

蛍光X線分析装置

ZSX Primus IV



1. はじめに

蛍光X線分析法は機器分析の1つで、含有元素の組成を求める分析手法であり、他の機器分析と比較して高精度が得られるため、日常的な品質管理分析に幅広く用いられています。また、工程の故障解析分析および材料や製品の研究・開発に対しても有効な分析手法となっています。

これまで、リガクの大型の走査型波長分散蛍光X線分析装置ZSX Primusシリーズには、用途別に、上面照射型ハイエンド機ZSX Primus II、普及機ZSX Primus III+, ハイエンド機の下面照射型ZSX Primusがラインアップされていました。上面照射型は、粉末試料を扱う場合に飛散の心配が少なく、加圧成形性を向上させるバインダーや試料フィルム等も通常不要であり、バインダーとの混合による不均一性、試料保護フィルムによる感度低下、フィルム不純物の影響を受けることなく高精度に分析できることが特長です。

この度、ZSX Primus IIの後継機として、さらに性能・機能を向上させたZSX Primus IVを開発しました。

主な特長は次の通りです。

- ① XRFの初心者の方でも安心して分析が行える“定量アプリケーション自動設定機能”
- ② 高精度・高感度、高スループットの実現
- ③ 操作性とインテリジェンスを兼ね備えた“ZSX Guidance”ソフトウェア

“ZSX Guidance”では、従来のソフトウェアをさらに進化させ、分析者のオペレーションをアシストする機能を強化しました。本稿では、“ZSX Guidance”の新機能“定量アプリケーション自動設定機能”の一部をご紹介します。

2. 定量アプリケーション自動設定

日常分析では多くの場合、検量線法を用いて管理分析が行われています。検量線の作成時に、よく見られる設定ミスの例を紹介します。

〈事例〉

- ・ 共存元素の重なり的大きい分析線を選択
- ・ バックグラウンド角度を妨害線の近傍に設定
- ・ マトリックス補正の設定がされていない、または適切でない
- ・ 重なり補正の設定がされていない、または、適切でない
- ・ 分析元素に影響のある元素が測定されていない

定量アプリケーション自動設定機能は、これらの設定ミスをなくすため、注目成分を定量分析するための測定条件や各種補正条件を自動的に設定する機能です。

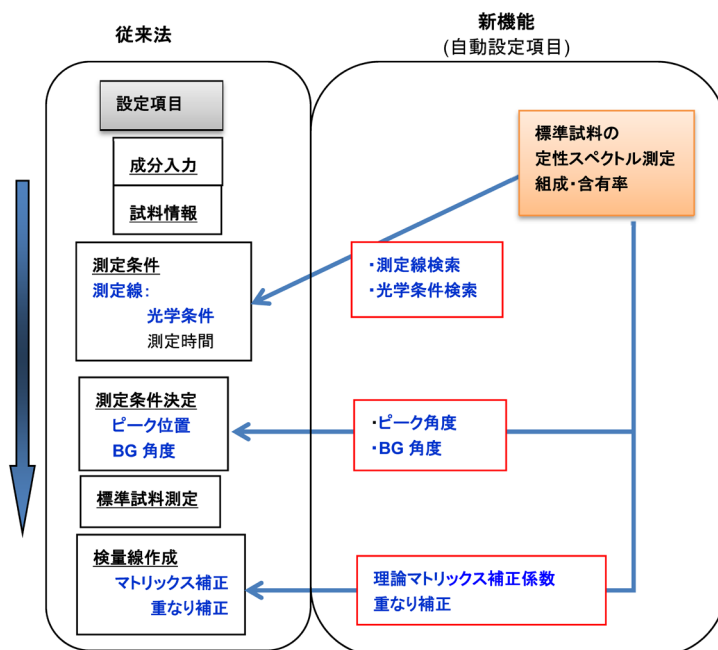


図1. 定量アプリケーション作成における従来法と新機能（自動設定項目）。

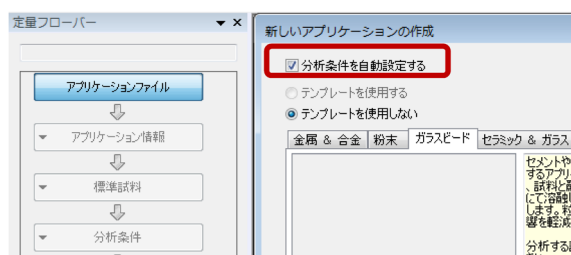


図2. 定量アプリケーション自動設定機能の選択.

