

(451) 鉄鉱石のガラスビードけい光X線分析における
補正定量法の検討

川崎製鉄(株) 技術研究所 安部 忠廣

1. 緒言 日本鉄鋼協会共同研究会 鉄鋼分析部会蛍光X線分析分科会では、鉄鉱石類のガラスビードけい光X線分析方法のJIS案がまとまり、近く工技院へ提出するはこびになっている。ところが、主成分の全鉄は共存元素の影響が大きく、その補正方法の検討が不十分なために適用成分から除外されている。そこで、JIS G1256「鉄および鋼のけい光X線分析方法」の補正定量法を導入して、全鉄の分析精度を検討するとともに、他の成分についてもその効果を調べた。

2. 実験方法 (1) 試料は、JSS 7試料、KSS (川鉄社内標準試料) 10試料、および実際試料 10銘柄 46試料、計 63試料を用いた。(2) ガラスビードは、竹田理化学工業製 Auto-Bead 1000型により、試料 0.5g と $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 5.0g を、 1000°C で 10 分間融解した。(3) けい光X線強度は、**VXQ 130A** (Rh ターゲット) により、40 kV, 70 mA で 60 秒間積分した。測定線は、 $\text{FeK}\beta$, $\text{SiK}\alpha$, $\text{MnK}\alpha$, $\text{PK}\alpha$, $\text{SK}\alpha$, $\text{TiK}\alpha$, $\text{AlK}\alpha$, $\text{CaK}\alpha$, $\text{MgK}\alpha$ である。(4) 補正式は、 $\hat{w}_i = (a_0 + a_1 \cdot I_i) / (1 + \sum d_j \cdot w_j)$ である。ここで、 $\hat{w}_i$: 定量元素 i の補正定量値(%), a_0 および a_1 : 回帰定数, I_i : i 元素のけい光X線強度, d_j : i 元素に対する共存元素 j の総合吸収補正係数, w_j : j 元素の含有率(%)で、 a_0 , a_1 および d_j は、重回帰法によって算出した。

3. 検討結果 標準試料群で求めた d_j 値で補正すると、全鉄の正確さ (σ_d) は、標準試料群ではよいが実際試料群ではあまりよくはならない。これは標準試料群の組成にかたよりがあり、また実際試料よりも共存元素の含有率範囲が狭いためと考えられる。このために全試料で d_j 値を求め検討した。表 1 に d_j 値を示す。この d_j 値で標準試料群と実際試料群を補正した結果を表 2 に示す。このように両者の精度に差はなくなり、問題の全鉄の σ_d は、未補正時の 1.01% から 0.17% に向上した。さらに、他の成分の精度も改善され、とくに SiO_2 , TiO_2 および CaO に対する効果は大きい。

表 1 d_j 値($\times 10^{-4}$)

i \ j	T.Fe	SiO_2	Mn	P	S	TiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO
T.Fe		27.30	329.13	193.73	-139.56	138.37	-3.99	126.54	70.56
SiO_2	-29.22		-108.43	-485.97	-780.79	-39.84	-26.02	-25.40	159.74
Mn	-106.99	-22.73		-1242.9	-1214.6	6.95	-164.14	-56.21	-91.40
P	-87.63	-51.09	79.95		-158.95	-32.59	-124.51	-49.52	-2.01
S	-31.53	46.41	76.83	318.67		-259.90	-107.20	-63.12	698.19
TiO_2	-84.63	10.98	-4.73	-753.71	-1531.0		-110.30	-26.75	-87.57
Al_2O_3	-18.36	-27.68	-3.16	739.12	85.24	48.92		8.59	-110.68
CaO	-85.59	-80.13	-696.46	-1842.3	-1784.9	-311.41	540.31		169.09
MgO	76.13	64.97	233.56	218.11	372.63	31.42	128.41	42.06	

表 2 分析精度 (σ_d %)

成分	標準試料	実際試料
T.Fe	0.175	0.159
SiO_2	0.049	0.061
Mn	0.009	0.011
P	0.002	0.002
S	0.0015	0.0015
TiO_2	0.011	0.009
Al_2O_3	0.037	0.022
CaO	0.047	0.048
MgO	0.009	0.010

4. 結 言 鉄鉱石類のガラスビードけい光X線分析法において、補正法の適用が有効であることを確認できた。しかし、補正係数値を求めるための標準試料は、できるだけ組成のかたよりをなくするとともに、実際試料に応じた含有率範囲のものを選ばなければならない。

参考文献, 1) 伊藤, 佐藤, 成田, 足立: 鉄と鋼, 64 (1978), S357