

岩石・鉱物分析用

直読式分光分析装置

安藤 厚・池田 喜代治

ナンシー岩石学地球化学研究センター) Maxwell (カナダ地質調査所) Walker (オーストラリア鉱物資源局) Brotzen Danielsson (スウェーデン地質調査所) および筆者らのわが国の地質調査所などで設置されておりここ数年の試作研究によって 実用面でかなりの成功をおさめてきた。

装置は 主成分分析用 主成分～微量成分の分析用 微量成分のみの分析用 の三つに大別される。フランスの Govindaraju らの装置は 主成分分析が主体で微量成分が副時的に若干組みこまれており スウェーデンの Brotzen Danielsson および筆者らの装置は 主成分と微量成分の双方の分析を目的としている。これに対し 米国の Myers オーストラリアの Walker らの装置は 微量成分の分析のみの専用装置である。試料の発光励起の方法は能率をあげることを目的とする方法と精度をあげることを目的とする方法に大別され 試料の前処理の方法もそれぞれ異なってくる。これらの方法は 現在各研究者によって探索試験段階のものも少なくないが 次第に適用方法のイメージが形成されつつある。この方法が実用面の適用にどの程度成功するかは今後の進展にまたねばならないが その過程において X線蛍光分析法との実用面における競争は興味のある課題といえよう。以下その現状を各国の装置や適用方法をもとにして順次紹介してみよう。

3. 直読式分光分析装置とは

直読式分光分析装置とは ダイレクト・リーダーという別名のごとく 従来の写真法による発光スペクトル線の検出手段を 光電子増倍管に置き換えて直接記録または指示する装置である。従来の写真法では分光器の焦点面に写真乾板またはフィルムを置き 露光現像後に求める元素のスペクトル線を求め その黒度をマイクロフォトメーターで測定し さらに内標元素のスペクトル線との黒度の比を求め あらかじめ作成した検量線より定量分析を行なう。直読法では 分光器の焦点面に 分析する元素のスペクトル線位置に 75/1000mm 程度の幅の出口スリットを置き その後部に光電子増倍管をセットしてある。スペクトル線強度は光電流に変換され 定時間の光電流は 回路中に置かれた積分コンデンサーに蓄えられる。積分コンデンサー中の電荷を他の電気

1. はじめに

直読式分光分析装置は 従来 カントメーター カントレコーダー カントパック アトムカウンター カントレット などの商品名で知られており 主として金属材料の分析に用いられてきた。その普及もめざましく 大工場の品質管理には不可欠の存在となっている。現在わが国では 約 150 台の装置が活躍している。

金属材料の場合と異なり 珪酸塩岩石・鉱物のごとき 非金属材料の分野では 試料が粉末のため その適用には多くの技術的困難があることと さらに装置が高価なため 大資本の金属メーカーや 研究投資額の大きい原子力関係の分野のごとく 容易に購入できないという事情もあって 研究も普及も遅れていた。

しかし 珪酸塩岩石・鉱物 セメント スラッグ 各種鉱石類 工場中間物 などの非金属材料の分野で 直読式分光分析装置を X線蛍光分析装置と併用して 主成分～微量成分の分析に積極的に使用する計画がたてられ 研究の進展にともない 実用面がひらけてきたのは世界的にここ数年のことである。

2. 岩石・鉱物分析への応用の現況

1963年8月 バンコックで行なわれた国連の地球化学探鉱法のゼミナールには 地質調査所の本島公司地球化学課長が参加した。その時 とくに分析装置部会を設け 珪酸塩岩石・鉱物 有用資源などの化学分析を 機器を用いていかに能率と精度をあげて行ない得るか その方法について活発な討論が行なわれた。その結果 資源探査の目的で 多数の試料中の多元素を高性能に分析可能な直読式分光分析装置を設置する重要性が強調され 同時に各国の地質調査所あるいは類似の機関で 岩石・鉱物分析専用の直読式分光分析装置の試作計画のあることが発表された。一般に金属材料分析用の直読式分光分析装置は 通常20本前後の光電子増倍管を備えたものが多いのに対し 岩石・鉱物分析用に計画された装置のなかには 40本におよぶ 多数の光電子増倍管を備えたものがあり 一般に大型である点に注目すべきである。これは 岩石・鉱物試料中の多元素を積極的に分析しようとする構想の表われとみることができる。

1966年現在 岩石・鉱物分析用の専用装置は Myers (米国地質調査所) Govindaraju Roubault (フランス

量に変換して求めれば スペクトル線強度に対応する量が得られる。 設定した内標元素との強度比も容易に直接指示されるようにつられている。 結果の表示は各装置によってそれぞれ異なり 目盛板による表示 記録計によるアナログ記録 数値放電管によるデジタル表示 デジタル印字記録 などがあり さらにコンピューターをつけて 分析定量結果まで印字する装置がある。 直読式分光分析装置は 同時に多元素を高性能に分析できる点に特長がある。 金属メーカーの実用例をあげると 1日 200 試料 (10~20成分/試料) 定量成分総数 2000~4000 (軽合金メーカー) の分析が可能である。

4. ペレット法による主成分分析

分光分析法による珪酸塩主成分の定量は 従来の写真法でも直流アーク法を用いて じゅうぶん化学分析法に匹敵する精度で可能なことが知られている。 Dennen Kvalheim Hegemann Zoellner Roubault Ahrens らの研究によると その精度は研究者や定量元素によっても異なるが 変動係数で3~6%程度である。 写真法を直読法にかえ 直流アーク法をスパーク法にかえればさらに精度の向上は期待できる。

