い だ ひろ ゆき 氏 名 **井 田 博 之**

学位(専攻分野) 博 士 (工 学)

学位記番号 工 博 第 2466 号

学位授与の日付 平成17年3月23日

学位授与の要件 学位規則第4条第1項該当

研究科·専攻 工学研究科材料工学専攻

学位論文題目 X-ray fluorescence analysis with portable instruments

(ポータブル装置を用いた蛍光 X 線分析)

(主 查) 論文調查委員 教授河合 潤 教授津野 洋 教授伊藤秋男

論文内容の要旨

本論文は、ポータブル装置を用いた蛍光 X 線分析に関して、その応用を中心に様々な検討を行なった結果をまとめたものであって、11章から成っている。

第1章は序論であり、蛍光 X 線分析の概説、ポータブル装置の開発の歴史及び本研究の位置付けについて述べている。

第2章では焦電式 X 線発生器を用いて塗料と皮革製品を分析し、この乾電池式の低出力 X 線源でも本格的な元素分析が可能で、測定試料の異同識別(2つの試料が同種か否かの判定)にも使用可能であることを示した。

第3章では焦電式 X 線発生器を用いてプリンター用紙,名刺,朱肉,アルミホイル,プラスチックなど様々な日用品の分析を行ない,軽元素から重元素まで広範囲の元素が検出可能なこと及びこれらの試料の異同識別が可能であることを示した。

第4章では焦電式 X 線発生器を用いてガラスとセラミックの分析を行ない,これらの試料の異同識別が可能であることを示した。ガラスについては通常の蛍光 X 線分析装置で得られた結果との比較を行ない,%レベルの定性分析が可能であることを明らかにした。

第5章では焦電式 X 線発生器を用いて鉄鋼標準試料の分析を行ない, %レベルの定性分析及び試料の異同識別が可能であることを示した。さらにクロムとニッケルの検量線を作成し,出力が変動する X 線源でも定量分析が十分に可能であることを明らかにした。

第6章では水溶液中の微量元素をキレート抽出法又はイオン交換法で濃縮し、濃縮後のろ紙やイオン交換樹脂をそのまま 焦電式 X 線発生器を用いて分析し、乾電池式の X 線源でも簡単な濃縮法を用いるだけで ppm レベルの定量分析が可能で あることを示した。検量線の直線性は通常の蛍光 X 線分析装置と同様に良好であった。この結果、本装置は環境試料の現 場分析にも使用できることを明らかにした。

第7章では焦電式 X 線発生器と小型の検出器を用いてポータブル蛍光 X 線分析装置を試作した。広角の X 線をそのまま 測定に使用するため、まず X 線源と検出器の最適配置を実験的に求めた。そして試作装置を用いて塗料・プラスチックの 異同識別、アルミホイル中に微量に存在する鉄の定量分析が可能であることを示した。

第8章では焦電式 X 線発生器と 2 次ターゲットを用いて分析の高感度化を達成した。X 線源と検出器を向かい合わせに配置し、両者の間に試料ホルダーと円盤状の 2 次ターゲットを置くという新しいアイデアを提示し、その有効性を実証した。まずこの方法により信号強度が著しく増大し、 2 次ターゲット法の低出力 X 線源への適用が可能になった。そして 1 次 X 線による励起の場合と比較して、同じ測定時間・同じ X 線出力で X 級による励起の場合と比較して、同じ測定時間・同じ X 級出力で X 級による励起の場合と比較して、同じ測定時間・同じ X 級出力で X 級による

第9章ではポータブル蛍光 X 線分析装置を用いて包装物の中身の分析が可能か否かを検討した。その結果、金属や毒物の検出は可能で、合金の組成については30%以下の誤差で推定できることを明らかにし、ポータブル装置が郵便物や手荷物の検査にも使用可能であることを示した。

第10章ではポータブル蛍光 X 線分析装置を用いて塗料の塗られた鉄鋼の分析が可能か否かを検討した。その結果、塗料の上から測定しても鉄鋼中の元素の定量分析は可能で、組成の推定誤差も30%以下に収まることが判明した。塗料を除去しなくても材質の推定が可能であり、ポータブル装置が現場での非破壊スクリーニング検査に使用可能なことを示した。

第11章は結論であり、本論文で得られた成果について要約している。

論文審査の結果の要旨

本論文は、①新方式の X 線源である焦電式 X 線発生器、②片手で保持・操作可能な小型分析装置の 2 つのポータブル装置を用いた蛍光 X 線分析に関して、実試料への適用可能性及び分析の高感度化、試料の非破壊分析手法等について研究した結果をまとめたものであり、得られた主な成果は次のとおりである。

- 1. 焦電式 X 線発生器を用いた蛍光 X 線分析では、%レベルの元素分析が可能であることを明らかにした。この X 線源 は乾電池駆動で低出力であるため注目度は低く、その分析能力は全くの未知数であったが、従来型の X 線管と同様に本格的な元素分析及びスペクトルの差に基づく分析対象物の識別が可能であることを明らかにした。
- 2. 予備濃縮法を用いることにより、検出感度を、K線を分析線として用いる遷移金属では0.1ppm、鉛などL線を用いる元素では1ppmレベルまで向上させた。その結果、焦電式X線発生器を環境試料の現場分析にも使用可能とした。
- 3. 焦電式 X 線発生器はその出力が数分の周期で常に変動する X 線源であるが、内部標準物質を用いることにより定量 分析も十分に可能であることを鉄鋼中のクロムの分析等によって明らかにした。
- 4. 焦電式 X 線発生器と Si-PIN 検出器を組み合わせてポータブル蛍光 X 線分析装置を試作した。試作に当たっては、 検出器と X 線源との幾何学的配置をさまざまに変化させて最適配置を決定した。試作装置は測定ヘッド部を制御部から分離することにより、一層の小型化が可能である。
- 5. 2次ターゲットを用いることにより,焦電式 X 線発生器による分析の高感度化を達成した。2次ターゲット法は入射 X 線の強度が低下するため,低出力 X 線源への適用は困難と考えられてきた。しかし円盤状の2次ターゲットを用い,X 線源・試料ホルダー・2次ターゲット・検出器を直線上に配置することで,低出力 X 線源へ2次ターゲット法を適用することに初めて成功し,1次 X 線による通常の測定に比べて SB 比を10倍向上させた。この手法には汎用性があり,一般の X 線管にも適用可能である。
- 6. 片手で保持できる市販のポータブル蛍光 X 線分析装置を用いて被遮蔽物の分析を行ない,包装物や塗装された鉄鋼の非破壊現場分析に使用可能であることを明らかにした。包装や塗料による X 線減衰効果を補正し,包装や塗料のない場合の X 線強度を算出する方法を開発した。これによってポータブル装置一般による蛍光 X 線分析の適用範囲を大きく広げた。

以上のように本論文は、乾電池式の低出力 X 線源を用いた蛍光 X 線分析に関して、法科学的応用(分析対象物の異同識別)、定量分析、高感度分析の可能性を実証するとともに、小型分析装置を試作し、かつ低出力 X 線源へ 2 次ターゲット法を適用する独創的な方法を考案し、さらにポータブル分析装置の適用範囲を被遮蔽物の分析にまで広げたものであり、学術上、実際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士(工学)の学位論文として価値あるものと認める。また、平成16年12月15日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行った結果、合格と認めた。