

(338)

スラグ・耐火レンガ中の  $La_2O_3, CeO_2$  の定量

- 熔融鋳込み・蛍光X線分析法 -

住友金属 中央技術研究所 新見敬古 猪熊康夫

○井上恵三

1. 緒言

粉末試料を蛍光X線分析に適用する場合、試料調製法は主として粉末ブリケット法が用いられているが、マトリックス効果、粒度効果、不均質効果の影響から分析精度に問題があった。筆者らはそれにかわるものとして熔融鋳込み法を鉄鉱石分析に適用し良好な結果を得、報告した<sup>(1,2)</sup>。この方法を、脱硫を目的として添加する希土類元素の歩留りを明確にするため定量が必要とされたスラグ、耐火レンガに適用し、スラグ、耐火レンガ中の  $La, Ce$  を定量する正確かつ精度の良い分析法の確立を図った。

2. 実験方法

使用した蛍光X線分析装置は理学電機製 I K F - 4 型で、X線管球は Au 管球 (27kV) を使用した。試料調製法は試料と融剤を白金ルツボに秤り入れ、じゅうぶんに混合したのち、ガスバーナー上で内容物を均質に融解しあらかじめ予熱してある Pt-Rh-Au 三元合金モールドに鋳込み、整形固化後モールドより取り出し、底面に接した部分を分析面として測定する。分析線はいずれも  $La$  線を用いた。

3. 実験結果

熔融鋳込み法では試料の均質な融解、ガラス化が精度を決定する重要な段階で、本法で対象とするスラグ、耐火レンガの主成分は表1に示す様に広範に亘っており、特にジルコニア系耐火レンガでは  $Na_2O, BaO, Li_2B_4O_7, Na_2CO_3$  およびこれらの混合融剤のいずれでもじゅうぶん均質に融解できなかった。これに対して  $LiBO_2$  で融解を行なった結果、じゅうぶん均質に融解できることがわかった。しかし、 $Li_2BO_2$  単独ではガラス化せず  $LiBO_2$  融解後ガラス化剤として  $Na_2B_4O_7$  を加える方法を採ることによって良好なガラス化試料とすることができた。

共存元素の影響については、融剤で希釈されているが、 $La, Ce$  とともに  $Fe$  および  $Zr$  の影響を受けるので  $Zr$  の補正式を用いて補正を行なった。  $W_{La_2O_3} = X_{La_2O_3} (1 + 0.0033 W_{ZrO_2} - 0.0021 W_{Fe}) + 0.0002 W_{ZrO_2} + 0.0002 W_{Fe}$ ,  $W_{CeO_2} = X_{CeO_2} (1 + 0.0033 W_{ZrO_2} - 0.0018 W_{Fe}) + 0.0003 W_{ZrO_2} + 0.0007 W_{Fe}$ , ここで、 $W$  は含有率、 $X$  は検量線から求めた見かけの含有率を示す。

本法の定量下限は  $La_2O_3, CeO_2$  共に 0.01% であり、精度は 0.05% 水準で変動係数にして  $La_2O_3$  2.59%,  $CeO_2$  5.07% であった。図1および図2に耐火レンガの検量線の一例を示す。

表1 対象耐火レンガおよびスラグ主要成分

	スラグ	耐火レンガ					
		ロ-石	サモット	高アルミ	ジルコン	ニルコン	ムライト ジルコン
$SiO_2$	25.15%	79.7%	54.5%	25.4%	35.2%	31.1%	41.6%
$Al_2O_3$	1.15	17.1	41.3	71.8	10.3	-	17.4
$Fe_2O_3$	2.80 (T-Fe)	0.7	1.2	1.4	-	-	0.4
$MgO$	12.88	<0.01	0.31	0.34	-	-	-
$CaO$	37.8	0.15	0.57	0.76	-	-	-
$TiO_2$	-	-	1.4	0.2	-	14.8	-
$ZrO_2$	-	-	-	-	52.8	52.7	40.2

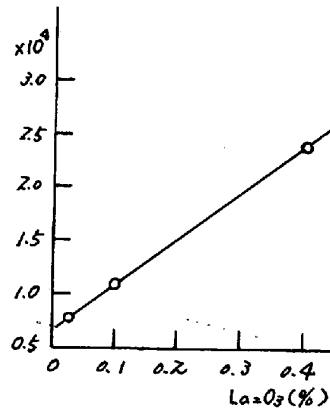


図1 検量線の一例

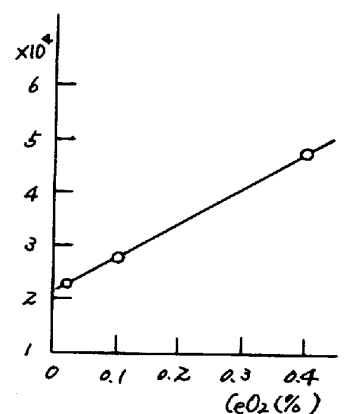


図2 検量線の一例

1) 新見, 猪熊, 井上: 日本金属学会第69回大会講演予稿集 P.208

2) 同上: 鉄鋼協会第85回講演大会要旨集 P.231