

蛍光 X 線分析装置

Philips PW2400

工学部 応用化学科 徳 永 誠

蛍光 X 線分析装置は材料開発における組成の分析や、天然鉱物の組成の決定など主に定量分析機器として使用されている。この蛍光 X 線分析装置は固有 X 線の検出方法により波長分散型とエネルギー分散型に大別されるが、ピーク分解能や微量元素の検出感度は波長分散型の方が高く、共存元素の多い試料の定量分析には有利である。

平成 6 年度に分析センターに設置された Philips 社製 PW2400 は、波長分散型の蛍光 X 線分析装置である。当該装置は装置本体とコンピュータから成り、装置本体の光学系は X 線管球 (Rh ターゲット)、管球フィルター、コリメータマスク、コリメータ、分光結晶、検出器で構成されている (図 1)。以下に概略を示す。

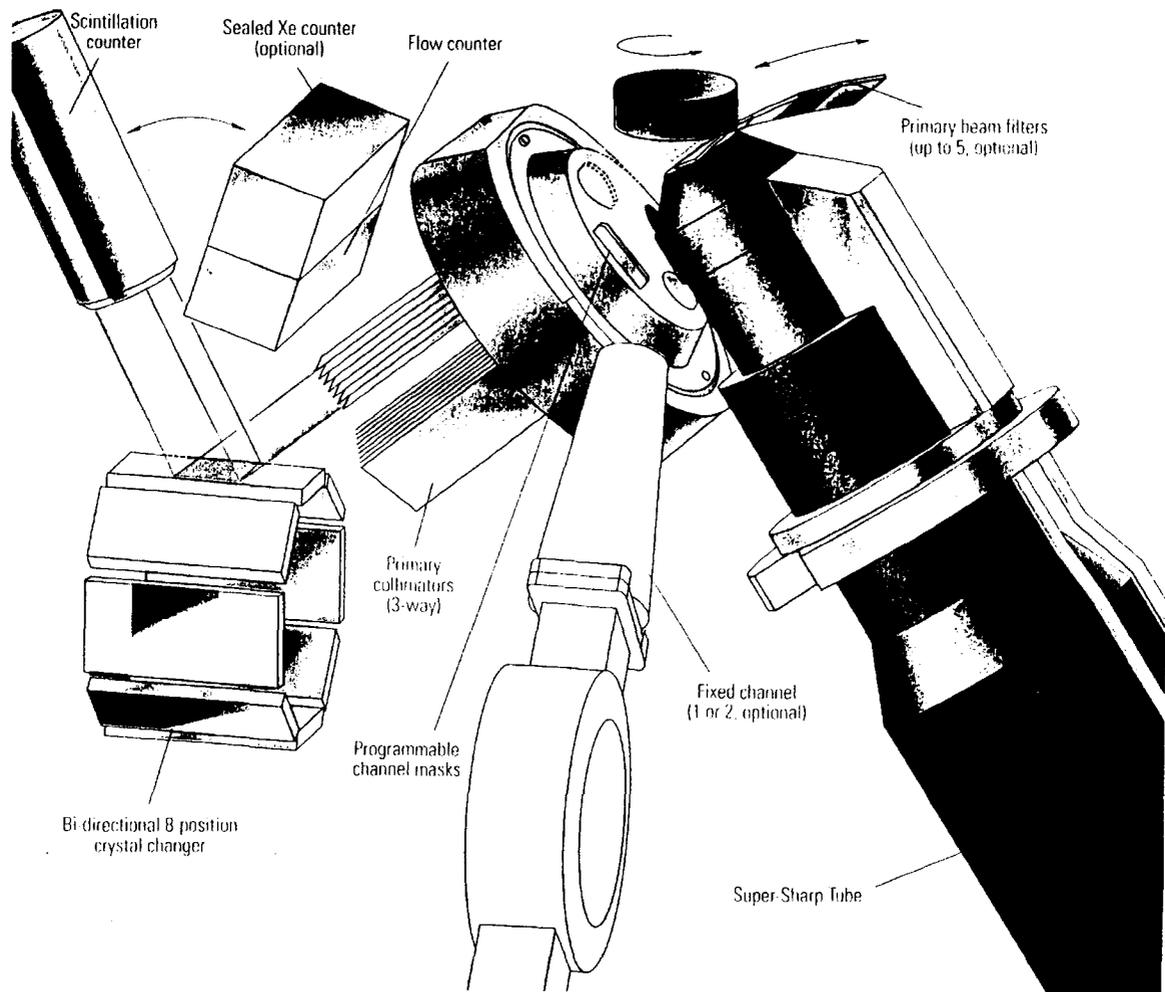


図 1 PW2400の測定光学系

X線管球：形式；セラミック絶縁式エンドウィンドウ型スーパーシャープX線管球（封入管）

ターゲット；Rh

定格；60kV／125mA 最大3kW

管球フィルター：なし；通常の分析

Al 0.2mm；遷移元素（Ni、Fe等）付近のエネルギー（ランタノイドも含む）のS/N比を改善するために使用

Al 0.75mm；Zn、As、Pb付近のエネルギーのS/N比を改善するために使用

Brass 0.1mm；Zr、Y、Rb付近のエネルギーのS/N比を改善するために使用

Brass 0.3mm；RhK α 、RhK β 、コンプトン散乱を除去する。Rh、Pd、Mo付近の分析に使用

Pb 1mm；ビームストッパーとして使用。分析には用いない

コリメータマスク：25、30、37、48 ϕ

測定試料のサイズに応じて選択

コリメータ：分光結晶に導く蛍光X線の位相を揃える

0.15mm；通常分析用

0.70mm；軽元素分析用（Na～Ca程度）

4.00mm；超軽元素分析用（Be～F）

分光結晶：LiF200；K～U

LiF220；V～U

Ge；P、S、Cl

PE；Al、Si、（P、S、Cl）

TlAP；O～Al

PX1；N～Mg

PX3；B、（Be）

PX4；C、（N、O）

検出器：シンチレーション検出器；重元素検出用（Fe付近～U）

ガスフロー検出器；軽元素検出用（Be～Mn付近）

