

(337)

熔融条件の検討

(熔融法によるけい光X線分析-I)

川崎製鉄 技術研究所

○安部忠広 鶴岡義正
合田明弘 鷺見 清

1. 緒言 最近、鉄鉱石のけい光X線分析における試料調製法として、マトリックス効果を軽減させ、鉱物学的な偏析や粒度の影響を解消できるなどいくつかの特長をもつ熔融法が注目されてきている。この有効な方法を鉄鉱石のみならずスラグ、フラックス、レンガなど粉体試料全般に適用するため、まずその基になる熔融条件を検討して、かなり広い濃度範囲の一元化の可能性を見出し、またこの熔融法では揮散のために分析できないといわれていたFとSの分析を可能にした。

2. 検討経過ならびに結果 まず、広く用いられている融剤 $Li_2B_4O_7$ と $Na_2B_4O_7$ で、各種粉体試料をガスバーナーにより $1200^{\circ}C$ 目標(光温度計の測定で正確ではない)で熔融し、けい光X線強度と含有率の関係を調べた。その結果両融剤とも試料の種類に関係なく一応の直線関係を示したが、予想していたよりもバラツキが大きくまた再現性も悪かった。このバラツキの原因として揮散の影響が考えられるので、融剤と試料について検討した。融剤5gを $1200^{\circ}C$ と $1000^{\circ}C$ で順次時間を変えて熔融し、そのときの重量変化の様相を図1に示す。使用した融剤の $600^{\circ}C$ での I_g -Lossは5gに対して $Li_2B_4O_7$ は $-0.0315g$ 、 $Na_2B_4O_7$ は $-0.0325g$ であるので、 $1200^{\circ}C$ での減量はそれよりはるかに大きく融剤が時間とともに揮散するのがわかる。 $1000^{\circ}C$ では両融剤とも時間に関係なく I_g -Loss分の減量だけである。一方試料の揮散についてはFを調べた。Fを含有する試料は高温で容易にふっ素化合物を含むガス(Fガス)を発生し最も揮散し易い元素と考えたから、熔融中に発生するFガスを $NaOH$ に吸収させる捕集装置を作製して分析した。その結果 $1200^{\circ}C$ では試料中のFの3%以上が検出され、しかも試料の塩基度によってFガスの発生量が異なる。これに対して $1000^{\circ}C$ では塩基度に関係なく試料中のFの約1%ではば一定となった。以上のように $1200^{\circ}C$ という高温では温度や時間あるいは試料の組成によって揮散の状態がかわり、希釈率が変化するので精度が悪くなる。とくに温度を正確に制御できないガスバーナー加熱では問題が大きい。このために融剤や試料の揮散がわずかでもその量をほぼ一定に保てる $1000^{\circ}C$ を採用し、この温度ですべての試料の熔融が容易な $Na_2B_4O_7$ を融剤に選んだ。その結果図2、図3のようにFとSの分析が可能になり、また他の成分もほとんどが図4の Al_2O_3 のように試料の種類に関係なくかなり広い濃度範囲で一本の検量線が得られた。しかし図5の TiO_2 のように CaO の補正をして一本化できるものもあるので、必要に応じて補正の手法⁷⁾を導入しながら一元化を目標に検討を続ける。

文献) たとえば鉄鋼の工業けい光X線分析方法, 日本鉄鋼協会

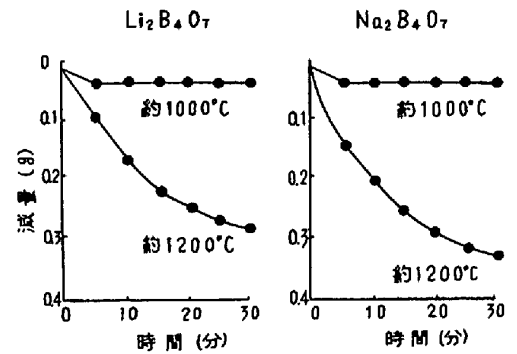


図1. 融剤5gの温度と時間による減量(ガスバーナー)

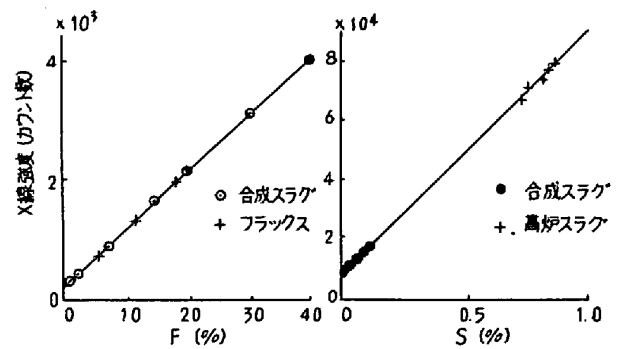


図2. Fの検量線

図3. Sの検量線

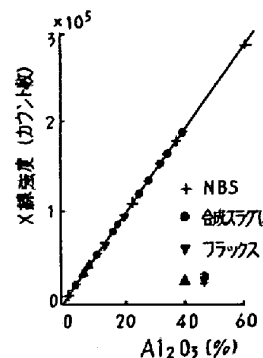


図4. Al_2O_3 の検量線

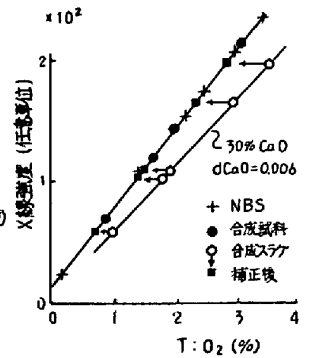


図5. TiO_2 の検量線