A.R.L. (Applied Research Laboratory) の Hasler らは試料をフラックスと熔融し 非結晶質のガラスにかえこれを粉砕後 グラファイト粉末と混合し プレスしてペレットを作成し 直読式分光分析装置で 低圧スパーク法で分析し 変動係数で3%程度という良好な結果を得た。 この方法は スラッグ セメント 珪酸塩岩石 ガラスなどの主成分分析に適用でき 品質管理にも使える可能性をもつものとして注目された。

表1 スラッグ分析の精度分析 Hasler

分析成分	化学分析結果 %	標準偏差	変動係数
SiO ₂	19.40	± .40	2.1
Al ₂ O ₃	4.93	± .08	1.6
CaO	34.5	± .40	1.2
MgO	7.14	± .10	1.4
TiO ₂	.54	± .02	3.6
Cr ₂ O ₃	14.64	± .32	2.2
Fe	21.10	± .25	1.2
Mn	4.20	± .09	2.1
P	1.74	± .12	7.0

Hasler らの方法はつぎの通りである。 粉末試料 (-100メッシュ) 0.5g を 2g のフラックス (炭酸リチウム 1g 無水硼酸 1g) と混合し グラファイト坩堝中で 1000°C 5分熔融する。 熔融は通常の電気炉で行なう。 生成したガラス状物質はグラファイト坩堝より冷却後に容易に取り出せる。 熔融ガラスをプラッター・モーターで -100 メッシュに粉砕する。 ガラス粉末0.5g と ブリケット用グラファイト0.5g を混合し ブリケット成形機 (A.R.L.) で 80000 lbs/inch² (5.6 t/cm²) でプレスし 1/2 inch 中の円板状ペレットをつくる。 以上の操作の所要時間は約10分。 このペレットを上極とし グラファイト棒電極を下極とし マルチソースのオッシュレイティングの放電 (2μF 50μH 0Ω) を行なう。 予備放電3秒 露光20秒 内部標準 Li 4972。 装置は A.R.L. カントメーター。

Hasler の方法では熔融を伴うペレット試料の作成操作が必要である。 Hasler をはじめ多くの研究者がこのような面倒な試料の前処理なしで主成分分析が可能ではないかと つぎのいくつかの方法を順次追試している場合が多い。

