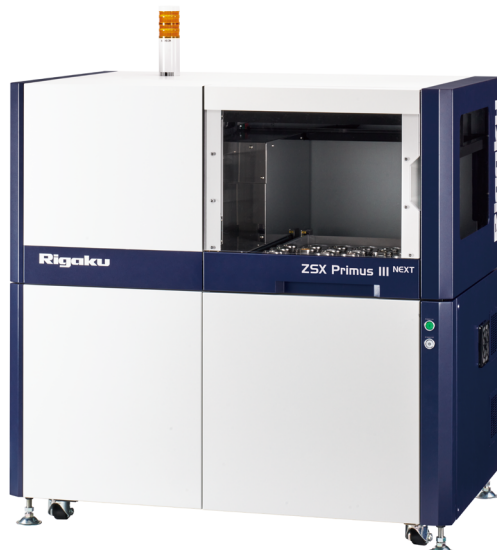


波長分散型蛍光X線分析装置 ZSX Primus III NEXT



1. はじめに

蛍光X線分析法は、試料中に含有する元素を簡便な前処理で、迅速かつ非破壊に分析することが出来る元素分析手法の1つです。さらに測定再現性が優れている点から、鉄鋼、セメント、耐火物等の工程管理や品質管理分析に幅広く用いられています。

リガクの波長分散型蛍光X線分析装置ZSX Primusシリーズには上面照射型ハイエンド機ZSX Primus IV、下面照射型ハイエンド機ZSX Primus IVi、大型試料対応蛍光X線分析装置ZSX Primus400をラインナップし、ご要望に応じて最適な装置を提供してまいりました。この度、上面照射型普及機であるZSX PrimusIII+の後継機として、ハード・ソフト両面の性能・機能の向上および日々の分析サポート面を強化したZSX Primus III NEXTを開発しました。ZSX Primus III NEXTの特長を下記に示します。

●高速・高精度

- ・測定制御シーケンスの最適化による高スループットを実現
- ・デジタルマルチチャンネルアナライザ(D-MCA)搭載により、高強度のX線を精度よく測定可能

●設定・測定・解析のサポート強化

- ・実績のあるZSX Primus IVのソフトウェア「ZSX

Guidance」のルーチン分析を強化

- ・D-MCA データをフル活用し、精度向上を実現
 - ・定量フローバーの測定条件決定画面の機能強化
 - ・1回の定量分析結果に対する推定される標準偏差を表示
 - ・スケジューラー機能による日常分析管理の効率化
- 安全・安心
- ・上面照射方式で粉末試料も安全に測定
 - ・装置内への粉塵侵入を抑制
 - ・測定中にパソコンとの通信が途絶した場合、試料を自動排出する安全機能を搭載
 - ・装置状態監視機能と分析結果との連携強化
- アプリケーション連携サポート強化
- ・ユーザー装置間のアプリケーション条件移行が容易
 - ・データバック機能でサービスサポートやアプリケーションサポートを迅速化

上記の中から、定量フローバー測定条件決定画面における妨害線を考慮したBG(バックグラウンド)角度自動検索機能およびアプリケーションサポートについて紹介いたします。

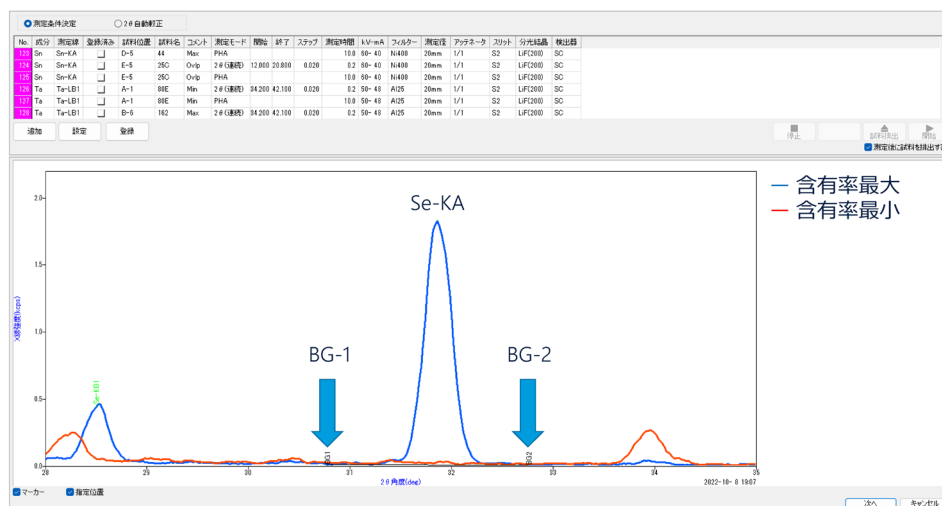


図1. 従来方法で設定したBG位置.

