

Application News

No. X267

X線分析

溶液中軽元素の蛍光 X線分析

– EDX-8100・ヘリウム置換測定ユニット –

EDX-8100 はヘリウム置換ユニット（オプション）に対応した軽元素高感度タイプの蛍光 X線分析装置です。本ユニットを用いることで、液体やガスを発生する試料など真空にはできない試料の中に含まれる軽元素を高感度に分析することが可能です。その効果の1つとして、従来 EDX-8000 では不可能であった溶液中のフッ素（F）が可能となりました。

溶液中の F~K について、He 雰囲気での検出下限と、溶液の保持に使用するフィルムの違いについて評価しました。

S. Yada, N. Ichimaru

■ 元素・試料

試料を表 1 に示します。純水はバックグラウンド強度の算出に使用しました。

表 1 元素・含有量・溶液

元素	含有量 [ppm]	溶液
F	94,962	調製液
Na	20,000	調製液
Mg	20,000	調製液
Al	20,000	調製液
Si、P、S、Cl、K	1,000	原子吸光標準液
—	—	純水

■ 前処理

試料ごとにフィルムを張った試料容器にそのまま約 5 mL 入れました。フィルムは表 2 に示す 3 種類を用いました。

表 2 試料保持フィルム

名称	厚さ (μm)	組成式
Prolene (Chemplex 社製)	4	C ₃ H ₆
ポリプロピレン	5	C ₃ H ₆
PET フィルム	6	C ₁₀ H ₁₆ O ₄

■ 検出下限

(1) 雰囲気：大気/He

フィルムにポリプロピレンを用いた、大気および He 雰囲気の測定スペクトルを図 1（次項）に、強度・測定条件（電流値・積分時間）から算出した検出下限*1を表 3 に示します。He 雰囲気により F、Na の検出が可能で、Mg は 40 倍、Al、Si は 8 倍、P、S は 2 倍程度良くなりました。

表 3 検出下限 (1) 雰囲気による違い [ppm]

雰囲気	⁹ F	¹¹ Na	¹² Mg	¹³ Al	¹⁴ Si	¹⁵ P	¹⁶ S	¹⁷ Cl	¹⁹ K
大気	—	—	3,300	210	91	25	16	23	6.3
He	41,000	680	84	26	11	11	7.8	15	5.1

表 4 検出下限 (2) フィルムによる違い [ppm]

フィルム	⁹ F	¹¹ Na	¹² Mg	¹³ Al	¹⁴ Si	¹⁵ P	¹⁶ S	¹⁷ Cl	¹⁹ K
Prolene (Chemplex 社製)	18,000	480	72	22	10	9.7	7.5	14	4.7
ポリプロピレン	41,000	680	84	26	11	11	7.9	15	5.1
PET フィルム	—	5,400	340	55	54	25	24	18	5.8

(2) フィルムの違い

He 雰囲気にて 3 種類のフィルムを用いて測定を行いました。スペクトルを図 2（次項）に、検出下限を表 4 に示します。Prolene (Chemplex 社製) 4 μm が最も感度良く、軽元素になるほど厚さ・組成による吸収の影響が大きくなります。

■ まとめ

EDX による溶液の測定では、濃い・薄い、有機・無機、懸濁・粘性などの状態を問いません。

また溶液に限らず、真空不可・難の以下のような試料に対しても有効です。

- ・歯などの生体試料（破損・変質）
（感染など取り扱いには注意が必要です）
- ・ゼオライトなど多孔質（測定真空度までの到達時間）
- ・繊維類、衣類（多孔質・湿潤）
- ・グラファイト粉末など超微粒子（飛散）
- ・封止物、封入物（破裂）

これらの中の軽元素の有無、含有量を迅速に知りたいという場合に有効です。

■ 測定条件

装置	: EDX-8100
X線管球	: Rh ターゲット
検出器	: SDD
管電圧	: 50 [kV]
管電流	: 260~483 [μA] (Auto)
1次フィルタ	: なし (F~S) / #2 (Cl, K)
コリメータ	: 10 [mmφ]
測定雰囲気	: 大気/He
積分時間	: 100 [秒]
デッドタイム	: 最大 30 [%]