- a) 試料粉末を適当なバッファー剤と混合し 有孔電極にそのまま充填する
- b) 試料粉末を適当なバッファー剤と混合後 さらにペレット

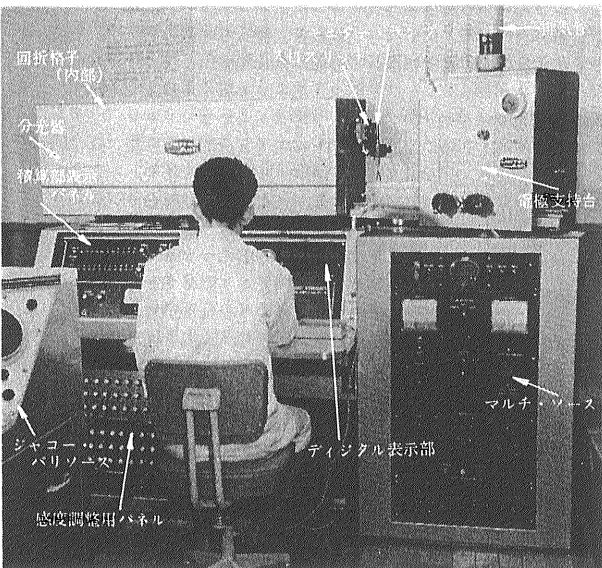


図2 コンパクト・アトムカウンター構成図 I

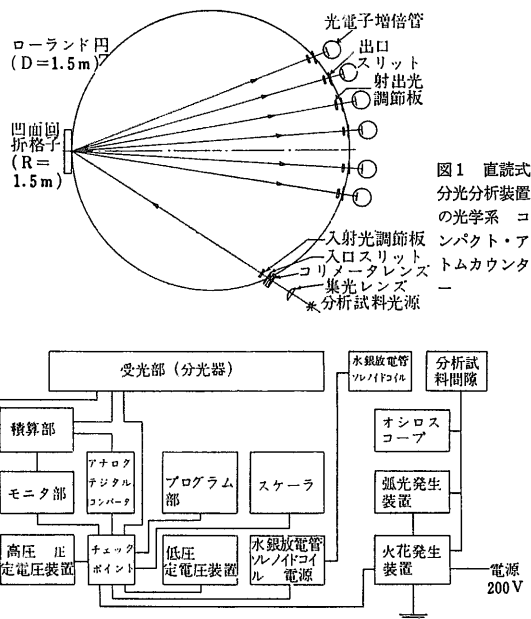


図1 直読式分光分析装置の光学系

図3 コンパクト・アトムカウンター構成図 II

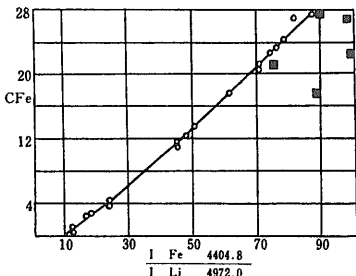


図4
鉄の検量線
Hasler

● 熔融したサンプル：直線となる
■ 非熔融サンプル：結果がばらつく

用グラファイトを混合し 加圧してペレットとする

c) 熔融後粉砕し ペレット用グラファイトと混合後 加圧してペレットとする 上記の Hasler の方法である

a) の方法では同種の試料を分析しても産地や 試料の履歴などが異なる場合は検量線が異なったり うまく検量線の作成ができないこともある。しかし同種で同履歴の試料を分析する場合はある程度可能である。銅やモリブデンの酸化物を多量に加えて マトリックス効果をおさえる方法もある。b) の方法のごとく この混合物をペレットにすると 精度はかなり改善できる。しかし 分析試料の履歴 構成鉱物の粒度 結晶状態などの相異による影響がある程度以上には除去できない。c) の方法に従えば 熔融操作により ほとんどあらゆる分析上の障害が除去されることが分る。つまり精度の高い主成分分析を行なうには Hasler の c) の方法が必要であることは多くの研究者の一致した結論である。セメント製品のごとく 粒度が細かく 一定の熱処理をうけたものは b) の方法である程度成功する場合も少なくない。しかし天然の岩石のごとく 多くの構成鉱物の集合体の場合には 熔融操作は不可欠である。精度をやや落しても 能率の良い a) b) の方法は 地球化学探鉱などの微量成分の分析には好都合である。

Hasler の方法は Launamaa Govindaraju 大阪府立工業奨励館の松本博士らによって さらに詳細に検討さ

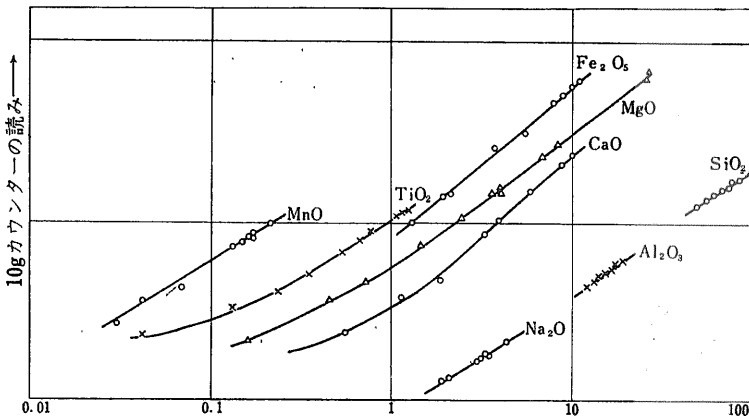


図5 岩石主成分分析の検量線 (筆者らの実験例)

表2 岩石主成分分析の変動係数(%) 筆者らの実験例

試料	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	CaS	MgO	TiO ₂	Na ₂ O	内部標準
W-1	2.8	2.1	2.8	4.1	3.1	3.8	2.9	1.3	Co 4867
G-1	1.8	1.5	3.8	3.3	2.1	2.3	2.2	1.7	
W-1	1.8	1.5	3.2	2.8	3.2	4.2	2.2	2.4	Co 3453
G-1	1.6	0.9	2.4	3.9	2.2	3.2	2.3	1.4	
W-1	1.4	1.6	1.5	1.4	1.0	2.2	0.9	1.5	Sr 3380
G-1	1.8	2.9	3.6	3.7	2.1	2.9	1.5	3.5	

高圧スパーク法 熔融ペレット法 コンパクト・アトムカウンター n=10

れた。筆者らの当地質調査所の装置は これらの研究結果をもとにして計画され 珪酸塩岩石の主成分分析について 検討の結果 現在 Si Al Fe Mn Ca Mg Ti Na の元素については かなり良好な精度で分析可能な段階に達した。

筆者らの用いている方法は次のとおりである。

岩石粉末試料 (-100メッシュ) 0.5g を 2g のフラックス (4 硼酸リチウム 60% 4 硼酸ストロンチウム 30% 酸化コバルト 10% スラッグ分析のため Li Sr Co の三元素を内部標準元素として使用できるよう特につくしたもの、Johnson Matthey Co. 製) と混合後 グラファイト増塊 (外径 1"φ × 3/4" h 内径 3/4"φ × 3/4" h 日立化成 材質 PD-11) に入れ 電気炉中で 1000°C で 5 分熔融する。熔融反応は 5 分で完了し美しい紫色のビーズとなる。熔融反応が終ると生成した熔融ガラスは熱的にはかなり安定で 1000°C で 30 分加熱しても熱損失量は 0.07% にすぎない。グラファイト増塊は金属板上で冷却させる。熔融ガラスビーズは冷却後 かるくたたか金属製のカギで引き出すと容易に取り出せる。白金増塊を用いてもよいが この場合は熔融直後に内容物を金属板上にあげるとよい。ただし 付着によるロスが大きいため グラファイト増塊を用いる方がよい。熔融ガラスは タングステン・カーバイド製のエリス・モーター (三菱金属製) でかるくたたかによりかなり微粉砕できる。ついでタングステン・カーバイド製の乳鉢でさらに仕上げ粉砕を行ない 200 メッシュのステンレス製小型篩ふるう。タングステン・カーバイド製の粉砕機器を用いることにより 鉄製粉砕機よりの鉄の混入 メノウ乳鉢よりの珪素などの混入の心配は全くない。ガラス粉末 (-200 メッシュ) は プリケット用グラファイト粉末 (National Carbon SP-1C SP-1) と等量 0.5g づつ タングステン・カーバイド製の 混合カプセル中で 5 分間 混合機 (Spex Mixer mill イワキ・ミクサーミル) で混合する。この場合の混合カプセルの選択は重要である。プラスチック製または スチール製のカプセルではタングステン・カーバイド製カプセルを用いた場合ほど良質のペレットができて 分析精度にも影響する。混合物はプリケット成形機 (Jaco 製 ARL と同じ) で 80,000 lbs/inch² (5.6 t/cm²) 10 秒加圧し 1/2"φ 厚さ 4 mm のペレットをつくる。

