

Application News

No. X262

X線分析
X-ray Analysis

EDXによるセメントガラスビード中の重元素の定量分析

Quantitative Analysis of Heavy Elements in Cement Glassbead by EDXRF

セメントの主成分ならびに、コンクリート劣化の原因となるアルカリやハロゲン、一般に波長分散型蛍光X線分析装置(WDX)により高精度管理分析¹⁾が行われています。EDXは小型で低出力ながらもWDXに匹敵する分析精度が得られる場合もあり、その簡便性からセメント等への応用も多くなってきています。

セメントガラスビード中の微量重元素について、検量線、検出下限、および再現精度を評価しました。

1) ISO 29581-2, JIS R 5204

R. Fuji H. Nakamura

■ 元素

Element

³⁰Zn, ³⁸Sr, ⁴⁰Zr, ⁴²Mo, ⁸²Pb

■ 試料

Sample

セメントガラスビード 18点
(セメント粉末 2g / 四ホウ酸リチウム 6g)
含有量範囲を Table 1 に示します。

Table 1 含有量範囲
Range of Concentration

[ppm]				
Pb	Zn	Mo	Zr	Sr
3-310	4.7-1,160	0.9-105	40-360	203-3,042

■ 試料セッティング

Sample Setting

ガラスビード表面保護のため、試料ステージに5 μm ポリプロピレンフィルムを皺のないように張り、そのまま測定に供しました (Fig. 1 参照)。

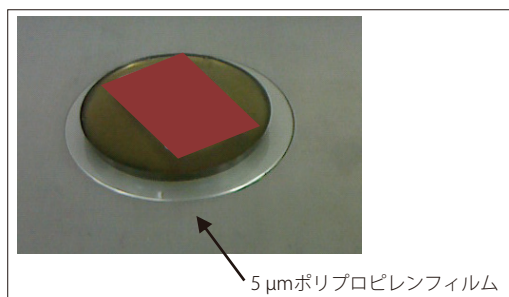


Fig. 1 ガラスビード試料およびセッティング
Glassbead Sample and Setting

■ 検量線

Calibration Curves

検量線を Fig. 2 に、各元素の正確度 (1σ) を Table 2 に示します。Zr は Sr による dj 法の重なり補正を適用しました。(標準値は湿式分析値)

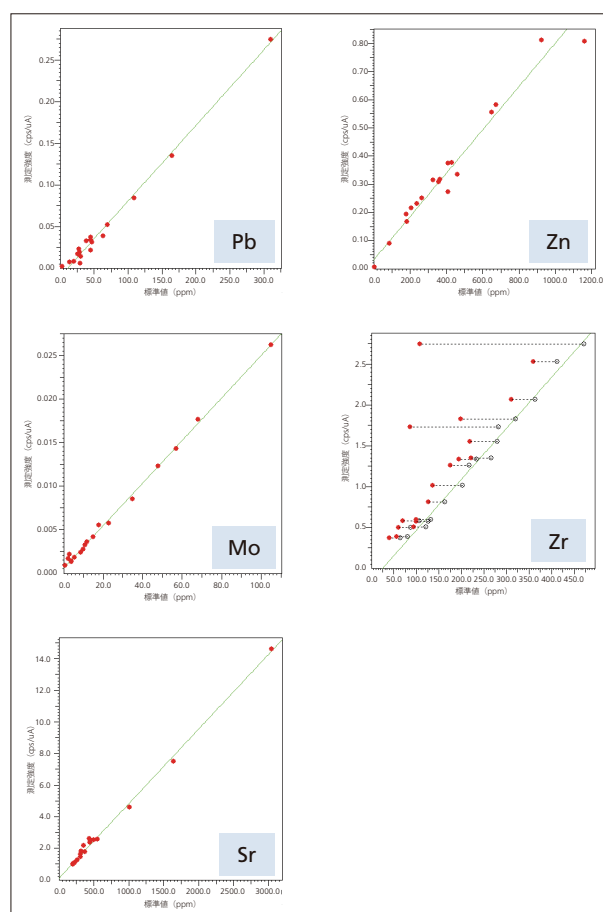


Fig. 2 検量線
Calibration Curves

Table 2 検量線正確度
Accuracy of Calibration Curves

[ppm]				
Pb	Zn	Mo	Zr	Sr
7.0	57.1	1.5	13.8	43.6

■検出下限

Lower Limits of Detection (L.L.D)

