けい光 X 線分析法によるポリエチレン中の微量の銅、 チタンおよびクロムの迅速定量法*

林 正 寿 ， 菅原 浩二** ， 下條 雅之***

(1968 年 12 月 18 日受理)

ポリエチレン中の微量の銅、チタンおよびクロムを迅速に分析するため、けい光 X 線分析法を適用し、良好な結果を得た。

まず、特に残留灰分の少ない高密度ポリエチレンの粉末に酢酸銅、フッ化チタン酸ナトリウムおよびクロム酸アンモニウムのメタノール溶液をそれぞれ所定量添加し、ロータリーエバポレーターでかき混ぜながら溶媒のメタノールを揮発除去することにより標準試料を調製した。これらの標準試料を使用して銅、チタンおよびクロムの検量線を作成した。試料の分析にあたっては、最高負荷 2 kW の金およびクロム対陰極の X 線管球を使った。

本分析法の定量範囲はそれぞれ下記のとおりである。

銅：濃度範囲 0.2~10 ppm で $\sigma=44\sim2\%$

チタン：濃度範囲 1~30 ppm で $\sigma=4\sim1\%$

クロム：濃度範囲 0.3~10 ppm で $\sigma=23\sim1\%$

なお、本分析法の分析所要時間は従来の化学分析法あるいは他の機器分析法に比較し、大幅に短縮することができ、ポリエチレン中の微量灰分元素の迅速定量法として非常に有効な方法であった。

1 緒 言

けい光 X 線分析法によるポリエチレン中の灰分元素（アルミニウム、塩素、チタンおよび鉄）を迅速に分析する方法については既報¹⁾ですでに報告したように、

i) 前処理のいらない非破壊直接分析であること、ii) 操作が簡単で従来の化学分析法、あるいは他の機器分析法に比較して分析所要時間が大幅に短縮できることなどの長所があり、ポリエチレン中の灰分元素の迅速定量法として非常に有効であることを述べた。

本報はこの方法をさらにポリエチレン中の微量の銅およびクロムの迅速定量法に拡張するために検討した。

またチタンの定量については既報¹⁾ですでに報告したが、本報では特に 30 ppm 以下の微量のチタンの定量について報告する。なお既報¹⁾の検量線作成用試料の調製法は基質ポリエチレン粉末に粉状の標準試薬を配合す

る方法であるのに対して、第 1 報¹⁾では、微量領域の配合むらを少なくするために基質ポリエチレン粉末に液状の標準試料を添加して、溶媒を蒸発除去する方法を試みた。

そこでこの両者の配合の不均一さによる誤差を 100 ppm 以下のアルミニウムおよび塩素について比較するとアルミニウムにおいては両者の方法とも配合の不均一さによる誤差が装置の変動および計数量の統計的変動などによる誤差とほとんど等しく差異が認められなかったが、塩素においては明らかに後者による方法のほうが配合むらが少ないことが確認されたため本報では後者の方法を採用した。

2 装置、試薬および測定試料

2.1 装 置

けい光 X 線装置：ポリエチレン中の銅の定量分析には既報¹⁾に述べたものと同じ装置を使い、ポリエチレン中のチタンおよびクロムの定量分析にはオランダフィリップス社製セミオート型けい光 X 線分析装置 PW 1220 を使用した。ただし X 線管球はオランダフィリップス社製の金対陰極 PW 2161/21 (最高負荷 2 kW)、クロム対陰極 PW 2168/21 (最高負荷 2 kW) および米国マクレット社製のタングステン対陰極 OEG 50 (最高負荷 1.8

* けい光 X 線分析法による高分子物質中の灰分元素の迅速定量法に関する研究 (第 2 報)。第 1 報は林正寿、菅原浩二、寺西 清：本誌，17，1502(1968)

** 三井石油化学工業株式会社総合研究所：山口県玖珂郡和木村

*** 三井石油化学工業株式会社千葉工場技術部試験課：千葉県市原市千種海岸

kW) であり, 波高分析器はオランダフィリップス社製のものを使用した。

ロータリーエバポレーター: 既報²⁾に述べたものと同一装置を使用した。

2.2 試 薬

(1) 銅標準溶液 (1.57×10^{-3} mol/l): 試薬特級酢酸銅を精製メタノールに溶かして調製した (1 ml = 0.1 mg Cu)。

(2) チタン標準溶液 (2.09×10^{-3} mol/l): 試薬特級フッ化チタン酸ナトリウム 0.4346 g を純水 200 ml に溶かし, さらに精製メタノールを加えて 1 l に調製した (1 ml = 0.1 mg Ti)。