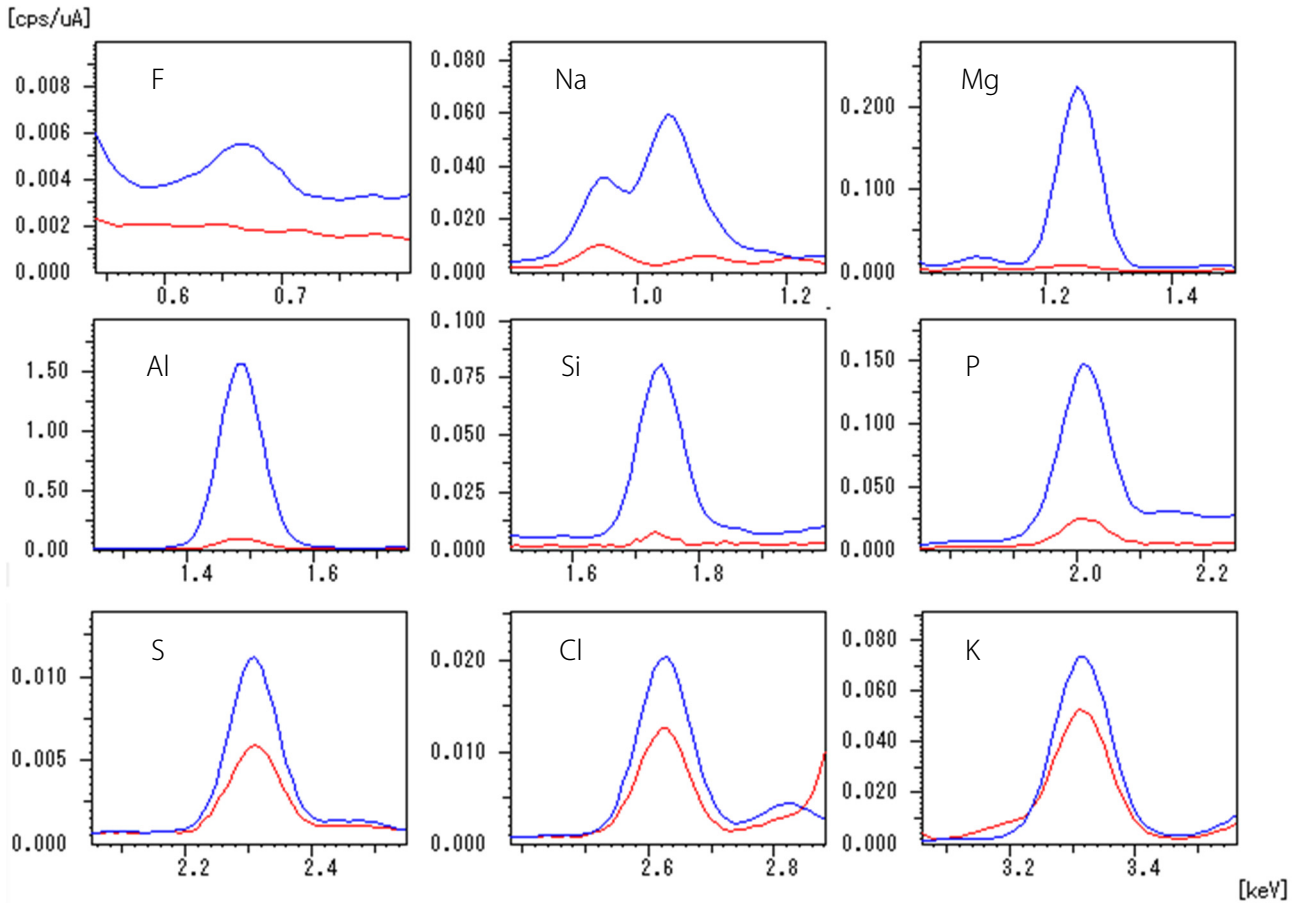


図1 F~K蛍光X線スペクトル 青:He雰囲気 赤:大気

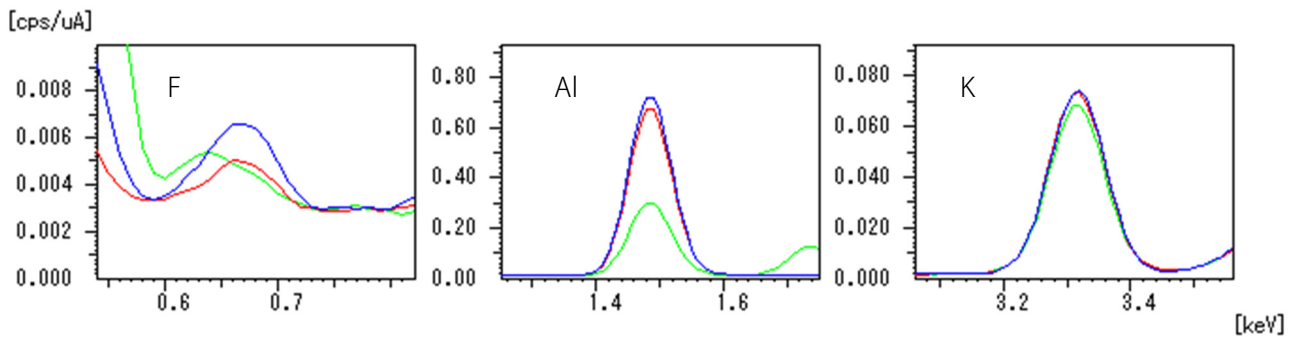


図2 F、Al、K蛍光X線スペクトル 青:Prolene (Chemplex社製) 赤:ポリプロピレン 緑:PETフィルム

*1 検出下限の計算

$$\text{検出下限} = 3 \times \frac{\text{含有量}}{\text{蛍光X線強度}} \times \frac{\sqrt{\text{バックグラウンド強度} \times \text{積分時間} \times \text{電流値}}}{\text{積分時間} \times \text{電流値}}$$

$$\text{(例: 表3 PのHe雰囲気の場)} = 3 \times \frac{1,000 [\text{ppm}]}{1,217,437 [\frac{\text{cps}}{\mu\text{A}}]} \times \frac{\sqrt{0.536691 [\frac{\text{cps}}{\mu\text{A}}] \times 100 [\text{sec}] \times 283 [\mu\text{A}]}}{100 [\text{sec}] \times 283 [\mu\text{A}]} = 10.73 [\text{ppm}] \doteq 11 [\text{ppm}]$$

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2018年4月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。