検量線より算出した検出下限を Table 3 に示します。

Table 3 検出下限 (100, 300 秒)
Lower Limit of Detection (100, 300 sec) [ppm]

	Pb	Zn	Mo	Zr	Sr
100 秒	6.1	6.2	5.0	3.0	2.6
300 秒	3.5	3.6	2.9	1.7	1.5

■再現精度

Precision of Repeatability

検量線試料 18 点のうち 1 点の、単純 10 回繰り返し再現性確認試験結果を Table 4 に示します。

Table 4 再現精度 (100 秒)
Precision of Repeatability (100 sec) [ppm]

	Pb	Zn	Mo	Zr	Sr
1	44.3	367	11.9	104	3,073
2	48.1	366	14.0	97	3,070
3	53.4	369	17.0	107	3,076
4	41.8	365	13.2	109	3,078
5	41.8	358	17.1	107	3,076
6	41.4	356	12.8	102	3,080
7	44.4	356	16.5	102	3,078
8	48.6	370	17.2	104	3,088
9	48.3	371	11.7	101	3,074
10	39.8	385	17.6	101	3,080
平均値	45.2	366	14.9	103	3,077
標準偏差	4.3	8.7	2.4	3.3	5.0
変動係数 [%]	9.5	2.4	16	3.2	0.20

■スペクトル

Spectrum

測定元素の蛍光 X 線スペクトルを、代表の 8 点の重ね合わせにて Fig. 3 に示します。

Mo の強度は、ZrKβ の重なりをピーク分離・除去することにより正確に得られます。

Zr の場合は、SrKβ の近接により、ピーク分離よりも前述の dj 法重なり補正の方が良好な結果が得られます。

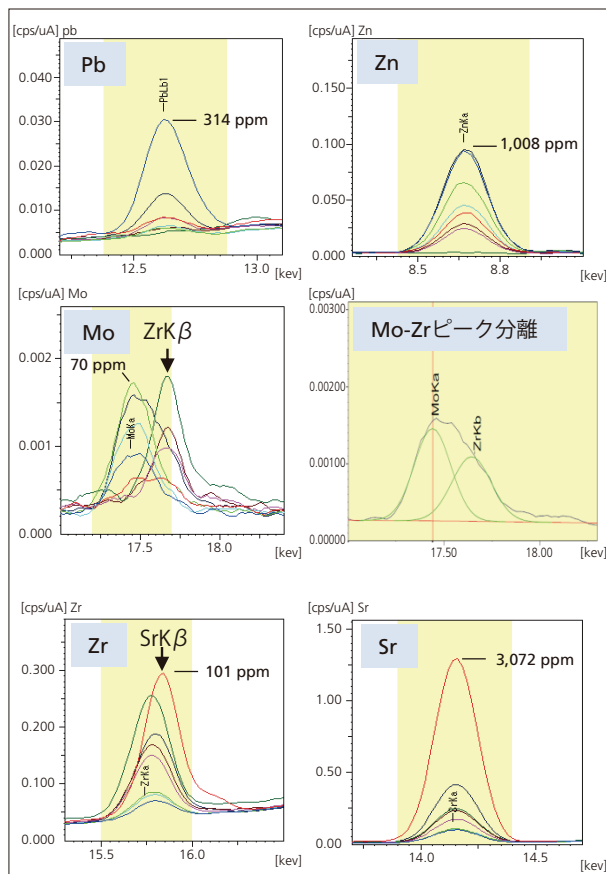


Fig. 3 測定元素の蛍光 X 線スペクトル
X-ray Fluorescence Spectrum of Measured Elements

Table 5 分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-8000
Elements	: Pb, Zn, Mo, Zr, Sr
X-ray Tube	: Rh target
Tube Voltage [kV]	: 50
Current [μA]	: 368 (Pb, Zn, Zr, Sr), 1000 (Mo)
Collimator [mm φ]	: 10
Primary Filter	: #1, #4
Atmosphere	: Air
Detector	: SDD
Integration Time [sec]	: 100/ch
Dead Time [%]	: Max 30

謝辞

試料は、「三菱マテリアル株式会社 九州工場」様よりご提供いただきました。ご協力に深く謝意を表します。