

高炉スラグの蛍光X線分析の現状と問題点

荒木 茂*

Current Method and Problem on X-ray Fluorescence Spectrometric Analysis for Blast Furnace Slag

Shigeru ARAKI

Key words: slag ; element analysis ; quality control ; X-ray fluorescence ; glass bead ; briquett.

1. 緒言

高炉スラグの成分分析は、塩基度、脱硫率、粘性などの管理指標となり高炉の安定操業に重要である。また、高炉スラグは資源としても有用であり、その活用が図られ、道路用路盤材、コンクリート用骨材、高炉セメント用などとして外販されている。特に近年、高炉セメント用としての供給量増加は著しい。同用途向けの品質管理には成分分析が重要である。

高炉スラグの成分分析は、迅速性、簡易性の観点から通常蛍光X線分析法で行なわれることが多い。蛍光X線分析法は、分析対象試料の調製法から大きく二種類に分類される。すなわち、試料を粉砕した後加圧成型し分析する粉末ブリケット法と、試料と融解剤を混合した後溶融しガラスビードを調製し、これを分析する溶融ビード法である。高炉スラグの分析には、両法それぞれが各分析所の選択によって用いられている。さらに、蛍光X線での分析条件も様々である。

高炉スラグの成分分析の重要性が高まる中、各分析所から共同実験による粉末ブリケット法および溶融ビード法それぞれの分析精度の確認、分析条件と精度の関係調査などが望まれていた。こうした中で、日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会第7回機器分析分科会（主査：小野昭弘／新

日鉄先端研）で、「高炉スラグの蛍光X線分析方法WG」（WGリーダー：荒木茂／NKK福山）が8分析所の参加を得て発足した。同WGで昭和63年11月～平成3年11月までの3年間、現行分析方法の実態調査、2回の共同実験による粉末ブリケット法、溶融ビード法の分析精度調査および分析上の問題の摘出とその解決策などについて検討した。

本報告はそれらの結果をとりまとめたものである。参加分析所とWG委員をまとめて表1に示す。

2. WG活動の目的と進め方

WG活動の目的は、高炉スラグの蛍光X線分析における粉末ブリケット法および溶融ビード法での共同実験による分析精度の確認と分析精度向上策の検討とした。

進め方としては、まず分析条件の実態調査を行ない、現行の分析条件で第1回の共同実験を実施し、粉末ブリケット法、溶融ビード法の分析精度を調査する。次いで第1回共同実験結果をもとに分析精度向上策について検討し第2回共同実験を実施することとした。なお、粉末ブリケット法についてはB分析所が、溶融ビード法についてはE分析所が分析経験がないためB分析所は溶融ビード法、E分析所は粉末ブリケット法のための共同実験に参加した。共同実験試料は、参加事業所のうち高炉スラグを製造している7事業所から試料の提供を受け、それを用いることとした。分析成分は、通常分析されているSiO₂、Al₂O₃、CaO、MgO、TiO₂、MnO、T.FeおよびSの8成分とした。

3. 第1回共同実験

3・1 共同実験試料

高炉スラグを製造している7事業所においてサンプリングした高炉スラグBFW-1～7を共同実験試料とした。試

表1 参加分析所とWG委員

分 析 所	WG委員
NKK福山製鉄所 分析室	荒木 茂 (リーダー)
(株)神戸製鋼所神戸製鉄所 検査室	萬代 和義
山陽特殊製鉄(株)本社工場 試験課	清谷 修一
新日本製鉄(株)室蘭製鉄所 糸鋼管理室	長谷部敏雄
新日本製鉄(株)名古屋製鉄所 分析室	佐藤 義弘
住友金属工業(株)鹿島製鉄所 試験室	北口 建二
(株)中山製鋼所本社船町工場 分析検査室	菅野 清
日新製鋼(株)呉製鉄所 分析課	室田 修視
NKK福山製鉄所 分析室	岡野 三治

平成4年9月21日受付 平成4年12月8日受理 (Received on Sep. 21, 1992; Accepted on Dec. 8, 1992) (依頼技術資料)

* NKK福山製鉄所管理部分析室統括スタッフ (Chemical Analysis Section, Production Administration Dept., Fukuyama Works, NKK Corporation, 1 Kokan-cho Fukuyama 721)

表2 共同実験試料

試料No.	サンプリング方法
BFW-1	炉前よりスプーンで試料を採取（急冷）
BFW-2	ドライピットより試料を採取（徐冷）
BFW-3	ドライピットより試料を採取（徐冷）
BFW-4	炉前よりスプーンで試料を採取（急冷）
BFW-5	路盤材製造工程の粒度調整後の製品より採取（徐冷）
BFW-6	ドライピットより試料を採取（徐冷）
BFW-7	ドライピットより試料を採取（徐冷）