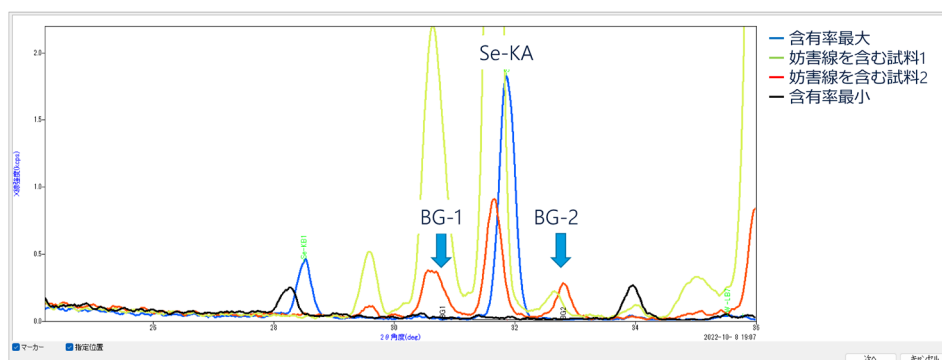


図2. 妨害線を含む標準試料と含まない試料のスペクトル重ね書き.

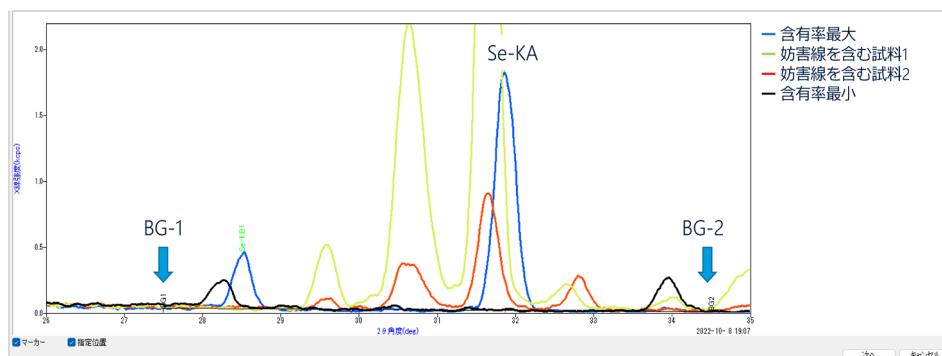


図3. BG角度検索で設定されたBG位置とそのBG位置で作成した検量線.

(a) 従来方法で設定したBG位置で作成した検量線

(b) BG角度検索機能で設定された位置で作成した検量線

2. 妨害線を考慮したBG(バックグラウンド)角度自動検索機能

ZSX Primus III NEXTの測定条件決定画面では分析線に対し妨害線(1次線, 高次線含む)を含む標準試料を自動的に抽出し, 測定完了後に分析線の参照スペクトルと重ね書きした結果からBG角度を自動検索する機能を追加しました. 参照スペクトルとの重ね書きを実行後, 新たに追加された“BG角度検索”を実行させることによって妨害線情報を含む参照スペクトルを考慮

して妨害線の影響を最小にするBG角度候補を表示させることができます. この新機能の例として, 高合金中に存在するセレン(Se)の分析例を紹介いたします.

検量線を作成する際, 分光結晶やスリットなどの光学系条件および測定線のピーク角度やBG角度を決定するため, 測定条件決定画面でモニタリング作業を行っています. 従来機では標準試料情報の中から自動抽出された分析元素の含有率最大, 最小の試料の測定結果だけを用いたモニタリング作業が行われていまし

た(図1)。

この高合金分析用の標準試料セットには共存元素としてタングステン(W)、タンタル(Ta)と鉛(Pb)が含まれている試料が存在します。これらの元素が多く含有する試料を測定し、図1のデータに重ね合わせると適切なBG位置と思われた位置に標準試料に含有する共存元素由来のピークが重なっていることがわかります(図2)。今回の新機能を用いることで、従来の含有率情報だけでなく妨害線を考慮したモニタリングを行うため、より適切なBG位置を自動設定できます。測定完了後に自動実行される分析線の参照スペクトルを確認した後、“BG角度検索”機能を使用することで、妨害線の影響を最小にするBG角度位置候補が表示されます(図3)。従来方法と本機能を用いた場合の検量線比較結果を図4に示します。図4より、本機能を用いることにより、適切なBG設定が容易となり、検量線作成作業効率の向上と精度の良い検量線作成のサポートが可能となりました。

