

けい光X線分析におけるプリケット試料の  
試料状態と分析値との関係について

新日本製鐵(株)基礎研究所 理博 佐藤公隆・○卯月淑夫

松本龍太郎

1 緒言 鉄鉱石は鉱物組成や結晶粒度構成によつてその破碎性が異なつてくるといわれている。<sup>1)</sup>したがつて、そのプリケット試料を調製する場合その効果を緩和するために通常湿式粉碎法<sup>2)</sup>が貢用されている。今回はよりよい試料調製法の検索を目的として、既存の方法間でのプリケット試料の状態に注目し、内標準物質の分散状態やバインダーの効果などについて基礎的な検討を行なつた。

2 実験方法 鉄鉱石は鉱物組成の異なるゴア(含水酸化鉄が多いもの)、ハマスレー(微結晶のヘマタイトが多いもの)、ブラジル(ヘマタイト)およびラムコ(石英が多いもの)の四種の鉱柄を選び、乾式粉碎法(A)、ステアリン酸をバインダーとする湿式粉碎法(B)およびPSMをバインダーとする湿式粉碎法(C)によつてそれぞれのプリケット試料を調製した。なお、内標準物質としては $\text{Co}_3\text{O}_4$ を用い、ロータリーミルによつて粉碎処理した。調製された合計12種のプリケット試料についてEPMA、走査型電子顕微鏡、けい光X線分析法などによつてその状態観察および分析を行なつた。

3 結果 得られた結果をまとめて付表に示す。プリケット試料ではけい光粒子と非けい光粒子の分散状態が内標準の効果に影響をおよぼすかどうかが一つの論点になる。走査型電顕により粒度の均一性を観察すると、AおよびB法ではかなりバラツキがあるがC法では比較的一様になつてゐる。また、試料表面の平滑性および充てん性についてはA法ではある大きさの粒子間げきに極微粉化した粒子が詰つていて平滑になつてゐるのに対して、BおよびC法ではA法に比べて表面性状の上で劣つてゐる。これらの点は今後ともほり下げて検討しなければならない問題であろう。

以上の結果をまとめると、精度よく分析できるプリケット試料を調製するには、その構成物質の粒度の均一化を計ることが必要であり、その他の因子はとくに分析条件に寄与しないといえる。粒度の均一化という点に焦点を合わせてみると、たとえばバインダーとして用いる物質の粘弾性に注目してみるのも興味深いものと思われる。これらの知見をまとめてけい光X線分析におけるプリケット試料調製のあり方について考えてみたい。

付表 種々のプリケット試料の試料状態の比較

検討項目	試料状態の比較*					分析手段
	A 乾式 粉碎 試料	≈	B 湿式 粉碎 試料	<	C 湿式 粉碎 試料	
(a) Feのけい光X線強度						けい光X線分析
(b) 分析精度						
(c) $\text{Co}_3\text{O}_4$ の分散状態		≈		≈		E P M A
(d) 表面の平滑性	>			>		走査型電子顕微鏡
(e) 見かけ上の充てん密度	>			>		光学顕微鏡
(f) 粒度の均一性	<			<		

注水) ≈ : ほぼ同じ程度

&lt; : よい、あるいは大きい

1) 佐々木、卯月、川瀬：日本金属学会誌、34(1970), 1151.

2) 川村、渡辺、西坂、小野寺、植村：日本金属学会誌、33(1969), 679.