放電は高圧スパーク 30kV 0.015μF 0.9mH 2Ω Ir=4.0A 4 Brks/H.C. ギャップ 3 mm 予備放電 3 秒 露光 20 秒 内部標準 Co 4867 装置 日本ジャ

コー製 コンパクト・アトムカウンター

筆者らの検討によると 内部標準線は $Li\ 4972\ Sr\ 3380\ Co\ 4867\ Co\ 3453$ の中 $Co\ 4867$ が良好で Hasler のマルチソースのオッシレイティングな放電条件より高圧スパークの方が再現性がやや良く 高圧スパークの条件は筆者らが選んだ Launamaa に近い条件が良好であった。放電中にペレットを回転させる 回転電極法も試みたが 回転させない場合と精度はほとんど変わらなかった

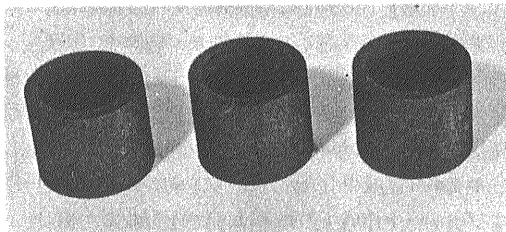
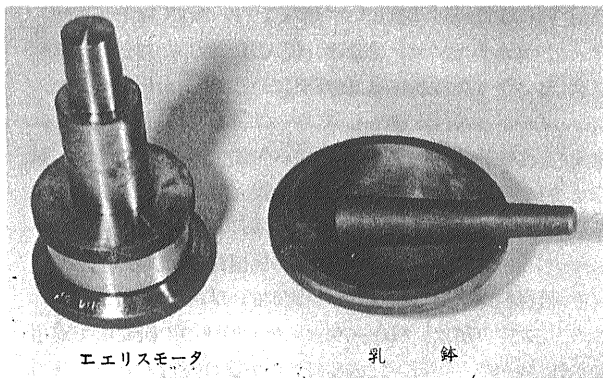


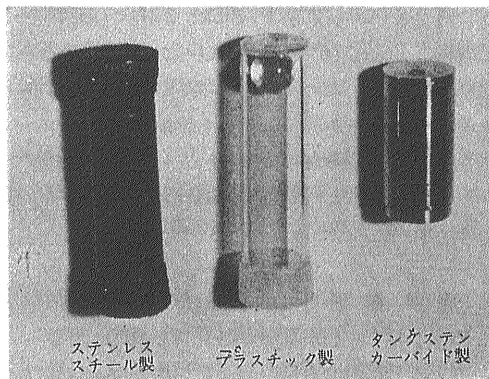
図6 熔融用のグラファイト坩堝(日立化成製)



エエリスモータ

乳鉢

図7 タングステンカーバイド製粉砕器具



ステンレス
スチール製

ガラス製

タンゲステン
カーバイド製

図8 混合用カプセル



図9 ミクサー・ミル イワキ製品

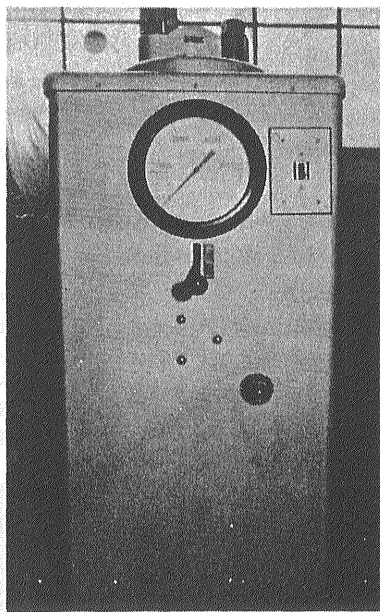


図10 ブリケット・プレス
Jaco 製品 10 t/cm² のプレスが可能

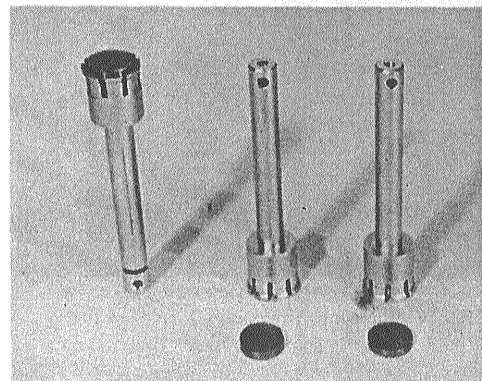


図11 ペレットホルダー

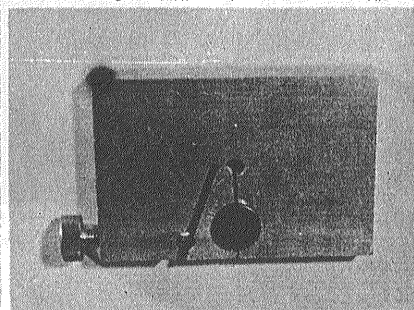


図12 ペレットホルダー 2

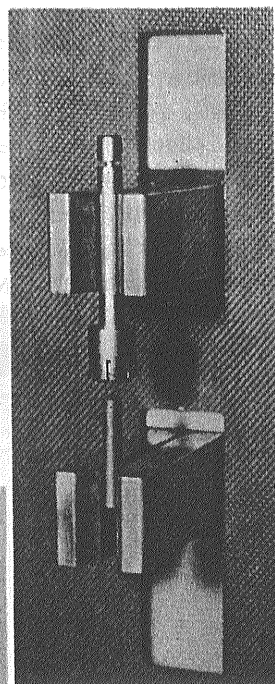


図13 ペレットを発光スタンドにとりつけたところ

た。ペレットの表面には成分的に内部とやや異なる薄い表面異状層が存在しているので 0.2mm 程度を カミソリの刃でカットするとよい。ペレットは放電後放電コンをカミソリの刃でカットすることにより何回か使用できる。4mm の厚さのペレットを 10回放電し厚さが2mmに減少した。1つのペレット内の均一性およびペレット作成上の誤差は 変動係数で1%程度である。

