(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6081260号
(P6081260)
(45)発行日　平成29年2月15日(2017.2.15)　(24)登録日　平成29年1月27日(2017.1.27)

(51)Int.Cl.　F I
G01N 23/223 (2006.01)　G01N 23/223

請求項の数 4　(全 7 頁)

(21)出願番号　特願2013-68420(P2013-68420)
(22)出願日　平成25年3月28日(2013.3.28)
(65)公開番号　特開2014-190921(P2014-190921A)
(43)公開日　平成26年10月6日(2014.10.6)
審査請求日　平成27年12月8日(2015.12.8)

(73)特許権者　503460323
株式会社日立ハイテクサイエンス
東京都港区西新橋一丁目２４番１４号
(74)代理人　100120396
弁理士　杉浦　秀幸
(72)発明者　野原　宏彰
東京都港区西新橋一丁目２４番１４号　株式会社日立ハイテクサイエンス内
(72)発明者　的場　吉毅
東京都港区西新橋一丁目２４番１４号　株式会社日立ハイテクサイエンス内
(72)発明者　坂井　範昭
東京都港区西新橋一丁目２４番１４号　株式会社日立ハイテクサイエンス内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】蛍光Ｘ線分析装置

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
試料を設置可能な試料台と、前記試料に対して一次Ｘ線を照射するＸ線源と、前記一次Ｘ線を照射された前記試料から発生する蛍光Ｘ線を検出すると共に前記蛍光Ｘ線が透過可能な窓材で形成されたＸ線入射窓を有する検出器と、前記Ｘ線入射窓の外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構とを備え、
前記検出器が、前記Ｘ線入射窓の周囲に設けられ前記Ｘ線入射窓の開口量を設定するコリメータ部を備え、
前記ガス吹き付け機構が、前記ガスの供給源と、前記供給源に基端が接続されたガス配管と、前記コリメータ部内に設けられ前記ガス配管の先端が基端に接続されていると共に先端に前記ガスの吹き出し孔が形成されたガス内部流通路とを備え、
前記吹き出し孔が、前記Ｘ線入射窓の外表面に向けて前記ガスを吹き付け可能に前記Ｘ線入射窓の周囲に複数配されていることを特徴とする蛍光Ｘ線分析装置。
【請求項２】
請求項１に記載の蛍光Ｘ線分析装置において、
前記ガス吹き付け機構が、前記試料台にも前記ガスを吹き付ける機構を有していることを特徴とする蛍光Ｘ線分析装置。
【請求項３】
請求項２に記載の蛍光Ｘ線分析装置において、
前記ガス吹き付け機構が、前記ガスの流路を有し、

前記試料台にも前記ガスを吹き付ける機構が、前記ガスの流路から分岐した分岐流路を有していることを特徴とする蛍光Ｘ線分析装置。
【請求項４】
請求項１から３のいずれか一項に記載の蛍光Ｘ線分析装置において、
前記ガスが、Ｈｅであることを特徴とする蛍光Ｘ線分析装置。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、有害物質の検出等が可能で製品のスクリーニング等あるいはメッキ等の膜厚測定に使用される蛍光Ｘ線分析装置に関する。
【背景技術】
【０００２】
蛍光Ｘ線分析は、Ｘ線源から出射されたＸ線を試料に照射し、試料から放出される特性Ｘ線である蛍光Ｘ線をＸ線検出器で検出することで、そのエネルギーからスペクトルを取得し、試料の定性分析若しくは定量分析又は膜厚測定を行うものである。この蛍光Ｘ線分析は、試料を非破壊で迅速に分析可能なため、工程・品質管理などで広く用いられている。近年では、高精度化・高感度化が図られて微量測定が可能になり、特に材料や複合電子部品などに含まれる有害物質の検出を行う分析手法として普及が期待されている。
【０００３】
従来、このような蛍光Ｘ線分析において、粉状の硫化物材料等の分析を行う際に検出器やＸ線管球の腐食を防止するため、検出器やＸ線管球の手前にマイラーフィルムといわれるＰＥＴフィルム等の樹脂フィルムを設置することで、試料の粉が付着しないようにしている。例えば、特許文献１では、マイラーフィルムを取り付けた試料ホルダを用いて、樹脂フィルム上に試料を載置すると共にベース板の開口を塞ぐように試料ホルダを載置し、開口及び樹脂フィルムを介して励起Ｘ線を試料に照射し、蛍光Ｘ線を受光する装置が記載されている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００４】
【特許文献１】特開２０１１－２０３１０２号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
上記従来の技術には、以下の課題が残されている。
すなわち、上記従来の蛍光Ｘ線分析装置では、マイラーフィルムを使用するためにマイラーフィルムによってＸ線が少なからず吸収され、感度が低下してしまう不都合がある。特に、特性Ｘ線がマイラーフィルムで吸収されて軽元素の感度が落ちてしまう。また、マイラーフィルムに試料等が付着して汚れた場合には、取り換える必要があり、作業性が悪いという不都合もあった。さらに、マイラーフィルム取り換え時に生じる細かな粉等が、検出器やＸ線管球のベリリウム窓に付着し、故障するおそれもあった。
【０００６】
本発明は、前述の課題に鑑みてなされたもので、マイラーフィルムを用いずに検出器に対する試料等の付着を防止することができる蛍光Ｘ線分析装置を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００７】
本発明は、前記課題を解決するために以下の構成を採用した。すなわち、第１の発明に係る蛍光Ｘ線分析装置は、試料を設置可能な試料台と、前記試料に対して一次Ｘ線を照射するＸ線源と、前記一次Ｘ線を照射された前記試料から発生する蛍光Ｘ線を検出すると共に前記蛍光Ｘ線が透過可能な窓材で形成されたＸ線入射窓を有する検出器と、前記Ｘ線入