(3) クロム標準溶液 (1.92×10^{-3} mol/l): 試薬特級クロム酸アンモニウム 0.2925 g を純水 50 ml に溶かし, さらに精製メタノールを加えて 1 l に調製した (1 ml = 0.1 mg Cr)。

2.3 基質ポリエチレン

既報²⁾に述べた方法によって調製したものを使用した。

2.4 測定試料

測定試料は特に実験的に重合した高密度ポリエチレンの銅, チタンおよびクロムの含有率の種々異なった粉末試料を測定に供した。

3 実験および結果

3.1 検量線作成用試料の調製法

ポリエチレン中の灰分元素の定量範囲をチタンで 0~30 ppm, 銅およびクロムで 0~10 ppm に定め検量線作成用試料を調製した。

まず基質ポリエチレン粉末 200 g と銅, チタンおよびクロムの標準溶液の所定量をロータリーエバポレーターに入れ, 約 100°C の温水浴上で常圧下回転混合しながらメタノールおよび水を蒸発除去し, さらに残留メタノールおよび水を完全に除くためにその配合試料を 70°C に保った真空乾燥器で 1 昼夜乾燥した。このようにしてチタンの 2, 4, 6, 8, 10, 20 および 30 ppm, 銅およびクロムの 2, 4, 6, 8 および 10 ppm の各検量線作成用の試料を調製した。

3.2 基質ポリエチレン中の残留銅, チタンおよびクロムの定量

3.2.1 基質ポリエチレン中の残留銅 およびクロムの放射化分析値 微量の銅およびクロムの分析に比較的精度の高い放射化分析法により基質ポリエチレン中の残

留銅およびクロムを定量した。

ポリマー中の銅およびクロムの非破壊放射化分析法に関しては, Sorantin, Guinn, 中井, 鈴木および武田らの方法²⁾⁶⁾を参考にして, 銅については ^{64}Cu 核種の崩壊によって生ずる 0.511 MeV, またクロムでは ^{51}Cr 核種の崩壊によって生ずる 0.325 MeV の各光電ピークによってそれぞれ定量した。その結果を Table I に示す。

Table I Activation analysis of base polyethylene

Elements	ppm
Cu	0.08 ± 0.02
Cr	< 0.05

なお, 熱中性子源は京都大学原子炉実験所の swimming pool 型炉を使用し, 銅の分析には炭酸ガス使用の気送管 (熱中性子束: $5 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$) 中で 20 分間照射し, 5 時間放置後またクロムの分析には傾斜照射孔 (熱中性子束: $2.5 \times 10^{11} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$) 中で 10 時間照射し, 30 日間放置後それぞれ非破壊法により測定した。

γ 線測定装置は TMC 社製 マルチチャンネル波高分析器 (Model 404C) を使用した。

3.2.2 基質ポリエチレン中の残留チタンの化学分析値 既報²⁾に述べた方法によって残留チタンを定量した結果 2.6 ± 0.2 ppm であった。

3.3 測定条件の選定

3.3.1 X線管球, 分光結晶 およびカウンターの選定

Fig. 1 は銅標準試料についてX線管球, 分光結晶およびカウンターを Table II のように組み合わせた場合における $\text{CuK}\alpha$ 線の測定例である。なお, 波高分析器はディファレンシャルで使用した。

Fig. 1 の $\text{CuK}\alpha$ 線の強度を比較すればわかるように, $\text{CuK}\alpha$ 線の励起源にタングステン対陰極のX線管球を使用するより金対陰極のX線管球を使用したほうが約 1.5 倍の強度が得られ, 逆にバックグラウンドは低い。しかも前者は後者に比較してX線管球から発生する $\text{CuK}\alpha$ 線の強度が高いことが観測された。

次の Fig. 2 はチタン標準試料についてX線管球分光結晶およびカウンターを Table II のように組み合わせた場合における $\text{TiK}\alpha$ 線の測定例である。なお, 波高分析器はディファレンシャルで使用した。Fig. 2 に示すように $\text{TiK}\alpha$ 線の励起源にクロム対陰極のX線管球を使用した場合, Table II の組み合わせにおいて, 分光結晶に LiF , カウンターにフローカウンターを選んでも