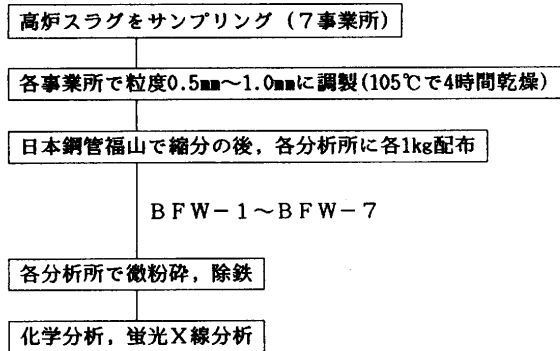


図1 分析試料調製フロー

料のサンプリング方法は任意とした。従ってサンプリングされた試料は急冷試料もあれば、徐冷試料もある。それらをまとめて表2に示す。試料の偏析を防ぐために共同実験試料は、各事業所でサンプリングした後0.5～1.0mmに整粒し、図1に示すフローに従って調製した。

3・2 共同実験試料の成分分析値（標準値）の決定

共同実験試料BFW-1～7の成分分析値（標準値）の決定

は、各分析所現行の化学分析方法により行なった。8分析所で日を変えて2回繰返し分析し、分析値の平均値を共同実験試料の標準値とした。化学分析方法と標準値、室内精度、室間精度を表3に示す。T.Feを除く成分については室内精度、室間精度とも高炉スラグ標準試料（日本鉄鋼標準試料）¹⁾とほぼ同程度であり、共同実験試料は高炉スラグ標準試料と遜色のない標準値が得られていると考えられる。T.Feについては、室内精度はほぼ高炉スラグ標準試料と同程度であるが、室間精度は悪い。これは、除鉄のための磁選を各分析所で行なったために、磁選の程度が異なったためと推定される。BFW-1～7を振動ミルにより粉碎し磁選し磁着物含有率を調べた結果BFW-1, 4, 6は磁着物含有率が1～3wt%と多く、BFW-2, 3, 5, 7は0～0.3wt%と少なかった。室間精度がBFW-1, 4, 6が悪くBFW-2, 3, 5, 7は良かった結果からみれば上記の推定は妥当と考えられる。

3・3 実験方法

各分析所で、共同実験試料BFW-1～7（粒度0.5～1.0mm）の必要量を取り、各分析所の現行の方法で微粉碎除鉄した後分析に供した。

蛍光X線分析は、粉末ブリケット法、溶融ビード法とも各所現行の検量線を用いることとし、標準化（検量線の較正）も各所現行の通りとした。分析は、各所とも日を変えて2回行なった。各分析所の分析条件を表4に示す。

溶融ビード法での分析については、ガラスビード調製の良否が分析値に大きく影響するため、JISM8205-1983の4.4によりガラスビード調製の再現精度を調べ検定した。ガラ

表3 化学分析値と化学分析方法

単位：wt%

成分		BFW-1	BFW-2	BFW-3	BFW-4	BFW-5	BFW-6	BFW-7	化学分析方法
SiO ₂	標準値	34.07	33.83	33.86	34.12	34.64	33.13	34.49	・二酸化けい素重量法
	室内精度	0.119	0.101	0.095	0.076	0.132	0.095	0.072	
	室間精度	0.124	0.198	0.123	0.110	0.103	0.221	0.092	
Al ₂ O ₃	標準値	14.25	15.30	14.38	14.01	13.08	14.74	12.39	・アルカリ分離EDTA逆滴定法 ・ICP法
	室内精度	0.063	0.127	0.086	0.071	0.081	0.069	0.126	
	室間精度	0.120	0.194	0.106	0.083	0.0151	0.114	0.125	
CaO	標準値	43.98	40.99	42.30	42.81	42.91	41.96	43.54	・EDTA滴定法 ・しょう酸カルシウム分離 KMnO ₄ 滴定法
	室内精度	0.130	0.133	0.231	0.145	0.188	0.111	0.159	
	室間精度	0.225	0.223	0.200	0.257	0.199	0.214	0.194	
MgO	標準値	4.18	6.97	6.36	5.54	6.60	6.88	6.54	・EDTA滴定法
	室内精度	0.051	0.092	0.095	0.076	0.079	0.101	0.069	
	室間精度	0.055	0.150	0.194	0.091	0.124	0.126	0.049	
TiO ₂	標準値	1.641	1.000	0.633	0.879	0.735	0.547	1.313	・ジアンチピリルメタン吸光 光度法 ・ICP法
	室内精度	0.0114	0.0105	0.0075	0.0073	0.0079	0.0049	0.0147	
	室間精度	0.0344	0.0114	0.0266	0.0152	0.0132	0.0096	0.0165	
MnO	標準値	0.235	0.523	0.509	0.293	0.383	0.528	0.220	・原子吸光法・ICP法・しょう酸 ナトリウム滴定法・メタ過よう素 酸ナトリウム酸化吸光法
	室内精度	0.0023	0.0039	0.0077	0.0067	0.0080	0.0042	0.0040	
	室間精度	0.0067	0.0110	0.0207	0.0055	0.0160	0.0138	0.0075	
T. Fe	標準値	0.277	0.247	0.171	0.367	0.151	0.527	0.139	・原子吸光法 ・ICP法 ・ニクロム酸カリウム滴定法
	室内精度	0.0058	0.0071	0.0034	0.0063	0.0051	0.0040	0.0021	
	室間精度	0.0746	0.0198	0.0131	0.1250	0.0036	0.0730	0.0030	
S	標準値	0.693	0.468	0.504	0.862	0.698	0.859	0.727	・熱分解よう素酸カリウム滴 定法・燃焼赤外線吸収法 ・硫酸バリウム重量法
	室内精度	0.0081	0.0123	0.0109	0.0063	0.0094	0.0117	0.0065	
	室間精度	0.0146	0.0208	0.0269	0.0376	0.0170	0.0291	0.0188	

