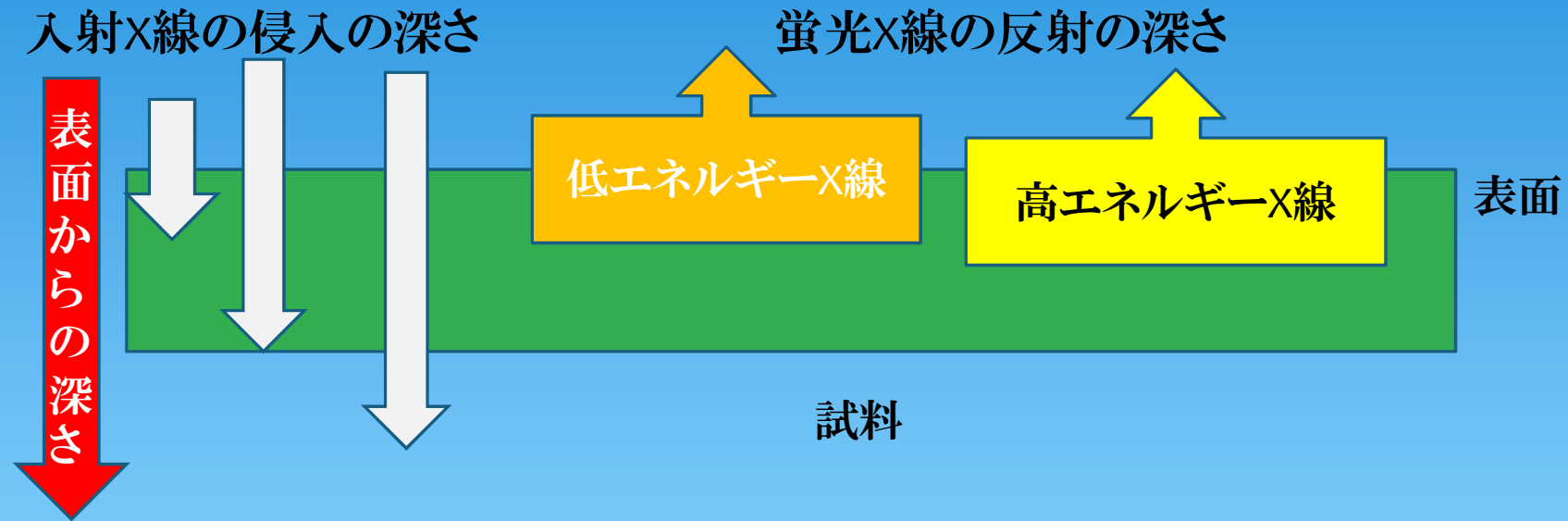
試料サイズが大きい
測定時間 T を長くする。

フィルタの効果

検出器では**試料からのX線**と試料で散乱されたX線管球からのX線と一緒に検出される。フィルタではX線管球からのX線を減少させる。



入射X線の進入と反射の深さ



蛍光X線の反射の深さ

プラスチックでは 5mm以上

金属では表面数 + μm