

全反射蛍光 X 線分析法におけるサンプリング方法と高感度化に関する研究

大阪市立大学大学院工学研究科 化学系物系専攻 工業物理化学研究室 松岡代志子

物質に電子線や、X 線を照射すると試料を構成している原子の内核電子が電離し、その緩和過程で元素に固有のエネルギーである特性 X 線が放出される(Fig. 1(a)(b))。この特性 X 線のエネルギーから定性分析が、その強度から定量分析が可能となる。とりわけ、X 線を照射したときに発生する特性 X 線は蛍光 X 線と呼ばれる。このような蛍光 X 線分析法は大気圧下で非破壊的に元素分析ができるという特徴を有している。X 線全反射現象を利用した分析法に全反射蛍光 X 線分析法がある。蛍光 X 線分析法には、通常、入射および、とりだし角度の違いにより、X-ray fluorescence (XRF) と Total Reflection X-ray Fluorescence (TXRF) に大別される (Fig. 2(a)(b))。この TXRF 法では多元素同時測定が可能、検出限界が低い、サンプル量が少量でよいといった特徴がある。

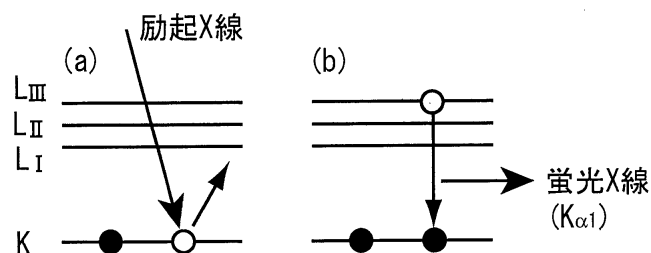


Fig.1. 蛍光 X 線分析の原理(a)励起 X 線による K 殻電子の放出 (b)L 準位の遷移に伴う蛍光 X 線 K_α 線の発生

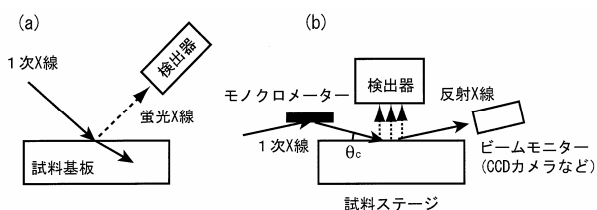


Fig. 2. (a)通常の蛍光 X 線分析(b)全反射蛍光 X 線分析の原理及び装置構成

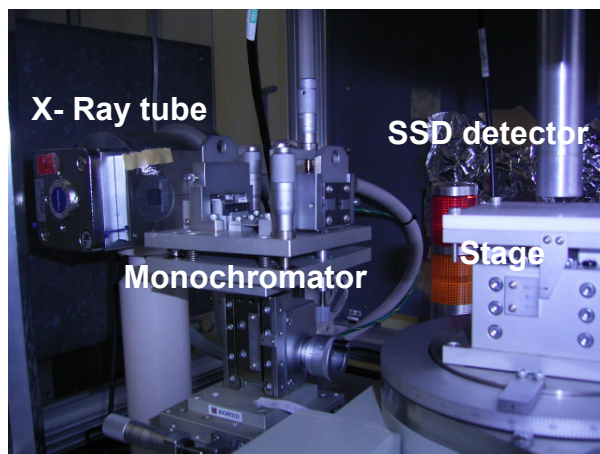


Fig. 3 装置写真

Fig. 3 に当研究室で使用している装置の写真を示す。Mo ターゲットを取り付けた封入管式の X 線源を使用している。また、モノクロメーターで Mo K_α線のみをステージ上の試料に照射する。発生した蛍光 X 線はステージ上方に位置する SSD 検出器で検出する配置となっている。

TXRF 分析を行う際、入射 X 線が全反射するように試料を平坦基板上に平らにのせる必要があるため、一般に固体試料の場合は溶液に溶かして平坦基板に滴下、乾燥、測定といった操作を必要とする。

このようなサンプリング法では測定試料が限定されてしまうため、私の一つ目の研究テーマは、TXRF 法をより一般的な表面分析手段とするための簡便かつ迅速なサンプリング方法を検討することである。具体的には①ドリルで作成した粉末金属の EPMA による形状観察及び TXRF 測定、②精密研磨した Fe-Cr 合金試料表面の測定、③精密切削した金属試料表面の測定、④血液サンプルの直接 TXRF 分析である。

また X 線を用いた分析を行う際、試料から発生する蛍光 X 線の検出感度を向上させるための手段として試料に照射する一次 X 線の高輝度化、検出器の性能向上などがあり、研究が進められている。その一例として Spring 8 などの放射光施設などを利用した分析がある。二つ目の研究テーマとしては、実験室などの限られた空間内で全反射蛍光 X 線分析を行う際、シート状の板で一次 X 線を集光することによる蛍光 X 線の高感度化についてである。