同一ペレットでスパーク法を適用し 同時に多元素を分析する場合 P は 2000 A 以上のスペクトル線では良好な感度のものがないため 高含量以外の場合には適用できず Kはスペクトル線のスパーク強度の低いためあまり良好な結果が得られていない。Govindaraju Roubault らも 筆者と同じ目的の実験を行なったが Na K は フレーム分析法を用いている。

標準試料 機器分析では物理量の相対値を比較して分析を行なうので 標準試料が必要である。筆者らの用いた標準岩石試料は天然の岩石を化学分析した次の9種類である。

G -1 (Granite)	W -1 (Diabase)	} 米国 地質 調査 所
DTS -1 (Dunite)	PCC -1 (Peridotite)	
G -2 (Granite)	GSP -1 (Granodiorite)	
AGV -1 (Andesite)	BCR -1 (Basalt)	
CAAS Syenite rock-1	カナダ CAAS	

以上の標準岩石試料で分析試料と同じ操作でペレットを作成し 発光させて検量線をつくる。ブランク・ペレットと SiO₂ 100%のペレットを 同時に作成しておく。これらの標準ペレットによって 花崗岩からダナイトにいたる総ゆる火成岩が分析できる。標準岩石試料としては 以上の他 フランス ナンシー岩石学地球化学研究センター Centre de Recherches Pétrographiques et Geochimiques C.N.R.S. Nancy 発行の GH

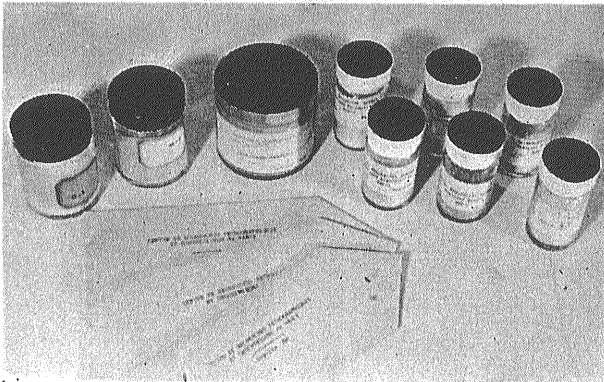


図14 標準岩石試料 うしろ左から G-1 W-1 CAAS の Syenite 6コの米国地質調査所の新しい標準岩石試料 前方の封筒に入っているのはフランスの標準岩石試料。

(Granite) GA (Granite) GR (Granite) BR (Basel) タンガニカ発行の T-1 がある。

5. テープ・マシン法による主成分分析

スウェーデン地質調査所では岩石鉱物分析用の40元素容量の直読式分光分析装置を製作している。スウェーデン地質調査所の方法の特長は Danielsson らの考案した テープ・マシン法と Isoformation と称する試料の前処理法にあり 精度の点ですぐれている。

テープ・マシン法とは 模式図に示したごとく 試料をフラックスと熔融後粉碎したガラス粉末を セロテープのような付着性をもつテープに均一に付着させ これを連続的にスパーク・ギャップに送る方法である。試料をフラックスと熔融して 種々の効果を除く点では前記の Hasler らのペレット法と同じである。ただテープ・マシン法では絶えず新しい粉末と放電を行なうので再現性が改善されるという原理的なねらいがある。

この方法は 現在スウェーデンの4つの研究所で実用に供されている。さらにこの方法は最近 フランスの岩石学地球化学研究センター (Centre de Recherches Pétrographiques et Geochimiques C.N.R.S. Nancy) でも Roubault Roche Govindaraju らにより実用化され良好な結果をえている。テープ・マシン装置は ARL で 研究開発を行なったため この方法を用いている各機関の装置は いずれも ARL のカントメーターである。

スウェーデン地質調査所の方法は 主成分分析の場合は 試料とフラックスを 1:20 微量分析の場合は 1:4 に混合する。フラックスの組成は 4 硼酸リチウム Li₂B₄O₇ 67% 4 硼酸ストロンチウム SrB₄O₇ 9.95% 酸化コバルト Co₂O₃ 23% 炭酸ベリリウム0.05% Sr を分析する場合は BaB₄O₇ を Co を分析する場合は MnO を加える。Be を分析する場合は他の元素を内部標準とする。混合物は電気炉中 (Super Kanthal electric oven) で 2~3分熔融する。熔融温度はグラ

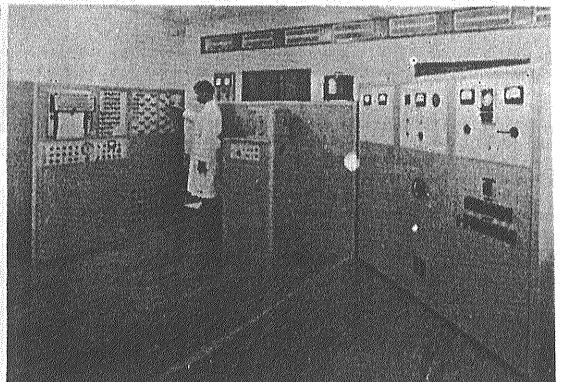


図15 フランス ナンシー岩石学地球化学研究センターの直読式分光分析装置 A.R.L. カントメーター

ファイト坩堝で Max. 1000°C 白金坩堝で Max. 1200~1300°C. 熔融ガラスは粉碎後 テープ・マシンにかける. 主成分の定量精度は 変動係数が1~2%. Na K はフレーム法で別に定量する. 内部標準元素は Be.