表 4 各分析所の現行の蛍光X線分析条件

分析所		A	B	C	D	E	F	G	H
分析条件		VXQ-150A (島津)	VXQ-160S (島津)	サイバリアックス 6 (理学)	SMX-8システム3552 (理学)	VXQ-150A (島津)	GFX 3064 (理学)	SYS 3370-E (理学)	サイバリアックス3530 (理学)
蛍光X線測定条件	分析装置型式	Rh	Rh	Rh	Rh	Rh	Rh	Rh	Rh
	励起管電圧(kV)	5.0	4.5	5.0	5.0	4.0	5.0	5.0	5.0
	励起管電流(mA)	5.0	6.0	5.5	4.5	7.0	5.0	5.0	5.0
	分析線(8成分すべて)	Kα線	Kα線	Kα線	Kα線	Kα線	Kα線	Kα線	Kα線
	X線照射面積(mmφ)	3.0	2.0	2.5	3.0	2.8	3.0	3.0	3.0
	材質	SUS	SUS	Zr	Ti	Zr	Ti	SUS	SUS
	マシ径(mmφ)	3.0	3.0	1.8	3.0	2.7	3.0	3.0	3.0
	積分時間(s)	2.0	4.0	3.0	4.0	4.0	4.0	4.0	2.0
	粉末製法	自動粉砕機SK860	—	振動ミル	ジョークラッシャー	なし	なし	スタンパル	なし
	除鉄方法	電磁除鉄SK860	—	磁石	磁石	磁石	磁石	磁石	磁石
溶融剤条件	微粉砕方法	自動粉砕機SK860	—	振動ミル	自動プレス	振動ミル	振動ミル	振動ミル	振動ミル
	試料量(g)	3.0	—	1.0	3.0	4.0	1.0	2.0	3.0
	バインダー種類・量(g)	使用せず	—	使用せず	使用せず	使用せず	使用せず	スチレン酸・1g	使用せず
	プレス圧力(ton)	3.0	—	3.0	4.5	3.0	5.0	2.5	3.0
	ブリケットの径・厚み	40mmφ・5mm	—	40mmφ・5mm	35mmφ・3mm	37mmφ・7mm	40mmφ・5mm	40mmφ・3mm	41mmφ・6mm
	試料量(g)	0.5	0.5	0.5	0.6	—	0.5	1.0	0.5
	Na ₂ B ₄ O ₇ (g)	4.5	—	7.0	—	—	5.0	—	5.0
	Li ₂ B ₄ O ₇ (g)	0.5	5.0	—	5.4	—	—	7.0	—
	酸化剤・量(g)	使用せず	使用せず	KClO ₃ ・1g	V ₂ O ₅ ・0.5g	—	KClO ₃ ・1g	KClO ₃ ・0.5g	KClO ₃ ・1g
	剥離剤・量(g)	使用せず	使用せず	KI・0.1g	NH ₄ I・0.2g	—	NaI・0.02g	KBr・0.02g	NaI・0.1g
融解条件	融解方式	電気炉	電気炉	電気炉	高周波炉	—	電気炉	電気炉	高周波炉
	融解温度(℃)	1000	1050	1000	1100	—	1000	1100	1050
	融解誘込方式	兼用型	兼用型	兼用型	兼用型	—	兼用型	兼用型	兼用型
	融解装置型式	TR-1000H (竹田理化)	TR-1000H (竹田理化)	TR-1000H (竹田理化)	自動おろし作製装置 (ABS36)	—	TR-1000S (竹田理化)	TR-1000SP (竹田理化)	OMB30型 (理学)

スピードの検定試料にはBFW-7を使用しSiO₂とCaOで良否を判定した。判定基準はいずれも相対再現精度0.5%未満²⁾とした。同判定基準を満足するガラススピードが得られることを確認した後蛍光X線分析を行なった。

