

---

可搬型蛍光 X 線分析装置

---

測定事例データ集

科学捜査編



大阪電気通信大学

谷口研究室

## 1. はじめに

従来の蛍光X線分析装置は屋内での分析作業を前提に設計されていました。特別な装置として、工場のラインに組み込まれ試料の採取から分析までを一括して行えるものもありますが、多くの場合、採取現場から試料片を分析室まで持ち帰って分析を行う必要がありました。しかし、犯罪捜査や考古学・地質・環境等の調査では、できるだけ多くの採取試料をできるだけ早く分析するために“その場分析”の要求が強くなっています。また、分析対象が建造物の一部である等、分離・移動が困難な場合の分析要求も出てきています。

Portarixは、試料になるべく手を加えず本来の状態のまま調査現場ですぐに分析を可能とすることを目的に、持ち運びが可能なエネルギー分散型蛍光X線分析装置として開発されました。小型軽量化のために液体窒素が不要な電子冷却式の半導体検出器と小型X線管を採用し、多様な形態の試料に対応するために測定ヘッド部と信号処理部（コントローラ部）を分離しました。さらに、円筒型モノクロメータにより一次X線を微小焦点（ $\phi 1\text{mm}$ 以下）に集光すると共に単色化を行うことで低バックグラウンド計測をも可能としました。また、定性・定量分析ソフトを標準装備しており、調査現場での分析作業を簡単に行うことができます。

## 2. 装置

Fig. 1 に可搬型蛍光X線分析装置の外観を示します。装置は測定を行う測定ヘッド部、測定信号のパルス信号処理やX線の制御を行う計測制御部、データの処理を行うノート型パーソナルコンピュータより構成されています。測定ヘッド部には小型X線管、分光器、半導体検出器を内蔵しています。試料を励起する一次X線の発生源である小型X線管は、実効焦点 $\phi 0.2\text{mm}$ 、最大出力 $40\text{kV}-1\text{mA}$ 、ターゲットはMoを使用しています。分光器は一次X線の単色化・集光を目的とし、直径約 $20\text{mm}$ の円筒状に曲げたLiF(200)結晶を中心にX線管の焦点と測定試料上の集光焦点を対称に配置し、結晶への入出射両側には $0.5\text{mm}$ 幅で円周状に抜いたMo製のスリットを挿入してあります。

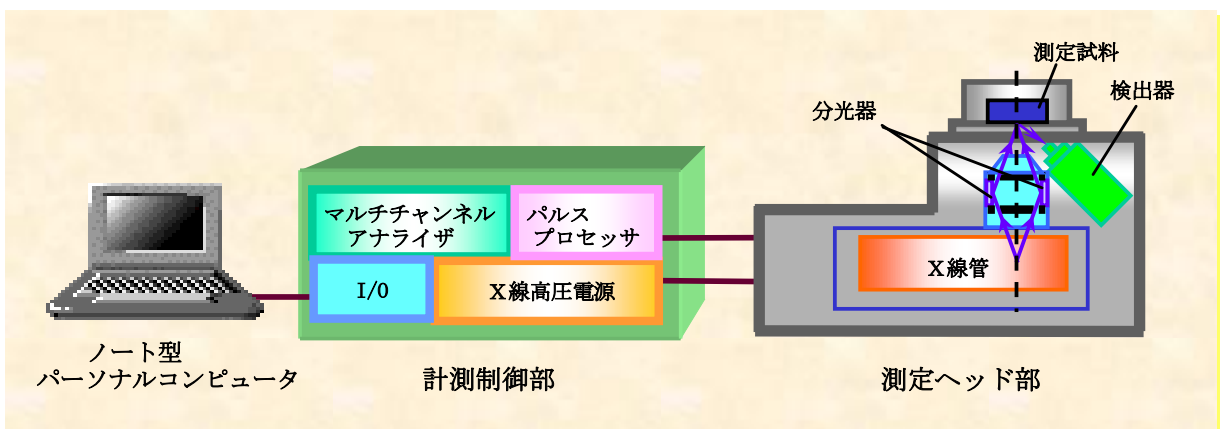


Fig. 1 可搬型蛍光X線分析装置の構造

半導体検出器は、液体窒素を使わず、ペルチェ効果により冷却を行う電子冷却式の Si-PIN フォトダイオードを使用し、Mn-K $\alpha$ 線で約 250~280eV の半値幅を持つエネルギー分解能で元素分析を行うことができます。

計測制御部には、波形成形器、2,048ch のマルチチャンネルアナライザ及び X 線発生用の高压電源・制御部を内蔵し、GPIB 方式でノート型パーソナルコンピュータとデータ、制御信号の送受を行っています。電源は屋外での使用を想定し、AC 電源の他、自動車バッテリーや発電機にも対応させてあります。また、計測制御部はキャリングケースになっており、測定ヘッド部、ノート型パーソナルコンピュータ等を収納できます。

測定は試料を測定ヘッド部に載せるだけでなく、測定ヘッド部を三脚等に取り付けて測定対象に当てて測定を行うこともできます。測定点周辺はファイバースコープを用いて観察でき、測定ヘッド部と三脚の間に取り付けた x-y ステージにより測定位置を正確に合わせるすることができます。(ファイバースコープ、x-y ステージ付き三脚はオプション品)