Table II Selections of X-ray tube, analysing crystal and counter

Spectrum	CuK α		TiK α		CrK α	
X-ray tube	Au-target, W-target		Cr-target, Au-target		Au-target	
Analysing crystal	LiF LiF		LiF EDDT LiF		LiF EDDT	
Counter	SC SC		FC SC FC FC		FC SC FC

Fig. 1 CuK α spectra and scattered X-rays obtained with analysing crystal of LiF and scintillation counter

Effect of Au-target and W-target X-ray tubes—I: Au-target X-ray tube operated at 50 kV, 40 mA; II: W-target X-ray tube operated at 45 kV, 35 mA; — Cu, 10 ppm; ---- The purified base resin

のが最も高い TiK α 線の強度が得られた。またこの分光結晶およびカウンターの組み合わせにおいて TiK α 線の励起源に金対陰極のX線管球を使用するよりクロム対陰極のX線管球を使用したほうが約3倍の強度が得られ、しかもバックグラウンドはいずれの組み合わせにおいてもほとんど変わらないことが観測された。なお、チタンの測定条件について本報と既報¹⁾とを比較すると、本報では TiK α 線の励起源に 2.0 kW のクロム対陰極のX線管球を使用しているのに対して既報¹⁾では 1.6 kW のタングステン対陰極のX線管球を使用した。

両者について TiK α 線の励起能力の面から比較すると本報のほうが既報に比べて理論的には4倍弱ほど能力が高いといえる。

また、本報においては測定時間は既報の5倍の100秒とし検出器は軽元素においてシンチレーションカウンターより感度の高いフローカウンターを使用した。

Fig. 2 TiK α spectra and backgrounds from Cr-target and Au-target X-ray tubes operated at 50 kV, 40 mA

Effects of X-ray tube, counter and analysing crystal—I: Cr-tube counter, FC crystal, LiF; II: Cr-tube counter, FC crystal EDDT; III: Cr-tube counter, SC crystal, LiF; IV: Au-tube counter, FC crystal, LiF; —, ---- Ti, 100 ppm; ---- The purified base resin

次の Fig. 3 はクロム標準試料について、分光結晶およびカウンターを Table II のように組み合わせた場合における CrK α 線の測定例である。また波高分析器は銅およびチタンの場合と同様にディファレンシャルで使用了。

Fig. 3 に示したように Table II の組み合わせにおいて、分光結晶に LiF, カウンターにフローカウンターを選んだのが最も高い CrK α 線の強度が得られた。

以上の検討結果から銅、チタンおよびクロムの測定には X 線管球、分光結晶およびカウンターをそれぞれ、Au-target tube-LiF-SC, Cr-target tube-LiF-FC および Au-target tube-LiF-FC の組み合わせを選定した。

3.3.2 バックグラウンド Fig. 1 の I のスペクトルからわかるように、CuK α 線の低角度側には金対陰極の

Fig. 13 CrK α spectra and backgrounds from Au-target X-ray tube operated at 50 kV, 40 mA

Effects of counter and analysing crystal—I: Counter, FC crystal, LiF; II: Counter, SC crystal, LiF; III: Counter, FC crystal, EDDT; —, --- Cr, 100 ppm; ---- The purified base resin

X線管球から発生する AuL β 線のコンプトン散乱線が存在し, しかもバックグラウンドは 2θ の低角度になるにつれて直線的に上に傾斜している. そのため CuK α 線の位置でのバックグラウンドを妨害線のない (A) および (A') の 2 点のバックグラウンドより比例計算により算出した.

また TiK α 線および CrK α 線のバックグラウンドについても Fig. 2 の I および Fig. 3 の I より CuK α 線の場合と同様に算出した.

3.3.3 X 線管電圧の選定 試料中の被検元素が X 線管球より発生する一次 X 線によって励起された場合に発生する被検元素の特性 X 線強度は X 線管球に加わる管電圧が一定でも X 線管電圧とともに変化することはすでに既報²⁾で述べた.

そこで銅, チタンおよびクロムの標準試料を使い管電圧一定におけるけい光 X 線強度と管電圧との関係を調べた. その結果を Fig. 4 に示した. Fig. 4 より銅, チタンおよびクロムともおのおのの元素の K α 線強度が 50~70 kV で最大になることが観測された.

