

エネルギー分散型蛍光X線分析装置 EDX-7000

蛍光X線分析装置による歴史的資料 (旧金属標本) の非破壊元素分析

漆崎 文彩

ユーザーベネフィット

- ◆ 貴重な資料を非破壊で、傷つけることなく分析できます。
- ◆ さまざまな形態の試料に含まれる元素を迅速に分析できます。
- ◆ ファンダメンタルパラメーター法 (FP法) により、標準試料を用いずに定量分析できます。

■はじめに

エネルギー分散型蛍光X線分析装置 (EDX) は、迅速かつ非破壊で分析対象物の組成を分析できます。非破壊分析とは、文字通り分析対象物を分解や破壊することなく、その性質を分析する分析技術で、食品、材料、医薬などのあらゆる分野にニーズがあります。中でも、貴重な資料を取り扱う、文化的・歴史的資料の研究では、蛍光X線による非破壊分析が用いられています。

ここでは、国際日本文化研究センター様にご提供いただいた明治初期の金属標本4点について、当時の科学レベルを確かめるべく、EDX-7000を用いた組成分析を行いました。分析対象である金属標本は表面の腐食が顕著でしたが、結果として主成分金属が判明し、その純度の高さがわかりました。

■試料

純金属標本試料4点の写真を図1に示します。

それぞれの試料の名前は、共に保管されていた包み紙に記載されていた名称です。名称から推測される金属の元素記号を括弧内に示しています。「棒状プリンビウム」の「プリンビウム」はラテン語で鉛 (Pb) を表す「plumbum」に由来すると考えられます。



板状カドミウム (Cd) 1.2×11.8 cm



純錫 (Sn) 1.1×1.1×6.7 cm



錫 (Sn) 0.8×1.0×1.5 cm



棒状プリンビウム (Pb) 全長 12.6 cm

図1 各種金属試料

■装置

EDX-7000の装置外観を図2に示します。



図2 EDX-7000 装置外観

■元素

測定対象の元素は、 $_{11}\text{Na}\sim_{92}\text{U}$ です。

■試料前処理

前処理は行わず、そのまま試料表面を分析しました。

「錫」は、装置の試料測定窓 ($\phi 1.3$ cm) より小径のため、厚さ $5\mu\text{m}$ のポリプロピレンフィルムを張った試料容器に入れて測定しました。

■定性定量分析

試料4点について、Na-Uの定性分析を行いました。主成分から微量チャンネルまでを、6チャンネルで測定しました。チャンネルの一覧を表1に示します。

表1 測定チャンネル一覧

Ti-U	: 重元素の主成分用
Na-Sc	: 軽元素の高感度用
S-Ca	: Clなど微量高感度用・1次フィルタ使用
Cr-Fe	: 微量高感度用・1次フィルタ使用
Zn-As,Pb	: 微量高感度用・1次フィルタ使用
Ru-Sb	: 微量高感度用・1次フィルタ使用

検出元素の化合物形態は、腐食による酸化物などの可能性はありますが、金属形態であると仮定し、ファンダメンタルパラメーター法 (FP法) により定量分析しました。

1. 板状カドミウム (Cd)

