

(235) X線マイクロアナライザーの無人分析が可能な全自動化システムの開発

川崎製鉄技術研究所
島津製作所 科学計測

○安部忠広 森本一三 鈴木健一郎 鷺見清 藤元克己
萱島敬一 喜利元貞 堀彰男 副島啓義 川口博己

1, まえがき 鉄鋼の研究においてX線マイクロアナライザーの活躍は目ざましいものがあり、その威力を発揮すればするほど目的対象が拡大して、年々測定試料の数は増大している。その増大する要求の全てを迅速に満足させ、しかも高価な装置を十分有効に活用するために、夜間も無人で分析ができるいわゆる完全自動化システムを開発した。なおシステムの開発に当って、(1)分析位置や分析条件などの設定を効率よくして装置の稼働率を高めること。(2)多数試料(少なくとも1晩分の試料)の同時装填ができ、しかも全ての分析位置がプリセットおよびサーチできること。(3)長時間安定性の良いこと。(4)通常行なわれている全てのマイクロアナリシスができること。(5)プログラムの変更や拡張の自由度が高く、かつ高精度の分析ができること。などに特に留意した。

2, 構成 図1に示すように、20ヶの試料が同時装填できるマイクロアナライザーとコントローラー、専用ミニコンピュータとメモリー、CRTディスプレイとテレタイパー、ソフトウェアBICOMS (Built-In Computation and Operation Monitoring System)および分析位置プリセット用シミュレーターから構成されている。そして必要なプログラムの設定はCRTディスプレイによる対話方式で行い、各種データはこのCRTディスプレイ(およびハードコピー)、テレタイパー、自動カメラ、ペンレコーダに表示記録される。必要に応じてコンピュータを介さないマニュアルリモートコントロールもできる。なお分析位置の設定はシミュレーターを用いずに本体試料ステージでも可能である。

3, コントロール対象 電子光学系: フィラメント加熱、電圧、電流、電子線径。 X線分光器: 結晶交換、ピークサーチ、高速定性。 試料ステージ: 試料交換、分析位置サーチ。 EBS像: X線像・電子線像の自動撮影。 ペンレコーダ: チャート速度、記録感度。 その他: 真空系、安全装置。

4, 分析プログラム 分析法の指定: 定性、定量、線分析、面分析、EBS像、状態分析のための精密波形記録など。 分析条件の設定: 試料No.、元素名、電圧、電流、線または面分析の条件、積分時間、倍率、露出条件など。 データ処理: 定量補正(ZAF correction)法、マッピングなど。

5, 分析例 従来長時間と労力を要していたコンテンツマッピングの一例として、溶接金属のデンドライト組織中のCrのマイクロ偏析を図2に示す。条件を設定するだけで簡単に濃度分布図が得られる。

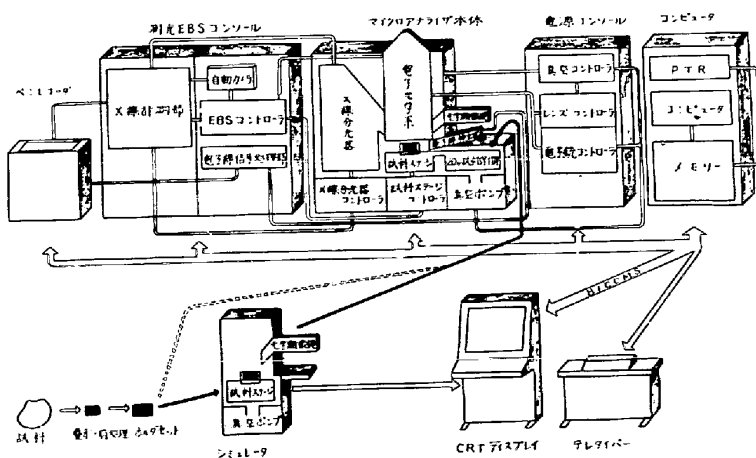


図1 システムの構成

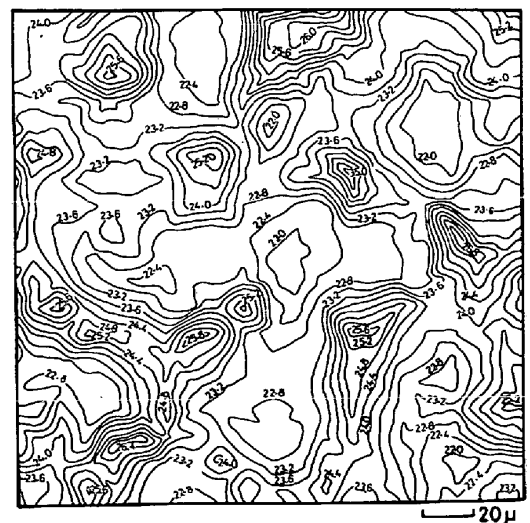


図2 マッピングの一例