さて, けい光 X 線強度を測定する場合には, i 元素のけい光 X 線強度と i 元素のけい光 X 線の波長におけるバックグラウンドとの和 N_I を測定し, バックグラウンドを N_B として測定して $(N_I - N_B)$ でけい光 X 線強度を表わすのであるから $(N_I - N_B)$ の統計誤差は (I) 式で表わされる.

Fig. 4 Relations between K α X-ray intensities of copper, titanium and chromium and supplied high voltage on X-ray tube

—▲— Au-tube load, 1 kW Cu, 30 ppm; —△— Au-tube load, 2 kW Cu, 30 ppm; —●— Cr-tube load, 1 kW Ti, 20 ppm; —○— Cr-tube load, 2 kW Ti, 20 ppm; —■— Au-tube load, 1 kW Cr, 20 ppm; —□— Au-tube load, 2 kW Cr, 20 ppm

$$\sigma = \frac{(N_I + N_B)^{1/2}}{N_I - N_B} \times 100 (\%) \quad \dots\dots\dots (1)$$

そこで (1) 式を使って算出した銅, チタンおよびクロムの標準試料についての管電圧一定におけるけい光 X 線の統計誤差と管電圧との関係を Fig. 5 に示した. Fig. 5 よりけい光 X 線の統計誤差は銅, チタンおよびクロムとも 65~70 kV で最低になり, それ以上の管電圧では, 徐々に上昇することが確認された.

したがって, 銅およびチタンの測定においては X 線管電圧を 2 kW および管電圧を 65 kV に, クロムの測定には, X 線管電圧を 2 kW および管電圧を 70 kV にそれぞれ選定した.

3.4 検量線の作成

検量線はポリエチレン中の銅の分析について粉末試料測定用とペレット試料測定用に, チタンおよびクロムについては粉末試料測定用に作成した. 試料のひょう取量および成型方法は既報¹⁾に述べたとおりで, 測定試料は同一配合試料から各 5 個ずつ作成し, Table III に示す測定条件で標準試料と交互に CuK α 線, TiK α 線, CrK α 線およびバックグラウンドの値を測定し, 標準試料の計数値を用いて比例計算により測定試料の計数値を補正した.

さて, 金対陰極の X 線管球を用いて CuK α 線を測定する場合, Fig. 1 よりわかるように基質ポリエチレン (放射化分析値 Cu, 0.08 ± 0.02 ppm) を測定しても

Table III Conditions of measurement

Elements	Cu	Ti	Cr
Analysing crystal	LiF	LiF	LiF
Counter	Scintillation counter	Flow counter	Flow counter
Path of X-ray	Vacuum	Vacuum	Vacuum
Target	Au	Cr	Au
Voltage	65.0 kV	65.0 kV	70.0 kV
Current	30.7 mA	30.7 mA	28.5 mA
Pulse height analyser	High voltage	870V	1670V
	Attenuation	2	1
	Lower level	70	180
	Window	280	180
Line measured	Peak	TiK α at 86.07° 2 θ ,	CrK α at 69.26° 2 θ ,
	Back-grounds	at 47.00°, 48.00°, 49.00° 2 θ	at 65.60°, 72.92°, 2 θ
Time for counting	80 sec	100 sec	100 sec
Standard sample	30 ppm	100 ppm	100 ppm

Fig. 5 Relations between probable error of X-ray intensity and supplied high voltage on X-ray tube

—▲— Au-tube load, 1 kW Cu, 30 ppm; —△— Au-tube load, 2 kW Cu, 30 ppm; —●— Cr-tube load, 1 kW Ti, 20 ppm; —○— Cr-tube load, 2 kW Ti, 20 ppm; —■— Au-tube load, 1 kW Cr, 10 ppm; —□— Au-tube load, 2 kW Cr, 10 ppm

CuK α 線のブラッグ角の位置にかなりの強度のピークが認められた。このピークは残留している銅によるものでなく、3.3.1 で述べたように大部分がX線管球から発生する CuK α 線に基因したものである。

したがって、検量線作成用試料中の銅の定量には試料の CuK α の $2\theta=45.02^\circ$ のピークの計数値、基質ポリエチレンのピークの計数値および試料のバックグラウンドの計数値を測定し、試料のピークの計数値より基質ポ

リエチレンのピークおよびバックグラウンドの計数値を差し引いた値をもって、CuK α 線の強度とした。

また、チタンおよびクロムについてもX線管球の対陰極不純物などから発生する TiK α 線または CrK α 線を考慮して前述の銅の場合と同様にして TiK α 線および CrK α 線の強度を算出した。

