

文章编号 : 0254 - 5357( 2007 ) 06 - 0481 - 04

## 多通道波长色散 X 射线荧光光谱仪的升级改造

邓赛文<sup>1</sup>, 吴晓军<sup>1</sup>, 甘露<sup>1</sup>, 应志春<sup>1</sup>, 梁国立<sup>1</sup>, 崔长安<sup>2</sup>, 朱纪夏<sup>2</sup>

( 1. 国家地质实验测试中心, 北京 100037 ; 2. 莱芜钢铁集团公司, 山东 莱芜 271104 )

**摘要** : 采用面向对象、开放式、功能模块化结构设计原理及 X 射线荧光光谱分析数据处理和信息共享等方面的新技术, 研究开发了多通道波长色散 X 射线荧光光谱仪仪器控制和分析应用软件, 在中文 Windows XP/2000 平台运行。操作界面全部中文显示, 具有定量、半定量、定性分析等多种 X 射线荧光光谱分析的整体解决方案, 功能完善, 操作方便, 分析效率高, 易于维护和移植, 具有较好的推广应用前景。

**关键词** : 波长色散 X 射线荧光光谱仪 ; 多通道 ; 升级改造 ; 分析应用软件

**中图分类号** : TH744.16 **文献标识码** : A

## Upgrading and Reforming of Multi-channel Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer

DENG Sai-wen<sup>1</sup>, WU Xiao-jun<sup>1</sup>, GAN Lu<sup>1</sup>, YING Zhi-chun<sup>1</sup>,  
LIANG Guo-li<sup>1</sup>, CUI Chang-an<sup>2</sup>, ZHU Ji-xia<sup>2</sup>

( 1. National Research Center for Geoanalysis, Beijing 100037, China ;

2. Laiwu Iron and Steel Corporation, Laiwu 271104, China )

**Abstract** : A new software system used for multi-channel wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometric analysis and instrument control has been developed with new design ideas and techniques. The system can be used under Chinese Windows XP/2000 with total Chinese display. A discussion is made on design principle, computer configuration, running environment, software modules. The new software system provides the functions for qualitative, semi-quantitative and quantitative analysis and the advantages of simple operation and high efficiency with bright application prospect.

**Key words** : wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometer ; multi-channel ; upgrading and reforming ; application software for XRF analysis

X 射线荧光光谱分析技术具有制样简单、精密度高、准确度好、自动化程度高,能同时对多元素快速分析等优点,在地质、冶金、有色、海洋、生化、环境、石化、商检、电子、公安、考古等领域得到了广泛应用。分析技术已从主、次量、微量元素分析,扩展到痕量元素分析、元素成分微区分布分析等,新近发展到对大气尘埃的分析、生化医药、纳米材料和薄膜分析。

X 射线荧光光谱分析仪器不断吸收、融进高新技术,数据处理引入了化学计量学原理和先进的数学模型以及无标样基本参数法等新技术<sup>[1]</sup>。仪器性能先进、稳定可靠,加之分析方法的创新、应用领域日益拓宽,成为国内外各类实验室必备的测试设备。然而国内尚无波长色散 X 射线荧光光谱仪的生产基地,长期花费大量外汇引进仪器。20 世纪

收稿日期 : 2007-03-12 ; 修订日期 : 2007-07-10

基金项目 : 国家科技部科学仪器设备升级改造项目资助 ( JG - 2003 - 4 )

作者简介 : 邓赛文 ( 1964 - ) 男,湖南冷水江市人,研究员,从事 X 射线荧光分析技术和计算机应用技术研究。

E-mail : dengsaiwen@ cags. net. cn.

80~90年代,引进的X射线荧光光谱仪器达200多台套,大都已运转了10~20年,零部件老化,整机性能下降,不断出现故障,有的甚至停机。由于计算机硬、软件技术快速更新升级,这些仪器的应用软件功能已落后,从仪器的控制运行到数据采集、传输、处理等方面,已不能适应现代分析测试技术的要求。近年虽然不断引进了一些先进的X射线荧光光谱仪器(引进一台需120~200万元人民币),但由于分析领域扩大、样品量剧增、分析项目拓宽,实验室负荷繁重。若将大批老仪器的硬件加以维修或更换,软件系统进行更新改造,必将提高仪器的总体功能,延长仪器的使用寿命。

