

(285) ガラスビード蛍光X線分析法における散乱X線の補正

川崎製鉄㈱ 技術研究所

安部 忠廣

○安井 規子

今村 太久次

1. まえがき

ガラスビード蛍光X線分析法において重元素については含有率が低くなると極端に分析精度が悪くなるという問題があった。このためにスキヤニングタイプ蛍光X線分析装置を用いて種々検討し、その原因が試料の組成の差による散乱X線(主としてコンプトン散乱)強度の変動によるものであることをつきとめ、回折位置近傍のバックグラウンド(以下B G という)補正により、分析精度を著しく改善させた。¹⁾しかしこの方法は一般に現場などで広く使用されているマルチチャンネルタイプの装置には適用できないので、今回はその装置を対象に簡単迅速に実施できる補正方法を検討した。

2. 実験方法

B G の変動は重なり補正として取扱えるが、補正定量法はまだ一般に採用されていないので各元素の測定位置におけるB G 強度を求めて補正する方法を考えた。Fig. 1 に鉄鉱石ガラスビード試料の蛍光X線回折図形を示す。いま試料の組成が異なると(a)の位置でも(b)の位置でもB G 強度は変化するが、しかしその比をとるとほぼ一定の値になる。従ってピークの重なりのない適当な位置でB G 強度を測定すれば、次式から各元素の測定位置でのB G 強度が求まり、補正ができる。

$$I_c(i) = I_n(i) - K(i) \times I_o \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $I_c(i)$: i 元素の補正後の蛍光X線強度

$I_n(i)$: i 元素の補正前の蛍光X線強度

I_o : 適当な回折角 θ_o における強度

$K(i)$: i 元素における補正係数。これはコンプトン散乱量の最も少ない酸化鉄(JSS802-3)を用いて実験的に求める。

3. 実験結果

結果の一例としてFig. 2 およびFig. 3 にCuの補正前後の検量線を示す。また I_o をRh コンプトン線および鉄鉱石中に含有されていないSe・Nbの測定位置(検出器)の強度としたときの補正結果(σ_d)を、定量補正法および前報の結果とともにTable 1 にまとめた。いずれの方法も検量線は良好で分析精度も著しく改善できる。

4. むすび

マルチチャンネル蛍光X線分析装置において、作業内容に応じた適当なチャンネルでB G 強度を測定して補正すれば、重元素の分析精度が改善できる。この補正法は鉄鉱石だけでなく、粉体試料全般に適用できる。

5. 参考文献 1) 安部忠廣, 安井規子: 鉄と鋼, 68, (1982), S1052

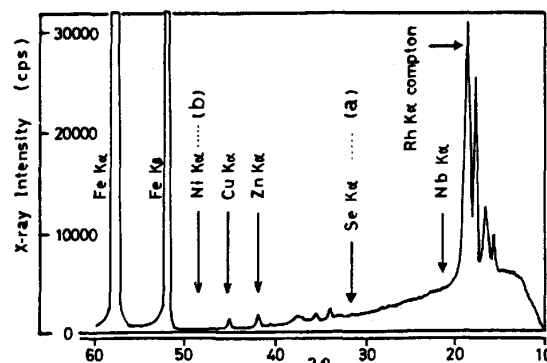


Fig.1 Fluorescent X-ray Spectrum of glass bead disc.

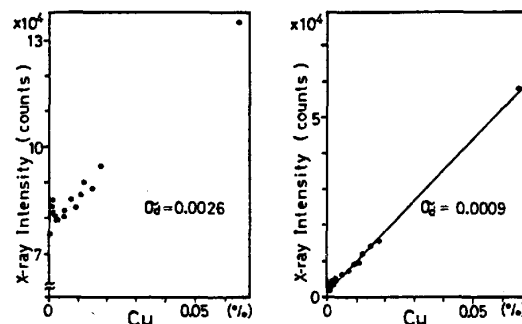


Fig.2 Before correction Fig.3 After correction

Table 1 Comparison of correction(σ_d)
n=19

method for correction	Zn	Ni	Cu
not corrected	0.0015	0.0015	0.0026
lj correction	0.0010	0.0010	0.0007
direct measurement of B.G.	0.0011	0.0007	0.0009
measurement of Rh Kα compton	0.0008	0.0007	0.0008
measurement of Se Kα	0.0007	0.0007	0.0007
measurement of Nb Kα	0.0006	0.0008	0.0009