

Application News

No. X255

X線分析
X-ray Analysis

EDXによる少量有機物の元素定量分析

—バックグラウンドFP法の新機能—

Quantitative Analysis of Element in Small Volume Organic Matter by EDXRF
- New Function of Background FP Method -

蛍光X線分析においては、ファンダメンタルパラメータ法 (FP法) による定量分析がよく行われています。樹脂や食品・植物など有機物が主成分の場合は、主成分をCH₂やCH₂Oなどと仮定し、測定せずバランス扱いとして定量分析します。これは蛍光X線では主成分の炭素、水素、酸素、窒素などの測定および正確な定量が困難なためです。

しかし樹脂が不定形の場合や食品・植物が少量の場合には、通常のFP法では元素の有無は確認できても、蛍光X線強度が変動することから定量値が安定しないという問題がありました。

そこで、これら形状による影響も考慮したバックグラウンドFP法 (BG-FP法) の新機能により、定量値の安定が実現できました。例として食品のひじきの少量の定量分析結果をご紹介します。

S. Watanabe H. Nakamura

試料

Sample

NMIJ* 認証標準物質 (粉末状)

CRM 7405-a No.99 ひじき粉末

* 独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センター

前処理・サンプル量

Preparation, Sample Volume

厚さ5μmポリプロピレンフィルムを張った試料容器に粉末のまま入れます。少量の場合は薄く広げました。



(a) 十分な量の場合
Sufficient volume



(b) 少量 (薄い) の場合
Small(thin) volume

Fig.1 試料観察画像
CCD Image of Sample

定量分析結果

Quantitative Result

十分な量は通常のFP法にて、少量は通常のFP法とBG-FP法で定量分析を行いました。これらすべて主成分はC₆H₁₂O₆と仮定しバランスに設定しました。

定量値をTable 1に、その比較グラフをFig. 2に示します。また、定量元素の定性プロファイルを図3に示します。

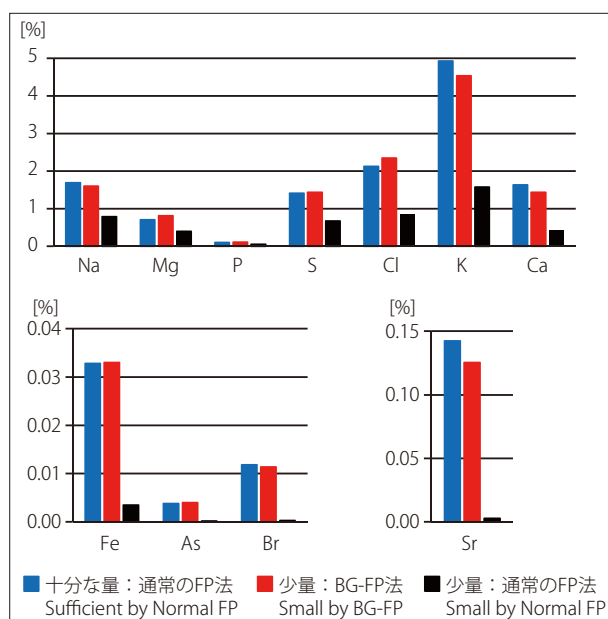


Fig.2 定量値の比較グラフ (Table 1より)
Comparison Graph of Quantitative Value (from Table 1)

通常のFP法による定量値は、少量では十分な量に対しておよそ、軽元素のNa~Caで2分の1~4分の1、重元素のFe~Srで10分の1~50分の1と、差が大きくなりました。少量ではX線強度が低下するため、バランス成分がある場合には定量値も相応に小さくなります。特に重元素のX線は透過力が強いので、試料の厚さが大きく影響します。しかし、これら形状の影響を補正する本BG-FP法の新機能では、最大誤差でもMgの16%と、少量でも十分な量と同等の定量値が得られ、その有効性が確認できました。

Table 1 通常のFP法とBG-FP法による定量分析結果 —試料の量による違い—

Quantitative Result by Normal FP Method and BG-FP Method -Difference of Sample Volume-

[%]

	Na	Mg	P	S	Cl	K	Ca	Fe	As	Br	Sr	C ₆ H ₁₂ O ₆	
十分な量	1.69	0.70	0.10	1.41	2.13	4.92	1.64	0.033	0.0038	0.012	0.14	87.21	
少量	バックグラウンドFP法	1.60	0.82	0.11	1.43	2.35	4.53	1.43	0.033	0.0040	0.011	0.13	87.54
	相対誤差	-5.5 %	16 %	2.7 %	1.7 %	10 %	-8.0 %	-12 %	0.7 %	3.9 %	-3.8 %	-12 %	0.4 %
通常のFP法	0.79	0.39	0.054	0.68	0.86	1.58	0.42	0.0035	0.0001	0.0003	0.0027	95.23	
	相対誤差	-54 %	-44 %	-48 %	-52 %	-60 %	-68 %	-74 %	-89 %	-97 %	-98 %	-98 %	9 %