3・4 共同実験結果

各分析所が現行条件で行なった粉末ブリケット法と溶融ビード法による蛍光X線分析の室内精度、室間精度を表5に示す。

室内精度は、成分毎に比較すると粉末ブリケット法の方が溶融ビード法に比べて良い成分は、SiO₂、Al₂O₃、CaO、TiO₂、MnOの5成分であり、MgO、T.Fe、Sの3成分はやや悪い結果となった。室内精度は、全体として粉末ブリケット法の方が溶融ビード法よりも良いと言える。室間精度は、室内精度と同様の比較をすると、粉末ブリケット法の方が溶融ビード法に比べて良い成分はMgOとMnOの2成分のみであり他の成分は全て溶融ビード法が良い結果となった。室間精度は、全体として溶融ビード法の方が粉末ブリケット法より良いと言える。

粉末ブリケット法と溶融ビード法の正確さを次式により求めた。

$$\sigma d = \sqrt{\sum (\bar{x}_i - \bar{x}_c)^2 / N - 1}$$

σd：正確さ

$\bar{x}_i$ ：各所の蛍光X線分析値の平均 ($\bar{x}_i$) の平均

$\bar{x}_c$ ：各所の化学分析値の平均 ($\bar{x}_c$) の平均

N：分析試料の個数

粉末ブリケット法と溶融ビード法の成分毎の正確さを図2に示す。粉末ブリケット法と溶融ビード法ではほぼ同程度の正確さである成分は、Al₂O₃、MnO、T.Feであり、粉末

表 5 蛍光X線分析法の室内精度と室間精度
(第1回共同実験)

成分	室内精度 (wt%)		室間精度 (wt%)	
	粉末ブリケット法	溶融ビード法	粉末ブリケット法	溶融ビード法
SiO ₂	0.072	0.122	0.471	0.295
Al ₂ O ₃	0.052	0.056	0.293	0.154
CaO	0.087	0.099	0.383	0.307
MgO	0.033	0.032	0.149	0.152
TiO ₂	0.0089	0.0091	0.0704	0.0305
MnO	0.0029	0.0053	0.0140	0.0164
T. Fe	0.0095	0.0059	0.0955	0.0909
S	0.0054	0.0047	0.0602	0.0478

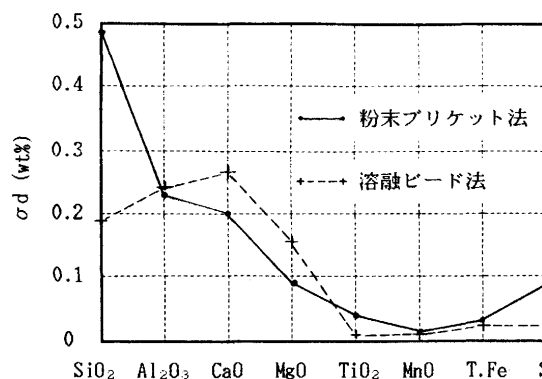


図 2 粉末ブリケット法と溶融ビード法の正確さ(σd)の比較

ブリケット法の方が良い成分は、CaO、MgOで、溶融ビード法の方がよい成分は、SiO₂、TiO₂、Sであった。正確さは、全体として粉末ブリケット法と溶融ビード法はほぼ同程度であるといえる。

第1回共同実験は、各所現行分析条件により実施したも

のであり、さらに精度向上の余地があると考えられた。そのため、各分析所とも同じ検量線試料を用いるなどできるだけ分析条件を同一にして、第2回の共同実験を行なうこととした。

4. 第2回共同実験

4・1 共同実験試料

検量線用試料として、日本鉄鋼標準試料(JSS: Japanese Standards of Iron and Steel)を用いた。JSSの5試料(JSS900-1～JSS904-1)では測定範囲をカバーできないため、BFW-2とBFW-7を検量線試料に追加した。従って、精度を求めるための共同実験試料は、BFW-1, BFW-3, BFW-4, BFW-5, BFW-6の5試料とした。検量線用試料として用いたBFW-2とBFW-7については試料の均一性を確保するため、あらかじめ分析所で微粉碎除鉄したものをを用いた。その他は第1回共同実験と同じとした。

4・2 実験方法

4・2・1 粉末ブリケット法

検量線の作成は、次の様にした。検量線用の7試料を乾燥(105℃で2時間)した後、①バインダーは使用せず、②成型圧力は2400kg/cm²とし、③他の条件は現行のままとし粉末ブリケットを調製し蛍光X線強度を測定した。検量線は、標準値と蛍光X線強度との関係を一次回帰式で求めて作成した。

精度を求めるための共同実験試料BFW-1, BFW-3, BFW-4, BFW-5, BFW-6は各分析所で微粉碎除鉄した後、前記①, ②, ③の条件で蛍光X線分析を行なった。分析回数は、日を変えて2回の繰返しとした。

