

蛍光X線分析装置

ZSX Primus 400



1. はじめに

蛍光X線分析法は固体試料をそのまま分析できることを特長とする元素分析法の1つです。試料の前処理が簡便で装置の安定性も高いことから再現性の高い分析が可能です。特に波長分散型は製造業における工程管理や品質管理などの管理分析によく用いられています。また、波長分散型の中でも走査型は標準仕様で酸素からウランまでの元素分析に対応していることから研究開発や受け入れ検査など広い用途に用いることが可能です。ハイエンド機種は試料ステージと試料観察機構を搭載して微小部位のポイント分析やマッピング分析も行うことができ異物分析や異状解析など応用範囲はますます広がっています。

リガクの波長分散型走査型蛍光X線分析装置ZSX Primusファミリーには上面照射型ハイエンド機ZSX Primus IV、上面照射型普及機ZSX Primus III+, 下面照射型ハイエンド機ZSX Primusがラインアップされています。これらの機種はすべて測定試料を試料ホルダーにセットして装置内へ導入する機構であるため、試料の大きさは試料ホルダーサイズ以下に限定されます。しかし、試料を小さく加工することなく製品サイズのまま高精度な波長分散型装置で測定したいという要望も少なくないことから、試料サイズや形状の制限を大幅に緩和した大型試料対応蛍光X線分析装置ZSX Primus 400を開発しました。ZSX Primus 400は、旧ZSX400をベースとしてハイエンド機ZSX Primus IVの

最新機能を採用して、ZSX Primusファミリーの一員としてリニューアルしました。

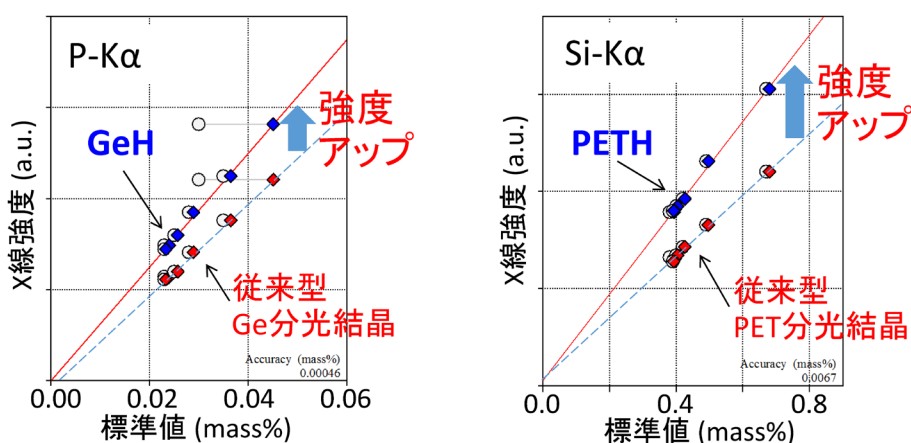
2. ZSX Primus 400の特長

ZSX Primus 400は下面照射型の光学系を採用し、極薄ベリリウム窓の高出力4kW X線管を搭載しています。最大10枚の分光結晶が搭載可能で、ベリリウムからウランまでの元素分析に対応します。ダイヤフラム（視野制限）は5サイズあり、最小0.5 mm径からの分析が可能です。試料ステージを標準搭載しておりマッピング測定にも対応しています。さらに、試料観察機構を選択しますと微小スポットの分析や微小領域のマッピング分析を画像上で設定し精密に行うことが可能です。

ZSX Primus 400の最大の特長は測定対応できる試料のサイズ、形状に対する自由度の高さにあります。直径400 mm、厚さ50 mmまでの試料が測定可能であり、重量は30 kgまで対応しています。試料アダプターシステムを採用しており、この試料アダプターを交換することで様々なサイズの試料に対応することが可能です（図1）。大きな試料向けのアダプターに加え、多数の試料を一度にセットするアダプターもあり、試料の連続測定が可能です。複数の試料それぞれに対してマッピング分析を指定することもできます。試料アダプターは独自の試料形状・サイズ・試料個数に合わせた専用の特注品作製のご相談もお受けしています。



図1. アダプターシステム.


