

# 蛍光 X 線分析による FP 法を用いた定量分析について

## 1. はじめに

蛍光 X 線分析法は試料の調製が容易で、迅速に定性、定量分析が可能であることから、スクリーニング、工程管理、材料判別や異物分析など幅広い目的に利用されています。

蛍光 X 線分析による定量方法には、検量線法とファンダメンタルパラメータ (FP) 法の 2 種類があります。検量線法は正確な値を出すことができる反面、品種毎にそれぞれ標準試料を用意し、別々の検量線を作製しなければなりません。FP 法は、正確さでは検量線法に劣りますが、標準試料を必要としない大きな利点があります。本稿では、当センター所有の波長分散型蛍光 X 線分析装置 ZSX Primus II で分析値の付与されている試料を測定し、FP 法による定量分析の正確さについて検討を行いました。

## 2. 分析事例

### 2-1. 金属の分析例

当センターでは、低合金鋼、ステンレス鋼、鋳鉄の標準試料を用意しており、検量線法により定量分析を行っています。標準試料のない材料の定量分析は、試料を溶解し ICP 発光分光法など他の装置を使用して定量分析を行います。試料を溶解する方法は、正確な値が出る一方で、試料調製に多くの時間を要する欠点があります。材料の品種の特定が目的の場合、FP 法を活用することで、迅速に結果を得ることができます。

**表 1** は、ニッケル基合金モネル 400 を FP 法で分析した結果です。分析値は、付与値と若干のずれはありますが合金の品種推定には十分な正確さで分析されていることが分かります。

**表 1** モネル 400 の分析値と付与値 (%)

元 素	Al	Si	Co	Mn	Cu	Ni	Fe
分析値	0.039	0.029	0.033	1.34	31.5	65.0	1.99
付与値	0.027	0.028	0.032	1.26	31.9	64.7	1.86

### 2-2. 樹脂の分析例

樹脂材料には、難燃剤や充填剤、顔料などが添加されることや、不純物として金属元素が混入している場合があります。蛍光 X 線分析により添

加物、混入物の種類や量を推定できます。樹脂材料中に混入している Cr、Cd、Pb の定量を FP 法で行った事例を紹介します。試料は有害金属成分蛍光 X 線分析用のディスク状標準試料 JSAC0613、0614、0615 を用いました。樹脂材料のマトリックス成分は C、H、O などの蛍光 X 線分析で定量できない元素から成るので、それらの成分を残分として設定する必要があります。残分の組成が分かる場合はその組成を入力します。今回は組成が不明なため、Rh-K $\alpha$  の散乱線強度から残分を推定する散乱線 FP 法という手法を用いました。**表 2** に分析結果および付与値を示します。FP 法を用いても概ね正確に分析されていることが分かります。

**表 2** 樹脂中の元素分析結果 ( $\mu\text{g/g}$ )

試料	分析値			付与値		
	Cr	Cd	Pb	Cr	Cd	Pb
0613	61	10	57	52	10	55
0614	116	20	109	99	24	107
0615	258	44	219	213	43	202

## 3. おわりに

上記のように FP 法での定量分析により主成分から微量成分までの幅広い範囲の成分を分析できることが分かります。この他の FP 法を利用したアプリケーション例としては薄膜試料の膜厚を推定する薄膜 FP 法などがあります。

当センター所有の蛍光 X 線分析装置の測定径は、 $\phi 1 \sim \phi 30$ 、試料サイズは、 $\phi 51 \times 30\text{mm}$  (H) です。**図** に今回測定した試料および試料ホルダを示します。



**図** 試料と試料ホルダ

当センターでは、蛍光 X 線分析を始め、ICP 発光分析、燃焼赤外線吸収法による C、S 分析等の成分分析を行っております。お気軽にご相談ください。



**産業技術センター** 化学材料室 濱口裕昭 (0566-24-1841)  
**研究テーマ** : 水素製造に関する研究  
**担当分野** : 無機材料