

## EDXによるスラグ粉末の分析

田村 祐樹

### ユーザーベネフィット

- ◆ 試料容器に詰めるだけで、簡単にスラグを分析できます。
- ◆ 定量値を基に塩基度などの付加計算を行う報告書も作成できます。
- ◆ 加圧成形により、フッ素(F)も分析可能です(EDX-8100)。

### ■はじめに

スラグは、金属の製錬工程において還元された金属と分離した鉱物や副原料、および還元剤の残渣などが混合した副産物です。また焼却灰や下水汚泥等の廃棄物を溶融し、固形化させた溶融スラグと呼ばれるものもあります。スラグの主成分は原料由来のシリカ(SiO<sub>2</sub>)、アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO)などの金属酸化物、および酸化カルシウム(CaO)で、その他成分には微量の重金属、フッ素(F)もあります。これら成分の分析はスラグの再利用や生成条件管理の上で重要であり、蛍光X線分析装置が使用されています。従来は波長分散型(WDXRF)がよく使われていましたが、操作性や試料の取り扱いの簡便さ、定量精度の向上に伴ってエネルギー分散型(EDXRF)の利用が進んでいます。

本アプリケーションニュースでは高炉スラグの定性定量分析(EDX-7200)、電気炉スラグ中のフッ素(F)の定量分析(EDX-8100)について紹介します。

### 1. 高炉スラグの分析(EDX-7200)

#### ■元素

分析対象の元素は、<sub>11</sub>Na~<sub>92</sub>Uです。

#### ■試料

スラグ標準試料：(社)日本鉄鋼協会 905-1

#### ■前処理

厚さ5μmのポリプロピレンフィルムを張った試料容器に試料5gを入れ、簡易圧縮を行いました。

試料外観を図1に示します。



図1 試料外観

#### ■定性定量分析結果

定性定量分析結果を図2に示します。主成分(CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、微量元素(MnO)について標準値と相対誤差1%以内とほぼ同等の定量値が得られました。その他標準値に記載のない、SrO, ZrO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの微量元素についても検出されました。

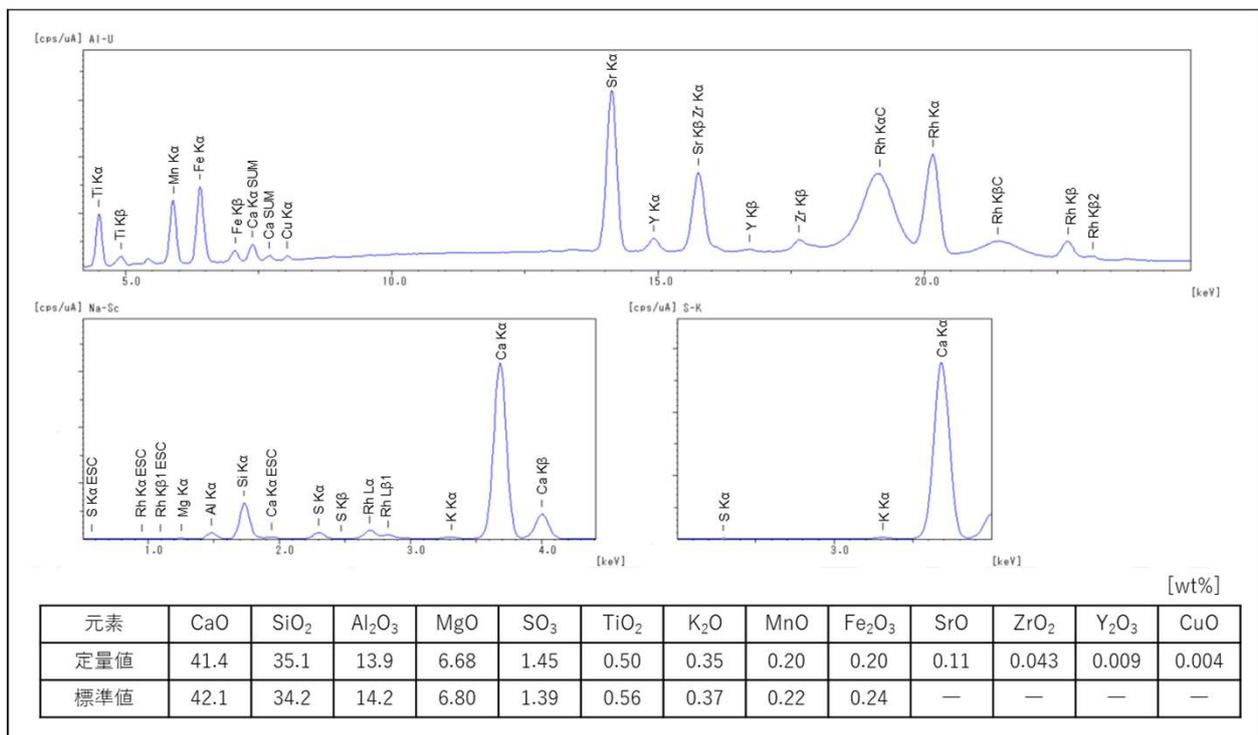


図2 スラグ標準試料(905-1) 定性定量分析結果

## ■ 自在に変更可能な報告書テンプレート

EDX用ソフトウェアPCEDX(EDX-7200/8100共通)に付属する報告書テンプレートはMicrosoft Excel®で作成されているため、それを編集することで、必要なデータの抽出や管理に必要なパラメータの計算を自動で行い、独自の報告書としてまとめることができます。

