

## 軽元素対応高性能ポータブル型蛍光 X 線分析装置の開発 ～コンクリート構造物の塩害調査や土壌汚染調査等に威力～

金田尚志 東京大学生産技術研究所 都市基盤安全工学国際研究センター 特任助手

魚本健人 東京大学生産技術研究所 都市基盤安全工学国際研究センター センター長 教授

### 1. 概要

コンクリート構造物の調査を行う際、必要に応じてサンプルを採取して成分分析が行われる。検出対象成分ごとに、現場で薬品を使用しての試験、実験室に持ち帰り詳細な成分分析が行われる。しかし、土木構造物はその性質上、検査対象が大きく、立地条件も厳しいことから、大断面の検査を行うには、労力を必要とする。したがって、現場で簡易で迅速に成分分析ができる手法があれば、非常に有効なツールとなる。

ご存知のように、塩害によるコンクリート構造物の劣化が問題となっている。その原因は飛来塩分の浸透や海砂の使用による鋼材の腐食であり、コンクリート中の塩化物量が塩害を評価する指標となっているため、塩害地域のコンクリート構造物の調査を行う場合、塩化物量の測定が必須となっている。当研究所では、これまで、現場で簡易に塩化物量を測定できる技術の開発を行ってきたが、従来のポータブル型蛍光 X 線装置では、検出感度が低かったため、低濃度域の分析が困難であった。

この度、アワーズテック株式会社(本社:大阪府寝屋川市)と共同で、高感度ポータブル型蛍光 X 線分析装置を開発した。従来の装置と比較し、検出感度を大幅に向上させ、塩化物量  $0.1\text{kg/m}^3$  の低濃度まで定量分析が可能になった。現場で簡易・迅速に計測ができるため、検査効率が大幅に改善され、コストダウンが期待される。ポータブル型蛍光 X 線装置は軽元素の検出感度が低いといわれてきたが、装置の改良により、Al, Si, S などの軽元素にも対応させ、コンクリート中の塩化物量のみならず、土壌汚染等の環境計測にも有効である。

### 2. ポータブル型蛍光 X 線装置

現在、市販されているポータブル型蛍光 X 線分析装置は、**図-1**のようなハンドヘルド型や**図-2**のモバイルタイプである。残念ながら、これらの装置は、重元素の分析は可能であるが、コンクリート中の Cl のような微量軽元素は感度が低いため検出ができない。



図-1 ハンドヘルド型蛍光 X 線分析装置



図-2 モバイル型蛍光 X 線分析装置

これまで、従来機種を用いて検証実験を行ってきた。ポータブル型蛍光 X 線分析装置によるコンクリート中の塩化物量の計測の有効性は確認できたが、低濃度(塩化物量  $1.0\text{kg/m}^3$  以下)の検出感度が低く、定量分析は困難であった。そこで、新たに高感度型分析装置の開発に着手した。

### 3. 従来機種からの変更点

低濃度の Cl を高効率で検出できるように、以下の項目を変更した。

#### ① 検出器の大型化

SDD(Silicon Drift Detector)を従来のもので 5mm<sup>2</sup> のものから 10mm<sup>2</sup> に変更し(図-3)、より大きな面積で試料から放射される蛍光 X 線を検出できるようにした。これにより、図-4 のように検出する蛍光 X 線カウントが 2 倍強に向上した。

