

蛍光 X 線分析法による窯業原料の半定量分析

1. はじめに

陶磁器製造業において、原料や製品の構成元素及び構成比を的確に把握することは、新商品開発、品質管理などを行う上でとても重要です。

X線を照射した試料から放出される二次X線のスペクトルから構成元素を同定する蛍光X線分析法は、非破壊かつ迅速な分析手段として様々な分野で活用されています。

近年は、より迅速な分析結果報告が求められるようになったため、ファンダメンタルパラメータ (FP) 法による窯業原料の半定量分析について検討しました。

2. FP 法の原理と分析事例

試料の構成元素の種類と量から理論的に蛍光X線の強度が計算可能なことを利用して、実測の蛍光X線強度に一致するような化学組成を推定する方法をFP法と呼びます。FP法は、試料のマトリクスに応じた標準試料を必要としないといった利点がある一方で、波長分散型蛍光X線分析装置の場合、内蔵された分光結晶で検出された元素のみを計算対象とするため、検出対象外の元素（主に軽元素）が実際に含まれていた場合に無視されるといった欠点があります。

表1に波長分散型蛍光X線分析装置（株式会社リガク社製、Supermini200）を用いて算出した耐火物標準試料の分析値及び10回繰り返し測定した際の標準偏差を示します¹⁾。窯業原料で重要な化学成分の定量値はFP法でも実用上差し支えない精度で得ることができます。

表1 耐火物標準試料のFP法による半定量分析値¹⁾

単位：mass%

分析元素	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
分析値	47.55	43.69	1.078	1.727	0.249	0.186	0.196	0.291	0.381
標準値	47.35	44.43	1.080	1.742	0.245	0.200	0.205	0.132	0.376
標準偏差	0.083	0.052	0.0045	0.0170	0.0022	0.0040	0.0201	0.0313	0.0036

表2 蛍光X線分析法による朱泥土ガラスビードの定量分析値

単位：mass%

分析元素	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
FP法	64.9	19.2	8.59	0.78	0.02	0.50	0.59	1.25	3.52
検量線法	64.5	17.6	7.78	0.71	0.03	0.47	0.50	1.01	3.06

3. 窯業原料への応用例

3-1. 試料調製の方法について

従来から窯業原料の定量分析においては、溶融により粒度・鉱物効果の影響を除去できるガラスビード法が用いられてきました²⁾。現在では、粉末試料の定量値を最も正確に得る方法として広く普及しています。

3-2. 朱泥土のFP法による半定量分析

ガラスビード法によって調製した朱泥土（朱泥急須の原料坏土）の半定量分析結果の検量線法による算出結果との比較を表2に示します。両者を比較すると結果に差異があり、測定条件などで慎重な検討が必要です。

4. おわりに

蛍光X線分析装置を用いたFP法による半定量分析法は、標準試料を使用せず迅速かつ比較的正確な分析方法として普及が進んでいます。

常滑地区で盛んな顔料の練り込みによる素地の発色を特徴とする陶磁器製造において、原料となる陶磁器用坏土の迅速な化学組成把握は大変有意義と思われます。

蛍光X線分析法装置を用いた定量分析及びFP法による半定量分析に関心を持たれた方は当試験場までお気軽に問い合わせ下さい。

参考文献

- 1) 蛍光X線分析の基礎とアプリケーション、株式会社リガク編
- 2) 窯業原料利用の手引き、愛知県常滑窯業技術センター開発課編（1978年）



産業技術センター 常滑窯業試験場 立木翔治 (0569-35-5151)

研究テーマ：水素ガスを用いた新規焼成技術の開発

担当分野：陶磁器製造技術