試料の表面を測定しました。試料観察画像を図3に、定性定量分析結果を図4に示します。

主成分であるカドミウム (Cd) の定量値は**98.4 %**でした。

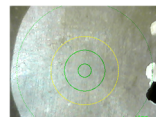


図3 「板状カドミウム」の試料観察画像

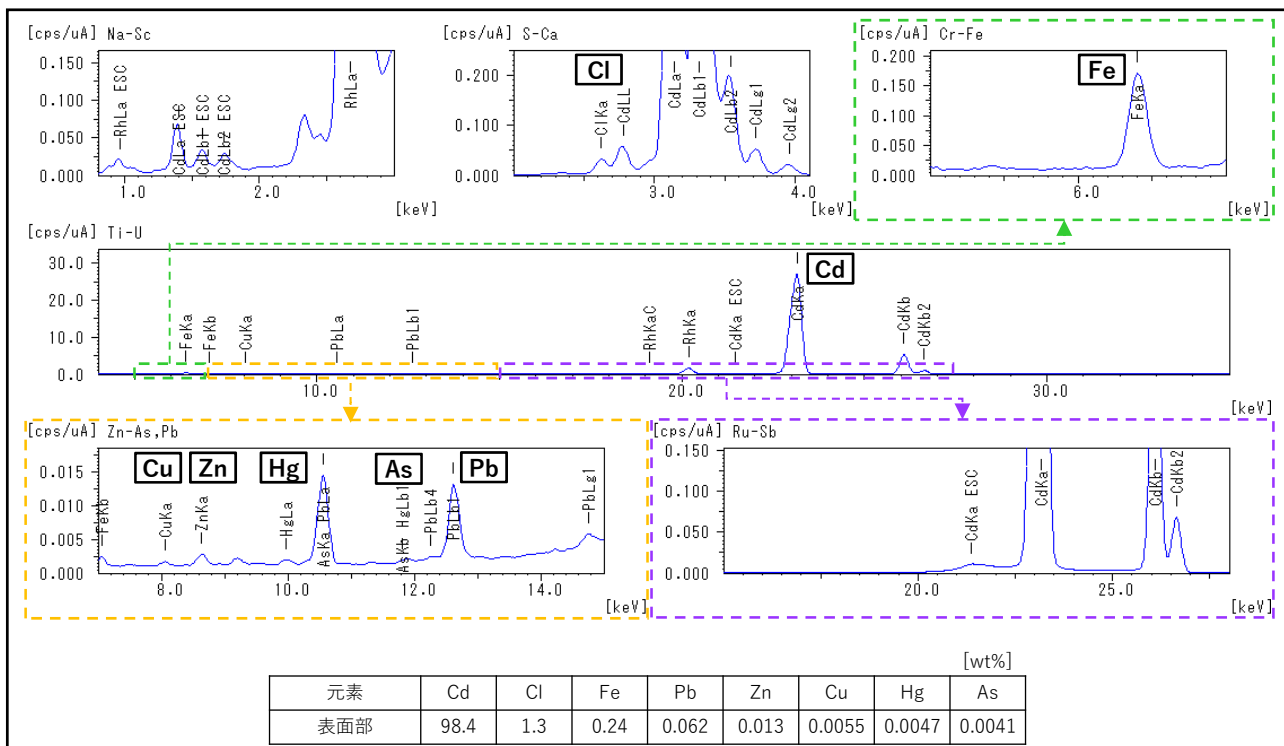


図4 「板状カドミウム」の定性定量分析結果

2. 純錫 (Sn)