例えば、スラグに関連するパラメータとして、塩基度があります。スラグを建設資材、道路路盤材、コンクリート骨材に再利用する際の成分管理<sup>1), 2)</sup>や熔融スラグの生成条件管理などのために重要です。

図2に示した定量値から必要な値を抽出し、塩基度を計算した例を図3に示します。

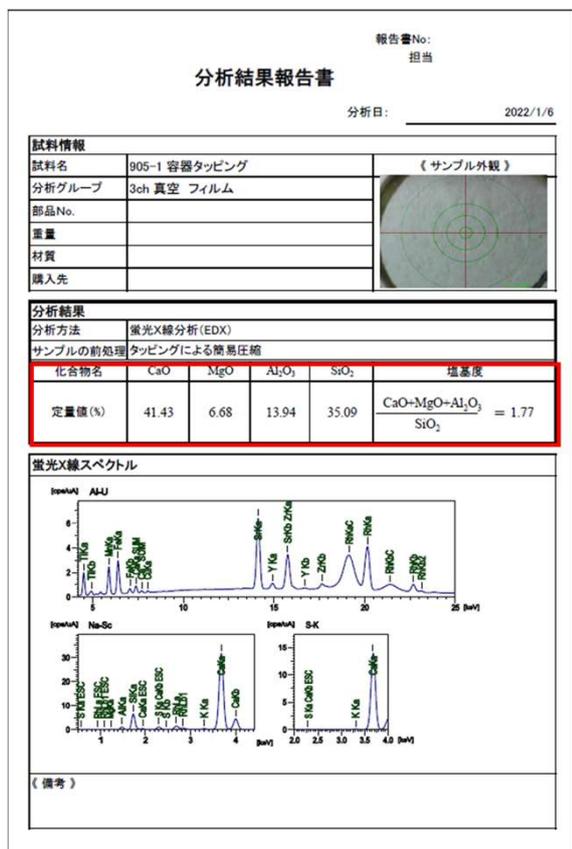


図3 塩基度の報告書例

## 2. フッ素(F)の分析(EDX-8100)

フッ素(F)の分析は土壌ほか、環境汚染の対策としての用途があります。フッ素の分析には炭素(C)から分析可能な軽元素分析対応モデルのEDX-8100を使用します。

図1の試料容器に投入した前処理法では、フッ素(F)の蛍光X線はエネルギーが小さいため、試料容器に取り付けたフィルムにほとんど吸収されてしまいます。加圧成形し、フィルムを用いず分析に供することで、フッ素(F)の定量が可能となります。

### ■ 試料

電気炉スラグ(フッ素(F)約2%含有)

### ■ 前処理

内径22mmφの塩化ビニル製リングに試料を詰め、80kN、10秒にて加圧成形しました。

試料外観を図4に示します。

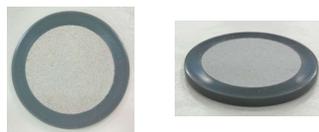


図4 試料外観(左: 上面、右: 側面)

## ■ 定性プロファイル

試料容器に投入し、簡易圧縮した試料と、加圧成形した試料のデータを比較したプロファイルを図5に示します。分析元素のスペクトル強度(NET, BG)から、式(1)により理論検出下限(L.L.D.)を算出しました。加圧成形した場合、積分時間300秒でのフッ素(F)のL.L.D.は約0.2%です。このように、EDX-8100では、含有量1%以下のフッ素(F)の定量が可能です。

$$L.L.D. = 3 \cdot \frac{C}{NET} \cdot \sqrt{\frac{BG}{A \cdot T}} \quad (1)$$

NET強度 [cps/μA], C: F標準値 [%],  
A: 電流値 [μA], T: 積分時間 [sec]

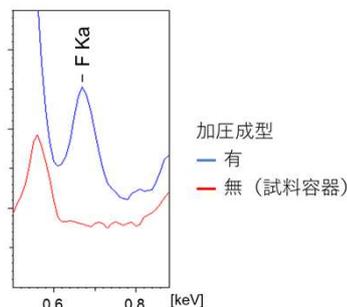


図5 F Kα プロファイル重ね合わせ

## ■ まとめ

EDXでは、試料容器に詰めるだけで簡単にスラグの成分情報を得ることができます。主成分で1%以下の相対誤差など、精度も良好です。さらに精度を向上させたい場合は、検量線法による分析も有効です。

また、EDX-8100では、一般的に分析が難しいフッ素(F)も分析できます。加圧成形することで、1%以下の含有量でも定量が可能です。

## <分析条件>

表1 分析条件

装置	EDX-7200	EDX-8100
元素	<sup>11</sup> Na- <sup>92</sup> U	<sup>9</sup> F
分析グループ	定性定量	
検出器	SDD	
X線管球	Rhターゲット	
管電圧	50[kV](Al-U) 15[kV](Na-Sc), (S-K)	15[kV]
管電流	Auto	
コリメータ	10[mmφ]	
1次フィルタ	なし(Al-U), (Na-Sc) #2(S-K)	なし
雰囲気	真空	
積分時間	100[秒] × 3Ch	300[秒]
デッドタイム	最大30[%]	

## <参考文献>

- 1) JIS A 6206, コンクリート用高炉スラグ微粉末(2013)
- 2) JIS R 5211, 高炉セメント(2009)

＞ アンケート

**関連製品** 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ EDX-7200

エネルギー分散型蛍光X線分析装置  
EDX-7200



＞ EDX-8100

エネルギー分散型蛍光X線分析装置  
EDX-8100

**関連分野**

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