

## 蛍光X線分析

### はじめに

近年、分析の世界でも「環境に優しい」、すなわち、できるだけ環境に負荷をかけない方法の選択が求められています。

元素分析の手法は、古典的には滴定法や吸光光度法、また最近では原子吸光光度法やICP発光分析法が多く用いられ、各種公定法でも採用されています。しかしながら、これらの手法では様々な毒劇物試薬や有機溶媒等を用いる必要があります。一方、蛍光X線を用いた元素分析は、基本的には、有害な試薬類を用いることはありません。

近年、RoHS指令[EUにおける家電、電子機器の有害物質使用禁止指令]や、いわゆる「グリーン調達」に向けた、有害物質（鉛、水銀、カドミウム、六価クロム、臭素系難燃剤）の含有を調べる必要性が増大しています。その確認、検査法として、蛍光X線分析が注目されています。蛍光X線分析は「非破壊」で「環境に優しい」分析を実施できるという優れた特徴があります。

今回は、感度面の弱点がカバーできる「3D偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置」を加えた蛍光X線分析についてご紹介します。

### 蛍光X線分析とは・・・

物質にX線を照射すると、その物質を構成する元素に特有のエネルギー（波長）を持ったX線が放射されます。これを蛍光X線といいます。放射された蛍光X線のエネルギー（波長）と強度を検出することで、物質を構成する元素の種類と量がわかります。

蛍光X線をエネルギー分解能の高い半導体検出器で検出するタイプの装置は、エネルギー分散型蛍光X線分析装置(EDXRF)といいます。また、分光結晶を用いて元素固有の波長に分けた後、波長毎に比例計数管又はシンチレーション計数管を用いて検出するタイプの装置は、波長分散型蛍光X線分析装置(WDXRF)といいます。操作性の点で前者が、感度と定量精度の点で後者が相対的に優れています。また、走査型電子顕微鏡(SEM)に装着したX線分析装置には、エネルギー分散型(EDX)がよく使用されます。

### 最近の蛍光X線分析の特徴

#### ① サブ ppm レベルの重金属測定が可能

「3D偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置」は、検出器に導かれる蛍光X線の偏光光学系を三次元に配置し、バックグラウンド信号を低下させたことが大きな特徴です。その結果、重金属元素をはじめ、様々な元素の微量測定を短時間で、しかも1ppmを下回るレベルまで測定可能となりました。(試料の状態や元素の種類により感度は異なるものの、従来の蛍光X線装置はせいぜい数十ppm程度でした。)

#### ② 測定対象が広範であり、量の多少を問わず測定が可能

食品、化学品、樹脂、鉱物など、様々な試料の測定が可能です。さらに、固体、粉末、液体といった形態や、試料の多少を問わずに測定できます。

③ X線の照射による熱の影響がない

従来の装置のような、熱による試料へのダメージはなく、非破壊で測定ができます。

④ 定量分析の精度が良い

原子吸光光度法や ICP 発光分析法などのように、溶液化の必要がなく、人為的な誤差を最小限に抑えることができます\*1。

\*1 試料の量が 10g 程度以上あれば、X線の照射に関わる精度がより高まり、定量分析で得られた数値がより安定します。

アプリケーション例

① 「グリーン調達」を目的とした 5 元素（鉛、水銀、カドミウム、クロム、臭素）の分析  
FP（ファンダメンタルパラメーター）法という、標準（検量線）を用いない簡易定量分析により、1ppm を下回るレベルの測定が可能です。

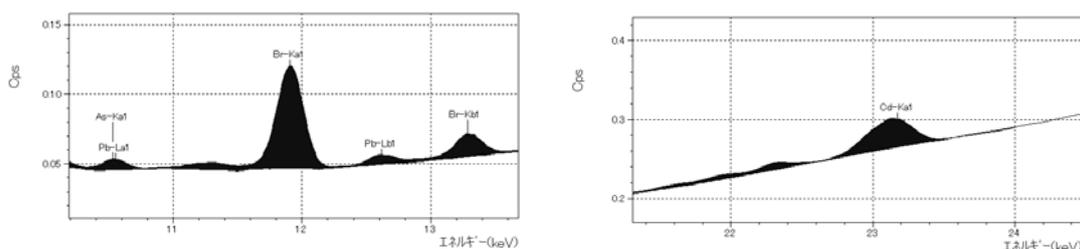
② 食品・薬品中の重金属元素の一斉分析（簡易定量分析）

日本薬局方や食品添加物公定書で定められた「重金属試験法」の重金属に相当する鉛、カドミウム、水銀、銅、ビスマスなどの元素をサブ ppm レベルでスクリーニングすることで、重金属試験法の基準値（概ね 20ppm）と比較することができます。

エネルギースペクトル例

ポリエチレン材質の標準物質の測定例を以下に示しました。

検出される蛍光X線のエネルギーは元素ごとに固有なので、横軸のエネルギー値で元素の定性が可能です。縦軸は蛍光X線が検出器にカウントされる量（CPS）を示します。定量分析は、この縦軸のカウント数と、各元素量との相関から、コンピュータソフトウェアを用いて行います。



<ポリエチレン材質の標準物質の蛍光X線エネルギースペクトル例>

(認証値 ppm : Pb 1.42, Cd 2.00, Br 9.2, As 0.35)

おわりに

「栄養・食糧学データハンドブック」(日本栄養・食糧学会編, 同文書院, 2006) や, 「新・食品分析法Ⅱ」(日本食品科学工学会・食品分析研究会編, 光琳, 2007) の中で, 蛍光X線分析が取り上げられています。特に「3D 偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置」は, これまで困難であった感度面での改善が図られ, 食品中のミネラル, 重金属分析に対しても, 有効な手法の一つと評価されています。今後, 蛍光X線分析のデータに対する評価を高め, 「環境に優しい」手法の一つとして大いに活用してまいります。