

## (229) 蛍光X線分析法による鉄鉱石中微量成分の定量(熔融鑄込法)

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

熔融鑄込法は希釈によるマトリックス効果の軽減および融解による粒度効果なりびに鉱物組成に基づく不均質効果の除去が可能であるため、鉄鉱石中の  $T_2Fe$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $TiO_2$ ,  $MnO$ ,  $P$  および  $MgO$  の8成分の定量において、 $T_2Fe$  以外は組成および銘柄に関係なく一本の検量線で精度良く定量できた。引き続き、微量成分である  $V$ ,  $Cr$ ,  $Ni$ ,  $Cu$ ,  $Zn$ ,  $As$ ,  $Sn$ ,  $Pb$  および  $Bi$  の9成分にこの熔融鑄込法の適用をはかった結果、それぞれ元素につき1本の検量線で精度良く定量できることがわかったので報告する。

## 2. 実験方法

使用した蛍光X線分析装置は理学電機製のIKF-4型で、X線管球はW管球(2kW)を使用した。試料調製法は鉄鉱石0.600gを $Na_2B_4O_7$  5.400gと $Ca_2O_3$  0.0600g( $T_2Fe$  定量用の内標準元素)と共に研るつぼ中でじゅうばんに混合したのち、ガスバーナー上でときどきかきまぜながら20分間熔融して内容物を均質に融解し、あらかじめ予熱してあるPt-Au-Rh製のモールドに鑄込み、整形固化後、鋳型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。

## 3. 実験結果

分析線は、 $Pb$ と $Bi$ 以外は $K\alpha$ 線が使用でき、 $Pb-L\alpha$ 線には $As-K\alpha$ 線が近接して $Pb$ の定量に妨害になるので、 $Pb-L\alpha$ 線を用いた。 $Bi$ の場合は感度の最も高い $Bi-L\alpha$ 線を使用した。また、 $As-K\alpha$ 線に対しては $Pb-L\alpha$ 線が妨害し、 $V-K\alpha$ 線に対しては $Ti-K\alpha$ 線が近接して定量に影響を与えるので、つぎの補正式を用いて補正を行なった。 $W_{As} = X_{As}(1 - 2.6W_{Pb}) - 0.15W_{Pb}$ ,  $\Delta W_V = -0.007W_{TiO_2} + 0.0007(TiO_2$  0.1%以下は補正不要), 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、 $\Delta W$ は補正量を示す。その他の成分については共存元素の影響は認められなかった。

本法の定量下限は、 $Cu$ ,  $As$ ,  $Zn$ および $V$ は0.001%,  $Ni$ と $Cr$ は0.002%,  $Pb$ は0.005%,  $Sn$ と $Bi$ は0.01%であり、熔融鑄込法としてはこれ以上の微量の定量は困難であると考えられる。最後に本法の分析精度を表1と表2に示す。なお、本法は操作が簡単でしかも10試料90成分の定量に要する時間は約6.5時間であり非常に迅速な方法である。さらに、 $T_2Fe$ をはじめ17成分を同時に定量すれば分析時間はなお一層短縮できる。

表1. 試料調製からの繰り返し精度( $\sigma_m$ )の一例

元素	V	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Sn	Pb	Bi
平均値(%)	0.003	0.050	0.051	0.046	0.030	0.006	0.010	0.014	0.023
$\sigma_m$ (%)	0.00021	0.00056	0.0010	0.00095	0.00026	0.00022	0.00070	0.0011	0.0016
変動係数(%)	7.2	1.1	2.0	2.1	0.8	3.6	7.5	8.1	6.8

表2. 化学分析値との比較精度( $\sigma_d$ )

元素	V	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Sn	Pb	Bi
定量範囲(%)	0.002~0.52	0.005~0.28	0.002~0.09	0.002~0.07	0.001~0.05	0.001~0.10	0.010~0.05	0.005~0.02	0.010~0.03
$\sigma_d$ (%)	0.00058	0.00077	0.00153	0.00108	0.00120	0.00165	0.00219	0.00190	0.00190