図2. GeH, PETH 新分光結晶による感度の向上.
図はステンレス中のリンおよびケイ素の検量線.

また、汎用性の高いZSX Primus ファミリーの一員としてZSX400より幅広い品種の試料を安心して分析できるよう装置および試料に対する保護機能を追加しました。

以下、変更点を中心に紹介します。

3. 機能の向上

3.1. ZSX Guidance ソフトの搭載

最新のオペレーションソフト ZSX Guidance を搭載しました。ZSX Guidance は使いやすさと専門性の向上を目標に多数の改善を行って ZSX Primus IV に搭載された最新ソフトです。ZSX Guidance で提供される高い操作性、分析ノウハウを ZSX Primus 400 でも利用することができます。

3.2. 高感度分光結晶

ZSX Primus IV で採用された高感度分光結晶である PETH 結晶、GeH 結晶を標準結晶として搭載しました。

PETH 結晶、GeH 結晶は従来の同等分光結晶より約 30% 反射強度が向上しており、アルミニウムから塩素の元素範囲でより高感度の測定が可能です。図2には新分光結晶と従来の分光結晶の比較を示します。さらに、ベリリウム、ホウ素用新分光素子 RX85 も選択可能です。RX85 は既存の分光素子と比較して約 30% X 線強度が向上します。

3.3. 1 次 X 線フィルター

1 次 X 線フィルターは 4 種類を標準搭載し、ZSX Primus ファミリーと共通化しました。1 次 X 線フィルターを適用した FP ライブラリも登録されています。

ZSX400 でオプション追加が可能だった回折線除去フィルターも引き続き選択できます。結晶質試料分析時に、試料からの回折線の影響を低減することが可能です。

3.4. 試料観察機構

試料観察用カメラの撮像素子は 500 万画素に強化し

ました。高精細な試料イメージ画像上で測定位置の決定が可能です。

4. 安全・安心への機能強化

4.1. 光学系保護フィルム

粉末系試料測定時の万一の試料落下事故に備え光学系保護フィルムを搭載しました（測定径 30 mm 限定）。落下事故が発生した場合でも分光室内の光学系へのダメージを防ぎ、迅速な復旧を可能にします。

4.2. 管球保護用フィルター

今回新たに管球保護用ベリリウムフィルターを 1 次 X 線フィルターの一つとして追加選択できるようになりました。測定中に万一試料が落下しても X 線管のベリリウム窓に直接接触することを防ぎ損傷を回避します。

4.3. 試料保護

1 次 X 線フィルターは、分析の妨害になる X 線管からの特性 X 線をカットしたり、バックグラウンド成分を低減して S/N 比を向上させたりする目的で搭載されています。一方、1 次 X 線フィルターを用いると照射 X 線を減衰させるだけでなく X 線管からの熱も遮るた

め試料に対するダメージを低減する効果があります。この働きを積極的に利用することで試料保護を強化することが可能です。EZ スキャンの測定条件は 1 次 X 線フィルターを用いる条件を標準条件にしており、熱や X 線照射による試料ダメージを低減します。また、万一測定中に装置のトラブルが発生して測定が停止した場合は、最も遮蔽効果の高い Ni400 フィルターが自動挿入され、試料を保護します。

5. おわりに

ZSX Primus 400 は現行の ZSX Primus ファミリーの分析性能・機能はほぼそのままに、より大型の試料も測定できる装置として開発しました。多様なサイズ・形状の試料測定だけでなく、1 つのアダプターにセットした複数試料を個別にマッピング測定できるなど工程管理分析から研究開発までの広い分析用途においてこれまでにない運用も期待できる装置です。

なお、ZSX Primus 400 は中小企業経営強化税制の認定を取得済みであり、導入いただくと固定資産税の特例に加え、即時償却または税額控除の適用を受けることができます（2018 年 1 月現在）。