

OCCにおける各種分析手法

蛍光X線分析装置 ZSX PrimusⅣ

その2～ガラスビード作成時における試料の秤量精度の重要性～

今回は蛍光X線分析の概要について述べた。今回はガラスビード作成時における分析試料の秤量精度の重要性について説明する。

JIS R 2216では分析用試料及び融剤を0.1mgまで正確にはかり取る。と記載されているが、本当にここまでの秤量精度が必要なのだろうか？と疑問に思う技術者もいるかもしれない。

そこで、分析試料を減少させることで、分析試料と融剤との比率を変え、秤量精度がどの程度分析値に影響するのか検証した。

JIS R 2216によると試料／融剤の比率は1/10となっている。

例) 分析試料：0.4000 g

融剤：4.0000 g

今回は以下を用いて分析用ガラスビードを作成した。

分析試料：MgO系試料、SiO₂系試料

融剤：四ほう酸リチウム (Li₂B₄O₇)

検量線範囲：MgO系試料：MgO値(%)81.24～99.08

SiO₂系試料：SiO₂値(%)83.85～99.77

ガラスビード作成装置：高周波誘導炉 (図1)

ガラスビード作成容器：白金皿 (図2)

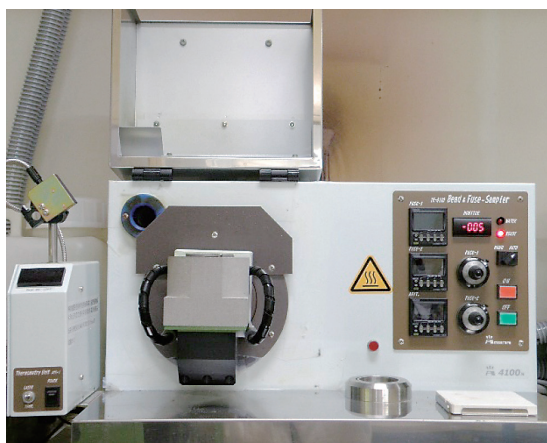


図1 高周波誘導炉の外観写真



図2 白金皿の外観写真

試料／融剤の比率は以下の6種を用い、n = 3の平均値で検証した。

①		
重量比	分析試料	融剤
	1	10
質量(g)	0.4000	4.0000

②		
重量比	分析試料	融剤
	0.99975	10
質量(g)	0.3999	4.0000

③		
重量比	分析試料	融剤
	0.99950	10
質量(g)	0.3998	4.0000

④		
重量比	分析試料	融剤
	0.99875	10
質量(g)	0.3995	4.0000

⑤		
重量比	分析試料	融剤
	0.99750	10
質量(g)	0.3990	4.0000

⑥		
重量比	分析試料	融剤
	0.99500	10
質量(g)	0.3980	4.0000

※分析に使用した検量線用ガラスビードの比率

分析試料：0.4000 g

融剤：4.0000 g

分析結果を以下に示す。

MgO系試料の分析結果

MgO値(N=3)

単位：%

①	②	③	④	⑤	⑥
96.23	96.13	96.05	95.94	95.87	95.59

SiO₂系試料の分析結果

SiO₂値(N=3)

単位：%

①	②	③	④	⑤	⑥
92.05	91.99	91.81	91.76	91.71	91.57

考察およびまとめ

MgO系試料、SiO₂系試料ともに、分析試料を0.1mg減らすだけでも、MgO系試料-0.10%、SiO₂系試料-0.06%と、分析値に影響することが実証され、高い分析精度を求めるのならば高い秤量精度の必要性があることが示された。一方、分析試料が2 mg少なかったとしてもMgO系試料-0.64%、SiO₂系試料-0.48%しか変化がないという見方もできる。つまり、どの程度の分析精度を求めるかによって秤量精度の必要性が変わると思う。

今回の検証結果を参考にして頂き、今後の蛍光X線分析に活用して頂けたら幸いである。

(技師 馬場 直樹・石野 竜也)