フランスの Roubault らは 試料を硼酸 B(OH)₃ 炭酸リチウム Li₂CO₃ 炭酸ストロンチウム SrCO₃ で 950° 5分熔融し コバルトを内部標準元素として テープ・マシン法を適用している. Si Al Fe Ca Mg Mn Ti を定量する. 発光励起条件は 980 V 50 mH 12 mF 5 Ω 予備放電 3秒 露光25~30秒 Na と K はフレーム法で別に定量する.

6. 微量成分の分析

米国地質調査所 では岩石・鉱物の分光分析を 従来の写真法に代わる直読法の採用によって 能率と精度を高める研究を数年前より行なっている. 米国地質調査所では Shapiro らが 岩石の主成分は迅速化学分析法と X線蛍光分析法で 満足すべき成果を得ており 分析体制ができているので 前項で紹介したような主成分の定量分析は最初から分析プログラムに入れていない. 直読式分光分析装置は あくまでも 微量成分の半定量~定量分析を高能率で行なうよう計画されている. Myers が中心となり 最初は少数元素より始め 現在は約40元素を分析するシステムの確立をみた. その大部分は未公表であるが その概要はつぎのとおりである.

定量目的元素としてつぎの元素をあげている. この中には多少実用性の疑問な元素も含まれている.

- Ti Mn Ag As Au B Ba Be Bi Cd Co Cr
- Cu Fe Ga Ge Hf In La Li Mo Nb Ni P
- Pd Pb Re Sb Sc Sn Sr Ta Th Tl U V W
- Y Zn Zr

装置は わが国ではあまり知られていない RCI (Research and Control Instrument Inc.) 3 m AOS 型直読式分光分析装置であり 岩石・鉱物専用装置としては世界で最大である. 光電子増倍管の最大収容量は60本である.

発光励起法は Myers Baston の グラファイト・バッファを基本とする直流アーク法が ほぼそのまま適用される. この方法では試料の前処理が簡単であり

精度はやや落ちるが 地球化学探鉱や 地球化学の研究のため多数の元素の分布状態をしらべるためにはきわめて有効である. もちろん 直流アーク法のみならず スパーク法その他の精度の高い発光方法や 分析方法が適用できる. 最初から微量成分の定量を目的としているので 分析結果の表示も 2桁で実用上は十分である. 分析結果はデジタル・ボルトメーターで表示され タイプ印字される. さらに定量値はパンチカードに2桁の数値に打ち抜かれて保存される. 直読式分光分析装置のごとく 高性能の装置を用いて研究を行なう場合 非常に膨大な定量結果が集積される. 結果の解析を有効に行なうためには統計的処理の容易に行なえる パンチカード・システムを採用する必要がある. 米国地質調査所の装置は 高分散能の大型装置を用い 同時に多元素の分析結果をパンチカードで記録し 統計的な処理と直結したシステムをとり 直読式分光分析装置の性能を最大限に有効に利用する試みとして注目される.

オーストラリア鉱物資源局 では1963年より直読式分光分析装置を資源分析に適用すべく計画している. 国連のバンコック ゼミナール報告によると 岩石鉱物中の次の33元素を 直流アーク法で ±5~20%の精度で揮発性元素の定量には In を 不揮発性の元素には Pd を内部標準として製作されている.

- Bi Ag Li Ga Na Pb Zn Ti P Ge K Rb Cs
- Cu Sn Fe Al Be La Sr Mg Cr Co Ni V
- Mn Mo Ca Ba Ti B Sc Zr

試料の粉碎 混合操作を能率よく行なうため ジョークラッシュャー ロール・ミル スウイング・ミル (Siebtechnik type) プレンダー・ミル (Pica type) スペックス-5000 グレン・クレストン-M270 (混合用) を設備. X線蛍光分析装置を併用する.

テープ・マシン法 でも微量成分の分析が行なわれている. スウェーデンでは 試料5g をバッファ-5g とスウイング・ミルで5分砕く バッファ組成は90%

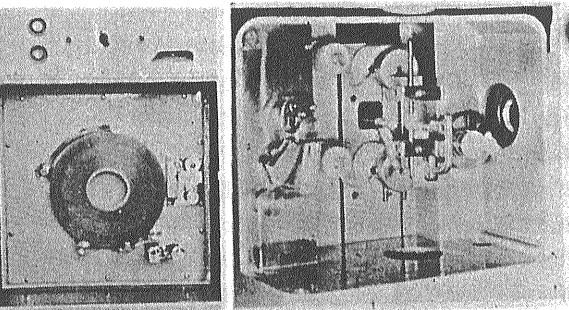


図16 17 テープマシン装置外観図 A.R.L. 製品

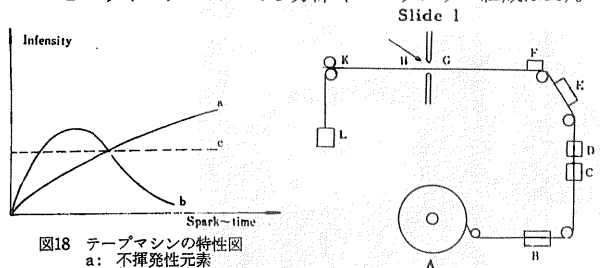


図18 テープマシンの特性図

- a: 不揮発性元素
 - b: 揮発性元素の I-t 曲線
 - c: テープマシンの I-t 曲線
- 線で 元素の性質に関する係数となりスペクトル線強度が一定となる

