

蛍光 X 線分析における定量法の検討

—標準試料調整と検量線の作成—

根本久志 原 雄

1. はじめに

蛍光 X 線分析法は他の分析法に比べ、試料の前処理が簡単であり、かつ非破壊で分析が可能であること、多元素を同時に分析できることなどの利点を有している。その上、標準試料を必要とせずに簡易定量が行える FP 法が用意されている。これらの利点により、連続して排出される焼却灰/飛灰及び溶融スラグの性状確認を行うといった測定には有効な分析法である。しかし、十分な精度を得るには他の分析法を併用する¹⁾、既知濃度試料を用いた検量線の準備が精度を上げるという指摘もある^{2,3)}。

筆者らは、岩石標準試料 JR-1、JG-2、環境庁の昭和 60 年度精度管理で使用された EP ダストについて測定を行ったところ、保証値が測定値の 99%信頼区間に入らない元素（化合物）があり、全ての試料について FP 法を適用して定量分析値とすることは不適當であることが判った。さらに、FP 法を補正すると言われる参照法においても検討を行ったが、十分な結果を得られなかった。

そこで、筆者らは一定の精度を保ちつつ蛍光 X 線分析法を採用するため、標準試料の調整、実試料への検量線法の適用を試みた。

2. 検量線法による検討

筆者らが通常の定性定量分析を行う場合の分析条件を、表 1 に示した。

表 1 蛍光 X 線分析条件 日本電子製 JSX-3200

対陰極元素	Rhodium	コリメーター	7mm φ, 2mm φ
管電力	30kV, 4mA	測定時間	600sec.

2.1 検量線用標準試料の調製

筆者らはスラグ用および溶融飛灰用検量線を準備するため、以下に示す標準試料を作成した。標準試料は、標準試薬を選定し、その混合により

5 段階の濃度レベルの標準を調整した。

試料の均一化；各元素濃度について min. および max. の 2 つの調合試料を作成した。調合試料はボールミル中ボール無しで 15 時間攪拌後、自動乳鉢中で 6 時間均一化を行った。その後、2 つの試料から、中間濃度レベルが 3 段階になるように秤量し、めのう乳鉢中で 10 分間混合し標準試料とした。

2.2 作成された検量線

溶融スラグ用および溶融飛灰用の標準試料中元素濃度と蛍光 X 線分析濃度の関係について、図 1 に示した。主要元素を主とした溶融スラグおよび溶融飛灰の性状確認といった目的に対しては、ここに得られた結果は満足していると考えられる。スラグの FP 法による結果を検量線法で補正した結果の事例、を表 2 に示す。

表 2 溶融スラグの分析結果

	溶融スラグ		溶融飛灰	
	FP法補正值	FP法補正值	FP法補正值	FP法補正值
SiO ₂	41.3	38.4	7.35	8.77
TiO ₂	1.72	1.76	0.67	0.74
Al ₂ O ₃	17.4	25.9	5.12	4.70
Fe ₂ O ₃	3.75	2.80	1.20	1.42
MnO	0.17	0.24	0.09	0.09
MgO	3.62	2.90	1.27	1.12
CaO	22.6	20.9	34.7	29.85
Na ₂ O	3.76	4.54	12.6	10.55
K ₂ O	1.64	1.34	3.35	8.37
P ₂ O ₅	2.77	2.26	1.09	1.22
SO ₃	0.53	0.76	9.06	9.60
Cl	0.15	0.12	18.2	18.01
Br	—	—	0.18	0.19
Cr ₂ O ₃	0.16	0.21	—	—
CuO	0.11	0.08	0.29	0.31
PbO	0.01	0.03	0.77	0.87
ZnO	0.28	0.26	5.17	4.20

