

OCCにおける各種分析手法

蛍光X線分析装置 ZSX Primus IV

その4～ガラスビード法と粉末加圧成型法とでの分析値の比較～

当財団での蛍光X線分析の分析方法は、粉末試料をガラスビード化するガラスビード法と加圧成型する粉末加圧成型法とある。一般的に分析精度は、ガラスビード法の方が優れているとされているが(表1)、一体どの程度の差が生じるのか疑問である。そこで今回は、同一試料を用いて、ガラスビード法と粉末加圧成型法との分析結果を比較検証した。

今回の分析条件は以下の通りです。

分析試料：MgO系試料

ガラスビード作成(図1)

融剤：四ほう酸リチウム(Li₂B₄O₇)

ガラスビード作成装置：高周波誘導炉(図3)

ガラスビード作成容器：白金皿(図4)

粉末加圧成型試料作成(図2)

加圧成型機：材料試験機100kN(図5)

ダイス：平板ダイス(図6)

粉末加圧成型試料作成容器：アルミカップφ40mm(図7)

分析方法

当財団には粉末加圧成型試料での検量線がないため、ファンダメンタルパラメーター法(FP法)を用いた。

分析結果を以下に示す。分析値はn=3の平均値を用いている。

N=3

MgO系試料	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃
	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%
ガラスビード法	0.41	95.48	0.55	1.72	1.02	0.41
粉末加圧成型法	0.78	93.51	0.77	2.70	1.26	0.48

考察及びまとめ

主成分のMgO値は、ガラスビード法と粉末加圧成型法とで1.96%の差が生じ、ガラスビード法で高い値となった。逆にその他の成分は粉末加圧成型法の方が高くなった。主成分の含有率が低くなるのは、FP法では、成分の含有率の合計が100%になるように規格されているため、不純物の値が高くなると、主成分の値が低くなる可能性がある。

また、Na₂OとFe₂O₃の値は、ガラスビード法では0.41%と同じ値であったが、粉末加圧成型法では、Na₂O：0.78%、Fe₂O₃：0.48%になった。この2成分の差分は、Na₂Oで0.37%、Fe₂O₃で0.07%と軽元素になるほど大きくなることがわかった。

以上の結果から、分析値の精度を求めるのならば、ガラスビード法の方が望ましく、試料作成の時間や、設備の整えやすさ及びおおよその分析結果を求めるならば、粉末加圧成型法のメリットも十分にある。ただし、粉末加圧成型法では、軽元素ほど誤差を生じやすいことに注意したい。

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。

表1 ガラスビード法と粉末加圧成型法の比較

	ガラスビード法	粉末加圧成型法
粒度効果	影響なし	影響あり
鉍物効果	影響なし	影響あり
マトリックス効果	希釈効果により軽減	試料組成で影響を受ける
標準試料	試料調合で作成可能	分析試料と同一品種が必要
試料の取り扱い	ガラス状試料のため取扱が容易	試料が崩れないように注意が必要
試料処理時間	秤量も含め15～30分	数分

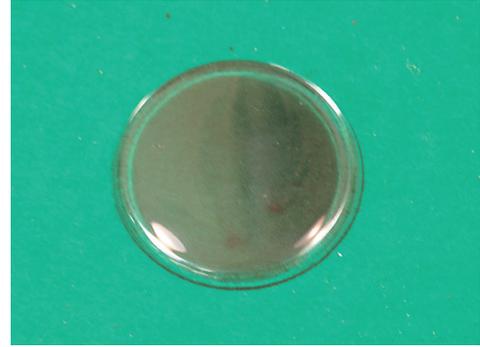


図1 ガラスビードの外観写真

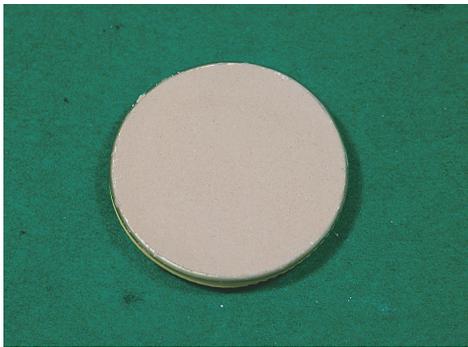


図2 粉末加圧成型試料の外観写真



図3 高周波誘導炉の外観写真



図4 白金皿の外観写真



図5 材料試験機の外観写真



図6 平板ダイスの外観写真



図7 アルミカップの外観写真

(技師 馬場 直樹・石野 竜也)