

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-132945

(P2006-132945A)

(43) 公開日 平成18年5月25日(2006.5.25)

(51) Int.Cl.

G 0 1 N 23/223 (2006.01)

F I

G 0 1 N 23/223

テーマコード (参考)

2 G 0 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2004-318763 (P2004-318763)

(22) 出願日 平成16年11月2日 (2004.11.2)

(71) 出願人 503460323

エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社
千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地

(74) 代理人 100079212

弁理士 松下 義治

(72) 発明者 的場 吉毅

千葉県千葉市美浜区中瀬 1 丁目 8 番地 エ
スアイアイ・ナノテクノロジー株式会社内Fターム(参考) 2G001 AA01 BA04 BA14 CA01 EA03
FA09 GA01 KA01 LA05 MA10
NA12 NA16

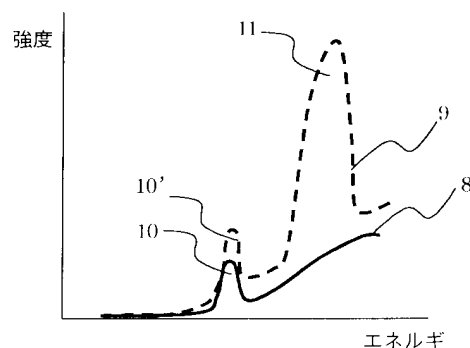
(54) 【発明の名称】 蛍光X線分析装置の検出下限モニタ

(57) 【要約】

【課題】 試料のサイズの変化や、主成分の違いによる感度の変化、共存元素の影響によるバックグラウンドの大きさの変化があった場合でも毎回同じ検出下限で測定できる蛍光X線装置を提供する。

【解決手段】 試料サイズの変化や共存元素によるバックグラウンド強度の変化 9 をリアルタイムに測定し、測定時間を自動的に変化させ検出下限を一定に保つ。

【選択図】 図 3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

測定試料を励起するX線源と、測定試料からのX線を検出するX線検出器と、そのX線を波形成形・信号処理を行う部分で構成され、X線のエネルギー情報をスペクトラムとし、そのスペクトラム情報から測定試料の成分を分析する蛍光X線分析装置において、スペクトル上に現れる分析対象元素のピーク周辺のバックグランド強度が変化しても、そのバックグランド強度をリアルタイムに測定し、検出下限算出式に代入することにより必要な検出下限を達成するための測定時間をリアルタイムに算出・設定するシステムを搭載した蛍光X線分析装置。

【請求項 2】

10

蛍光X線分析装置において、分析対象サンプルのサイズが変化したとしてもその散乱線強度の変化率をリアルタイムに測定し、検出下限算出式に代入することによってのサンプルサイズが変化しても、その散乱線強度をリアルタイムに算出し、検出下限算出式に代入することにより必要な検出下限を達成するための測定時間をリアルタイムに算出・設定するシステムを搭載した蛍光X線分析装置。

【請求項 3】

蛍光X線分析装置において、サンプルに照射するX線の強度が変化したとしても、その散乱線強度の変化率をリアルタイムに測定し、検出下限算出式に代入することによってサンプルに照射するX線の強度が変化しても、その散乱線強度の変化率をリアルタイムに算出し、検出下限算出式に代入することにより必要な検出下限を達成するための測定時間をリアルタイムに算出・設定するシステムを搭載した蛍光X線分析装置。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、試料にX線を照射して、蛍光X線を誘発し、その蛍光X線のエネルギーとX線強度を測定することにより、試料の元素分析・組成分析を行う蛍光X線分析装置に関する。

【背景技術】

【0002】

従来の蛍光X線分析装置において、C、O、H等で構成された樹脂中のCd、Pb等の微量重金属の存在や濃度を分析する際、測定時間は固定で測定を行っていた（例えば特許文献1）。

30

【特許文献1】特開2004-150990号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

蛍光X線分析装置にあたっては、C、O、H等で構成された樹脂中のCd、Pb等の微量重金属の存在や濃度を分析する際、試料サイズの変化や、試料の主成分の違いによる感度の変化、試料中の共存元素の影響によるバックグランドの大きさの変化により、試料によって検出下限が変化してしまうという問題点があった。微量金属の存在を確認するためには毎回同じ程度の検出下限で測定することが重要なポイントである。

40

【0004】

本発明は、上記問題点を解決し、試料のサイズの変化や、主成分の違いによる感度の変化、共存元素の影響によるバックグランドの大きさの変化があった場合でも毎回同じ検出下限で測定できるシステムを提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