腐食や付着物、偏析の影響があると考えられる表面部と、表面が剥がれた剥離部の2か所を測定しました。試料観察画像を図5に、定性定量分析結果を図6に示します。

主成分であるスズ (Sn) の定量値は、表面部が**99.0 %**、剥離部が**99.9 %**でした。



表面部



剥離部

図5 「純錫」の試料観察画像

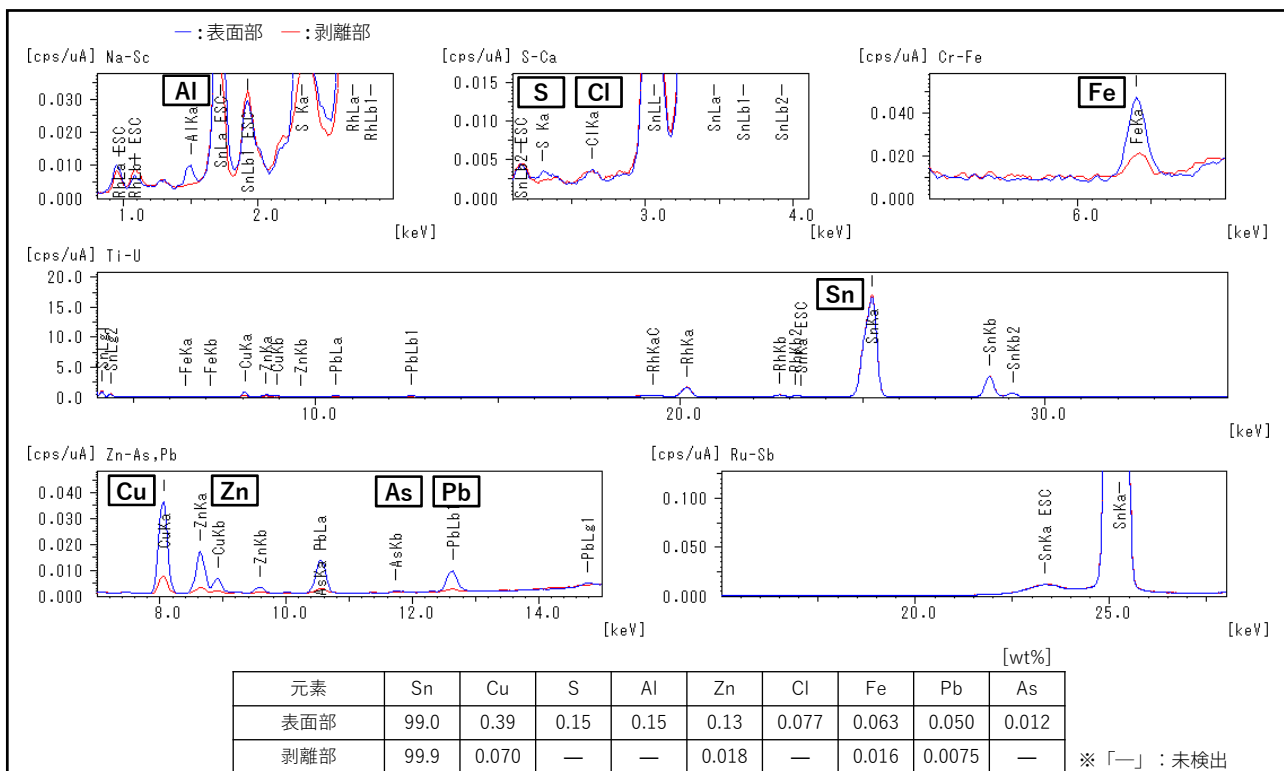


図6 「純錫」の定性定量分析結果

3. 錫 (Sn)