3.2 で述べた放射化分析および化学分析によれば基質ポリエチレン中には銅が 0.08 ppm、チタンが 2.6 ppm 残留しているので、これらの値を補正して検量線を作成した。ただし、クロムの残留値は 0.05 ppm 以下であるので無視した。その結果を Fig. 6 に示した。

3.5 ポリエチレン中の銅、チタンおよびクロムの定量 検量線作成の場合と同じ条件で、ポリエチレン中の

Fig. 6 Calibration curves for copper, titanium and chromium

Cu: —▲— Tablet, —△— Press sheet; Ti: —●— Tablet; Cr: —■— Tablet

Table IV Analytical results of Cu in polyethylene

Notation of sample	Analytical results by X-ray fluorescence (ppm)						Standard deviation (%)	Activation analysis (ppm)
	1	2	3	4	5	$\bar{x}$		
Cu-1††	0.2	0.3	0.1	0.1	0.2	0.2	43.5	0.20
Cu-2††	0.6	0.3	0.5	0.6	0.4	0.5	18.8	0.38
Cu-3†	1.6	1.5	1.6	1.5	1.6	1.6	4.4	1.65
Cu-4†	2.2	2.4	1.9	1.9	2.2	2.1	3.3	1.97
Cu-5†	5.4	5.5	5.0	5.2	5.5	5.3	1.3	4.13

† Tablet; †† Press sheet

Table V Analytical results of Ti in polyethylene

Notation of sample	Analytical results by X-ray fluorescence (ppm)						Standard deviation (%)	Chemical analysis (ppm)
	1	2	3	4	5	$\bar{x}$		
Ti-1	1.4	1.4	1.4	1.4	1.3	1.4	3.6	1.9
Ti-2	4.0	4.1	4.1	4.1	4.0	4.1	1.7	5.6
Ti-3	7.2	7.4	7.3	7.3	7.2	7.3	1.2	7.6
Ti-4	14.2	14.2	14.2	14.2	14.1	14.2	1.2	17.0
Ti-5	22.6	22.9	22.7	22.6	22.7	22.7	0.5	24.0

Table VI Analytical results of Cr in polyethylene

Notation of sample	Analytical results by X-ray fluorescence (ppm)						Standard deviation (%)	Activation analysis (ppm)
	1	2	3	4	5	$\bar{x}$		
Cr-1	0.3	0.4	0.3	0.4	0.3	0.3	23.3	<0.1
Cr-2	2.1	2.2	2.2	2.1	2.1	2.1	3.3	2.1
Cr-3	5.1	5.1	4.8	4.8	4.8	4.9	3.4	2.7
Cr-4	6.2	6.4	6.5	6.5	6.4	6.4	1.9	7.9
Cr-5	9.8	9.8	10.0	10.0	10.0	9.9	1.1	16.3

銅, チタンおよびクロムの定量を行なった。

その結果を Table IV~Table VI に示した。銅およびクロムとも 定量値の低下 にもない 標準偏差が増加し、0.2~0.5 ppm では 18% 以上になり 定量限界に近いといえる。

またチタンでは 定量限界が 1 ppm 程度と考えられる。

4 考 察

4.1 検量線作成用試料中の銅, チタンおよびクロムの配合の誤差

前述のように、本報は既報²⁾に述べた方法に従って基質ポリエチレンに各標準溶液を配合して検量線作成用試料を調製し、微量領域での配合むらをなくすように努めた。

そこで、既報²⁾と同様な方法により、これらの検量線作成用試料の配合の不均一さによる誤差を測定した。その結果を Fig. 7 に示した。Fig. 7 からチタンについては、配合の不均一さによる誤差が装置の変動および計数量の統計的変動などによる誤差とほとんど等しく、かな

Fig. 7 Standard deviation of statistical errors and errors of disproportional distribution in standard samples

Cu : —▲— Error of disproportional distribution, —△— Statistical error; Ti : —●— Error of disproportional distribution, —○— Statistical error; Cr : —■— Error of disproportional distribution, —□— Statistical error