上記の課題を解決するために、本発明の蛍光X線分析装置においては、検出下限の算出式を内部アルゴリズムに保有し、検出下限を変化させる要因が存在した場合は、測定時間を変化させることによって、都度の測定において検出下限が一定になるようにした。

【0006】

50

上記検出下限の式は一例として以下のように定義できる。

【0007】

式中のBG強度とは、注目する重金属の蛍光X線エネルギーの位置での、バックグラウンド強度である。このバックグラウンド強度は試料内に存在する共存元素によってその大きさが変化する。例えば注目する重金属の蛍光X線のエネルギーと、共存する元素の蛍光X線のエネルギーが近い場合、共存する元素の蛍光X線の広がりをもったピークが、注目する重金属のエネルギー範囲にオーバーラップすることにより、注目する重金属の蛍光X線エネルギー位置でのバックグラウンドを増大させる。

【0008】

またこのバックグラウンド強度は蛍光X線を誘発するために試料に照射する一次X線の強度によっても変化する。この一次X線の強度と感度係数の関係はリニアである。 10

【0009】

式中の感度とは注目する重金属の濃度と、注目する重金属の蛍光X線の強度の関係を意味する。この関係は試料のサイズによって変化する。基本的には試料サイズが大きくなれば感度係数が大きくなり、サイズが小さくなれば感度係数は小さくなる。

【0010】

またこの感度の係数は蛍光X線を誘発するために試料に照射する一次X線の強度によっても変化する。この一次X線の強度と感度係数の関係はリニアである。

【0011】

本発明の蛍光X線分析装置においては、上記バックグラウンド強度の変化と感度係数の変化を装置が自動的に認識し、測定時間を自動的に変化させることによって、どのような形態の試料を測定する場合でも、常に一定の検出下限を実現するところにある。 20

【発明の効果】

【0012】

本発明は、以下に記載されるような効果を奏する。

【0013】

注目する重金属の蛍光X線エネルギー位置でのバックグラウンド強度自動測定機能を持つことにより、隣接する共存元素などの影響によるバックグラウンド強度の変化を認識し、その情報を上記検出下限の式に反映させ、測定時間を変化させることによって、検出下限を一手に保つことが可能となる。 30

【0014】

さらに試料のサイズを大まかではあるが自動的に測定する機能を持つことにより、試料サイズにの変化による感度係数の変化量を認識し、その情報を上記検出下限の式に反映させ、測定時間を変化させることによって、検出下限を一定に保つことが可能となる。

【0015】

また一般的に蛍光X線分析装置では検出系が取得できるX線強度に限界があるため、効率よく、測定するためには試料に入射する上記1次X線の強度を変化させる必要がある。ただしこれにより感度係数も変化してしまう。よってこの一次X線強度を変化させた情報を上記検出下限の式に反映させ、測定時間を変化させることによって、検出下限を一定に保つことが可能となる。 40

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。図1は一般的な蛍光X線分析装置の模式図である。図1においてX線発生装置1からの一次X線6が試料2に照射され試料2にて試料中の元素に由来する蛍光X線7が誘発され、X線検出器3に入射される。検出器3ではX線による電気信号が発生し、その信号は波形整形器4にて波高がエネルギーに比例した波形に変換されることによりX線のエネルギーとその数(強度)を測定することが可能となる。そのエネルギーと強度の情報はスペクトラム5として表示される。

【0017】

図2は本発明における検出下限の算出方法を説明するものである。本発明においては検 50

出下限とバックグラウンド強度と測定時間と感度の関係は図2の式で示されるものであるとする。つまり検出下限は測定時間、バックグラウンド強度、感度によってのみ変化するものとする。

【0018】

図3は図1のスペクトラム5の一部を拡大したものである。実線8はCdの濃度が既知な試料のスペクトルを表し、ピーク10はCdのピークである。この実線8を基本スペクトラムとする。まずCdのバックグラウンド強度を算出する。そのバックグラウンド強度とグロス強度とCdの濃度の関係から下記(1)式で、感度を計算する。バックグラウンド強度の算出の仕方の一例としてはピークの裾の外側のX線強度を算出し、その両側の強度情報より、 $Y=AX+B$ という関数を作成し、その面積積分をバックグラウンドとする。という方法があるが他の有効な方法でも問題ない。

【0019】

SHAPE ￥* MERGEFORMAT

$$\text{感度} = (\text{グロス強度} - \text{バックグラウンド強度}) / \text{濃度} \quad (1)$$

図2の式より、測定時間を指定すれば、基本スペクトルでの検出下限を求めることが可能となる。つまり、必要な検出下限を達成するための測定時間を算出することが可能となる。

