

Supermini200／残分推定機能を持つ SQX 散乱線 FP 法によるスクリーニング分析

Application

脱水ケーキ、
遠洋性粘土、
土壌
底質堆積物



Instrument

波長分散小型蛍光 X 線分析装置
Supermini200



Keywords

SQX 分析、
SQX 散乱線 FP 法、
卓上型 XRF

はじめに

ファンダメンタルパラメータ(FP)法で計算される理論 X 線強度を用いた半定量分析は、標準試料が不要という点で成分未知の試料に対するスクリーニング分析に適した手法です。FP 法による理論強度計算は原理的に試料に含まれるすべての元素情報を必要とします。このため蛍光 X 線で分析の困難な水素などの軽元素(非測定成分)を多く含む試料の分析の際にはこれらの元素と含有量を別途もとめて固定値として取り扱うか、残分(バランス成分)として計算する必要がありました。

2005 年、リガクは試料からの散乱線強度を用いてこれら非測定成分の平均原子番号を推定する方法を考案し、推定された情報を試料中の測定残分として演算に用いる新しい SQX 分析プログラムを開発しました(SQX 散乱線 FP 法)。

今回新たに開発された波長分散小型蛍光 X 線分析装置 Supermini200 において、酸化粉末を対象とした SQX 散乱線 FP 法が利用できるようになったので分析例を紹介します。

装置

測定に用いた Supermini200 は走査型の波長分散型蛍光 X 線分析装置(WDXRF)です。冷却水不要、100V 電源、省スペースで設置が容易な小型卓上型装置として開発されました。本装置は空冷 200W の X 線管を搭載し、最大 3 つの分光結晶を用いて酸素からウランまでの元素について高分解能かつ高感度で分析することが可能です。

搭載されているソフトウェアは簡単な操作で様々な試料分析を

行うことができ、半定量分析プログラムである SQX 分析は面倒な標準試料の準備をすることなく未知試料の組成分析を迅速に行うことが可能です。

試料調製

分析用試料として脱水ケーキと遠洋性粘土の 2 試料を用意し、加圧成形による試料調製を行いました。

測定用試料は 105°C で 2 時間乾燥させた後、クロムスチール製粉碎容器を用いて粉碎しました。粉碎後塩ビ製リングを用いて 100kN で加圧成形しました。

今回測定試料は成形助剤(バインダー)なしで加圧成形を行いましたので、万一の試料落下による装置汚染を避けるため厚さ 4 μ m のプロレン® (Chemplex 401)フィルムで測定面を覆って測定しました。

分析例 1: 脱水ケーキ

汚泥を脱水した後に残る残渣は脱水ケーキと呼ばれます。脱水後の残渣とはいっても数 10%もの水分を含み、様々な有機物を含有しています。このため試料ごとに非測定成分が異なり、従来法では分析結果の信頼性がなかなか向上しませんでした。

この脱水ケーキについて SQX 散乱線 FP 法による分析を行いました。結果を表 1 に示します。本分析法による分析値は化学分析値とよく一致していることがわかります。このことは SQX 散乱線 FP 法による非測定成分推定が適切に行われていることを示しています。

分析例 2: 遠洋性粘土

次に(独)産業技術総合研究所地質調査総合センターの遠洋性粘土(JMS-2)について SQX 散乱線 FP 法による半定量分析を行いました。一般に土壌や底質堆積物は複雑なマトリックスを持ち、非測定元素は試料ごとに異なります。このような試料に対して SQX 散乱線 FP 法を適用することで簡便にスクリーニング分析を行うことが可能になります。

結果を表 2 に示します。遠洋性粘土を構成する主成分元素(軽元素)から微量重元素まで認証値と半定量分析値は非常によく一致しています。

まとめ

従来の半定量分析法では正確な分析が困難だった試料品種に対する SQX 散乱線 FP 法の適用例を紹介しました。

SQX 散乱線 FP 法を用いることで非測定の残分を気にすることなく酸化物粉末試料の半定量分析を行うことが可能です。これにより半定量分析の応用範囲がより広がることが期待されます。

SQX 分析とは

SQX 分析は FP 法による理論強度計算を用いる半定量分析プログラムです。フッ素からウランまでの元素範囲に対する定性分析の結果をもとに、装置に登録された感度ライブラリを用いて未知試料の元素含有量を計算しますので、分析するにあたって標準試料を準備する必要がありません。スペクトルが重なっている場合でも重なりの影響を自動補正する理論重なり補正機能を搭載しており、多数の元素を含む試料でも安心して分析することが可能です。

表 1 脱水ケークの SQX 散乱線 FP 法分析結果

単位: mass%

分析値	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr
化学分析値	0.90	1.22	7.26	16.7	0.12	-	-	1.14	3.90	0.40	-
SQX	0.69	1.28	8.20	15.9	0.12	0.19	0.06	1.12	3.69	0.38	0.02
(続き)											
分析値	Mn	Fe	Cu	Zn	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Pb	残分
化学分析値	0.10	4.87	0.012	0.086	0.003	0.006	0.024	0.002	0.008	0.013	-
SQX	0.09	4.90	0.01	0.08	0.003	0.004	0.026	0.003	0.008	0.015	63.1

表 2 遠洋性粘土(JMS-2)の SQX 散乱線 FP 法分析結果

単位: mass%

分析値	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca	Ti	V	Cr
認証値	4.30	1.95	7.50	19.5	0.55	0.29	4.05	2.24	3.34	0.84	0.018	0.008
SQX	4.29	1.87	7.34	17.3	0.48	0.30	4.32	2.16	3.15	0.78	0.018	0.015
(続き)												
分析値	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Rb	Sr	Y	Zr	残分
認証値	1.75	7.67	0.023	0.031	0.045	0.017	0.004	0.007	0.045	0.025	0.022	-
SQX	1.87	7.45	0.021	0.031	0.046	0.020	0.005	0.007	0.050	0.026	0.023	48.0



株式会社リガク

〒196-8666 東京都昭島市松原町 3-9-12
TEL 042-545-8111(代表) FAX 042-544-9795 info@rigaku.co.jp

www.Rigaku.com

東京支店

〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷 4-14-4
TEL 03-3479-6011 FAX 03-3479-6171

東北営業所

〒980-0804 仙台市青葉区大町 1-2-16
TEL 022-264-0446 FAX 022-223-1977

九州営業所

〒802-0005 北九州市小倉北区塚町 2-1-1
TEL 093-541-5111 FAX 093-541-5288

大阪支店

〒569-1146 高槻市赤大路町 14-8
TEL 072-696-3387 FAX 072-694-5852

名古屋営業所

〒461-0002 名古屋市東区代官町 35-16
TEL 052-931-8441 FAX 052-931-2689