2. 純錫 (Sn) と同様に、表面部と、表面が剥がれた剥離部の2か所を測定しました。試料観察画像を図7に、定性定量分析結果を図8に示します。

主成分であるスズ (Sn) の定量値は、表面部が**97.9%**、剥離部が**99.5%**でした。



図7 「錫」の試料観察画像

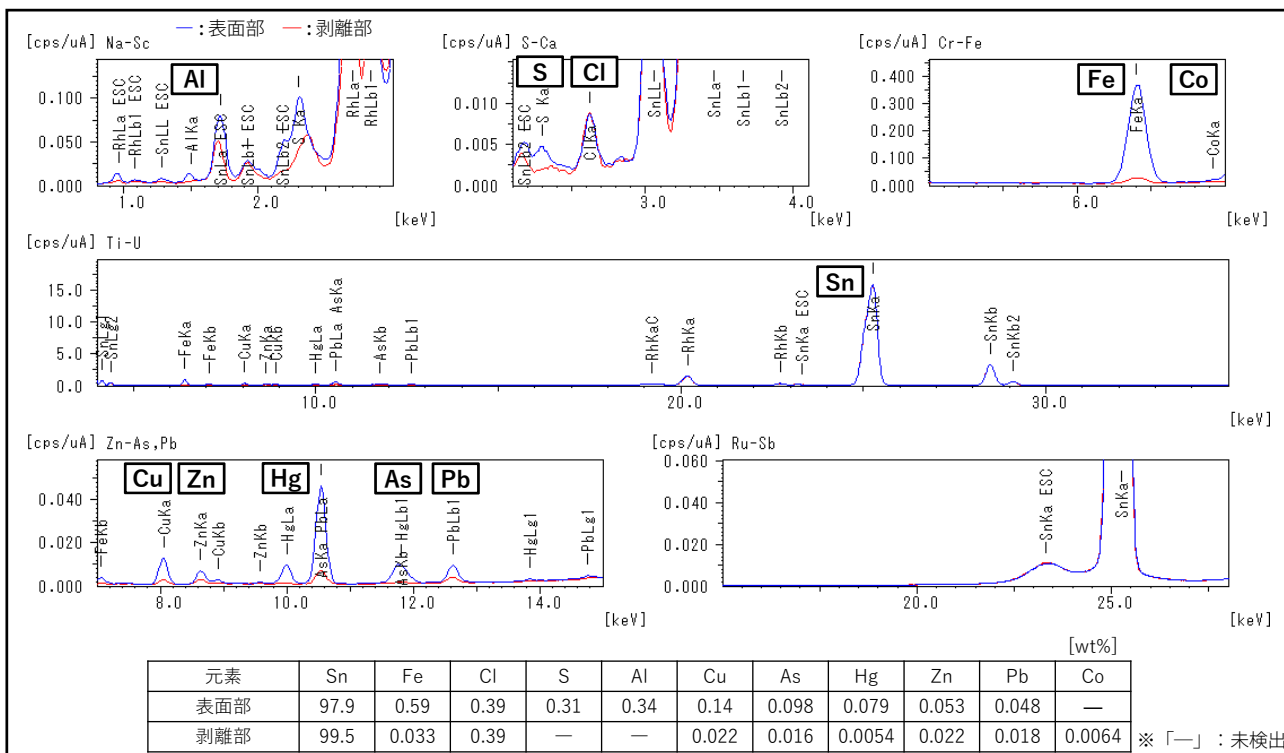


図8 「錫」の定性定量分析結果

4. 棒状プリンビウム (Pb)