【0020】

図3の点線9はSbの共存元素11が大量に入った場合のスペクトラムである。Cdの濃度が基本スペクトルを取得したCd濃度既知の試料と同じであればピーク部分のバックグラウンドを引いた面積強度は両者とも等しいが、バックグラウンド部分の面積強度がSb11の有無によって変化してしまう。Sbが大量に入ってしまうとCdのエネルギーの位置でのバックグラウンドが増加してしまう。この場合でも、点線9のスペクトルのCdの位置のバックグラウンド強度を算出し、図2の式に代入するバックグラウンド強度を更新し、感度の値は基本スペクトルのものを代入することによって、必要な検出下限を達成するための測定時間を算出することが可能となる。

【0021】

図4は図1のスペクトラムの内Cd周辺を拡大したもので、サンプルサイズが変化したときのCd周辺のスペクトラム表している。実線8がCdの濃度が既知なサンプルでこれを基本スペクトラムとする。Cdピーク10と散乱線強度部分13で構成されている。一点鎖線12はサンプルサイズが大きくなった時のCdピーク10'及びその散乱線強度13を示す。基本スペクトラムの状態からサンプルサイズが大きくなると同じCd濃度の試料でも、Cdの蛍光X線の強度はおおきくなる。つまり感度係数が大きくなる。またそれに伴いCdのエネルギー位置でのバックグラウンドの強度や、Cd周辺の散乱線の強度も大きくなる。サンプル中のCdの濃度が一定であれば、サンプルサイズの変化した時に、Cdの蛍光X線強度とCdの位置でのバックグラウンド強度と散乱線強度13の変化する比率はある程度一定である。よって散乱線強度13の変化した比率を測定することによって、その比率を感度係数とバックグラウンド強度にかけることによって、基本スペクトルと同様に、必要な検出下限を達成するための測定時間を算出することが可能となる。つまりサンプルサイズが変化したとしてもその変化による検出下限の変化を測定時間を変更することにより吸収することが可能となる。例えば周辺の散乱線強度が 倍になったと仮定すると、検出下限はバックグラウンド強度が 倍に感度が 倍になるため測定時間を変えなければ検出下限は基本スペクトルの状態に対して、 の平方根の逆数倍になってしまう。そこで検出下限を一定にするためには、測定時間を の逆数倍にすることによって可能となる。

【0022】

また上記サンプルサイズの変化に対しての検出下限を一定に保つシステムは、図1の1次X線6の強度の変化にも対応させることが可能となる、図1の蛍光X線分析装置の検出器3は一般的には単位時間に取得可能なX線強度に制限がある。よって試料中の共存元素として高濃度なものが存在する場合その蛍光X線が大量に検出器に入射するのを防ぐためには、X線管球1の出力を下げる必要性がでてくる。それによる検出下限の変化を防ぐため

10

20

30

40

50

にX線管球の出力を変化させた比率を とすると、測定時間を の逆数倍することによって検出下限を一定にすることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0023】

【図1】蛍光X線分析装置の模式図である。

【図2】検出下限を算出するための式である。

【図3】共存元素を含むCd蛍光X線のスペクトラムの一例である。

【図4】サンプルサイズを変化させたときのCd蛍光X線のスペクトラムの一例である。

【符号の説明】

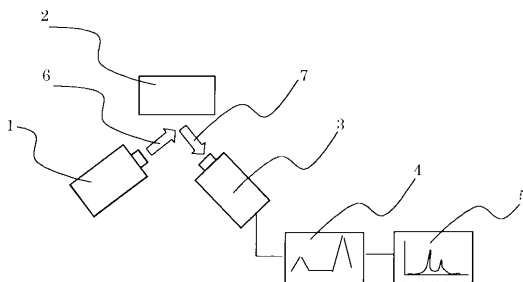
【0024】

- 1 X線発生システム
- 2 試料
- 3 検出器
- 4 波形整形器
- 5 スペクトラム
- 6 1次X線
- 7 蛍光X線及び散乱X線
- 8 基本スペクトラム
- 9 共存元素としてSbを多く含むサンプルのスペクトラム
- 10 Cdのピーク
- 11 Sbのピーク
- 12 サイズが大きいサンプルのスペクトラム
- 13 散乱線強度の領域

10

20

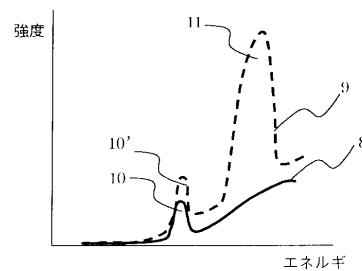
【図1】



【図2】

$$\text{検出下限} = \frac{3 * \sqrt{\frac{\text{BG強度}}{\text{測定時間}}}}{\text{感度}}$$

【図3】



【図4】