作者遵循“引进、消化、吸收和再创新”的准则,凭借数十年X射线荧光光谱分析的实践经验和升级改造日本理学3080系列X射线荧光光谱仪器的经验<sup>[2-4]</sup>,在国家科技部的重点支持下,研究开发了多通道波长色散X射线荧光光谱仪升级改造软件系统(该系统可用于日本理学公司的SMX系列多通道X射线荧光光谱仪的升级改造)对提高各领域上世纪90年代引进的X射线荧光光谱仪仪器性能,延长使用年限、节省外汇,盘活固定资产将起到重要作用,具有较好的推广应用前景。本文主要介绍多通道X射线荧光光谱仪升级改造软件系统的研发、软件的功能以及在日本理学SMX系列仪器上的应用。

## 1 设计思想和技术途径

### 1.1 系统运行平台和软件开发工具

计算机技术的飞速发展,促进了计算机硬件、操作系统和开发工具快速发展。由于CPU速度不断提高,多用户、多任务、可视化操作系统得到了广泛应用。操作系统与程序设计语言是应用软件开发的基础。为使应用软件易于更新升级、操作简单、运行速度快、兼容性好,本系统采用奔腾III以上的计算机,中文Windows XP操作系统,扩大系统的兼容性和适应能力。

程序设计已从字符模式发展到可视化界面模式,从面向过程程序设计技术发展到面向对象程序设计技术。本系统采用了面向对象的可视化开发环境和开放式、功能模块化结构设计的VC++开发工具<sup>[5-7]</sup>,用户可在集成开发环境中创建工程,利用工程设计程序即可建立、打开和编辑文件,链接,运行,调试应用程序等。采用开放式模块化结构,整套软件由60多个软件模块组成,可视化操作界

面的提示信息全部中文化,使仪器条件和大量分析参数的设置简洁易行;为提高运行效率、减少内存空间的消耗,将某些运行频率较高的程序模块编译成动态链接库,分析结果和报表的输出格式可由用户自行设定,有ASCII、文本、EXCEL等多种输出格式;可采用互连网络或RS-232端口传输和接收数据,实现数据共享或作二次开发处理,以利于将X射线荧光分析数据导入到实验室数据库管理系统中,实现科学化、规范化管理。

### 1.2 仪器主机的智能化控制

随着高新技术的迅速发展,科学仪器不断融入了光、机、电等高新技术的新成果,并向小型化和智能化方向发展,每隔一两年就会推出新型的先进仪器和功能更为强大的应用软件,提高了仪器的检测能力,扩大了应用领域。现代科学仪器朝智能化方向发展,主要通过仪器内置CPU与外部计算机控制来实现的。X射线荧光光谱仪主机的微处理器在仪器的小型化和智能化方面起着主导作用。内置CPU主要用来完成仪器的机械、光学、气动和信息采集等功能,如:X射线荧光光谱仪的自动进样装置,样品的自旋 $2\theta$ 测角仪转动,晶体交换,准直器交换,探测器转换,真空度、温度、X光管的高压和电流、X射线信号的采集与传输,仪器状态的实时监控等等。外部计算机用来完成参数的设置,操作命令的发布、数据处理、信息存储、打印等功能。在剖析原有仪器交互协议的基础上,作者开发了内置CPU与外部计算机的信息交互软件和相关硬件,实现了X射线荧光光谱仪主机的智能化控制。

对于不同仪器厂家、不同型号的仪器,内置CPU(MPU)的方式较多,交互通讯协议也有很大差别。针对这种情况,设计了两种不同技术方案来解决仪器智能化控制问题(图1)。

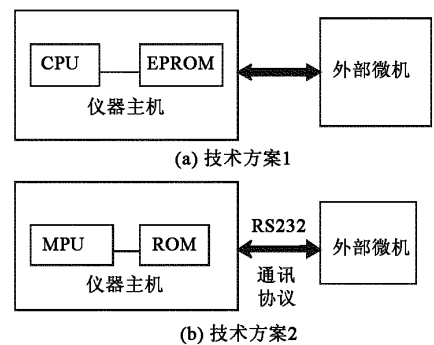


图1 仪器主机控制方案

Fig. 1 Control projects of instrument

### 1.2.1 技术方案 1

对于内置 CPU 和 EPROM 的仪器<sup>[8-9]</sup>,主要采取剖析原有仪器交互协议,读取、反汇编和重写内置 EPROM 中的控制信息来实现 X 射线荧光光谱仪器主机的智能化控制(图 1-a)。

### 1.2.2 技术方案 2

对于内置 MPU 的仪器,利用其原有内置的 MPU 和 ROM,通过解剖其 RS232 串行口通讯协议(该技术已申请国家专利),设计开发软件接口,以此来实现对 X 射线荧光光谱仪器主机的控制(图 1-b)。

## 2 软件系统功能

软件系统由定量分析(联机)、定量分析参数设置、校正与更新、显示与操作、应用程序、报表与传输、定性分析(联机与数据处理)、定性分析参数设置、仪器维护、系统管理等模块组成。图 2 为软件的主菜单界面。

