

OCCにおける各種分析手法

蛍光X線分析装置 ZSX PrimusⅣ

その3～ガラスビード作成用白金皿の損傷における分析精度への影響～

蛍光X線分析に用いる白金皿は、使用する度に、熱衝撃などで損傷していく。底面における凹凸、たわみ、ふちが反り返る等の損傷は、分析精度に影響を及ぼすとされている。また高周波誘炉では白金皿が発熱体となっており、このような損傷があると上手く熱が伝わらず、正しい温度制御も困難となりガラスビードが未溶解になる可能性もある。

ここでは、損傷具合と分析精度との関係を以下の3種の白金皿を用いて検証した。

損傷なし（改鋳後）白金皿（図1、2）

損傷小（数十回程度使用）白金皿（図3、4）

損傷大（改鋳前）白金皿（図5、6）



図1 損傷なし白金皿の上面写真



図2 損傷なし白金皿の側面写真



図3 損傷小白金皿の上面写真



図4 損傷小白金皿の側面写真



図5 損傷大白金皿の上面写真



図6 損傷大白金皿の側面写真

分析用ガラスビードは以下を用いて作成した。
分析試料：SiO₂系試料、MgO系試料
融剤：四ほう酸リチウム (Li₂B₄O₇)
検量線範囲：SiO₂系試料：SiO₂値 (%) 83.85～99.77
MgO系試料：MgO値 (%) 81.24～99.08
※使用した検量線用ガラスビードは損傷なしの白金皿を用いて作成した。
ガラスビード作成装置：高周波誘導炉 (図7)



図7 高周波誘導炉の外観写真

SiO₂系試料の分析結果

SiO ₂ 値(N=3) 単位:%		
損傷なし白金皿	損傷小白金皿	損傷大白金皿
92.36	91.97	90.42

MgO系試料の分析結果

MgO値(N=3) 単位:%		
損傷なし白金皿	損傷小白金皿	損傷大白金皿
95.13	94.94	93.59

考察及びまとめ

損傷なし白金皿を基準として比較すると、損傷大の白金皿ではSiO₂系試料-1.94%、MgO系試料-1.54%と、ともに-1.5%以上が分析値に影響する結果となった。また、損傷小での白金皿は、SiO₂系試料-0.39%、MgO系試料-0.19%となり、少なからず影響した。

以上の結果から、高い分析精度を求めるのであれば、こまめに白金皿を改鑄する必要があるが、予算との折り合いもある。今回の検証結果を、今後の改鑄の頻度などの参考にしていただければ幸いである。

(技師 馬場 直樹・石野 竜也)