射窓の外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構とを備えていることを特徴とする。
【０００８】
この蛍光Ｘ線分析装置では、Ｘ線入射窓の外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構を備えているので、Ｘ線入射窓に向けてガス吹き付け機構により吹き付けられるガスによって試料等がＸ線入射窓に付着することを防止できる。また、マイラーフィルムを使用しないことにより、試料から放出される特性Ｘ線のマイラーフィルムでの吸収が無くなり、分析の感度及びスループットが向上する。
【０００９】
第２の発明に係る蛍光Ｘ線分析装置は、第１の発明において、前記ガス吹き付け機構が、前記試料台にも前記ガスを吹き付ける機構を有していることを特徴とする。
すなわち、この蛍光Ｘ線分析装置では、ガス吹き付け機構が、試料台にもガスを吹き付ける機構を有しているので、試料台の試料が検出器側に向けて飛散することを抑制可能である。なお、ガス吹き付け機構は、試料台上の試料が吹き飛ばない程度の速度でガスを吹き付けるように設定される。
【００１０】
第３の発明に係る蛍光Ｘ線分析装置は、第１又は第２の発明において、前記ガスが、Ｈｅであることを特徴とする。
すなわち、この蛍光Ｘ線分析装置では、吹き付けるガスがＨｅであるので、Ｈｅが空気に比べて特性Ｘ線を吸収し難く、軽元素の分析において高い感度を得ることが可能になる。なお、上記第２の発明で試料台に吹き付けるガスもＨｅとすることで、試料台周囲の雰囲気もＨｅとし、特性Ｘ線の吸収を低減して、軽元素の分析の際、より高い感度を得ることが可能になる。
【００１１】
第４の発明に係る蛍光Ｘ線分析装置は、第１から第３の発明のいずれかにおいて、前記検出器が、前記Ｘ線入射窓の周囲に設けられ前記Ｘ線入射窓の開口量を設定するコリメータ部を備え、前記ガス吹き付け機構が、前記ガスの供給源と、前記供給源に基端が接続されたガス流路と、前記コリメータ部内に設けられ前記ガス流路の先端が基端に接続されていると共に先端に前記ガスの吹き出し孔が形成されたガス内部流通路とを備え、前記吹き出し孔が、前記Ｘ線入射窓の外表面に向けて前記ガスを吹き付け可能に前記Ｘ線入射窓の周囲に複数配されていることを特徴とする。
すなわち、この蛍光Ｘ線分析装置では、吹き出し孔が、Ｘ線入射窓の外表面に向けてガスを吹き付け可能にＸ線入射窓の周囲に複数配されているので、Ｘ線入射窓の周囲に配された複数の吹き出し孔からガスをＸ線入射窓に吹き付けることでＸ線入射窓全体において効果的に試料等の付着を抑制することが可能になる。また、コリメータ部内にガス内部流通路が形成されているので、コンパクトな構成でガスの吹き付けが可能になり、検出器の設置自由度を極力低下させずに配置可能である。
【発明の効果】
【００１２】
本発明によれば、以下の効果を奏する。
すなわち、本発明に係る蛍光Ｘ線分析装置によれば、Ｘ線入射窓の外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構を備えているので、試料等がＸ線入射窓に付着することを防止できると共に、感度及びスループットが向上する。
したがって、この蛍光Ｘ線分析装置では、マイラーフィルムを使用した際の不都合が無く、常に良好な状態のＸ線入射窓で高感度な分析が可能になることで、有害物質法規制に対する製品のスクリーニング等において安定した測定が可能になる。
【図面の簡単な説明】
【００１３】
【図１】本発明に係る蛍光Ｘ線分析装置の一実施形態を示す概略的な全体構成図である。
【図２】本実施形態において、検出器を示す断面図及び要部の拡大断面図である。
【発明を実施するための形態】