4・2・2 溶融ビード法

検量線は、粉末ブリケット法と同様に標準値と蛍光X線強度との関係を一次回帰式で求めて作成した。溶融ビードの調製時に酸化剤KClO₃を1g添加することにした。これは高炉スラグ中のSを酸化物としてビードに固定するためのもので、S分析精度への影響が大きいと考えられたので一定の条件とした。他は現行の分析条件とした。溶融ビード調製の良否判定は、第1回共同実験と同じとした。分析回数は、粉末ブリケット法と同様に日を変えて2回の繰返しとした。

4・3 実験結果

第2回共同実験で得られた室内精度、室間精度を表6に示す。

室内精度は、成分毎に比較して粉末ブリケット法の方が溶融ビード法に比べて良い成分は、SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO, TiO₂, MnO, Sの7成分であり、T.Feのみ悪い結果となった。室内精度は粉末ブリケット法の方が溶融ビード法よりも良いと言える。これは、第1回共同実験と同様の結果であった。

表6 蛍光X線分析法の室内精度と室間精度
(第2回共同実験)

成分	室内精度 (wt%)		室間精度 (wt%)	
	粉末ブリケット法	溶融ビード法	粉末ブリケット法	溶融ビード法
SiO ₂	0.035	0.071	0.135	0.116
Al ₂ O ₃	0.045	0.053	0.251	0.073
CaO	0.078	0.145	0.248	0.196
MgO	0.036	0.045	0.055	0.063
TiO ₂	0.0060	0.0080	0.0459	0.0099
MnO	0.0027	0.0031	0.0065	0.0054
T. Fe	0.0063	0.0044	0.0810	0.0915
S	0.0048	0.0129	0.0175	0.0187

室間精度は、MgO, T.Fe, Sが粉末ブリケットの方が良く、他の成分はすべて溶融ビード法が良い結果となった。第1回の共同実験と同様、全体としては室間精度は溶融ビード法が良いと言える。室間精度を成分毎に第1回共同実験と第2回共同実験を比較すれば図3に示すように、第2回共同実験の方が粉末ブリケット法、溶融ビード法ともに精度が向上している。これは、検量線試料を統一したことによる効果と考えられる。

第1回共同実験と同じ方法で求めた正確さ(σ_d)を図4に示す。粉末ブリケット法と溶融ビード法を比較すれば各

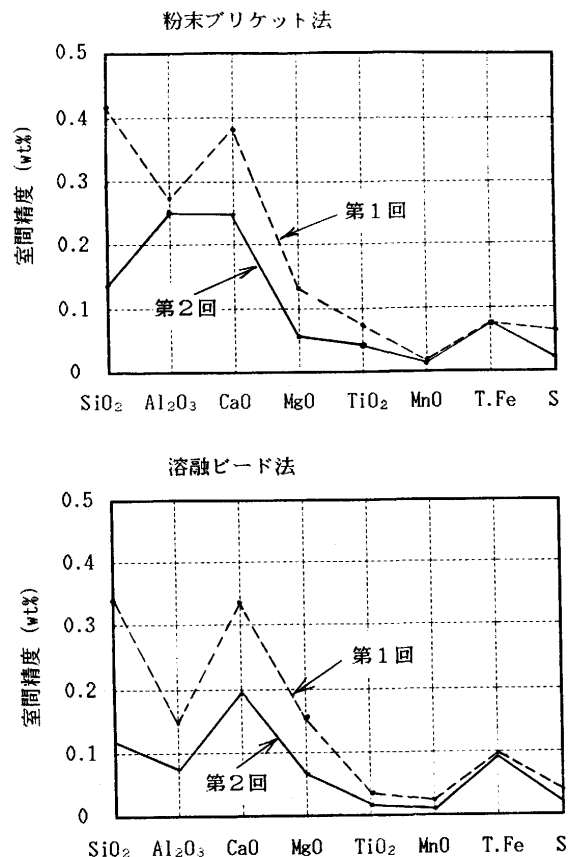


図3 蛍光X線分析法の第1回共同実験と第2回共同実験の室間精度比較(粉末ブリケット法と溶融ビード法)

(注)BFW-1, 3, 4, 5, 6による解析
但しT.FeはBFW-1, 3, 4, 5による

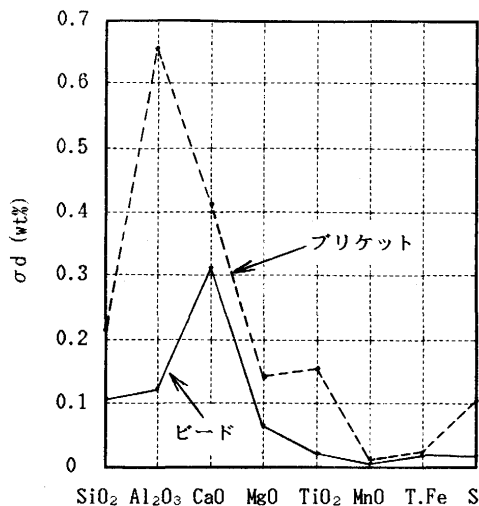


図4 粉末ブリケット法と溶融ビード法の正確さ(σd)の比較(第2回共同実験)

