

(310)ろ紙点滴-蛍光X線分析法の検討

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○安井規子 安部忠廣  
 (株)村田製作所 開発部 村田充弘 尾松真之

1. 緒言

蛍光X線による液体試料の分析は、液体用試料ホルダの使用または通常のろ紙に点滴する方法により研究されてきたが、前者の場合は真空中での測定が困難であること、後者の場合には溶液の浸透面積が不揃いになることなどに問題が残る。そこで、このたび溶液試料を一定の面積内に保持できる特殊加工したろ紙<sup>1)</sup>を用いて、鉄鋼試料を対象に多元素分析法の検討を行なった。

2. 実験

(1)点滴用ろ紙 : Fig. 1 に示す形状のろ紙で、拡散防止剤を塗布した支持部と溝により20mmφの点滴領域外に試料溶液が拡散しないようになっている。

(2)試料 : 鋼試料1gを溶解して50mlにすることを基本に、各元素を適当な濃度範囲に混合した25種類の標準溶液を調製した。これを70μlずつ採取し、前述のろ紙に点滴して乾燥後測定に供した。

(3)測定 : 装置は理学製System 3080Eを使用し、各元素100秒積分で測定した。

3. 結果と考察

Fig. 2 にMnの測定例を示すが、鋼中含有率0.5%以下で良好な検量線が得られた。他の元素についてもTable 1に示すような精度で測定ができ、軽元素のPやSiも真空中で測定可能なことから満足すべき結果が得られた。点滴の再現性は、繰り返し測定の再現性とほぼ同等であり、点滴操作による誤差は問題のないことも確認した。また、本実験においてろ紙上に保持された元素の量はそれぞれ0.35~7.0μg(鋼中1%は14μgに相当)であり、このような微量でTable 1に示すような結果が得られたことは、少量試料の多元素分析の一手段として使用できることを示している。

4. 結言

本法により、従来の蛍光X線分析法では分析できなかった異形試料や少量試料の多元素分析が可能になった。今後、試料の前処理法を検討するとともに、対象試料の種類を増やして適用範囲の拡大を図る。

5. 参考文献

- 1) Murata, Murokado : X-ray Spectrometry, 11(1982), 159

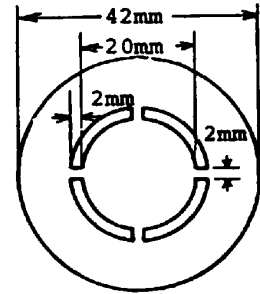


Fig.1 Formed filter paper

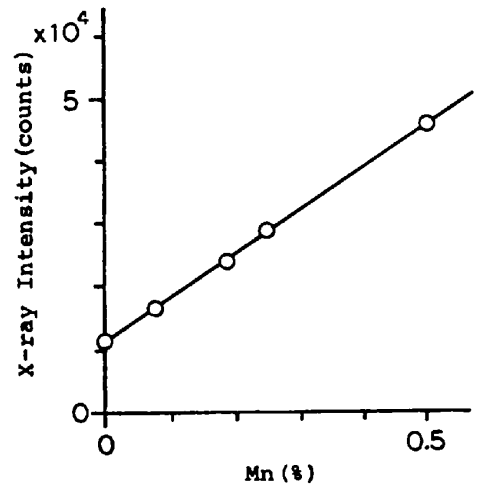


Fig.2 Calibration curve of Mn

Table 1 Coefficient of variation of each element with this method

element	Mn	Cu	Ni	Cr	Ti
standard value (%)	0.250	0.125	0.125	0.250	0.190
weight on the filter paper(μg)	3.50	1.75	1.75	3.50	2.66
C.V.(%)	1.04	3.32	4.62	1.92	1.17

element	V	Mo	Nb	Si	P
standard value (%)	0.190	0.125	0.125	0.250	0.038
weight on the filter paper(μg)	2.66	1.75	1.75	3.50	0.53
C.V.(%)	1.33	4.92	5.50	2.30	3.13