(388) ガラスビード蛍光X線分析におけるバックグラウンドの影響

川崎製鉄㈱　技術研究所　　○安部忠廣，安井規子

1. 緒　言　鉄鉱石，スラグ，レンガ等の酸化物系粉体試料の蛍光X線分析方法としてガラスビード法が広く採用されている。しかしながら通常の検量線法では，含有率が低くなるととくに重元素は極端に分析精度が悪くなり，さらに試料量の少ない場合には検量線が逆勾配になることがある。この問題点を解明して有効な本法の適用範囲の拡大をはかるために，先に開発した新形スキャニングタイプ蛍光X線分析装置[1]を用いて検討した。

2. 実験結果および考察　Fig. 1 にステンレス鋼，Fig. 2 にガラスビード試料の蛍光X線回折図形を示す。鉄鋼のような通常の試料ではFig. 1 のようにバックグラウンド（以下BGという）強度は非常に弱く，しかも回折角によって殆んど変化しないので問題はないが，ガラスビード試料ではFig. 2 のようにBG強度は，原子番号24Cr以上の重元素の測定領域で原子番号が大きくなるほど急激に増大している。これは主として融解剤によるコンプトン散乱のためであるが，試料と融解剤の量が一定であっても試料の組成によってコンプトン散乱量が変化することが考えられたので，検量線が逆勾配になった試料30mg，$Li_2B_4O_7$ 4g で作製したガラスビード試料群のCu について，Cu Kα 線の回折角近傍でBG強度の変動を調べた。

その結果Fig. 3 のように試料中の酸素含有率と非常によい相関があり，しかもその変動量がCu の含有率による蛍光X線強度の変化量よりもはるかに大きいので検量線が逆勾配になることがわかった。さらに鉄鉱石についても酸素含有率の異なる標準試料を用いてその影響を調べた。なおガラスビードは試料0.7g，融解剤4g（$Na_2B_4O_7$，$Li_2B_4O_7$ とも）で作製した。各元素の回折角近傍のBG強度と酸素含有率の関係はFig. 4 のとおりである。このためにBG補正をすると先のCu も良好な検量線が得られ，また分析精度も鉄鉱石中のNi の例では σ_d が0.0031 から0.0007% に改善された。

3. 結　言　ガラスビード蛍光X線分析法による重元素の分析において，BG補正により定量下限が著しく改善でき，また少量しか採取できない試料でも多元素の分析が可能になる。

参考文献　1）安部忠廣ほか：鉄と鋼，67(1981)，S 406

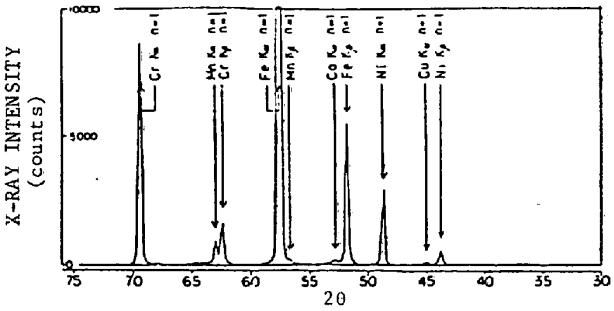

Fig.1 Fluorescent X-ray spectrum of stainless steel (SUS27)

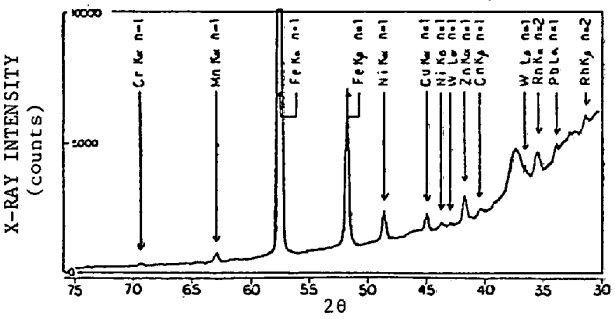

Fig.2 Fluorescent X-ray spectrum of glass beed disc

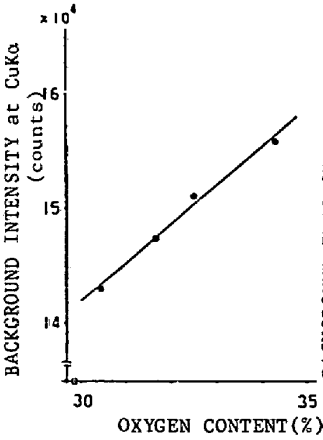

Fig.3 Example of correlation between oxygen content and background intensity

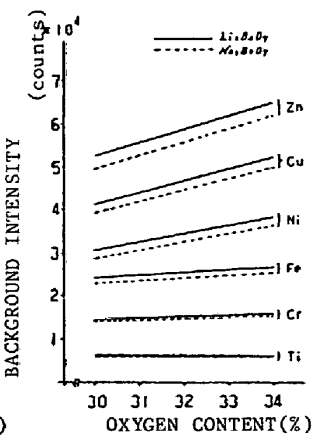

Fig.4 Correlation between oxygen content of iron ore and background intensity of heary elements