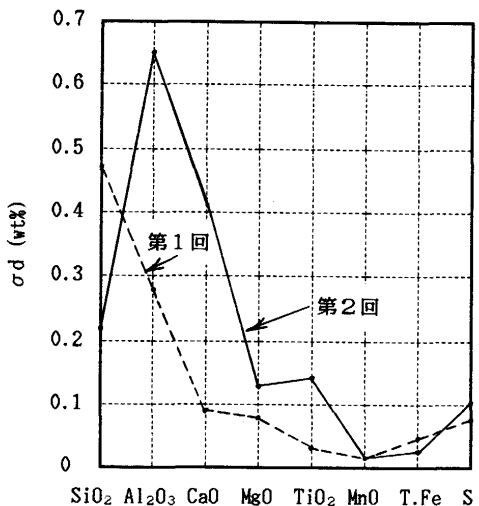


図5 粉末ブリケット法 第1回と第2回共同実験の正確さ(σd)の比較

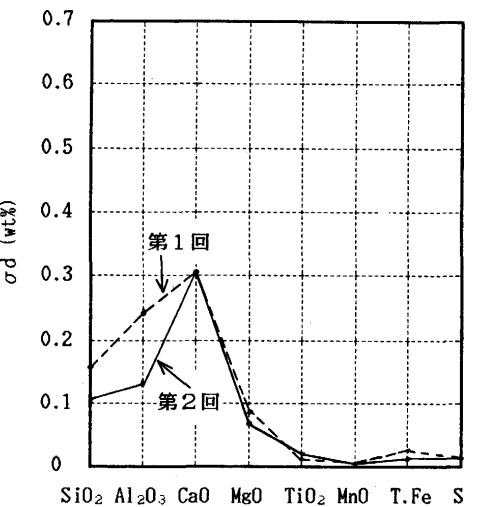


図6 溶融ビード法 第1回と第2回共同実験の正確さ(σd)の比較

成分とも溶融ビード法の方が良い。粉末ブリケット法および溶融ビード法の第1回共同実験と第2回共同実験を比較したものを図5、図6に示す。溶融ビード法は第2回共同実験の方が正確さは向上しているが、粉末ブリケット法は成分により異なるものの第2回共同実験の方が悪くなっているものが多い。第2回共同実験での粉末ブリケット法の正確さの悪化の主因として、検量線用試料と分析試料の粒度の違いが考えられた。すなわち、第1回共同実験では、各分析所とも検量線用試料、分析試料とも同じ微粉砕を行っているが、第2回共同実験では、検量線用試料はあらかじめ微粉砕されたものであり、分析試料は表4に示す様に各分析所とも微粉砕量、時間など異なる条件で微粉砕されている。一方溶融ビード法では試料を一度溶融しているので、粒度の影響はないと考えられる。そこで、粉末ブリケット法における粒度の影響について調べることとした。

5. 粉末ブリケット法における粒度の影響

第2回共同実験で粒度の違いによると思われる正確さの低下がみられたことから、2分析所で粉末ブリケット法における粒度の影響について共同実験を行ない調査した。

5・1 共同実験試料

検量線用試料は、第2回共同実験に用いたものとした。粒度の影響を調査するための試料としてBFW-1とBFW-3を用いた。BFW-1は高炉炉前よりスプーンで採取した急冷試料であり、BFW-3はドライピットより採取した徐冷試料である。冷却条件の違いの影響についても調べるため前記2試料を調査対象とした。

表7 蛍光X線分析条件

分析所		①	②
蛍光測定X線強度	分析装置型式	SMXシステム3552(理学)	サイマルテックス3530(理学)
	励起条件		
	ターゲット	Rh	Rh
	管電圧(kV)	50	50
	管電流(mA)	50	50
	分析線	Kα	Kα
粉末製ブリケット	X線照射径(mmφ)	30	30
	マスク材質、径(mmφ)	Ti, 30	SUS, 30
	測定時間(s)	40	20
	粉砕方式	振動ミル	振動ミル
	ベッセル材質	タングステンカーバイド	クロムスチール
	粉砕試料量(g)	40	40
ブリケット	粉砕時間(s)	90, 120, 150, 180, 210, 240	20, 30, 60, 90, 120, 180
	除鉄方法	磁石	磁石
	ブリケット試料量(g)	約11	約16
	バインダー	使用せず	使用せず
	プレス圧力(ton)	30	30
	ブリケットの径(mmφ)	40	41