測定の制御はノート型パーソナルコンピュータで行われ、また、定性・定量のための測定データ処理も行われます。これらの結果は画面上に表示され、プリンタ等で出力することもできます。

測定ヘッド部およびノート型パーソナルコンピュータを計測制御部より分離し設置した時の装置外観を Fig. 2 に示します。

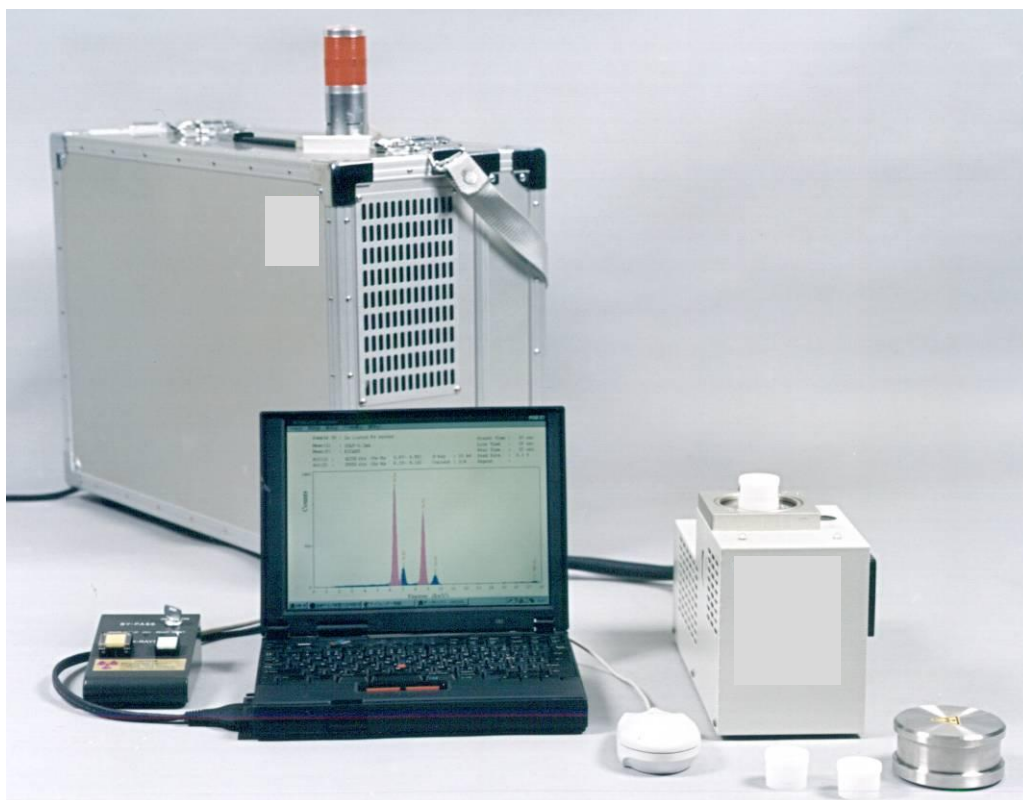


Fig. 2 可搬型蛍光 X 線分析装置の外観

### 3. 特徴

#### (1) オールインワンで持ち運び可能

装置一式をキャリングケース型のコントローラ部に収納し持ち運びできます。現場では蓋を開け電源をつなぐだけですぐに分析作業を始められます。電源はAC100/200Vの他、ポータブル発電機や自動車バッテリーにも対応（オプション）できます。Fig3は車両搭載での使用例です。



Fig.3 車両積載使用例

#### (2) あらゆる試料形状に対応

試料室に入らない大型試料や分離・移動のできない建造物でも、測定ヘッドを試料に当てることにより測定できます。Fig.4はオプションの専用スタンドとファイバースコープを用いた使用例です。また、付属の試料ホルダの使用により液体・粉体にも対応できます。



Fig.4 測定ヘッド分離使用例

### (3) 低バックグラウンド計測を実現

一次X線を分光結晶により単色化しているため、測定データのバックグラウンドレベルは極めて低くなっています。通常よく利用されるのがダイレクト法です。この場合励起パワーは小さくすみませんが、連続X線部分の散乱が多く、信号対雑音比 (P/B) が悪くなります。この欠点を改善したのがフィルタ法です。この場合、フィルタにより連続X線部分が減衰するためにスペクトルは随分改善されます。これをさらに改善し、雑音を減らしたのがモノクロ法です。モノクロ法で励起すれば検出下限 (LLD) が飛躍的に改善されます。Fig. 5 に励起法の違いによるスペクトルの違いを示します。

