

(151) 少量粉末試料の組成分析法

70427

八幡製鉄株式会社 東京研究所 ○佐々木稔、鈴木堅市  
卯月淑夫、松本龍太郎

1. 緒言

μg オーダーの少量粉末試料は、化学的方法によるならばせいぜい1、2の主要成分を定量し得るにとどまり、少量成分にいたっては分析することがほとんど不可能に近い。さらに、組成分析を行なう上に不可欠の粉末粒子の同定法も、こうした少量試料では確立していないのが現状である。本研究においては、微粉碎した試料を均一に分散させた充てん体をつくり、X線回折とX線マイクロアナライザーを併用して組成分析する方法の開発と適用性の検討を行なった。

2. 実験方法

μg オーダーの粉末試料は加圧成形することができないので、細目ふるいを用い、有機溶媒中に分散させた粉末を一定圧力で吸引濾過して濾紙上にケーキとして集めた。このケーキは、そのまま粉末法によってX線回折分析したあと、導電処理を行なってX線マイクロアナライザーによって含有元素を定量した。

3. Magnetite粉末試料による基礎実験

スエーデン磁鉄鉱(71.50%Fe)を粉碎して検討試料とした。同一ケーキについてのFeのくり返し分析値のばらつきは非常に小さく、粉末粒子はほぼ一定の空隙率で充てんされていると推定された。粉末粒度の影響は、表1に見られるようにあまり大きくないが、やはり2~3μ以下にするのがよいと思われる。フィルターの単位面積あたりのケーキ重量とFeの相対X線強度の関係を、電子線の加速電圧を変えて調べた結果が図1である。侵入電子が励起に有効に使われるためには、このmagnetite粉末試料では、少なくとも1mm<sup>2</sup>あたり10μg程度充てんされていることが必要である。なお、X線回折については、約3μgの試料を1mmφのフィルターケーキとし、ローターユニット装置を用いて粉末写真の撮影を行なったところ、X線ビーム径0.5mm、露出4時間で明瞭な回折線が得られた。したがって、結晶質物質は、1成分あたり2~3μgあれば、X線回折分析を実用的な速さで行なうことも可能と思われる。

表1. 粉末粒度と相対X線強度 (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

電子線束径 粉末粒度	25 kV		15 kV	
	50 μ	100 μ	50 μ	100 μ
< 2 μ	0.645	0.669	0.684	0.654
2 ~ 5	0.663	0.664	0.680	0.653
5 ~ 10	0.627	0.635	0.668	0.630
10 ~ 20	0.646	0.626	0.667	0.625

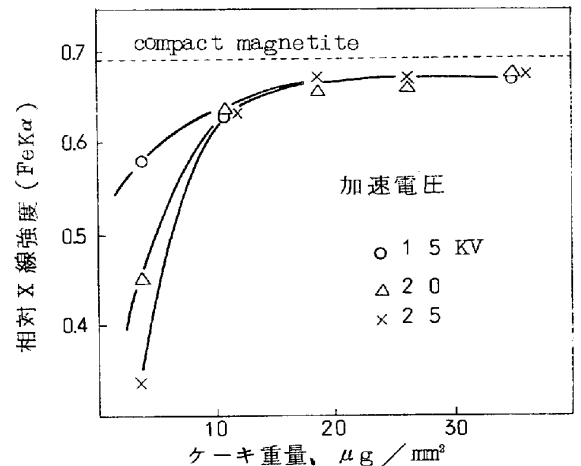


図1. 充てん厚みと相対X線強度 (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

4. 適用性の検討

鋼板表面の微小な生成物、鋼材欠陥部の異物、顕微鏡下で抽出される粒状物質等は、多くの場合、数10μg程度であり、これらの組成分析に本法を適用して、きわめて良好なる結果を得ることができた。若干例をつぎに示す。

表1. 鋼板表面錆ならびに2枚板中介在物への適用結果

試料	重量	同定	FeOOH	FeO	MnO	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Cl	S
微小赤錆	40 μg	β-FeOOH, quartz, calcite, 長石(?)	67	-	-	10	4	11	0.5	0.9
介在物 (2枚板)	180	galaxite, manganosite, silicate glass	-	8.7	2.3	-	5.7	4.1	-	-