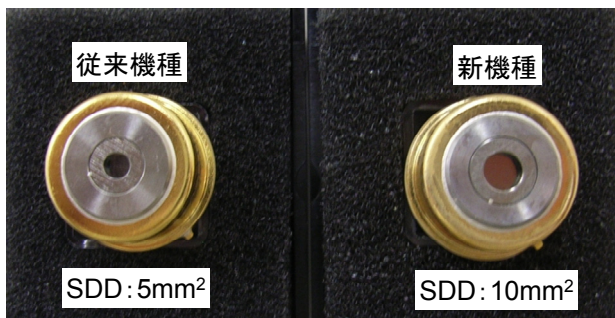


図-3 大型径 SDD の導入

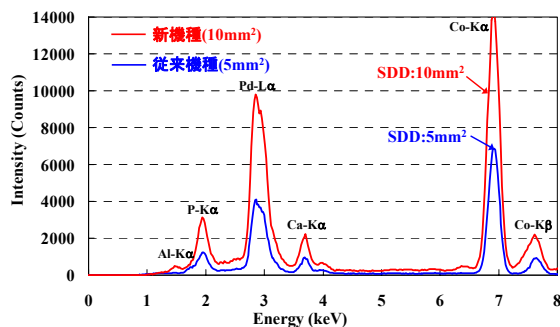


図-4 SDD 径と検出感度

#### ② 励起源の変更

発生する蛍光 X 線の強度は、照射する一次 X 線のエネルギーと強度に依存する。励起効率は、X 線のエネルギーが励起する電子の結合エネルギーより少し大きいときに最も効率が良く、それから離れるほど効率が悪くなる。Cl(Kα:2.621keV)を効率良く励起する一次 X 線は、2.621keV より少し大きい特性 X 線が望ましい。従来機種では、Pd(Lα:2.838keV)で Cl を励起していたが、Pd の Lα線と Cl の Kα線の間隔が狭いため、それぞれのピーク強度が重なり、明確に切り分けを行うことが困難であった。よって、ターゲットに Ag を用い Pd の Lα線より少しエネルギーの大きい特性 X 線(Ag-Lα:2.978keV)で Cl を励起した。図-5 に Ag, Pd, Ti をターゲットに用いた場合の蛍光 X 線スペクトルを示す。Ag の La 線のピークと Cl のピークが独立し、切り分けが可能となり、純粋に Cl から放射される蛍光 X 線のみをカウントすることができるようになった。

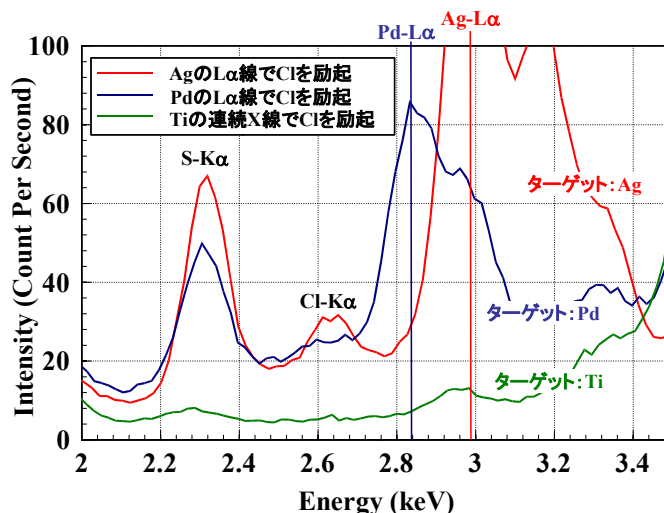


図-5 励起源による Cl の励起効率の違い

#### ③ 照射径の拡大と試料と X 線管の間隔の縮小

図-6 のように、従来機種よりも照射径を φ2.3→φ9.4 と拡大し、試料と X 線管の間隔を 11mm 縮小した。これにより、広い面積に強い一次 X 線を照射できるようになり、蛍光 X 線カウントを増加させることができた。

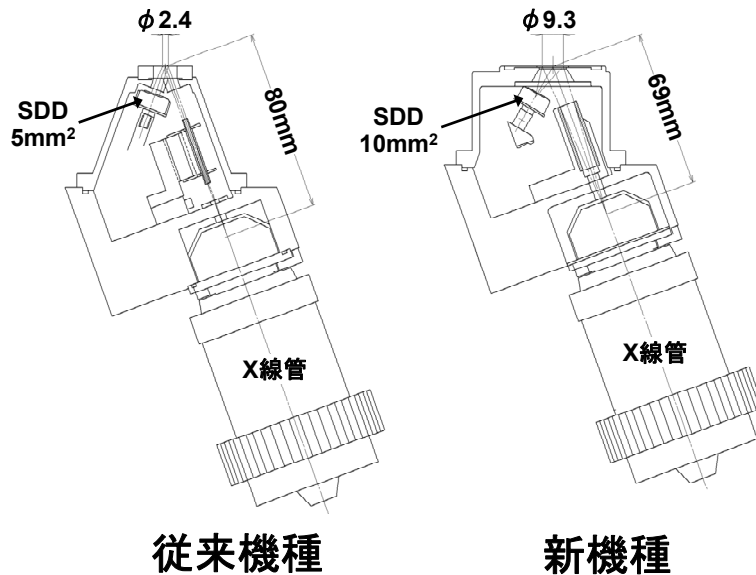


図-6 照射径の拡大と試料とX線管の間隔の縮小

#### 4. 実験結果

従来機種と新機種を用いてコンクリート中の塩化物量を測定した結果を図-7、図-8に示す。従来機種では、低濃度域(1.0kg/m<sup>3</sup>以下)では、明確なClのピークを検出できなかったが、新機種では低濃度域においてもClのピークを確認することができる。新機種の検出感度は従来機種より8倍以上向上している。