Xeガスシールド検出器；遷移金属検出用（ガスフロー検出器と組み合わせて使用）

当該装置で測定できる元素は ${}^4\text{Be}\sim{}^{92}\text{U}$ と広範囲であり、特に ${}^4\text{Be}\sim{}^9\text{F}$ の超軽元素の検出感度が従来の装置と比較して飛躍的に向上している。また、測定試料は形態を問わず、バルク、粉体、ガラスビード（以上は真空下で測定）、液体（He雰囲気下で測定）など、ほぼどんな物質でも測定が可能であり、密閉容器に封入してあれば気体でも測定が可能である。

測定方法には大別して、①定性分析及び標準試料を用いた定量分析用の測定、②スタンダードレス定量分析用の測定の2種類がある。

①は蛍光X線分析の一般的な測定方法であり、使用者自身でまず測定用プログラムを作成し、それに従って測定するものである。定性分析は連続スキャン方式でデータを収集し、専用のソフトウェアによって解析する。定量分析は測定したい元素の最適測定条件を登録した“チャンネル”をまず作成し、この“チャンネル”を組み合わせて測定プログラムを作成する。測定時には設定がこの“チャンネル”に登録された測定条件に変更されてデータを収集する。標準試料を測定する事により検量線が作成でき、こ

の検量線に基づいて未知試料を測定する事により定量結果が得られる。

②は当該装置の最大の特長ともいえる測定方法である。この方法は、FP(Fundamental Parameter)法を用いたUniQuant Systemにより、未知試料の測定値のみを用いて簡易定量結果を算出するものである。使用者はサンプルをセットし、専用のコマンドを入力するだけで良い。測定が終了したら専用のソフトウェアによって解析に必要な情報を入力し、最終結果を得る。測定時間は約10分間で、 ${}^9\text{F}$ ～ ${}^{92}\text{U}$ までの全元素の定量結果が得られる。この際の測定限界値は100ppm程度である。この手法は完全な未知試料、天然鉱物のように同一サンプルが二度と得られない試料、実験のたびに得られる生成物が異なり予め組成が予測できない試料など、検量線の作製が困難なサンプルに大変有効である。

以上のように当該装置は非常に応用範囲の広い元素分析装置である。この機会により多くのユーザーに利用してもらえよう希望する。