試料内の異なる5か所を測定しました。試料測定位置を図9に、試料観察画像を図10に示します。定性定量分析結果を図11に示します。

主成分である鉛 (Pb) の定量値は、測定位置により**93.1~97.9%**と、数%の差がありました。

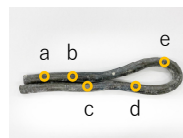


図9 試料測定位置



図10 「棒状プリンビウム」の測定位置aの試料観察画像

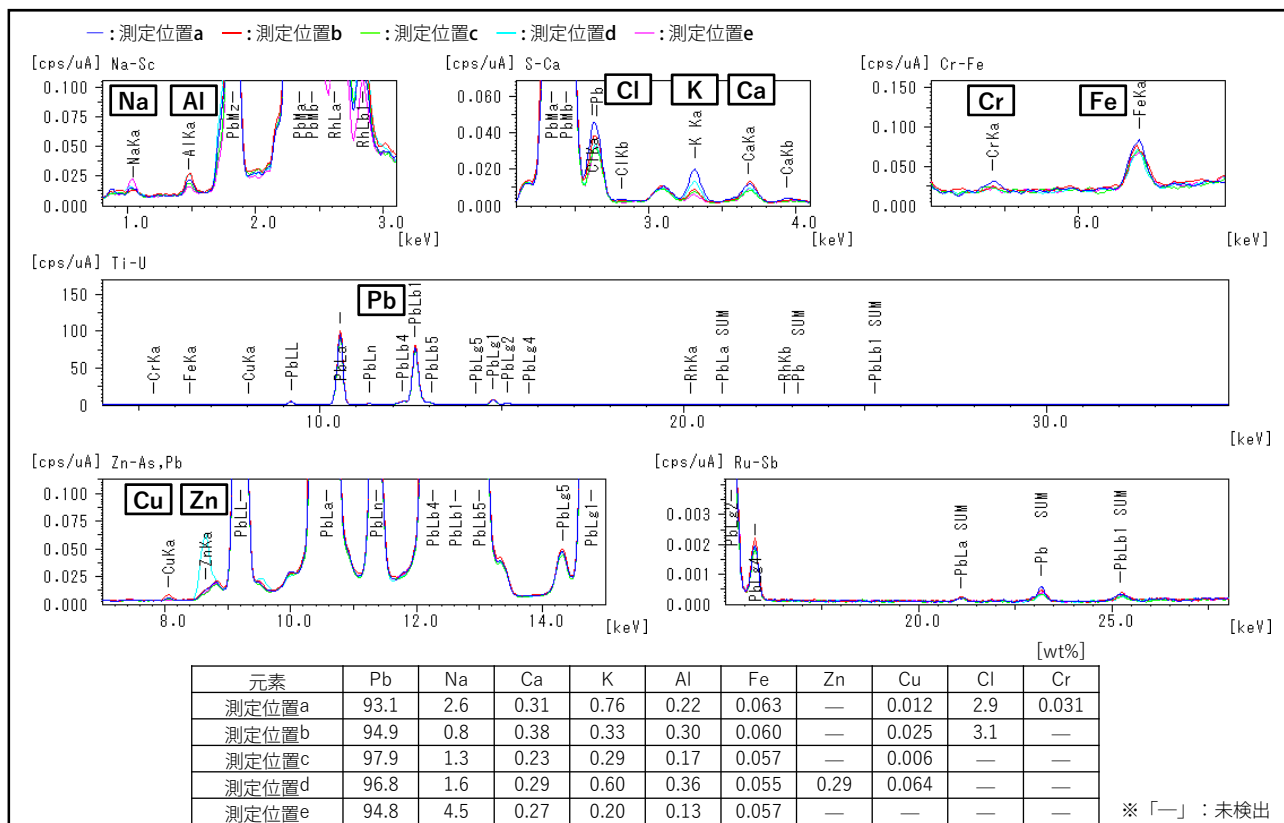


図11 「棒状プリンビウム」の定性定量分析結果

■測定位置による分析結果の差の評価

定量分析に用いたFP法は、検出元素が試料中に均質に存在すると仮定して定量値を算出します。したがって試料表面に腐食や汚れ、偏析が存在する場合、定量値に影響します。

試料の均一性の確認として、「純錫」と「錫」は表面部と剥離部の比較、「棒状プリンビウム」は異なる5か所の違いを評価しました。結果は図6、図8、図11に示すとおり、表面性状や位置の差により検出元素や定量値に差が見られ、表面の汚れや偏析の存在が示唆されました。

特に「純錫」の場合、表面部に検出されたS、Al、Cl、Asは剥離部では検出されず、これらの腐食や汚染、偏析に由来する元素の影響がない剥離部では、100%に近い高純度な金属であることがわかりました。

■まとめ

EDXによる非破壊分析によって、金属試料4点の主成分金属が判明し、加えて明治初期当時の精錬技術の高さがうかがえる、純度の高い金属試料であることがわかりました。

貴重な歴史的資料の組成分析には、前処理が不要で非破壊による分析が可能なEDXをご活用ください。

■測定条件

表2 分析条件

装置	: EDX-7000
元素	: Na-U
分析グループ	: 定性定量
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧	: 50 [kV] (Ti-U) (Cr-Fe) (Zn-As, Pb) (Ru-Sb), 15 [kV] (Na-Sc) (S-Ca)
管電流	: Auto [μA]
コリメータ	: 3, 5 [mm φ]
1次フィルタ	: Non (Ti-U) (Na-Sc), #2 (S-Ca), #3 (Cr-Fe), #4 (Zn-As, Pb), #1 (Ru-Sb)
雰囲気	: 真空
積分時間	: 60 [秒] (Ti-U) (Na-Sc) (S-Ca), 100 [秒] (Cr-Fe) (Zn-As, Pb) (Ru-Sb)
デッドタイム	: 最大30 [%]

〈参考文献〉

「〈企画展〉明石博高と島津源蔵 一京の近代科学教育の先駆者たち」
(2021年1月12日発行、臨川書店)

謝辞

国際日本文化研究センターの皆様には、試料のご提供および分析結果の考察において様々な助言をいただきました。

ご協力に深く謝意を表します。

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ EDX-7200

エネルギー分散型蛍光X線分析装置
EDX-7200

関連分野

＞ 低分子医薬品

＞ 工業材料・マテリアル

＞ 環境

＞ 自動車

＞ 新エネルギー

＞ インフラストラクチャ

＞ バイオ医薬品

＞ 感染症研究（ワクチン・治療薬）

＞ 核酸・mRNA医薬品

＞ ライフサイエンス

＞ 食品・飲料

＞ 化粧品・パーソナルケア

＞ 石油・化学工業

＞ 電気・電子

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