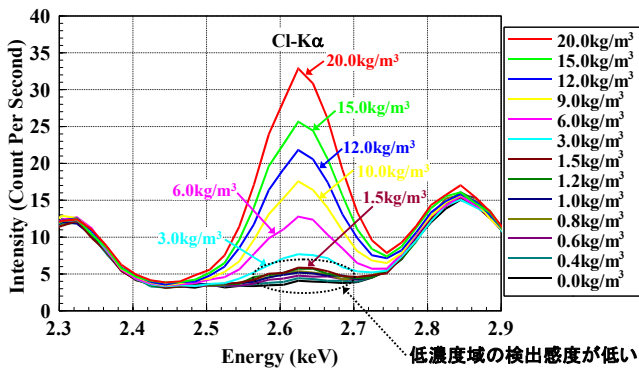


図-7 Cl 濃度とピーク強度(従来機種)

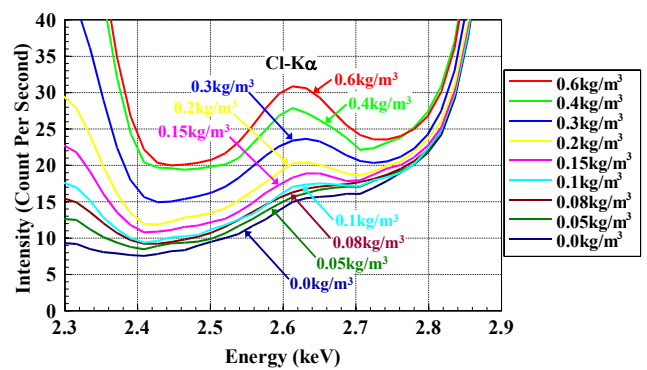


図-8 Cl 濃度とピーク強度(新機種)

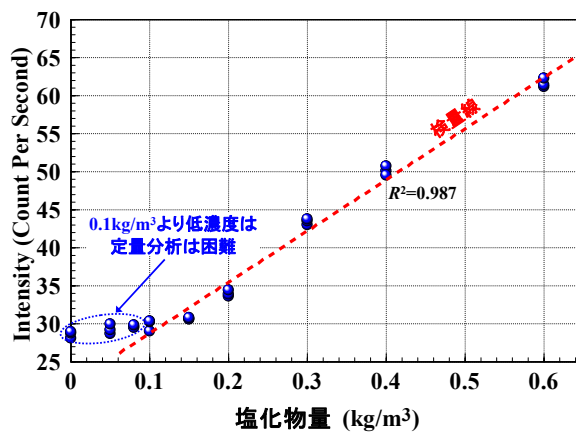


図-9 Cl 濃度とClピーク面積の関係

図-9にCl濃度と2.621keVを中心としたClの波形のピーク面積の関係を示す。0.1kg/m<sup>3</sup>より低濃度では、濃度差による蛍光X線スペクトルに明確な差異が表れないため、定量分析は困難であるが、それ以上の濃度では可能であり、実際の現場で要求される性能は満たしている。

## 5. 現場における蛍光 X 線分析のメリット

ポータブル型蛍光 X 線装置によるオンサイト分析は、従来の分析手法と比較して以下のような利点がある。

- ・大型、異形試料を現場で非破壊的に測定することができる。
- ・検出対象成分ごとに別々の試験を行う必要が無く、一度のスキャンで多成分の同時分析が可能である。
- ・化学薬品を使用せず、測定面の事前処理も必要としないため、無公害、低エネルギー、環境負荷の少ない検査手法である。低電圧の X 線で励起するため、測定時の人体への影響もほとんど無い。
- ・現場で瞬時に結果を出力することができるため、検査の効率化、コストダウンが期待できる。

従来の電位差滴定法によるコンクリート中の塩化物量測定は、**図-10** のような手順をとるため、試験結果が得られるまで数日を要し、**表-1** のように分析コストが高い(一試料あたり 2~3 万円)という問題がある。