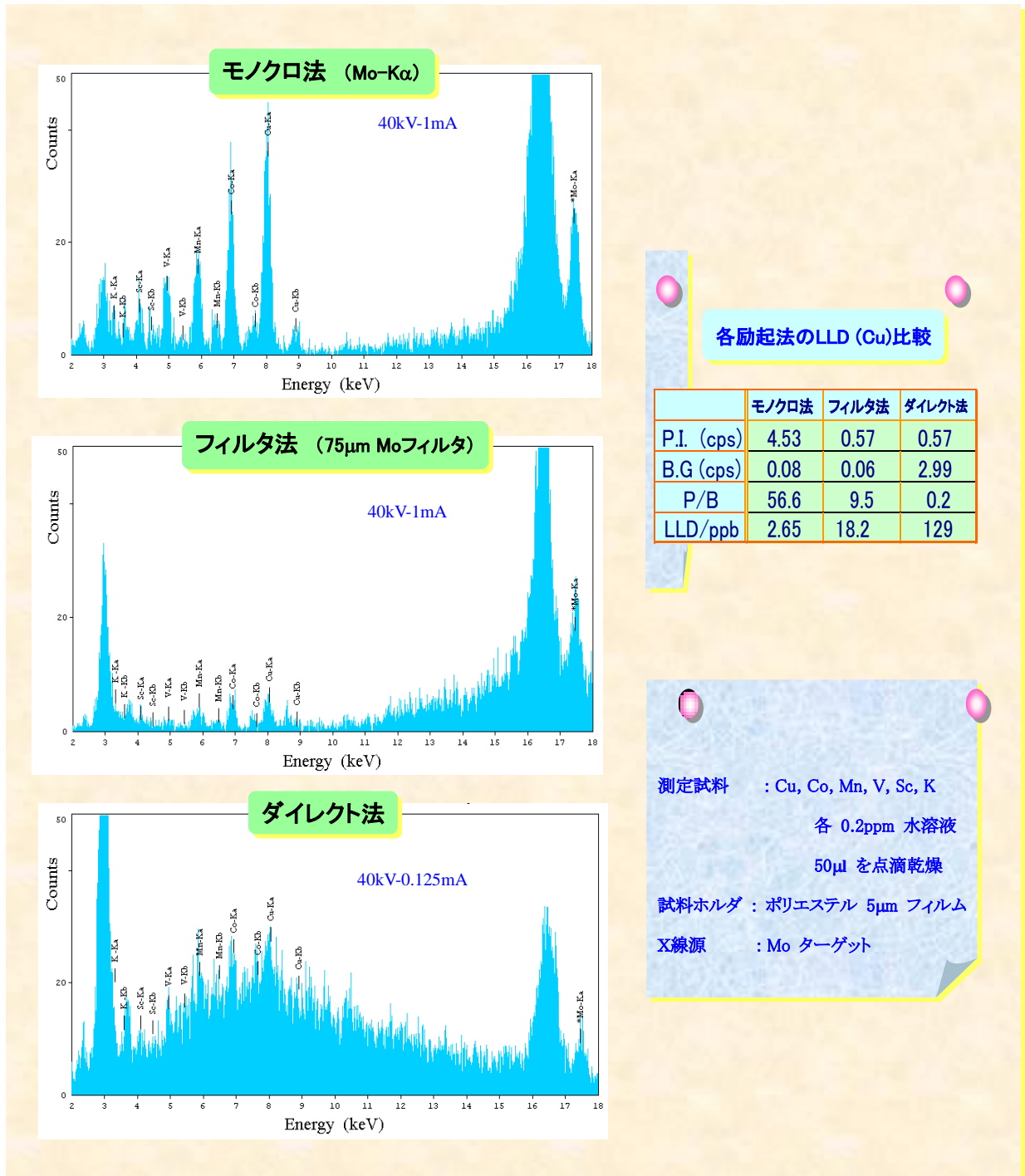


Fig. 5 励起法の違いによるスペクトル比較

#### (4) 微小領域（ $\phi 1\text{mm}$ ）の分析を実現

円筒状に曲げた分光結晶により一次X線を $\phi 1\text{mm}$ 以下に集光しています。これにより微小試料の分析や大型試料表面の微小異物の分析など、これまでできなかった分析が可能になります。

#### (5) 液体窒素が不要な電子冷却式の半導体検出器を使用

検出器には、液体窒素を使わずペルチェ効果により冷却を行う、電子冷却式のSi-PINフォトダイオードを使用しました。これにより、優れたエネルギー分解能( $<280\text{eV}$  at  $5.9\text{keV}$ )での分析が可能です。

#### (6) 空冷式の小型X線管を使用

一次X線の励起源には空冷式の小型X線管を使用しています。従来の可搬型装置のように放射性同位元素を使用していないため、安全で手軽に分析作業ができます。また、空冷式なので冷却水も必要ありません。

#### (7) ノート型パーソナルコンピュータ（定性・定量分析ソフト）を標準装備

分析処理用に32ビットのノート型パーソナルコンピュータを標準装備しています。もちろんWindows95®に対応した使いやすい定性・定量分析ソフトをインストール済みです。また、持ち運び時にはコントローラ部に収納できます。

#### (8) 豊富なオプションを用意

Fig. 6 に示すポータブル発電器や試料位置確認用のファイバースコープ等、豊富なオプション品を用意しています。



Fig. 6 オプションのポータブル発電器，ファイバースコープ，カーバッテリー用インバータ（DC12V → AC100V）