

(311) 蛍光X線-ガラスビード法におけるBaO添加の影響

神戶製鋼加古川製鉄所 佐藤益弘 住友義弘
仲村英雄 ○金築宏治

1. 緒言

ガラスビード法は、鉄鉱石、スラグ類等の成分分析に広く利用されているが、主としてマトリックスの吸収の差により、基準物質を用いた二元系の検量線では、正確な測定はできない。このマトリックスの影響を、重元素の一つである酸ビリウムの添加により一定にすることによって、基準物質をベースにした測定が可能と考え試みところ、良好な結果が得られたので、その概要を報告する。

2. 試料および実験方法

(1) 検量線用試料は、各成分の基準物質を無水ほう酸ナトリウムに所定量添加し、二元系で合成した。試料としては、転炉スラグ、連鑄スラグ、合金鉄スラグなど、成分濃度範囲の広い7品種、19試料を用いた(Table 1)。

(2) ガラスビードは、試料0.3gと融解剤3g ($Na_2B_4O_7$ 又は $Na_2B_4O_7 + BaO$)を1050°C、7.5分間融解(高周波加熱方式、静置6分、揺動1.5分)し作成した。

(3) 測定は、50KV×50mA、積分時間40秒×2で行った。

3. 測定結果および考察

(1) S; $Na_2B_4O_7 + K_2SO_4$ の二元系検量線を用いた場合、Fig 1に示すように、実試料のSは、特に高濃度領域において低値に測定される。Fig 2は、 $Na_2B_4O_7 + BaO + K_2SO_4$ (又は試料)の三元系の測定結果を示しているが、バイアスは解消され($\bar{d} = -0.0008\%$)、バラツキ(σ_d)も0.0095%と化学分析法と同等又はそれ以上の水準まで小さくなっている。これは、Baによる質量吸収効果とともに、ShがBaOによって安定なBaSO₄又はBaSに変化して固定されたためと考えられる。

(2) CaO, P; Sと同様、BaK_α線強度を内標準とすることによって、基準物質による三元系検量線と実試料の検量線は良く一致した。

(3) SiO₂, Al₂O₃, MgO; 三元系検量線と実試料の検量線は、生強度を用いた場合、良く一致した。

4. 結言

蛍光X線-ガラスビード法において、BaOを添加し基準物質による検量線で実試料の分析が可能になり分析精度も向上した。

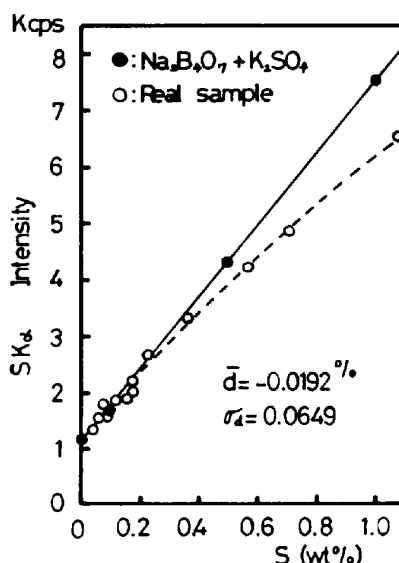


Fig. 1. Determination of sulfur.

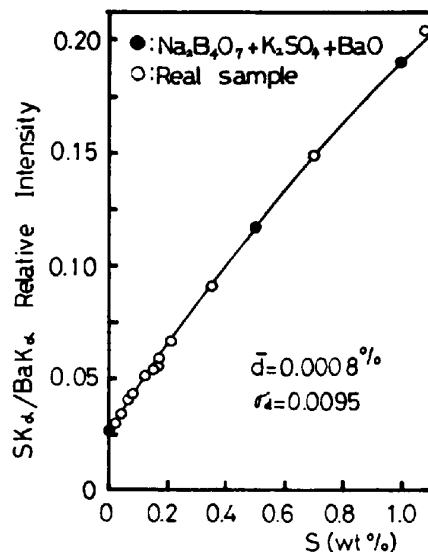


Fig. 2. Determination of sulfur.

Table 1. Chemical composition of samples. (wt %)

	T-Fe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	TiO ₂	MnO	S
Max	22.78	44.42	61.15	24.68	40.70	1.08	8.39	18.01	1.08
Min	0.12	1.39	14.10	0.07	1.05	0.002	0.02	0.01	0.01
\bar{x}	3.75	23.41	40.02	6.67	10.75	0.16	1.22	3.45	0.21