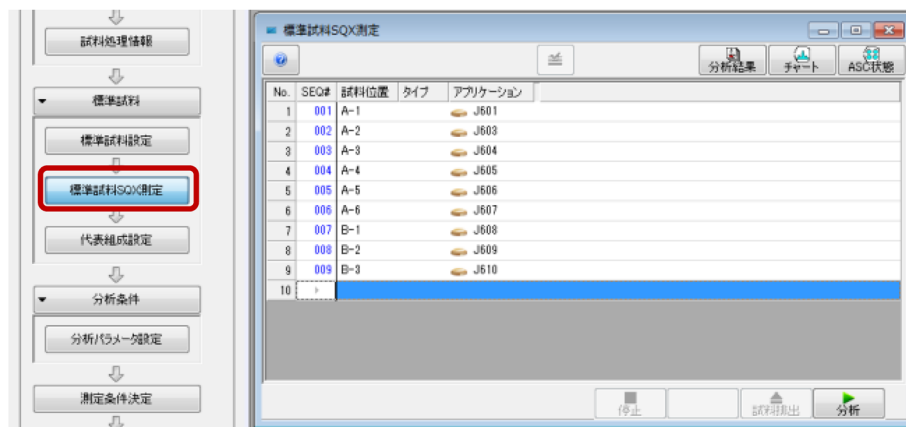


図3. 標準試料SOX測定画面

定量アプリケーション作成において、従来法と新機能との比較を図1に示します。

従来法では、定量アプリケーション作成時は、測定する成分と試料情報（標準試料の標準値、試料形態）を入力し、分析者が測定線、光学条件、各種補正（マトリックス補正、重なり補正）を設定していました。これらの個々の設定が分析者にとって煩雑であり、また、蛍光X線の知識を必要とすることから、もっと簡

単に間違えることなく設定できることが望まれていました。今回、この設定の自動化に対応した新機能を搭載しました。

【自動設定機能の操作の概要 新機能の概要シーケンス】

定量アプリケーション新規作成時に“分析条件を自動設定する”を選択します(図2). 続けて試料情報

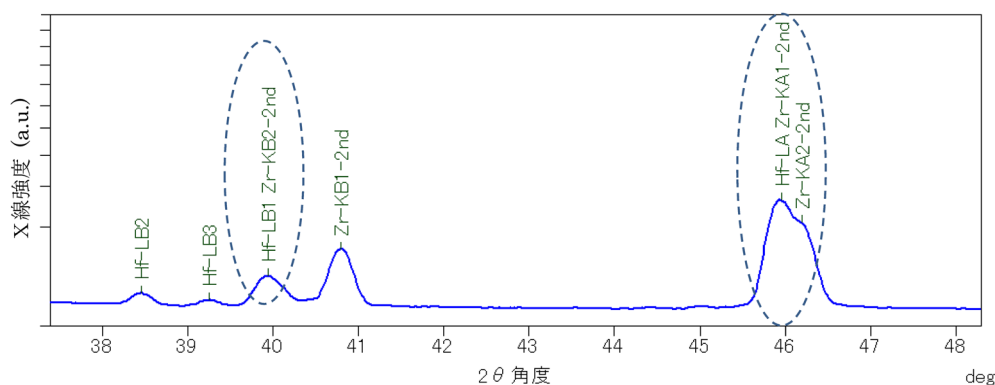


図4. Hf-L α とHf-L β_1 付近の定性チャート.
分光結晶: LiF (200) 検出器: SC

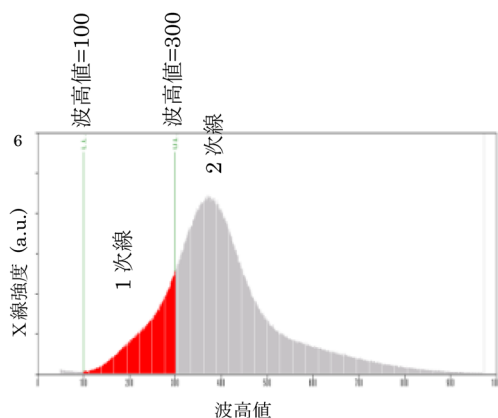


図5. Hf-L α 波高分布曲線.

