

OCCにおける各種分析手法

蛍光X線分析装置 ZSX PrimusⅣ その1～蛍光X線分析の基礎～

蛍光X線分析法とは、物質にX線を入射すると物質に含まれている各元素から特有のX線（蛍光X線）が発生し、その蛍光X線の波長から元素の同定、X線強度から定量値を求める。

- 1. 蛍光X線分析の特徴
 - 1.1 分析が迅速
定量の分析時間が10～20分程度である。
 - 1.2 前処理が容易
酸分解等の必要がない。
 - 1.3 非破壊分析
試料の回収が可能である。
 - 1.4 広範囲の元素が分析可能
当財団ではNa～Uまで分析可能
- 2. 蛍光X線の発生原理
 - 2.1 X線を入射（1次X線）すると電子が励起され遊離し、空孔ができる。（図2）
 - 2.2 その空孔へ、外殻電子が遷移する際にそのエネルギー（波長）の差に相当する蛍光X線が放射される。また、原子核に近い殻ほどエネルギーが高くなっている。電子がL殻からK殻へ遷移する際に放出される蛍光X線をKα線、M殻からK殻へ遷移する際に放出される蛍光X線をKβ線、M殻L殻へ遷移する際に放出される蛍光X線をLα線という。（図3）
 - 2.3 蛍光X線は元素に固有のエネルギーを持っているため元素の同定及び定量ができる。
- 3. 蛍光X線の主な定量方法
 - 3.1 検量線法（当財団の依頼項目では定量分析）
標準試料（図4）の測定を行い含有量と蛍光X線強度との関係を検量線として使用し、未知試料の定量を行う。この測定方法では、試料の組成ごとに検量線が必要である。（図5）
 - 3.2 F P法（当財団の依頼項目ではオーダー分析及びフリー定量）
蛍光X線分析では、試料の組成が分かれば蛍光X線発生の原理に基づき測定条件とファンダメンタルパラメーター（物理定数）を用いて蛍光X線強度を理論的に計算することができる。FP法とはこの理論強度計算を利用して測定強度から組成を求める方法である。（図6）
この手法では、標準試料が無くても分析可能であるという利点があるが分析精度は検量線法と比較すると劣る。また、含有率は合計100%に規格化されるため、分析していない成分が含まれている場合は、それを除外した組成で合計100%になるので注意。

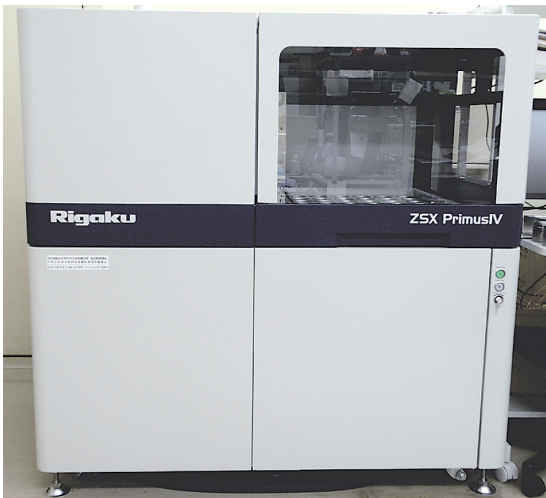


図1 XRF分析装置の外観写真

表1 ZSX PrimusⅣの仕様

名称	波長分散型蛍光X線分析装置
型式	ZSX PrimusⅣ
製造所	リガク
分析元素	Be～U の元素の分析が可能 当財団の依頼分析では Na～U
仕様	X線最大出力：4kW X線管：Rh ターゲット 検出器：重元素用：SC 軽元素用：F-PC