【００１４】
以下、本発明に係る蛍光Ｘ線分析装置の一実施形態を、図１及び図２を参照しながら説明する。
【００１５】
本実施形態の蛍光Ｘ線分析装置１は、図１及び図２に示すように、試料Ｓを設置可能な試料台２と、試料Ｓに対して一次Ｘ線Ｘ１を照射するＸ線源３と、一次Ｘ線Ｘ１を照射された試料Ｓから発生する蛍光Ｘ線Ｘ２を検出すると共に蛍光Ｘ線Ｘ２が透過可能な窓材で形成されたＸ線入射窓４ａを有する検出器４と、Ｘ線入射窓４ａの外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構５とを備えている。これらＸ線源３、試料台２及び検出器４とガス吹き付け機構５の一部は、装置の筐体１２内に収納されている。
また、この蛍光Ｘ線分析装置１は、検出器４に接続され検出器４からの信号を分析する分析器１０と、Ｘ線源３，分析器１０及びガス吹き付け機構５等の各部に接続されこれらを制御すると共に分析結果を表示可能な制御部１１とを備えている。
【００１６】
上記試料台２は、硫化物材料等の複数の試料Ｓが載置可能であり、制御部１１により一次Ｘ線Ｘ１の照射位置まで試料Ｓを進退可能な移動ステージである。
上記Ｘ線源３は、一次Ｘ線Ｘ１を照射可能なＸ線管球であって、管球内のフィラメント（陰極）から発生した熱電子がフィラメント（陰極）とターゲット（陽極）との間に印加された電圧により加速されターゲットのＷ（タングステン）、Ｍｏ（モリブデン）、Ｃｒ（クロム）などに衝突して発生したＸ線を一次Ｘ線Ｘ１としてベリリウム箔などの窓から出射するものである。なお、Ｘ線源３の先端側には、一次Ｘ線Ｘ１を集光して試料Ｓに照射するモノキャピラリ、コリメータ又はポリキャピラリなどの集光素子１４が設置されている。
【００１７】
上記検出器４は、蛍光Ｘ線Ｘ２が透過可能な窓材で形成されたＸ線入射窓４ａと、Ｘ線入射窓４ａの外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構５とを備えている。
上記Ｘ線入射窓４ａは、検出器４の先端部に嵌め込まれたＢｅ（ベリリウム）等の窓材で形成されている。
【００１８】
この検出器４は、Ｘ線入射窓４ａに設置されている半導体検出素子（例えば、ｐｉｎ構造ダイオードであるＳｉ（シリコン）素子）（図示略）を備え、Ｘ線光子１個が入射すると、このＸ線光子１個に対応する電流パルスが発生するものである。この電流パルスの瞬間的な電流値が、入射した特性Ｘ線のエネルギーに比例している。また、検出器４は、半導体検出素子で発生した電流パルスを電圧パルスに変換、増幅し、信号として出力するように設定されている。
【００１９】
上記吹き付けるガスとしては、Ｈｅが好ましいが、試料Ｓに応じて空気等の他のガスでも構わない。
上記検出器４は、Ｘ線入射窓４ａの周囲に設けられＸ線入射窓４ａの開口量を設定するコリメータ部６を備えている。このコリメータ部６は、筒状に形成されており。検出器４の先端部を覆うように設置され、Ｘ線入射窓４ａの開口量を制限する開口部を先端に有している。
【００２０】
上記ガス吹き付け機構５は、ガスの供給源７と、供給源７に基端が接続されたガス配管８と、コリメータ部６内に設けられガス配管８の先端が基端に接続されていると共に先端にガスの吹き出し孔９ａが形成されたガス内部流通路９とを備えている。
上記吹き出し孔９ａは、図２の（ａ）（ｂ）に示すように、Ｘ線入射窓４ａの外表面に向けてガスを吹き付け可能にＸ線入射窓４ａの周囲に複数配されている。これら吹き出し孔９ａは、コリメータ部６の先端部の開口部周囲に互いに間隔を周方向に空けて設けられ、いずれも内側に向けてガスを吹き出し可能になっている。