3. アプリケーションシェアリングサポート

ZSX Primus IVi リリース時に導入しましたアプリ

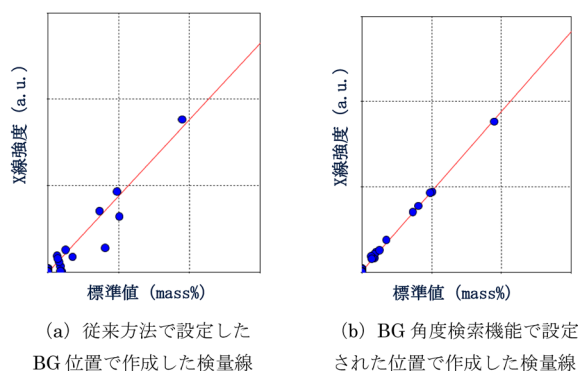


図4. 従来方法と新機能による検量線の比較。

ケーション条件(定量・定性)移行機能をZSX Primus III NEXTにも搭載しました。それに伴い、ZSX Primus III NEXT, ZSX Primus IVとZSX Primus IViの複数機種間の連携が容易となるため、確立された補正・測定条件が設定されているアプリケーションファイルを容易に移行ができ、既設装置に対する分析の立上げまでユーザーが簡単にできます。また、将来的な装置更新の際にも既存アプリケーションのスムーズな移行に役立ちます。さらに、遠隔地でのアプリケーション立上げや、互いの装置間で日常のドリフト補正結果などの装置状態の把握も容易に行うことができます(図5)。

また、リガクオリジナルの産業別アプリケーションパッケージを提供いたします。検量線定数、各種パラメータを格納したプリキャリブレーションパッケージや認証標準試料付のアプリケーションパッケージをご用意しており、アプリケーションの構築をサポートします。以下に、代表的な2つのパッケージをご紹介します(図6)。

○プリキャリブレーションパッケージ

OXIDE-FB-PAK

44点の標準試料によって構築された、ガラスビード試料測定用の定量アプリケーションであり、ガラスビード試料における23成分の定量分析が可能です。分析試料は鉬石、スラグ、セメントなどの酸化物試料を対象としています。本パッケージは、四ホウ酸リチウム(LT)とメタホウ酸リチウム(LM)の混合融剤(LT66%/LM34%)と四ホウ酸リチウム(LT100%)が使用可能であり、それぞれの融剤に応じた定量アプリケーションが含まれています。また、検量線の維持管理用のドリフト補正用ガラス試料、分析値確認用ビード試料および融剤が、それぞれのアプリケーションに対して付属されています。

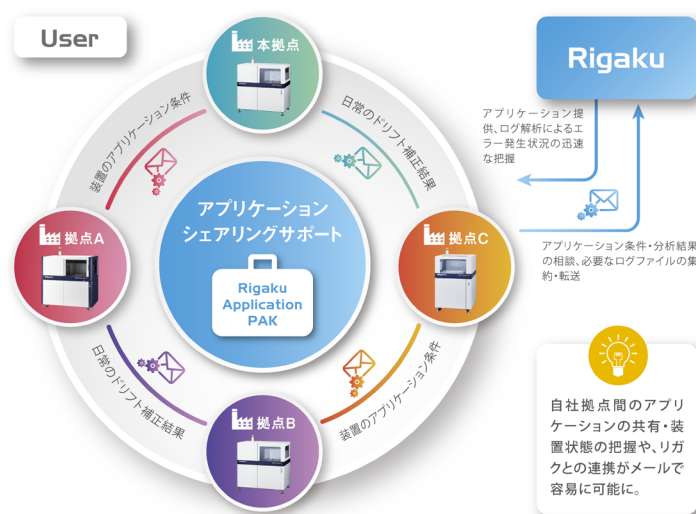


図5. リガクのアプリケーションサポート概要図。



図6. リガクが提供するアプリケーションパッケージ例.

○プリキャリブレーションパッケージ

GEO-TRACE-PAK

約100点の岩石・土壌・鉱石・鉱物などの主に酸化物試料の標準試料によって構築された、粉末試料測定用の定量アプリケーションであり、加圧成形法による測定を行います。分析元素として、26微量元素、参考値として9つの主要成分の分析が可能です。また、検量線の維持管理用のドリフト補正用ガラス試料、成形性が芳しくない試料に対して使用するバインダーとしてセルロースが付属されています。

4. まとめ

今回開発した ZSX Primus III NEXT はハードとソフトの両面で性能・機能を向上させ、より安全かつ安心に装置をご使用頂けます。また、検量線管理に役立つ分析サポート機能も強化したため、品質管理や工程管理分析などに利用して頂くことができます。