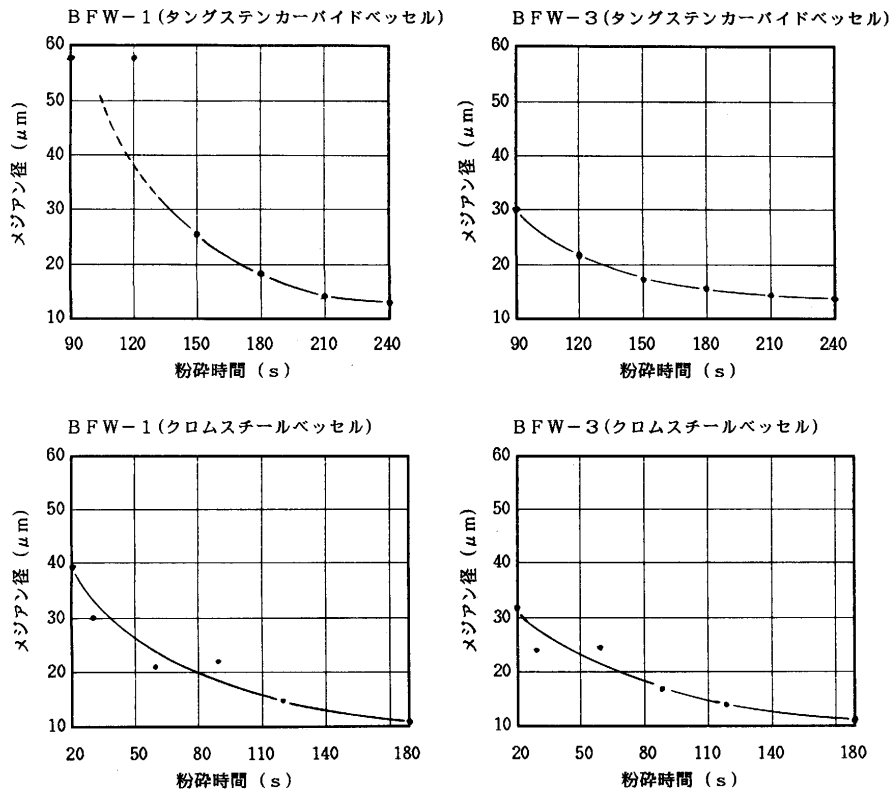


図7 粉砕時間とメジアン径の関係

5・2 実験方法

粒度の影響を調べるため粉砕時間を変えて分析試料を調製した。粉砕試料量は同量としたが、2分析所間で粉砕性が異なったために、粉砕時間は変えた。分析条件をまとめて表7に示す。

粒度の測定は、堀場製作所LA-700型(レーザー回折光散乱法)粒度測定装置を用いて、試料をイオン交換水に界面活性剤を加えた分散媒に入れ超音波で分散させて行なった。

5・3 実験結果

粉砕時間とメジアン径の関係を図7に示す。BFW-1(急冷試料)とBFW-3(徐冷試料)を比較すればBFW-1の方がBFW-3より粉砕し難い傾向がみられる。粉砕時間を長くすれば当然のことながら粒度は細くなるが、一定のメジアン径までに粉砕に要する時間は使用する振動ミルにより異なる。第2回共同実験では、試料量、粉砕時間など各分析所で異なっており、分析対象試料の粒度には差があったと推定される。

メジアン径と蛍光X線分析値の関係を図8に示す。

粒度が細くなれば蛍光X線分析値が高くなる傾向のある成分は、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO であり粒度の影響をほとんど受けない成分は TiO_2 、 MnO 、 T.Fe であった。Sは、試料により粒度の影響が明らかに異なり急冷試料であるBFW-1では粒度が細くなれば蛍光X線分析値が高くなるのに対して徐冷試料であるBFW-3は粒度が細くなれば蛍光X線分析値が低くなった。徐冷試料において、粉砕過程で

のSのロスがあるかどうか粉砕前後で化学分析を行い調べたがSのロスは認められなかった。徐冷スラグには、単体のSの生成が考えられるが、小野らによれば単体Sは粉砕過程で化学変化を受け酸化物に変化する³⁾。徐冷スラグにおける、粒度が細くなれば蛍光X線分析値が低くなるという現象は、粉砕過程における化学変化によると考えられる。粉末ブリケット法による蛍光X線分析値は、粒度により変化し、その傾向は成分により異なる。従って、第2回共同実験で粉末ブリケット法の正確さが悪化した原因は、粒度の影響であると考えられる。

6. 結言

高炉スラグの蛍光X線分析における粉末ブリケット法と溶融ビード法の精度および正確さを確認するために2回にわたり共同実験を行なった結果、次のことが明らかになった。

(1) 各分析所現行の分析条件で両法を比較すれば、粉末ブリケット法は室内精度において溶融ビード法より優れるが、室間精度においては溶融ビード法に劣る。また、正確さはほぼ同等である。

