

単色X線励起蛍光X線分析法の開発

最近の化学分析は、迅速・高感度・高再現性等の特徴から機器分析法を用いて行われることが多い。そこでは標準物質を用いて装置を校正した上で試料の測定を行う。品質管理が目的の場合のように、真の値からずれていても(かたよりがあっても)(図1(a))、再現性がよければ(ばらつきが小さい)分析結果が役に立つこともある。しかしながら近年、化学計測の国際的整合性が要求され、かたよりのない(図1(b)、(c))分析方法が重要視されている。国際度量衡委員会の物質標準委員会(CCQM)はSI(国際単位系)にトレーサブルな結果を与える方法を一次標準測定法と呼び、同位体希釈質量分析法、重量分析法、電量分析法、滴定法、凝固点降下法等がその資格を有するとしている。

蛍光X線分析法は試料にX線を照射したときに、試料から放出される蛍光X線の波長(またはエネルギー)を調べることによって、分析する方法である。この方法は、非破壊・迅速・高再現性なので、鉄鋼やセメント製造工程での品質管理のための分析等に用いられている。市販の蛍光X線分析装置はX線源としてX線管を用いているが、その場合特性X線と連続X線の両方

が励起に寄与し、測定した蛍光X線強度から組成値を計算で求めることは難しい。そこで通常は測定試料によく似た組成を持つ一連の標準物質を用いて、検量線を作成した上で試料の測定が行われる。

本手法は、(1)単色X線(例えばモノクロメータを用いて得る)を試料に照射し(図2(a))、蛍光X線強度を測定する(図2(b上))。(2)測定したい元素の高純度物質からの蛍光X線強度を試料と同条件で測定する(図2(b中及び下))。(3)X線に対する試料の吸収係数を計算または実測により求める。単色X線を用いたことで、測定方程式が極端に簡単になり、不確かさの評価も容易になる。特殊な場合(例えば測定したい元素の組成の和が100%)には、吸収係数を計算から求めることができるが、通常は吸収係数を実測から求める。この方法の最大の特長は、非破壊でかたよりの小さい結果が得られることである。

この方法を用いてFeCr合金や底質の認証標準物質の組成分析に適用したところ、認証値とよく一致する結果が得られた。今後は、不確かさを小さくする努力を行うとともに、新規の標準物質の特性値決定法としての使用が期待される。

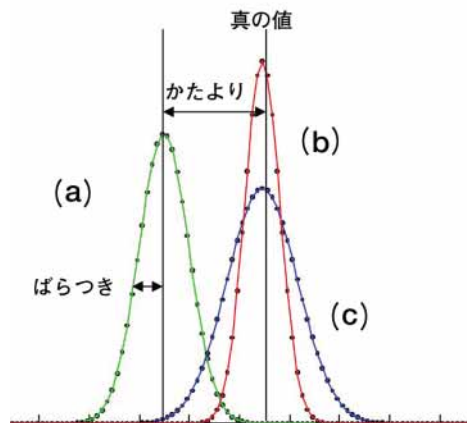


図1 計測におけるばらつき、かたよりの概念図

(a) かたよりが大きい
 (b) かたよりがなく、ばらつきも小さい(理想)
 (c) ばらつきは大きい、かたよりのない
 多少のかたよりがあってもばらつきが小さければ、役に立つ場合もある。
 国際比較等に用いる場合は、かたよりの小さい計測が必要

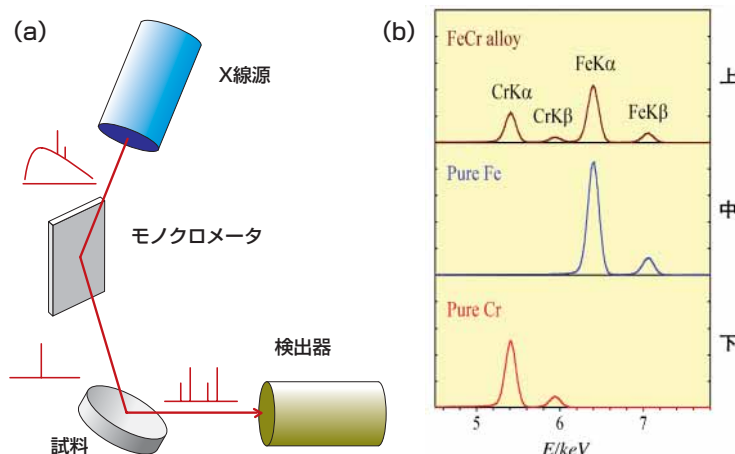


図2 実験装置と典型的測定例



くらはしまさやす
 倉橋正保
 masa-kurahashi@aist
 計測標準研究部門

関連情報

● 倉橋正保, 水谷 淳, 齊藤浩紀, 野々瀬菜穂子, 日置昭治: X線分析の進歩, No.35, 63-79 (2004).