図-10 電位差滴定法によるコンクリート中の塩化物量の測定

表-1 塩化物量測定試験分析費用 (例:財団法人 日本建築総合研究所)

試験項目		試験方法	単位	料金 (円)	備考	
硬化コンクリート	温水抽出塩化物イオン	JIS A 1154 附 2	電位差滴定法	1 試料	試験体がコンクリート片 (はつりガラ) 等であり、コンクリート密度 (単位容積質量) が測定できない場合は、1,890 円/試料減額 試料調製において切断が必要な場合は、別途 525 円/試料加算	
	可溶性塩化物イオン	JCI-SC4		1 試料		26,250
	全塩化物イオン	JIS A 1154 JCI-SC4		1 試料		31,500
	全塩化物イオン量の簡易分析	JCI-SC5		1 試料		21,000
混和材	JIS A 6204 附 3		1 試料	16,800	2 試料目から 13,650 円	
細骨材 (海砂)	JASS 5T 202		1 試料	9,450	必要な試料の量: 約 10kg	
フレッシュコンクリート	別途見積り					

ポータブル型蛍光 X 線分析装置による塩化物量の測定は、**図-11** に示すとおり、測定面を直接(もしくは採取したサンプルを用いて)測定することができ、2 分程度で結果を得ることができるため、調査・分析時間を大幅に短縮することができる。コンクリート中の塩化物量の測定のみであれば一試料あたり 1 万円以下に抑えることも可能となり、現場の作業効率の向上により、塩害調査費のコストダウンが可能になる。





コンクリート表面の付着塩分量の測定

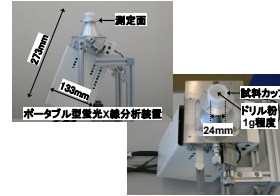
従来手法では、ガーゼ等でコンクリート表面を拭取り、ガーゼに付着した塩化物量を測定していた。

ポータブル型蛍光X線分析装置で直接測定が可能となる。



ドリル粉の採取

ドリルで採取したドリル粉を試料カップに入れ塩化物量を測定する。構造物へのダメージを最小にすることができる。



コンクリートコアの採取

コンクリートコアの側面を測定することで深さ方向の塩化物浸透程度を測定する。測定後のコアを利用して圧縮強度の測定も可能である。



図-11 ポータブル型蛍光 X 線分析装置による塩害調査

## 6. 土壌汚染調査への応用例

土壌汚染対策では、汚染物質の分析や汚染された土壌の処理等の対策費用が一般に高額なことから、低廉な対策技術の普及が求められている。このため、汚染物質の分析費用の低減化、調査期間の短縮化を目的とし、東京都環境局では、簡易分析手法として、蛍光 X 線分析手法を選定している。土壌中の重金属や硫黄等の有害物質を迅速に検出することができる。

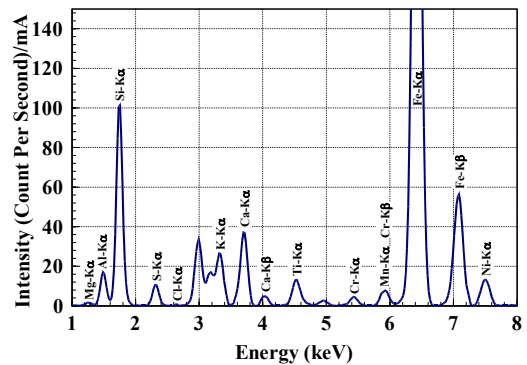


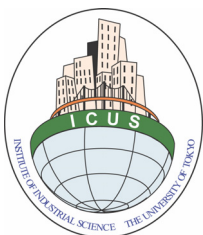
図-12 土壌軽元素定性プロファイル

## 7. まとめ

軽元素対応高性能ポータブル型蛍光 X 線分析装置を開発した。エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置は、低濃度の軽元素の分析には不向きとされてきたが、装置の改良により、感度を大幅に向上させた。Cl を例にすると 40ppm 程度までの定量分析が可能となり、この検出感度は、小型可搬型としては、世界トップクラスを実現した。

販売予定時期: 2007 年 3 月

販売予定価格: 800 万円



### 連絡先

〒153-8505 東京都目黒区駒場 4-6-1

東京大学生産技術研究所 都市基盤安全工学国際研究センター

金田尚志(かなだひさし) TEL 03-5452-6472 e-mail: kanada@iis.u-tokyo.ac.jp