

(390) 新形スキヤニングタイプけい光X線分析装置

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○安部 忠廣
理学電機工業(株) 小島 真次郎

1. まえがき けい光X線分析法はあらゆる分野で広く活用されているが、さらにその適用範囲を拡大させるために、X線強度の増大、波長分解能の向上など種々の特長をもつスキヤニングタイプけい光X線分析装置を開発した。ここでは、この装置の特長と二・三の測定例を紹介する。

2. 主な特長 (1)X線強度の増大 単位面積当りのX線輝度を増加させるとともに、けい光X線の光路長を短かくするなどして、X線強度を増大させた。その結果の1例として、鋼中Crの検量線を従来の装置と比較して図1に示す。このようにけい光X線強度は2倍近く増大し、このために、分析精度が向上するのはもちろん、微量成分の分析やケミカルシフトの測定が可能になる。 (2)高計数率の測定 X線強度を増大させたので、今度は高含有率成分に対して不感時間の影響が大きくなる。このために、計数回路を改良してカウンティングリニアリティを向上させ、さらに、どの波長に対しても完全な整数比でX線量を調整できるアブソープを考案設置して、試料中の微量成分から主成分まで同じ励起条件で分析できるようにした。 (3)視野制限スリットの採用 試料ホルダーやマスクからのけい光X線、散乱X線が計数されないように、適当な大きさの分析視野(分析面積)を制限できるスリットを使用した。

S/Nが向上するので、分析精度はいつそう改善できる。 (4)高分解能光学系の設置 ケミカルシフトの測定ができるように、箔間隔を小さくした高分解能スリットを設置した。その測定例を図2に示す。これは金属Al、Al₂O₃、AlN単体試料のAlKβおよびKβ'スペクトルでそれぞれ測定角度間のスペクトルの積分値が1になるように規格化したものである。このようにKβ線とKβ'線とはほぼ完全に分離しており、かなりの物質の状態分析ができることがわかる。なお、通常分析用スリットとこの高分解能スリットは自動交換できる。 (5)自動化 マイクロコンピュータでシステムコントロールしている。最大80元素分の測定条件および最大150グループの組合せ条件が記憶できるようになっており、それらの設定や指示は、一目でわかるディスプレイとの対話方式で簡単にできる。後は試料を挿入してスタートボタンを押すだけで、自動的に測定が行われる。 (6)その他 装置は恒温化しており、またC用分光器も使用できる。

3. むすび 種々の優れた特徴をもつ新形スキヤニングタイプけい光X線分析装置を開発した。この装置により、分析精度が向上するとともに、微量成分の分析が可能になり、さらに、C分析や状態分析の実用化がはかれるなど、けい光X線分析法の適用範囲が拡大できる。

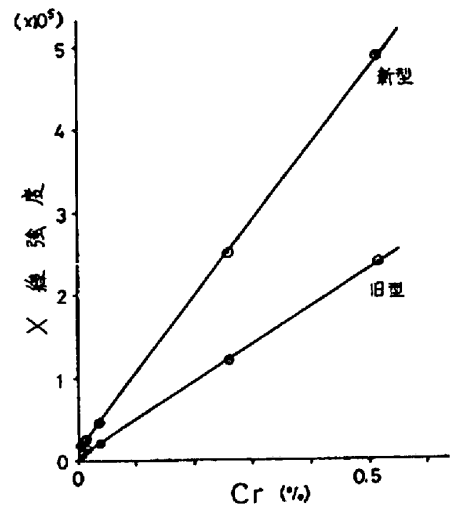


図1. 検量線の比較例

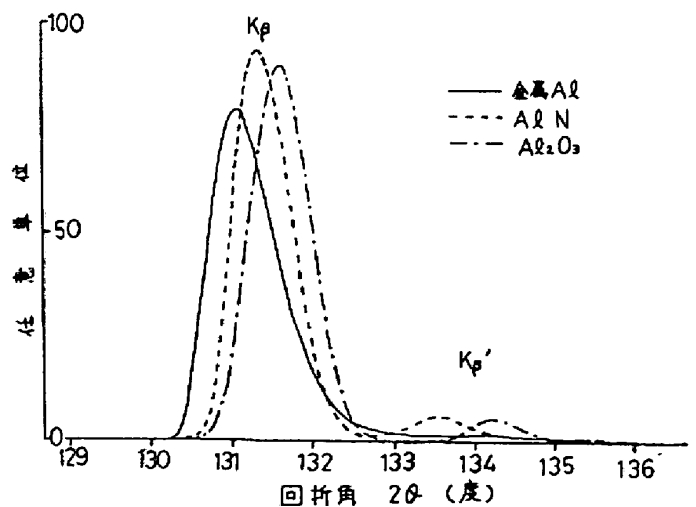


図2 A l化合物のケミカルシフト