(1) 定量分析。主要以联机定量分析设置(图 3)为主,用于设定样品位置、分析工作类型、分析代码、样品名称、重复测定次数、操作者、分析数据存储等分析条件。

(2) 定量分析参数设置。设置元素符号、化合物、测量条件、组条件、极限检验条件、标准样品、标准化样品、自动组条件选择、PHA 调节、库样品等参数。图 4 为建立定量分析组条件界面。

(3) 校正与更新。用于校正曲线的回归计算和更新新数据库。

(4) 显示与操作。显示 X 射线光谱仪各关键部件的状态信息并进行实时监控,进行相关操作。

(5) 应用程序。用于测量条件设定、谱峰角度更新、样品 ID 表、自动分析、传输条件设置等。

(6) 报表与传输。图 5 为制定报表格式的窗口。此功能对已测量样品的分析数据进行报表、制图、X-R 控制图、准确度检验、方差检验、生成 ASCII 文件、传输、定制传输格式等。

(7) 定性分析。分为三部分:定性分析(联机)、定性分析数据处理、半定量分析。① 定性分析(联机):主要以联机定性分析设置为主,用于设定样品位置、分析工作类型、分析代码、样品名称、分析数据存储文件名称等;② 定性分析数据处理:对分析数据进行平滑、谱峰搜索、自动识别、背景拟合、解谱、归一化、波长转换、能量转换、绘制图形等处理(图 6)。③ 半定量分析:设置自动和手动两种方法计算分析结果。

(8) 定性分析参数设置。设置测量条件、组条件、元素识别、库样品等参数。

(9) 仪器维护诊断。含有出错信息(时间、错误原因)、强度测量、2θ 扫描、PHA 扫描、α-β 漂移校正记录、仪器检查记录(检查日期和时间)等功能。

(10) 系统管理。可以设置用户登录的级别和更改用户口令、校正曲线斜率检查、在线传输内容、PHA M 值范围设置、α-β 范围设置、打印机类型设置等。

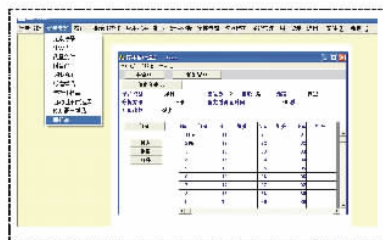


图 2 多道 X 射线荧光光谱仪软件主菜单

Fig. 2 The main dialog interface of the software for MCXRF

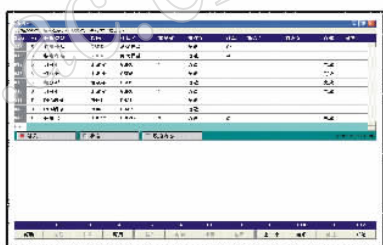


图 3 定量分析窗口

Fig. 3 The window of the quantitative analysis

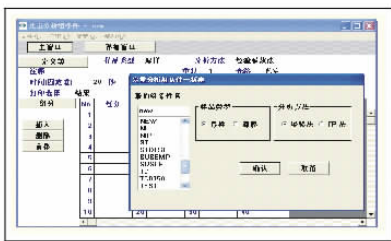


图 4 建立定量分析组条件

Fig. 4 Setting of group conditions for quantitative analysis

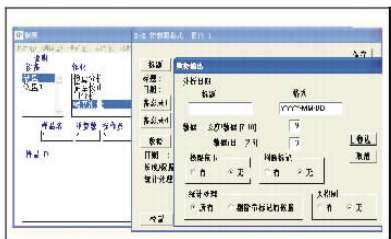


图 5 制定报表格式窗口

Fig. 5 The window of setting report format

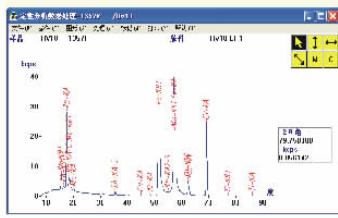


图 6 定性分析数据处理窗口

Fig. 6 The window of qualitative data processing

### 3 应用实例

多通道波长色散 X 射线荧光光谱仪升级改造软件系统已在山东莱芜钢铁集团公司的 SMX-10、SMX-11、SMX-12 型多通道波长色散 X 射线荧光光谱仪(日本理学公司 20 世纪 90 年代以后产品)上调试成功。运用新软件系统进行了分析方法的建立和实际样品(地质样品和合金样品)分析<sup>[10]</sup>取得了很好的效果,样品分析精度高,分析效率明显提高,能够满足该类型仪器升级改造的要求。表 1 和表 2 数据表明,应用新的软件系统对粉末样品压片检测的主、次量组分,其相对标准偏差(RSD  $n=11$ )除低含量组分 MnO 和 Cu 外均小于 1.0%。标准物质分析结果与标准值基本相符。

