

XRD および XRF の分析技術習得

中島 海翔¹

宮崎大学総合技術センター¹

1. はじめに

筆者は、宮崎大学総合技術センターと工学部教育研究支援技術センターを兼務しており、主に工学部を対象とした教育支援・管理支援・研究支援の業務を行っている。本報告では、土木環境系の教員から要望のあった鉱物解析に関する研究支援に向けた XRD, XRF の分析技術習得の技術研修について紹介する。

2. 研修内容

教員からの研究支援の要望は、河川やダムに堆積した土砂の生産場・発生源とその輸送経路を推定するための土砂試料の鉱物解析であった。そこで、鉱物解析に必要な XRD, XRF の分析・解析手法の習得を目的とした研修を行った。使用した分析装置は、粉末 X 線回折装置 (PANalytical 製 X'Pert-Pro, 図 1) およびエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (島津製 EDX-720, 図 2) である。職場周辺の土砂や実際の研究試料の土砂を用いて以下の研修を行った。

- ① XRD および XRF の基本知識・基本操作の習得
- ② XRD および XRF のための鉱物試料の粉碎
- ③ XRF の分析と元素組成データの獲得
- ④ 鉱物の XRD による定方位分析とピークデータの獲得 (前処理方法)
- ⑤ 鉱物同定に必要な地質・鉱物に関する基礎知識の習得
- ⑥ 鉱物種の同定, クラスタ解析を用いた鉱物のピークデータの類似性評価
- ⑦ 試料の調製による鉱物同定の応用 (粘土鉱物等の前処理・分析)



図 1. XRD 分析装置



図 2. XRF 分析装置

3. XRD および XRF を用いた鉱物解析の一例

研修で習得した鉱物同定までの鉱物解析を紹介する。試料は、河川で採取された土砂試料を用いた。前処理で XRD, XRF の測定試料を作製した。試料を篩にかけ、2 mm 以下に調整し、均質になるよう四分法を用いて約 4 g 程度に分けた。遠心分離機で上澄みに残る有機物を除去し、乳鉢でおおよそ 1~10 μm の粒径まで粉碎した。XRF での測定試料は、粉碎した 1 g の試料を試料容器にルースパウダー法を用いて入れて作製した。XRD 用の測定試料は、粉碎した 50 mg の試料を鉱物用スライドガラスに水で塗布・乾燥させ、定方位試料を作製した。また、粘土鉱物同定のためにマグネシウム及びカリウムで飽和させた試料 (Mg 処理, K 処理), 塩酸処理した試料を用意した。Mg 処理では 2 試料を作製し、一方には 10%グ

リセロール (GLY) を噴霧させた。K 処理では 3 試料作製し、2 試料をそれぞれ電気炉で 300°C、550°C に 30 分加熱させた。処理した 6 試料 (Mg 処理, Mg-GLY 処理, K 処理, K-300°C 処理, K-550°C 処理, HCl 処理) を無処理試料同様に定方位で作製した。

XRF で分析した結果、主要元素は Si, Al, Fe, K, Mg, Ca であった。各処理での XRD の回折パターンと比較 (図 3) で、ピークのシフトが見られないことから緑泥石、イライト、カオリナイト、灰長石、白雲母、方解石、輝石と同定した。

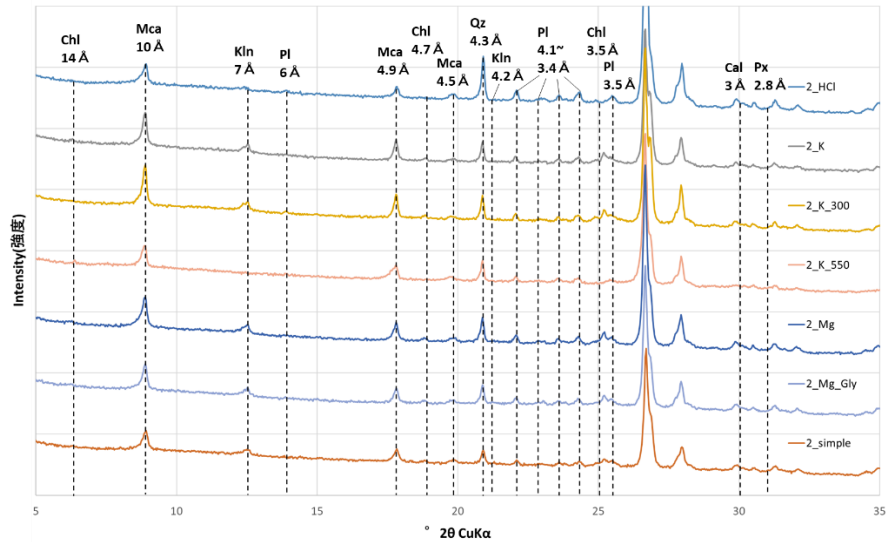


図 3. XRD による粘土鉱物同定処理別の回折パターン

4. まとめ

本研修により、鉱物解析の研究支援への対応が可能となり、現在では研究支援の依頼を受けて分析・解析を行っている。また、習得した技術を特定の教員の鉱物解析に限らず、他の学部・学科の教員からの様々な依頼にも対応できるように活かしていきたい。今後は、XRF における検量線法を用いた微量成分の定量分析の研修や XRD の応用である DXRD と逐次抽出処理・液体分析を組み合わせた鉱物同定の精緻化と微量鉱物の検出といった専門的な研修に取り組み、分析技術の向上を目指す。

5. 謝辞

本報告における研修に際し、講師をお引き受けいただき、ご教示ならびにご指導を賜りました宮崎大学国際連携機構国際連携センターの伊藤健一先生に、厚く御礼申し上げます。