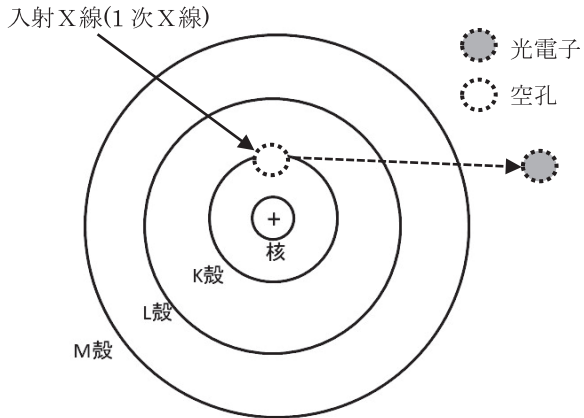


図2 特性X線の発生原理の概略図

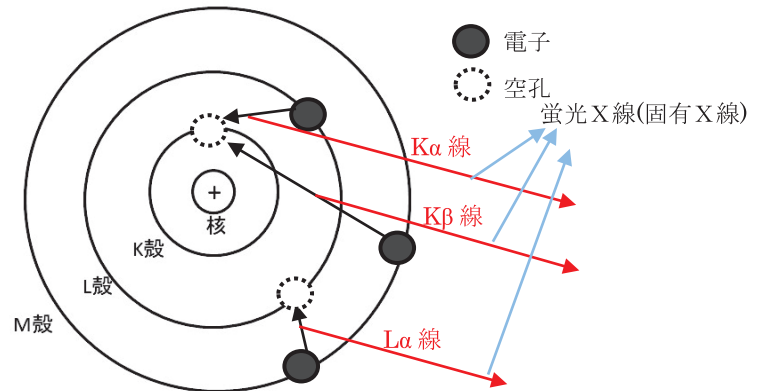


図3 特性X線の発生原理と種類の概略図



図4 検量線用標準物質の外観写真

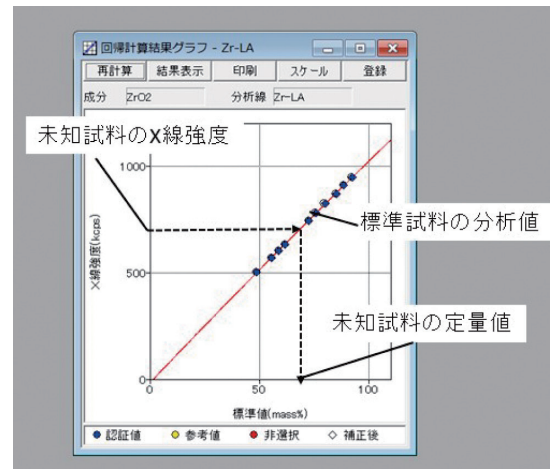
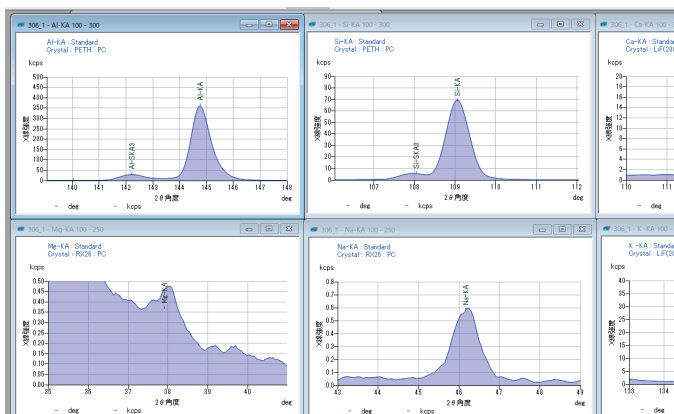


図5 検量線を使用した定量方法の一例

定性分析結果からF P法で半定量分析を演算

a) 定性分析結果



b) 半定量分析結果

成分	分析値	単位	検出下限	分析値	X線強度	規格化前
Al2O3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
MgO	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Al2O3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
SiO2	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
P2O5	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
K2O	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
CaO	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
TiO2	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
V2O5	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Cr2O3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
MnO	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Fe2O3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Y2O3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
ZnO	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
WO3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Li2SiO3	0.0000	mass%	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

図6 F P法で行った半定量分析の一例 a) 定性分析結果、b) 分析結果からの算出値

(技師 馬場 直樹・石野 竜也)