り均一に配合されていることを確認した。

なお、配合むらについて 30 ppm 以下の領域で本報と既報¹⁾とを比較してみると、本報のほうがわずかながら配合むらは少ないことが確認された。

しかし銅およびクロムについては 5 ppm 以下の低濃度で配合が不均一であることを示しているが、検量線の作成に影響を与える程度ではなかった。

4.2 共存元素の影響

すでに既報¹⁾で実証済みのように、炭素よりなるポリマー中の微量元素の分析では、被検元素のけい光X線強度が共存他元素による影響をほとんど受けない。したがって、本報においても既報¹⁾のX線強度式により共存他元素(チタン、クロム、鉄および銅)の量が 200~300 ppm 以下の場合には影響をほとんど受けないと推察される。

4.3 放射化分析法および化学分析法との比較

未知試料について本分析法による定量値と放射化分析法または化学分析法による値とを比較した。その結果を Table IV~VI に示した。

なお、放射化分析は 3.2.1 の方法を、化学分析は既報¹⁾に述べた方法に従った。

本分析法による定量値と放射化分析値または化学分析値を比較するとチタンについて、Table V からわかるように試料 Ti-4 では本分析法による定量値が 14.2 ppm であるのに対して、化学分析値は 17.0 ppm と大きく違っている。しかしながらこれ以外のチタン試料および Table IV に示した銅試料では両法による定量値はかなりよい一致を示した。

またチタンの定量値の誤差について本報と既報¹⁾とを比較すると、本報のほうが誤差が少なく 23 ppm 以下で既報¹⁾の 1/5 以下であることが確認できた。

またクロムについては、Table VI からわかるように、試料 Cr-3 では放射化分析値が 2.7 ppm であるのに対して、本分析法による定量値は 4.9 ppm で前者が後者に比べてより低い値を示した。

これに対して試料 Cr-5 では放射化分析値が 16.3 ppm であるのに、本分析法による定量値は 9.9 ppm と逆の結果が得られた。

このような両法による定量値のばらつきは主として試料の採取場所の違いによるものと考えられる。

しかしながらこのような微量領域の分析としてはかなりよい一致を示したと考えられる。

以上述べたように、本分析法はポリエチレン中の 1 ppm 程度までの微量の銅、チタンおよびクロムを直接非破壊的に、しかも精度よくかつ迅速に定量する方法である。

終わりに、放射化分析に関してご指導を賜わっている京都大学原子炉実験所岩田志郎助教授に深謝いたします。また本研究の機会を与えられ有益な助言を賜った当研究所山形 京所長、松田孝夫技術開発部長、中山正三研究第一部長および増田嘉弘第 11 研究室長に深謝するとともに本実験に協力された久村展康、伊藤嘉国および高木律子の各氏に感謝します。

文 献

- 1) 林 正寿, 菅原浩二, 寺西 清: 本誌, **16**, 1328 (1967).
- 2) 林 正寿, 菅原浩二, 寺西 清: 同上, **17**, 1502 (1968).
- 3) H. Sorantin, P. Patek: *Z. Anal. Chem.*, **211**, 99 (1965).
- 4) V. P. Guinn, C. D. Wagner: *Anal. Chem.*, **32**, 317 (1960).
- 5) 中井敏夫, 岡田 実: 同位体と放射線, **4**, 66 (1961).
- 6) 日本分析化学会高分子分析研究懇談会編: “機器による高分子分析”, II, p. 172 (1964), (広川書店).

☆

Rapid determination of micro-amounts of copper, titanium and chromium in polyethylene by X-ray fluorescence spectrometry. Seiju HAYASHI, Koji SUGAHARA* and Masayuki SHIMOJO** (*Research Center, Mitsui Petrochemical Industries, Ltd., Waki-mura, Kuga-gun, Yamaguchi-ken; **Testing and Inspection Division, Technical Department, Chiba Works, Mitsui Petrochemical Industries, Ltd., Ichihara-shi, Chiba-ken)

A fluorescent X-ray method was proposed for the rapid determination of micro-amounts of copper, titanium and chromium in polyethylene.

The calibration curves were drawn on synthetic standard prepared by mixing standard solutions of cupric acetate, sodium hexafluorotitanate and ammonium chromate in alcohol, each corresponding to 0~30 ppm of the inspected element into purified high-density polyethylene, and by evaporating the alcohol to dryness under reduced pressure.

The method showed close agreement with the results given by the activation analysis and chemical analysis, and the accuracies were, Cu: =44~2% for 0.2~10 ppm, Ti: =4~1% for 1~30 ppm and Cr: =23~1% for 0.3~10 ppm.

(Received Dec. 18, 1968)