

(411) ガラスビード法によるクロム鉱石の蛍光X線分析法の確立

川崎製鉄㈱技術研究本部 ○安井規子 山本 公
松村泰治

1. 緒言

ガラスビード法は鉄鉱石をはじめ各種の酸化物系試料の分析法として広く利用されている。しかしながらクロム鉱石のようにCr含有率の高い試料に対しては、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ のみでは均一に融解できないことや標準試料が少ないために共存元素の影響が把握できないことからガラスビード法の適用は困難であった。このためクロム鉱石を完全に融解する方法および合成試料による補正定量法を検討した。

2. 実験

(1) 融解法の検討 : 酸化クロムを完全に融解でき、安定なガラスビードができるなどの条件を満たすフラックスとして、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-Na}_2\text{O}_2$ 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-NaNO}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-Na}_2\text{CO}_3$ を検討した。その結果、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-NaNO}_3$ が最も適していることがわかった。このフラックス中では全Crの約90%がCr(VI)に酸化された状態であった。すなわち試料中のCrは NaNO_3 により酸化され CrO_4^{2-} イオンが生成して融解が進むものと考えられる。またこの CrO_4^{2-} はガラス中で網目形成イオンとしてガラス

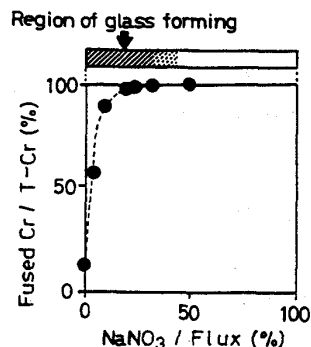


Fig.1 Effect of addition of NaNO_3 .

化を容易にする働きがあるが、一方で Na^+ は網目修飾イオンとして過剰の場合はガラス化を妨害する方向に働く。このため安定なガラスビードを作製するためには、Fig.1からわかるように $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{NaNO}_3 = 3:1$ の混合フラックスが最適であった。

(2) 共存元素の補正 : 試薬合成法¹⁾により広範囲に組成を変化させた試料を作製して補正法を検討した。そして吸収励起および重なり補正により、組成が大きく異なるクロム鉱石とスラグ試料が同一の補正係数と検量線で分析できることがわかった。Fig.2に検量線の例としてT-Feの結果を示す。

(3) 分析精度 : 分析精度を σ_d でまとめた結果をTable1.に示すが、各成分とも良好な値を得た。繰り返し精度も化学分析と比較して満足できるものであった。本法を実際試料に適用した結果、化学分析値と良い対応が得られた。

3. 結言

クロム鉱石などCrの高い試料をガラスビード法で分析する方法を確立した。本法は主成分のT-Crをはじめ多元素を同時に分析できるため分析時間の短縮が可能となった。

Table 1 Analytical accuracies (σ_d %). n=27

Constituent	Range (%)	σ_d (%)	
		Before Correction	After Correction
T-Cr	0.06 ~ 68.42	0.412	0.045
T-Fe	0.0 ~ 24.48	0.828	0.079
SiO ₂	0.0 ~ 67.53	0.257	0.140
CaO	0.0 ~ 59.1	0.153	0.088
Al ₂ O ₃	0.06 ~ 38.7	0.151	0.102
MgO	0.0 ~ 20.0	0.154	0.078
TiO ₂	0.0 ~ 3.0	0.077	0.021
P	0.0 ~ 3.66	0.0094	-
S	0.06 ~ 1.44	0.0227	-
K ₂ O	0.0 ~ 3.25	0.032	-
Mn	0.0 ~ 7.59	0.098	0.032
V	0.0 ~ 0.84	0.076	0.065

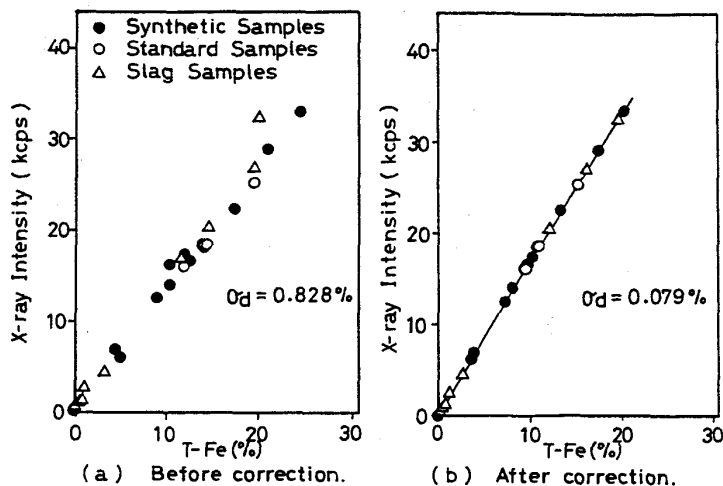


Fig.2. Calibration curve of T-Fe.