【００２１】
上記供給源７は、Ｈｅ等のボンベであり、ガス配管８は、エアチューブ等の配管である。なお、ガス配管８の途中には、流量制御用のバルブ８ａが接続されている。また、筐体１２の内外のガス配管８は、筐体１２に取り付けられた金属製の導入部８ｂを介して接続されている。
【００２２】
また、上記ガス吹き付け機構５は、試料台２にもガスを吹き付ける機構を有している。すなわち、ガス内部流通路９が、ガス配管８に接続されコリメータ部６の側部内に形成されたメイン流路９ｃと、メイン流路９ｃの先端に基端が接続され各吹き出し孔９ａに接続された第１分岐流路９ｄと、メイン流路９ｃの先端に基端が接続されコリメータ部６の先端面に開口された先端孔９ｂに接続された第２分岐流路９ｅとを有している。すなわち、メイン流路９ｃから第１分岐流路９ｄと第２分岐流路９ｅとに流路が分岐されてガスが送り出される。
なお、筐体１２の側面には、ガスを外部に排気するファン１３が設置されている。
【００２３】
上記分析器１０は、上記信号から電圧パルスの波高を得てエネルギースペクトルを生成する波高分析器（マルチチャンネルパルスハイトアナライザー）である。
上記制御部１１は、ＣＰＵ等で構成されたコンピュータであり、分析結果を表示可能なディスプレイ部を備えている。
【００２４】
本実施形態のＸ線分析装置１においてＸ線入射窓４ａにガスを吹き付けるには、まずガス吹き付け機構５により供給源７からガスをガス配管８に供給する。この際、バルブ８ａでガスの流量を調整しておく。なお、本実施形態では、ガスの流量を１～３ｍｌ／ｓｅｃに調整している。
供給されたガスは、ガス配管８からコリメータ部６のガス内部流通路９に導入され、メイン流路９ｃから第１分岐流路９ｄ及び第２分岐流路９ｅに送り込まれる。第１分岐流路９ｄに送り込まれたガスは、各吹き出し孔９ａからＸ線入射窓４ａの外表面に向けて吹き付けられる。
【００２５】
また、第２分岐流路９ｅに送り込まれたガスは、先端孔９ｂから試料台２のＸ線照射位置に向けて吹き付けられる。なお、この際、バルブ８ａの流量調整によって、試料台２上の試料Ｓが吹き飛ばない程度の速度でガスを吹き付けるように設定される。このようにガスをＸ線入射窓４ａ及び試料台２に向けてコリメータ部６から吹き付けた状態で、試料台２により試料ＳをＸ線照射位置まで移動させ、Ｘ線分析を実施する。
【００２６】
このように本実施形態の蛍光Ｘ線分析装置１では、Ｘ線入射窓４ａの外表面にガスを吹き付けるガス吹き付け機構５を備えているので、Ｘ線入射窓４ａに向けてガス吹き付け機構５により吹き付けられるガスによって試料Ｓ等がＸ線入射窓４ａに付着することを防止できる。また、マイラーフィルムを使用しないことにより、試料Ｓから放出される特性Ｘ線のマイラーフィルムでの吸収が無くなり、分析の感度及びスループットが向上する。
【００２７】
また、ガス吹き付け機構５が、試料台２にもガスを吹き付ける機構を有しているので、試料台２の試料Ｓが検出器４側に向けて飛散することを抑制可能である。
さらに、吹き付けるガスがＨｅであるので、Ｈｅが空気に比べて特性Ｘ線を吸収し難く、軽元素の分析において高い感度を得ることが可能になる。また、試料台２に吹き付けるガスもＨｅであるので、試料台２周囲の雰囲気もＨｅとし、特性Ｘ線の吸収を低減して、軽元素の分析において、より高い感度を得ることが可能になる。また、これにより真空引きを行って測定することが困難な粉や液体の試料Ｓでも高感度な測定が可能になる。
【００２８】
また、吹き出し孔９ａが、Ｘ線入射窓４ａの外表面に向けてガスを吹き付け可能にＸ線

