

川崎製鉄(株)技術研究所 安部忠廣○安井規子
 海外技術研修生(Brazil) Elisa Akemi Ozaki

1. まえがき

鉄鉱石類など酸化物系粉体試料の分析方法として、ガラスビード蛍光X線分析法が多く用いられている。しかしこの方法は標準試料比較法なので化学分析の精度に左右されるだけでなく、標準試料のない含有率範囲や元素には対応できない。また共存元素の影響調査に必要な多種多様の試料を用意することも困難である。そこで高純度試薬を用いて検量線用試料が作製できる有効な方法を考案し、鉄鉱石試料を対象に分析法を検討した。

2. 実験方法

この合成ビード作製方法は、秤量誤差を小さくするために各試薬を一担フラックスで希釈し、これらを粉砕後適当な割合で配合してビードを作製するという方法で、多種の合成ビードが簡単に用意できる。

1) 合成(鉄鉱石)ビードの作製:十分に乾燥した高純度試薬をそれぞれ7~20倍の $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ で融解し、タングステンカーバイド製振動ミルで粉砕し希釈試薬を作製する。これらの希釈試薬を、各々のビードにおいて酸化物含量0.5g、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 含量5.0gとなるように秤量し、 NaNO_3 0.3gを加えて混合してビードを作製した。融解はそれぞれ1000℃10分間である。

2) 測定:上記合成ビードとJSS, FXP鉄鉱石標準試料のT・Fe, Si, Mn, P, S, Al, Ti, Ca, Mg, Kの10元素について理学製システム3530を用いて40kV-60mA40秒で測定した。

3. 結果

Fig. 1に一例としてSiの検量線を示す。またTable 1.には各元素について鉄鉱石標準試料と合成試料の検量線で分析した場合の標準試料群の分析精度(σ_d)をまとめた。このように合成試料と鉄鉱石試料が一本の検量線にのる良好な結果が得られ、また広範囲にわたる含有率により共存元素の影響について検討することができた。

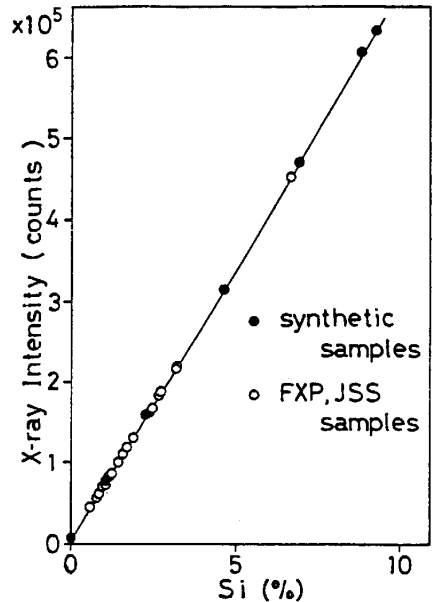


Fig.1 Calibration curve of Si

Table 1. Analytical accuracies (σ_d) of FXP* and JSS samples (n=20). (%)

element	calibration : FXP, JSS samples		calibration : synthetic samples	
	range of calibration	σ_d	range of calibration	σ_d
T・Fe	57.25~69.96	0.760	31.22~69.96	0.863
Si	~ 6.71	0.0162	~ 9.35	0.0197
Mn	~ 1.93	0.0053	~ 2.02	0.0066
P	~ 0.283	0.0015	~ 1.148	0.0021
S	~ 0.161	0.0012	~ 0.993	0.0034
Ti	~ 3.79	0.0071	~ 4.80	0.0110
Ca	~ 6.68	0.0081	~ 11.41	0.0276
Mg	~ 1.33	0.0090	~ 3.02	0.0100
Al	~ 1.54	0.0185	~ 4.23	0.0213
K	~ 0.114	0.0047	~ 2.424	0.0052

* Standard samples of iron ore for joint study in fluorescent X-ray analysis subcommittee

4. むすび

鉄鉱石ガラスビード蛍光X線分析法において、一担フラックスで希釈した試薬による合成ビード作製法の検討を行ない、満足すべき結果を得た。この方法は広い含有率範囲の検量線用試料群が容易に用意でき、しかもガラスビード法を独立分析法にまで発展させる可能性のあるものである。今後T・Feの補正法と他の成分への適用拡大を図るとともにスラグ、フラックスについても検討する。