

蛍光 X 線分析における軽元素分析時の注意点 － 試料室内雰囲気の影響 －

キーワード：蛍光 X 線分析、エネルギー分散型、軽元素

はじめに

蛍光 X 線分析では、試料に X 線を照射し、試料から発生する蛍光 X 線（特性 X 線）を測定することで、試料の元素組成を調べることができます。蛍光 X 線分析装置のうち、半導体検出器によって蛍光 X 線を測定するエネルギー分散型の装置の多くは、固体（粉末を含む）および液体の試料を非破壊で分析でき、ナトリウム (Na) などの軽元素からウラン (U) までの元素を迅速に検出することができるという特徴があります。

一方で、軽元素の蛍光 X 線は測定環境中の空気や水に吸収されやすいため、軽元素を対象に分析する場合には、通常、試料室を真空にする、あるいはヘリウムで置換する、などの対策が講じられます。しかしながら、試料の状態や装置の構成などの理由で、試料室が大気状態で分析せざるを得ない場合もあります。

本テクニカルシートでは、大気中では軽元素の蛍光 X 線分析が困難になることを、模擬試料を用いた実際の測定データによって示します。

試料および測定条件

20 mm × 20 mm に切り出したろ紙（アドバンテック 東洋製 定量濾紙 No.5A）に 0.5 wt% の塩化ナトリウム水溶液を約 120 μL 滴下し、乾燥させ、Na および Cl を測定対象とする模擬試料 1 を作製しました。同様に、0.5 wt% の硫酸鉄(II)水溶液をろ紙に約 120 μL 滴下し、乾燥させることで、硫黄 (S) および鉄 (Fe) を対象とする模擬試料 2 を得ました。

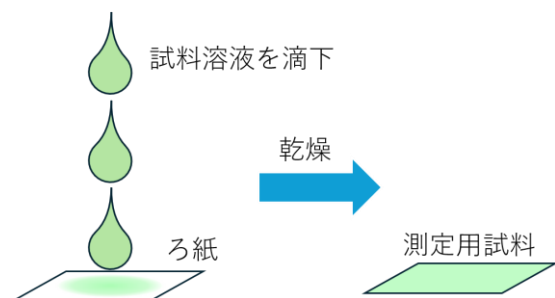


図1 模擬試料の調製

なお、液体試料をろ紙に滴下・乾燥したものを測定用試料とする手法は、ろ紙法と呼ばれ、液体試料中の元素を真空条件で測定する方法として有用です。

これらの模擬試料について、エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置（島津製作所製 EDX-8100）を使用し、表 1 に示す条件で、Na、Cl、S、Fe を対象として測定を行いました。

表 1 測定条件

測定径	10 mm
管電圧	15 kV (Na、Cl、S)、50 kV (Fe)
管電流	自動
測定時間	60 秒
ターゲット材質	Rh
一次 X 線フィルタ	使用 (Cl)、なし (Na、S、Fe)

試料室内雰囲気の影響

模擬試料 1 および 2 を使い、試料室を真空もしくは大気として、Na、S、Cl、および Fe の各元素を測定した結果を次頁の図 2 に示します。

Na について〔図 2 (a)〕は、試料室が真空の条件では、1.07 keV 付近に Na の K α 線のピークが確認できましたが、大気の状態ではピークは認められませんでした。なお 0.88 keV 付近には、Cl の K α 線のエスケープピーク (Cl の K α 線が検出器に入射後、検出器の Si を励起することで本来より低いエネルギー位置に出現するピーク) が確認できます。本来のピーク位置より 1.74 keV 低いエネルギー位置に出現し、他のピークに重なる場合には解析の妨害になることがあるため、注意が必要です。

S について〔図 2 (b)〕は、試料室が大気の状態でも 2.3 keV 付近に K α 線のピークが認められましたが、その強度は真空中で測定した場合よりも大幅に小さくなりました。