Slide 2

図19 テープマシンの模式図
テープマガジンより送出されるテープは サンプルボックスをとり ついで余分な粉末を除去された後 アーク・ギャップへ送られる

表3 ペレット法による Roubault の微量成分の分析結果

元 素	検出限度	分析数	平均値	標準偏差	変動係数%
Ba	1	51	1280	148	11.6
Be	0.1	51	5.4	0.3	5.6
Co	10	35	10	4	40.0
Cr	10	51	126	26	20.6
Cu	10	51	370	60	16.2
Ni	10	51	69	10	16.2
Sc	10	51	13	3	23.1
Sr	1	51	740	73	9.9
V	10	51	90	14	15.6
Yb	1	51	3	0.8	26.7

分析値の単位は ppm

KCl 6% CdS (内部標準) 4% Rexopon (Alkyl sulfonate). 以上の混合粉末をテープ・マシンでそのままスパーク・キャップに送り1分間の読みをとる。精度は ±30%またはそれ以上により。多数試料の地球化学の仕事に応用できる。

ペレット法 フランスの Roubault らは前述したようにテープ・マシン法で主成分分析を行なっているがその装置に副次的に次の24元素の微量成分用のプログラムを組み入れている。

B Ba Be Ce Co Cr Cu Ga La Li Mo Nb
Ni Pb Rb Sc Sn Sr Ta V Y Yb Zn Zr
内部標準として (Ni) (Co) (In) (La) (Mo)

分析試料を炭酸リチウムと硼酸で熔融し粉砕後グラファイトと混合しペレットをつくる。発光励起条件 980 V 360 mH 52 mF 50Ω 変動係数は平均22% (5.6~40.0%)

7. わが国の地質調査所における試作装置

筆者らの研究室では昭和40年3月より岩石・鉱物分析用の直読式分光分析装置をそなえ 研究中である。装置は日本ジャーレル・アッシュ社製のコンパクト・アトムカウンターに特殊設計を行ない 総計40本の光電子増倍管を組み入れた。光電子増倍管の組みこみ数の

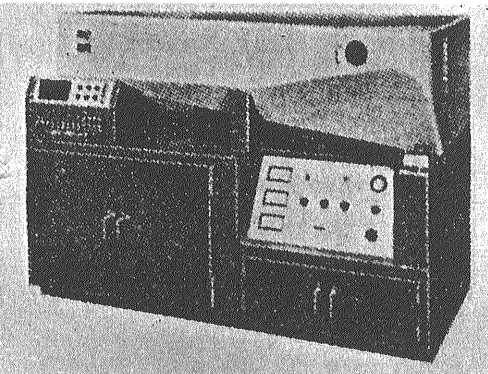


図20 米国地質調査所の RCIAOS 型直読式分光分析装置

表4 地質調査所 (Japan) の分析プログラム

No.	元素	波 長	A	B	C	D
			珪酸塩 主成分	珪酸塩 微量成分	鉄-マン ガン酸化物	硫化 鈦
1	Si	2516×2	(20 -80)			
2	Al	3961×2	(0.5 -20)			
3	Fe	2599×2	(0.5 -30)		(1 -50)	(0.01-10)
4	Mn	2933×2	(0.02- 5)			(0.01- 5)
5	Ca	3158×2	(0.6 -20)			
6	Mg	2783	(0.25-40)			
7	Ti	3685	(0.15- 5)		(0.05-10)	
8	K	4044	(0.1 -10*			
9	Na	3302×2	(0.1 -10)			
10	P	2149×2	(0.1 - 1)		(0.01- 5)	
11	Ni	3414×2		0.0007-0.1	0.0007-5	0.0007-1
12	Co	3453×2		0.0007-0.1	0.0007-5	0.0007-1
13	Cr	4254		0.001 -0.1	0.001 -5	
14	V	3202×2		0.0025-0.1	0.0025-1	
15	Cu	3247×2		0.0003-0.1	0.001 -3	0.0003-0.1
16	Pb	3683×2		0.002 -0.1	0.002 -3	0.002 -0.1
17	Ba	5535		0.015 -1.0		
18	Rb	7800		0.001-0.1*		
19	B	2497		0.0025-0.1		
20	Zr	3391		0.0015-0.1		
21	As	2349			0.05 -4	0.05 -5
22	Zn	3345×2			0.06 -5	0.06 -5
23	Sn	2706			0.002 -1	0.002 -1
24	Si	2881			0.01 -3	
25	Al	3944			0.01 -3	
26	Mo	3170			0.001 -3	
27	Mg	2802×2			0.0003-1	
28	In	4511			0.001 -1	0.001 -1
29	Sb	2598				0.01 -5
30	Bi	3067×2				0.001 -1
31	Cd	3261				0.002 -1
32	Ag	3280×2				0.0003-0.1
33	Mn	2949			(0.1 -30)	
34	Sr	4607		0.0015-1		
35	Hg	4358	モニター			
36	Li	4972 I	IS-5			
37	Sr	3380 II ×2	IS-4	(-) % 酸化物としての含量範囲		
38	Co	4867 I	IS-3	固		
39	Pd	3481 I	IS-2	その他は元素としての含量範囲		
40	Pd	2658 II ×2	IS-1	* 不確定値 その他は実測値		

