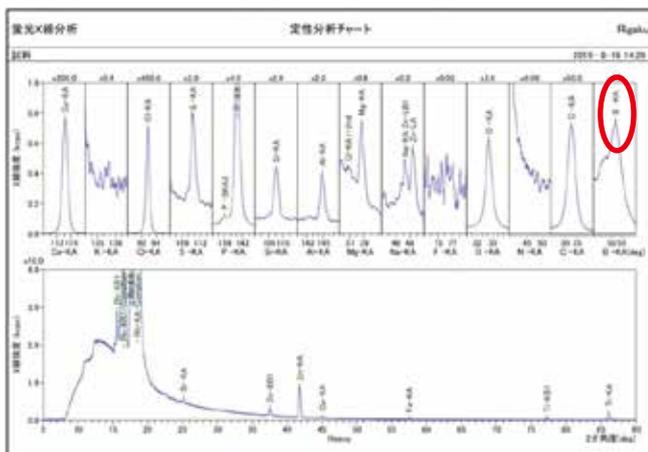


蛍光X線分析装置は工業材料の分析によく使用されます。蛍光X線の発生原理は次のとおりです。試料にX線を照射すると、原子が励起されて内殻軌道の電子が飛び出し、空いた軌道に大きなエネルギーをもった外殻電子が移動します。電子の移動に伴いX線が発生し、このX線（蛍光X線）のエネルギー（波長）及び強度から定性及び定量分析を行います。

蛍光X線分析の特徴は、導電性のない試料でも分析でき、感度・分解能がよいため微量元素の検出が可能なこと。操作が比較的簡単で、データも比較的わかりやすいので、幅広い分野で使用されています。

しかし試料の調整や結果の解析には注意すべき点もあります。今回は波長分散型蛍光X線分析装置について、事例を交えて注意点を紹介します。

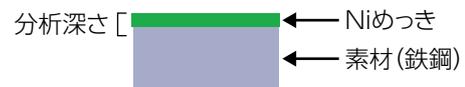
【事例1】塩ビ製パイプの劣化が速いので、成分の面から確認することにした。蛍光X線分析を行ったところ、塩ビの主成分(C、Cl)及び安定剤であるCa等のほかにB(ホウ素)が検出され、概略分析値で18%となった。



B-K α のピーク位置にはCl-L β 、Cl-L γ も検出されます。Clは塩ビの主成分なので、L線も強く出ることには注意が必要です。☆このほかにもPb-L α とAs-K α 、Zn-L β 1とNa-K α 、Mo-L α とS-K α などが近い位置に検出されます。

【事例2】成分不明の金属試料があり、蛍光X線分析により合金の種類を推定したい。蛍光X線分析を行ったところ、Ni、Fe、C等が検出され概略分析値はNi:64%、Fe:24%、C:0.9%であった。ニッケル合金の規格と照合しても合うものがない。

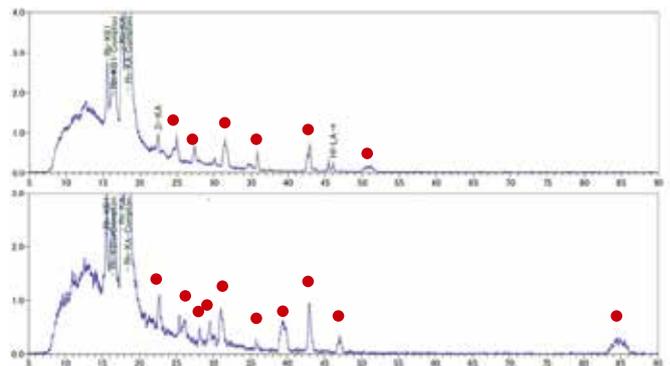
試料表面を研磨して再度測定すると、Niのピークはほとんど消失してFeが90%以上となり、通常の鉄鋼材料であることがわかりました。☆試料の断面は図のようになっていたと考えられます。分析前



に試料の確認を行い、めっき等の表面処理が施されている場合は、研磨してから分析します。これによりめっきの種類も判定することが可能です。

素材の材質のみ知りたい場合は、切断して断面を分析する方法もあります。

【事例3】シリコン基板の定性分析を行ったところ、重金属領域に帰属できないピークが複数見られ、同じ試料を何回か測定するとそのたびピークの位置が変化した。何らかの金属不純物が含まれているか、表面に付着しているのだろうか。



重元素領域に現れているピークはいずれもSiによる回折ピークです。試料が結晶構造を持つ場合、試料自身が1次X線を回折することによって、回折線が発生し、測定妨害となることがあります。

試料の向きや角度を変えて測定したときに強度や形状、出現位置が変化するピークは、回折ピークの可能性があります。帰属できないピークやペアピーク*との強度比が不自然なピーク、形状が通常とは異なるピークも回折ピークの疑いがあります。

今回、ご紹介した事例以外に高次線の妨害などにも注意が必要です。

また、蛍光X線分析では標準試料がなくても、おおよその定量値(概略定量値)が算出できるのが便利な点ですが、あくまでも概略値であることを認識しておくことが大切です。

データを正しく解析することは、社内の品質評価や研究開発に役立つだけでなく、取引先から提出されるデータをきちんと読み取り、正しい主張を行うことにもつながります。結果の解析で迷うことがあれば遠慮なく職員にご相談ください。

*同一元素のK α とK β 、L α とL β など一定の強度比で発生するX線をペアピークと呼びます。