(2) 検量線用試料を統一すれば、前記(1)と同様の傾向であるが、粉末ブリケット法、溶融ビード法ともに室間精度は向上する。しかし、粉末ブリケット法においては、粒度に起因する正確さの低下がみられた。

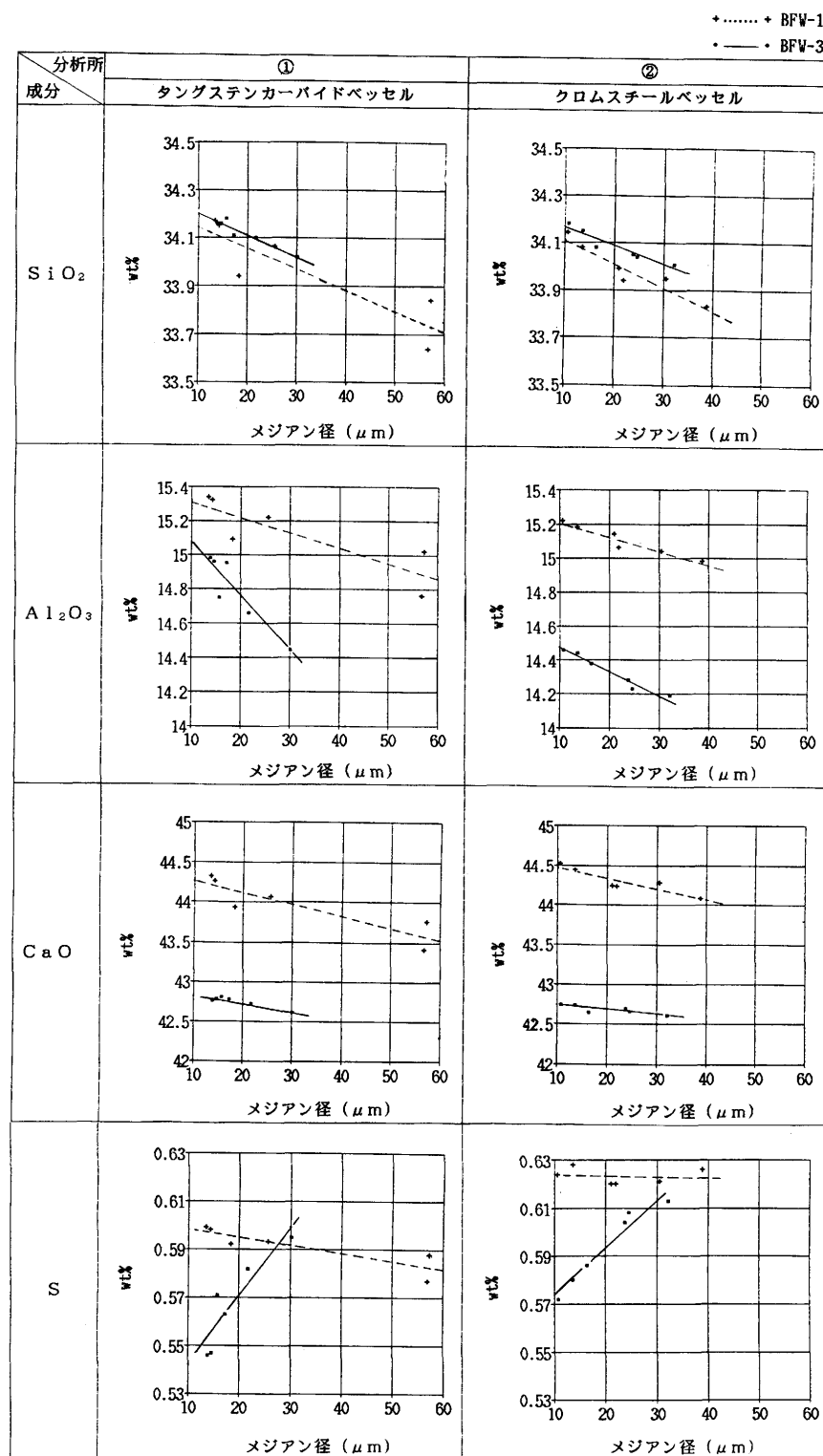


図8 メジアン径と蛍光X線分析値の関係

(3) 粉末ブリケット法における粒度の影響について調べた結果、ほとんどの成分で粒度が変わると蛍光X線分析値も変化した。一般的には粒度が細くなれば蛍光X線分析値は大きくなるが、Sのみ徐冷試料で逆の傾向を示す。粉末ブリケット法による分析では粒度の管理が重要である。

文 献

- 1) 稲本 勇, 佐伯正夫: 鉄と鋼, **75** (1989), p.1824
- 2) JIS M8205-1983
- 3) 小野昭紘, 山口直治: 鉄と鋼, **70** (1984), p.1377