や検量線用標準試料の組成・標準値の入力後, “標準試料SQX測定”を起動し, 標準試料を試料交換機の指定位置にセットし測定を開始すると, 半定量分析プログラムSQX測定が実行されます(図3)。

SQX測定完了後, 試料情報も使用してSQX計算が自動的に行われます。SQX計算では, 全ての定性分析結果を使用するとともに, 設定された元素以外の検出元素も考慮しながら, 元素ごとの蛍光X線の線種, およびピーク角度・バックグラウンド角度を自動設定します。また, SQX分析データから, 選択された分析線のネット強度を求め, 必要なマトリックス補正, 重なり補正を行い仮の検量線を作成し, 最適な分析条件が自動決定されます。後は, 定量フローバーに従い自動決定された条件で標準試料測定を行い, 自動設定された補正条件をそのまま使用して検量線を作成することができます。

3. 定量アプリケーション自動設定の使用例

ジルコニア中の酸化ハフニウム(HfO_2)の分析を例にとって, この機能の具体的な効能を説明します。

ハフニウムの分析線は主にL α 線またはL β_1 線を使用しますが, 図4に酸化ハフニウム(1.59 mass%含有)のHf-L α とHf-L β_1 付近の定性チャートを示します。通

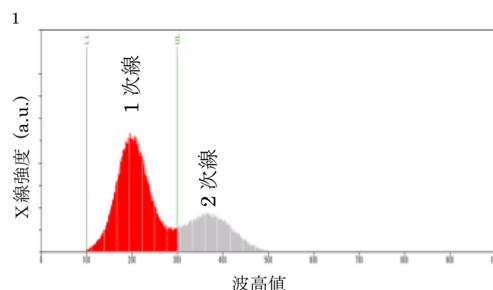


図6. Hf-L β_1 波高分布曲線.

常L α とL β_1 の強度は同程度ですが, この定性スペクトルではL α 線の強度がL β_1 線より非常に強いことが分かります。Hf-L α およびHf-L β_1 の波高分布曲線を図5, 6に示します。波高分布曲線の波高値(エネルギー)200付近が測定対象となる1次線であり, 2倍の波高値400付近は妨害線である2次線です。図5ではHf-L α が波高値200に存在すべきですが, 主成分であるジルコニウムのZr-K α_1 線の2次線(Zr-K α_1 -2nd)の高強度であり, その2次線のすそが1次線領域に重なっており, 通常のPHA条件である100-300では, ほとんどの強度がZr-K α_1 -2ndであることがわかります。一方, 図6では1次線Hf-L β_1 線が, 主成分ジルコニウムのZr-K β_2 の2次線であるZr-K β_1 -2ndとは明確に分離していることがわかり, 通常のPHA条件である100-300で, ほとんど2次線の影響なしで測定可能なことがわかります。

上記のような妨害線の状況をソフトウェアが自動的に判断して, ハフニウムの測定線にHf-L β_1 線を選択しますので, 分析者は測定線の選択で迷う必要がありません。なお“標準試料SQX測定”では全元素領域の定性分析をしていますので, 例えば試料情報として主成分がジルコニウムと設定されていなくても, SQXで得られた情報を用いてソフトウェア上で自動判断しますので, 最適な測定線を自動的に設定することができます。

4. おわりに

定量アプリケーション自動設定の便利な機能の一部を紹介しました。蛍光X線分析技術に関するデータベースと高度な判断機能が組み込まれたソフトウェアが、専門家並みの働きをします。このようにして検量線を作成するための予備測定から定量条件の設定までの最も重要なプロセスを、自動的にしかも確実にできるため、分析者への負担が大幅に軽減されると同時

に、分析結果の信頼性も向上します。

ZSX Primus IVは、使いやすさと専門性を同時に両立させたオペレーションソフトウェアを搭載し、蛍光X線分析に不慣れな方にも安心して使用して頂けます。また新開発のハードウェアの採用により、感度・精度・スループットなどの分析性能も合わせて向上させており、工程管理分析はもとより研究開発にも幅広く使用して頂ける装置です。