点では本邦で最大である。分析プログラム表に示すごとく珪酸塩主成分と微量成分 それに若干の資源鉱物の分析が行えるようになっている。内部標準線は表のごとく5本が設置され 選択スイッチの切り換えで各プログラムについて自由に組み合わせることができ 不要の場合はもちろん内部標準なしの分析もできる。岩石・鉱物試料のごとく その種類も また定量元素の内容も変化に富むような場合 上記のような イオン線アーク線 揮発度の相違などを考慮した各種の内部標準線をそなえておけば その適用においてきわめて便利である。試料の前処理の方法 発光励起法 定量元素の揮発度などを考慮して 最適の分析条件が容易に選択できるからである。

当所のコンパクト・アトムカウンターは 既設のジャコー 3.4m エバート型分光分析装置とL字型に組み合わせられて設置され 発光装置は エバート側にある 直流アーク 高圧交流アーク ユニ・アーク イグナイト交流アーク 高圧スパークに さらに コンパクト・アトムカウンター側に マルチソース(中野電子)をそなえ 全部で6種類の発光方法が使用できる。

測定結果は数値放電管によるデジタル表示と同時に5桁の数字で印字記録され 記録計による光電流の時間的な変化も測定できる。

筆者らは ここ一年間で装置の組み立て調整を終え 4.の項で述べたごとく ペレット法による主成分分析の検討をほぼ完了した。分析プログラム表にある微量成分の定量範囲は 筆者らの装置による実測値である。

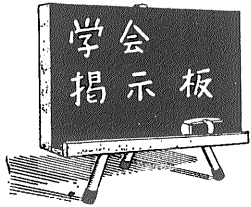
について その概要を紹介した。ペレット法のごとく部分的には やや詳しく紹介したものもある。このような機器分析の分野は今後もますます発展することは疑いない。各装置の発展改良も必要であるが 同時に分析試料の粉碎 熔融などの前処理を効果的に行なうシステムの確立は重要である。Govindarajuのいうごとく 将来 機器分析の分析能率は 分析試料の調製スピードに規制される ということは明白な事実であるからである。また 大型装置から生産される膨大なデータを統計的に処理するシステムを確立しなければ 装置の性能を最大限に利用できないであろう。

直読式分光分析装置を設置する場合 できればX線蛍光分析装置を併置するとよい。分析元素や その含量によって いずれかの装置が すぐれた特長をもつためである。

(筆者は 技術部地球化学課および化学課)

8. おわりに

岩石・鉱物分析用の直読式分光分析装置とその適用例



- ・日本地学教育学会
- 1. 昭和42年11月26日~27日
- 2. 第20回 全国大会(大会委員長 米山芳成)
- 3. 東京都立教育研究所(予定)
- 4. 日本地学教育学会
- 5. 東京都立 立川高等学校 高田 七五三雄 (Tel 04252-8195)

日本化学会九州大会係 中森 一誠
Tel (092) 64-1101 内線 3207

- ・日本地球化学会
- 1. 昭和41年10月13日(木)~16日(日)
- 2. 地球化学討論会 (1966年度)
- 3. 金沢市丸ノ内 金沢大学城内キャンパス
- 4. 日本化学会 日本地球化学会共催
- 5. 金沢市丸ノ内1の1 金沢大学理学部 放射化学研究室 討論会 準備委員会 Tel (0762 62-4281 内線199)

- ・日本分光学会
- 1. 昭和41年11月7日(月)~9日(水)
- 2. 第2回応用スペクトロメトリー東京討論会
- 3. 東京都立 産業会館
- 4. 応用物理 質量分析 日本化学 日本分光 日本分析化学会共催
- 5. 東京都渋谷区本町 1-1 東京工業試験所内 日本分析化学会 東京討論係

- ・日本地質学会
- 1. 昭和41年10月7日(金)~10月9日(日)
- 2. 日本地質学会第73年総会ならびに 日本地質学会 日本岩石鉱物鉱床学会 } 連合学術大会 日本鉱山地質学会 日本鉱物学会
- 3. 金沢大学学生会館・同教養学部
- 4. 日本地質学会 日本岩石鉱物鉱床学会 日本鉱山地質学会 日本鉱物学会 共催
- 5. 東京都文京区本富士町 東京大学理学部地質学教室内 日本地質学会 Tel (03-814-0549)

- ・日本結晶学会
- 1. 昭和41年10月18日(火) 9.30~19.30
- 2. シンポジウム「特殊条件下の構造研究」 国際結晶学会モスクワ会議報告座談会
- 3. 名古屋大学工学部
- 4. 日本結晶学会
- 5. 東京都文京区本富士町1 東京大学理学部鉱物学教室内 日本結晶学会 Tel (03-812-2111 内線2418)

- ・日本鉱業会・日本鉱山地質学会
- 1. 昭和41年10月15日(土)~18日(火)
- 2. 秋季大会
- 3. 岩手大学
- 4. 5. 東京都中央区銀座西 8-7 社団法人日本鉱業会 Tel (03-572-5091)

- ・日本化学会
- 1. 昭和41年10月17日(月)~20日(木)
- 2. 日本化学会九州大会
- 3. 福岡市箱崎 九州大学
- 4. 5. 福岡市箱崎九州大学工学部応用化学教室 日本化学会九州支部事務局

[注]

- 1・開催年月日 2・会合名 3・会場
- 4・主催者 5・連絡先
- なお掲載順位は 原稿到着順