表 1 粉末样品压片精密度试验<sup>①</sup>

Table 1 Precision test of the method for powder pellet samples

组分	样品 1		样品 2	
	$\bar{x}$	RSD/%	$\bar{x}$	RSD/%
Na <sub>2</sub> O	0.45	0.83	0.36	0.93
MgO	0.41	0.75	2.07	0.21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.93	0.47	18.12	0.48
SiO <sub>2</sub>	77.03	0.04	58.74	0.03
* P	249	0.70	670	0.54
K <sub>2</sub> O	2.87	0.08	4.16	0.06
CaO	1.15	0.18	0.662	0.37
* Ti	1545	0.23	3972	0.14
MnO	0.139	0.00	0.013	3.47
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.72	0.05	7.54	0.04
* Cu	1229	0.26	32	2.84

① 带“\*”的组分质量分数为  $w_B/10^{-6}$ ,其他组分为  $w_B/\%$ ;  $\bar{x}$  为 11 次测量的平均值。

### 4 结语

科学仪器已成为推动科学技术和国民经济持续发展的关键技术,现今的分析测试技术主要依托于智能化的分析仪器。X 射线荧光光谱仪在现代科学仪器和分析测试领域占有举足轻重的作用,它在工业过程控制、国土资源调查、生态环境评估、产品质量控制等领域已成为不可或缺的设备。由于多通道

X 射线荧光光谱仪可同时测定多种元素、制样简单、分析速度快、效率高,是冶金系统进行炉前分析和产品质量控制时首选的分析仪器。本研究成果已在莱芜钢铁集团公司的多台仪器上进行了调试与运行,并取代了原有软件系统,取得了很好的效果。本系统性能稳定、功能完善、分析效率高,具有推广应用前景。本系统的设计思想、技术路线对其他科学仪器的更新升级改造具有借鉴意义。

表 2 粉末样品压片分析结果对照<sup>①</sup>

Table 2 Comparison of analytical results of components in powder pellet samples

组分	GBW 07107		GBW 07108		GBW 07401	
	本法	标准值	本法	标准值	本法	标准值
Na <sub>2</sub> O	0.36	0.35	0.072 (0.08) <sup>②</sup>	1.67	1.66	
MgO	2.07	2.01	5.29	5.19	1.71	1.81
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18.30	18.82	4.81	5.03	13.65	14.18
SiO <sub>2</sub>	58.90	59.23	14.05	15.60	63.01	62.60
* P	669	690	225	226	782	735
K <sub>2</sub> O	4.15	4.16	0.74	0.78	2.55	2.59
CaO	0.66	0.60	36.10	35.67	1.75	1.72
* Ti	3947	3950	1998	1960	4880	4830
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7.55	7.60	2.52	2.52	5.42	5.19

① 带“\*”的组分质量分数为  $w_B/10^{-6}$ ,其他组分为  $w_B/\%$ 。  
② 带“( )”的数据为参考值。

### 5 参考文献

[1] 吉昂,陶光仪,卓向军,等. X 射线荧光光谱分析[M]. 北京: 科学出版社, 2003: 112-197.

[2] 应志春,邓赛文,甘露,等. X 射线荧光光谱集成分析系统[J]. 岩矿测试, 1995, 14(1): 61-65.

[3] 梁国立,罗立强. 交互有效-基本参数法软件应用(II)—X 射线荧光光谱分析超基性岩中的主次量元素[J]. 岩矿测试, 1993, 12(1): 35-37.

[4] 邓赛文,吴晓军,詹秀春,等. 理学 ZSX 系列 X 荧光光谱仪中文软件开发[J]. 岩矿测试, 2001, 20(3): 226-233.

[5] 王华,叶爱亮. Visual C++ 6.0 编程实例与技巧[M]. 北京: 机械工业出版社, 1999: 1-478.

[6] 马展,李守勇. Visual C++ .net 网络与通讯高级编程范例[M]. 北京: 清华大学出版社, 2005: 1-438.

[7] 陈维兴,林小茶. C++ 面向对象程序设计[M]. 北京: 中国铁道出版社, 2006: 1-412.

[8] Rigaku Industrial Corporation. Simultix 10/11 X-ray Fluorescence Spectrometer Circuit Diagram[Z].

[9] Rigaku Industrial Corporation. Simultix 12 X-ray Fluorescence Spectrometer Instruction Manual[Z].

[10] 理学电机工业株式会社应用研究中心,中国理学 XRF 光谱仪用户协会. X 射线荧光光谱分析原理与应用(实用教材)[Z]. 1997: 1-243.