

(217) 蛍光 X線分析における As, Pb, Co 定量分析時の
妨害元素の影響と分析線対の選択について

大同製鐵(株) 中央研究所 足立敏夫 伊藤六仁
○ 成田正尚

1. 諸言 一般に蛍光 X線分析で諸元素の定量を行なう場合、強度の大きい $K\alpha$ 線が用いられる。現在一般に市販されている蛍光 X線分析装置の定格(最大 60KV)で、As, Pb, Co を定量分析する場合、As, Co は $K\alpha$ 線、Pb は $L\alpha$ 線が一般に使用される場合が多い。しかし 3 元素共妨害スペクトルの影響が強く微量含有域の分析を行なう場合、正確度に微妙に影響する。本検討では、X線強度の強い α 線と X線強度が弱い β 線か他元素の影響度が少ないと考えられる β 線あるいは α の 2 次線を使用した場合の分析正確度について、その優劣を比較した。

2. 比較分析線対 比較検討した線対とその妨害スペクトルを 表 1 に示した。

3. 装置および分析条件 理学電機製サイマルチェックスと島津製作所製 V X Q -120 を用い各元素における測定条件を 表 2 に示す。

4. 検討概要

4-1. As

1) 連続線区し精度は、As 0.046% 試料にて $K\alpha$ $\sigma = 0.00083\%$ C.V 1.80%, $K\beta$ $\sigma = 0.0029\%$ C.V 6.30% で $K\alpha$ の方が数倍優れている。

2) $K\alpha$ の場合、各 Pb 鋼試料を分析した場合に Pb $L\alpha$ 線の重なりのため正確度は $K\beta$ と大差ない。むしろ補正係数の繁雑、Pb 分析値の依存性による誤差等を考慮した場合 $K\beta$ 線を利用した方が良い。(表 3)

4-2. Pb

1) 精度は $L\alpha$, $L\beta$ に差はない。(表 4)

2) スペクトル線の重なりは $L\alpha$ で As, $K\alpha$ の重なり量として $-2.557 \cdot As\%$, $L\beta$ は Sn $K\alpha(2)$ で $-0.306 \cdot Sn\%$ である。

3) 正確度は 表 5 に示す様に $L\beta$ を利用した方が良い。

4-3. Co

Co については $K\alpha(1)$, $K\alpha(2)$, $K\beta$ でのそれぞれ別の精度と Fe, Ni に対する波長の重なりを調査し、それぞれ補正係数を算出し微量 Co 領域における正確度の違いを調査検討した。

表 1 As, Co, Pb 分析線対と妨害元素

表 2 各元素の測定条件 (As, Pb: サイマルチェックス Co: V X Q)

元素	線対 (Å)	妨害元素と線対 (Å)
As	$K\alpha$ 1.175	Pb $L\alpha$ 1.175
	$K\beta$ 1.075	—
Pb	$L\alpha$ 1.175	As $K\alpha$ 1.175
	$L\beta$ 0.982	Sn $K\alpha(2)$ 0.982
Co	$K\alpha(1)$ 1.789	Fe $K\beta(1)$ 1.757
	$K\alpha(2)$ 3.578	Fe $K\beta(2)$ 3.514
	$K\beta$ 1.621	Ni $K\alpha$ 1.658

	As	Pb	Co
X線管	Cr 2kW	Rh 3kW	Rh 3kW
電圧/電流	50KV/40mA	50KV/60mA	50KV/50mA
二次スリット巾	1S-1S	1S-1S	0.02"
結晶	LiF	LiF	4" LiF
検出器	SC	SC	Ne 214
積分時間	40秒	40秒	40秒

表 3 As 正確度比較*

表 4 Pb 精度比較

表 5 Pb 正確度比較*

	$K\alpha$	$K\beta$
n	36	36
平均 As%	0.020	0.020
$\bar{\alpha}$ %	+0.00076	-0.0002
σ_{α} %	0.0018	0.0022

	$L\alpha$		$L\beta$	
Pb %	0.0005	0.006	0.0005	0.006
n	10	10	10	10
σ %	0.0005	0.0014	0.0007	0.0006
C.V %	10.0	23.3	14.0	10.0

	$L\alpha$	$L\beta$
n	9	9
平均 Pb%	0.0315	0.0315
$\bar{\alpha}$ %	-0.00024	+0.00039
σ_{α} %	0.00293	0.00198

* 妨害元素補正済