3. まとめ

1%以下の含有量の場合など検討すべき課題は残されているものの、溶融スラグや溶融飛灰の性状確認法としての蛍光 X 線分析法は有効である。

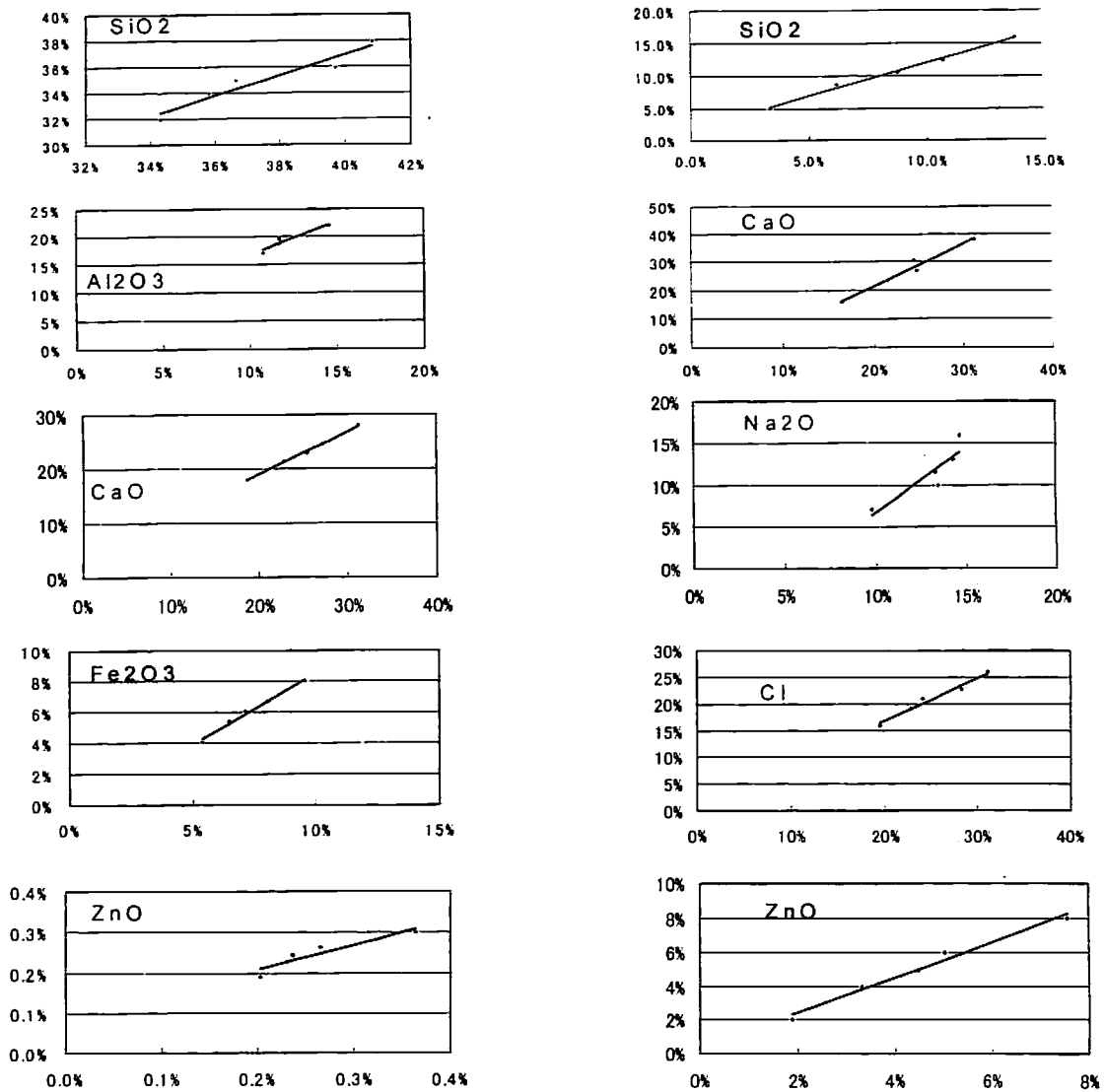


図 1 調整標準試料中濃度と蛍光 X 線分析値

参考文献

1) 高岡昌輝・中塚大輔・武田信生・藤原健史：ごみ焼却飛灰中元素の定量に関する蛍光 X 線分析法の適用性，廃棄物学会論文誌，Vol. 11, No. 6, pp. 333-342, 2000
 2) 徳永修三・白田利勝：蛍光 X 線分析法に

よるばいじんの化学組成の分析，第 8 回廃棄物学会研究発表会講演論文集，pp. 422-424 (1997)
 3) 森美由紀・占部武生：蛍光 X 線分析装置による焼却灰等の定量分析（検量線）法の検討，第 9 回廃棄物学会研究発表会講演論文集，pp. 395-397 (1998)