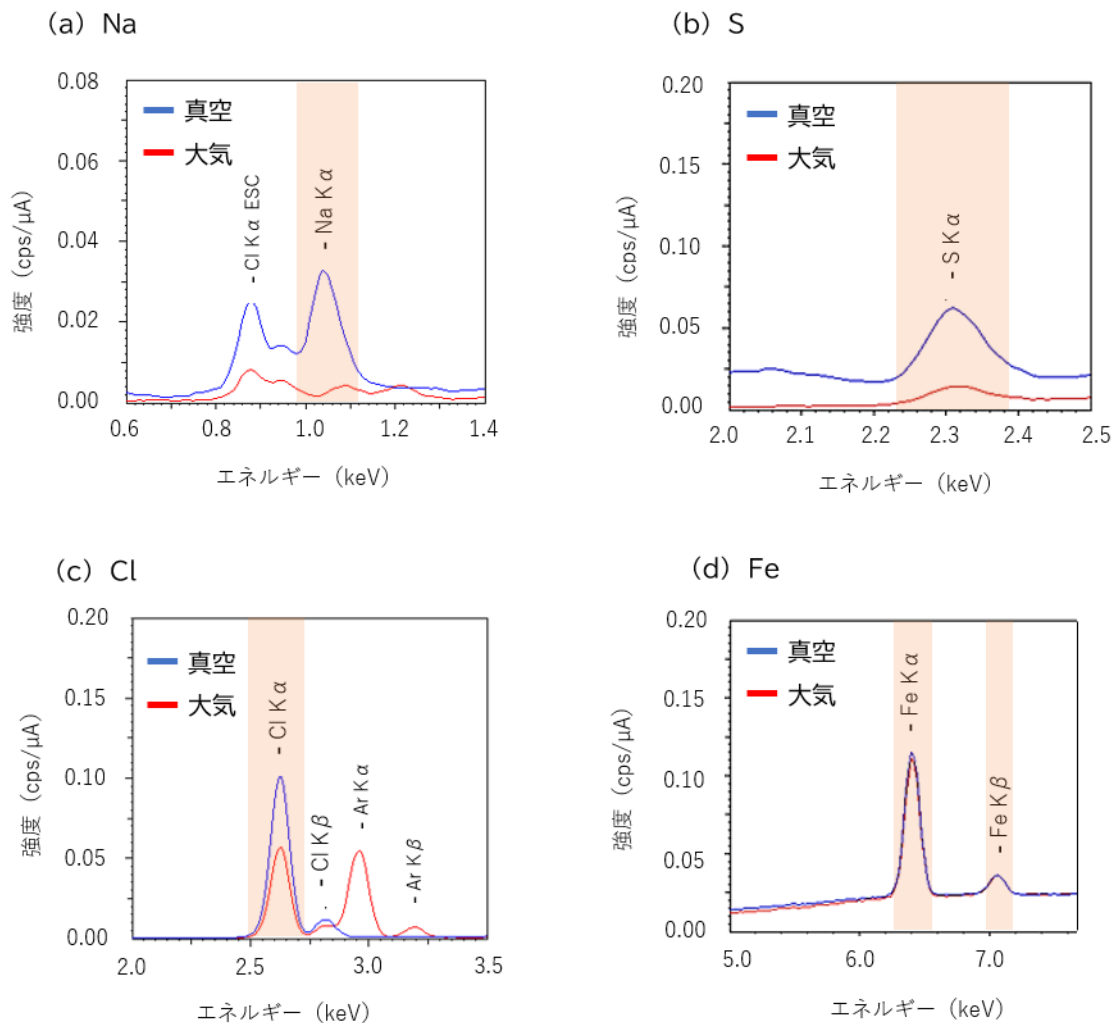


図 2 各元素の真空条件と大気条件での測定結果

Cl〔図 2 (c)〕の 2.6 keV 付近の K α 線については、大気条件のピーク強度が真空条件のピーク強度の半分程度になりました。また、大気条件では空気中に 1 %程度含まれているアルゴン (Ar) のピークも現れました。

Fe について〔図 2 (d)〕は、試料室が真空、大気ともに同程度の強度になり (K α 線: 6.4 keV 付近、K β 線: 7.1 keV 付近) 測定結果に対する試料室雰囲気の影響は少ない結果となりました。

まとめ

模擬試料 1 および 2 を用いて、Na、Cl、S、Fe を対象とする蛍光 X 線分析を模擬的にを行い、試料室が大気の場合は、Na (原子番号: 11) の蛍光 X 線の

ピークが確認できなくなることを示しました。ただし、原子番号が大きくなるとともに、大気条件でのピーク強度は真空条件のものに近付き、Fe になると大気の影響はほとんどみられなくなりました。このように、真空条件が使用できない試料の分析時には、軽元素の存在を見落としてしまう可能性や、軽視してしまう可能性があり、注意が必要です。

参考文献

- 1) 中井 和 編: 蛍光 X 線分析の実際, 朝倉書店, pp. 80, 2005

※ テクニカルシートの内容の一部または全部を転載する場合には、前もって大阪技術研に連絡の上、了解を得てください。

発行日 2026 年 9 月 1 日

作成者 高分子機能材料研究部 生活環境材料研究室 陰地 威史