入射窓４ａの周囲に複数配されているので、Ｘ線入射窓４ａの周囲に配された複数の吹き出し孔９ａからガスをＸ線入射窓４ａに吹き付けることでＸ線入射窓４ａ全体において効果的に試料等の付着を抑制することが可能になる。また、コリメータ部６内にガス内部流通路９が形成されているので、コンパクトな構成でガスの吹き付けが可能になり、検出器４の設置自由度を極力低下させずに配置可能である。

【００２９】

なお、本発明の技術範囲は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更を加えることが可能である。

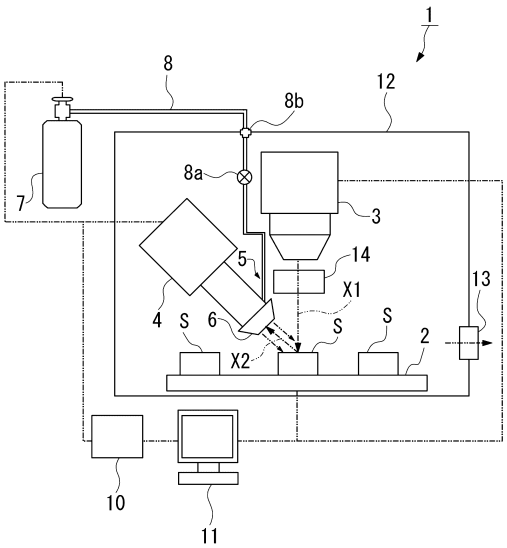
例えば、上記実施形態では、波高分析器でＸ線のエネルギーと強度とを測定するエネルギー分散方式の蛍光Ｘ線分析装置に適用したが、蛍光Ｘ線を分光結晶により分光し、Ｘ線の波長と強度を測定する波長分散方式の蛍光Ｘ線分析装置に適用しても構わない。

【符号の説明】

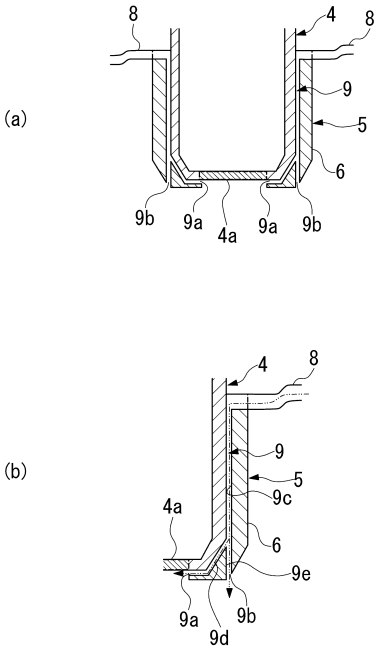
【００３０】

１…蛍光Ｘ線分析装置、２…試料台、３…Ｘ線源、４…検出器、４ａ…Ｘ線入射窓、５…ガス吹き付け機構、６…コリメータ部、７…供給源、８…ガス配管、９…ガス内部流通路、９ａ…吹き出し孔、Ｓ…試料、Ｘ１…一次Ｘ線、Ｘ２…蛍光Ｘ線

【図１】



【図２】



フロントページの続き

(72)発明者　竹内　俊公
東京都港区西新橋一丁目２４番１４号　株式会社日立ハイテクサイエンス内

審査官　立澤　正樹

(56)参考文献　特開２００９－１８０６３６（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－０８３６８９（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－２１１６８０（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２００８／０２１２７３６（ＵＳ，Ａ１）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ０１Ｎ　２３／２２３