主成分をC₆H₁₂O₆と仮定しバランスに設定

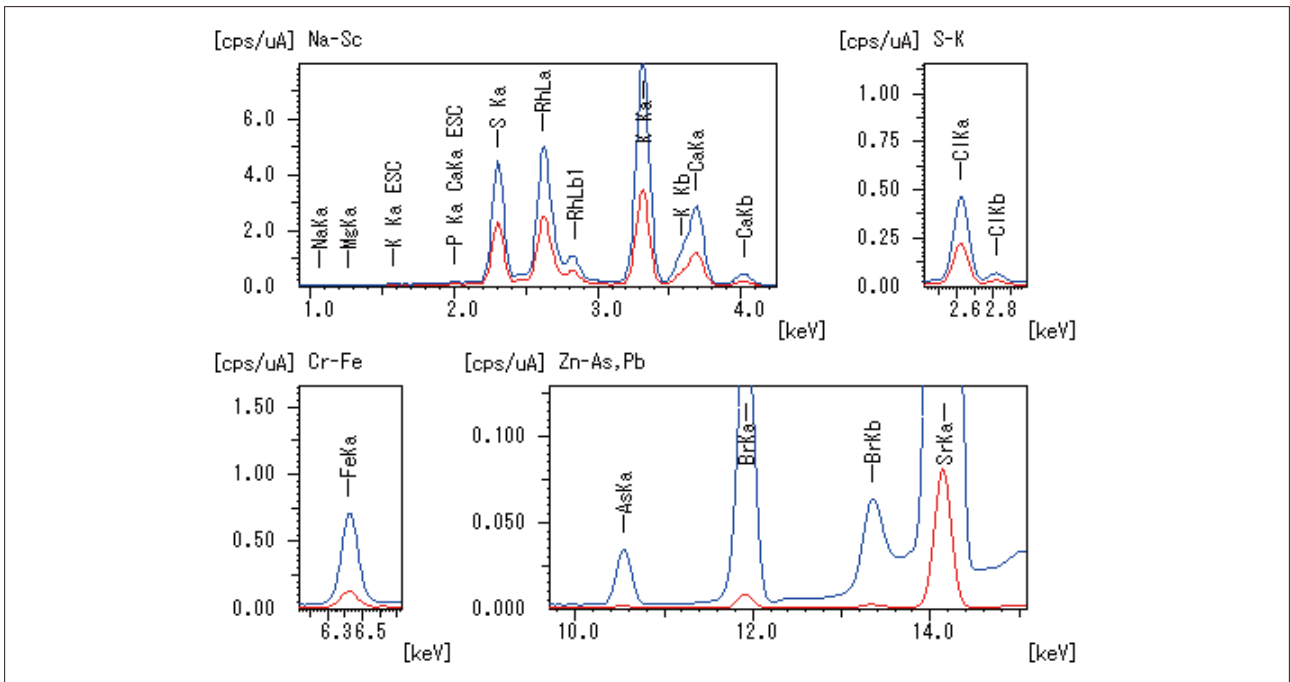


Fig.3 Na-Sr 定性プロファイル 青：十分な量 赤：少量
Na-Sr Qualitative Profile
Blue: Sufficient Volume Red: Small Volume

■バックグラウンド FP 法 (BG-FP 法) の新機能

New Function of Background FP Method

通常の FP 法¹⁾は、蛍光 X 線強度のみで元素・組成を定量します。また、従来の BG-FP 法はバックグラウンドである散乱 X 線も用いる方法で、樹脂膜厚・元素組成の定量に利用されています²⁾。

一方、BG-FP 法の新機能は、同じく散乱 X 線を利用して形状（あるいは材質）の影響を解消する方法です。³⁾

以上まとめを Table 2 に示します。

Table 2 FP 法の種類, 用途, 手法
Type, Use, Method of FP Method

FP法の種類	定量分析の対象	定量分析に使用する強度
通常のFP法	定形試料の無機成分組成	蛍光X線 [NET] (=全X線 [TOTAL] - 散乱X線 [BG])
BG-FP法	従来	蛍光X線 [NET] 特性X線 (Rhなど) 散乱線
	新機能	不定形試料の無機成分組成 散乱X線 [BG], 特性X線散乱線

■まとめ

Conclusion

蛍光 X 線では前処理により試料を一定の形状または量にして正確な定量分析を行うことが一般的です。一方で近年は RoHS スクリーニング分析に代表されるように、不定形な製品を前処理なしでそのまま定量できる方法も多く利用されるようになってきました。しかしこれらの多くは内標準補正など検量線法を応用したもので、FP 法では不可能でした。

今回、これを可能にした BG-FP 法の新機能は、FP 法の特長である標準試料不要の定量分析に加え、形状や量の影響も解消できることから、EDX の簡便さを最大限に引き出すものです。また、研究用のサンプルや異物で少量しか分析に供することができないなど、制約がある場合においても有効です。

Analytical Conditions

Instrument	: EDX-7000
Elements	: Na-U
Analytical Group	: FP, BG-FP
X-ray Tube	: Rh target
Tube Voltage [kV]-Current [μA]	: 15-Auto, 50 kV-Auto
Primary Filter	: Without, #2, #3, #4
Collimator [mmφ]	: 10
Atmosphere	: Vacuum
Detector	: SDD
Integration Time [sec]	: 100
Dead Time [%]	: Max30 %

▶ アンケート

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

▶ 食品・飲料

▶ 石油・化学工業

▶ 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