
X 線マクロアナライザーの完全自動化システムの開発

Development of Fully Automatic Control System of X-ray Microanalyzer

阿倍 忠廣(Tadahiro Abe) 森本 一三(Kazumi Morimoto) 鈴木 健一郎(Ken-ichiro Suzuki) 若村 忠男(Tadao Wakabayashi) 小柳 和夫(Kazuo Koyanagi) 川口 博巳(Hiromi Kawaguchi)

要旨：

X 線マクロアナライザーを有効に活用するために、電子線系の制御からデータ解析まですべてを自動化させ、夜間も休日も無人連続運転ができる完全自動システムを開発した。このシステムの主な特長は、(1) 測定を止めることなく分析場所を決定・指示できる。(2) 23 個の試料ホルダーが同時に装填できる。(3) プログラムの自由度が高く、多種多様な分析目的に効率よく対応できるなどである。これによって、熟練技術者を必要とした作業が簡素化され、しかも能率は 3 倍以上向上するので大幅な省力と迅速化が図れる。そのうえ、操作上の誤差要因が減少するとともに種々の補正が可能となるので、分析精度も著しく向上する。

Synopsis：

A fully automatic X-ray microanalyzer with its entire function from electron probe to data analysis controlled automatically has been developed for a continuous, unmanned, operation with marked efficiency improvement. The main features of this system are as follows: (1) Analysis positions of test objects can be determined and registered easily without any interruption to the analysis. (2) Up to 23 specimen holders can be mounted in the analyzer at one time. (3) Analysis program can be easily applied to various kinds of analysis because of few limitations imposed on the program. Once the specimens have been loaded in the analyzer, the system allows several days of uninterrupted analysis, requiring no assistance from an operator. The system has also attained an almost three-time efficiency improvement over the conventional type. Furthermore, rigid control of various functions of the microanalyzer reduces error-causing factors, making various correction programs possible. This has remarkably improved the accuracy of the analysis.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

X線マイクロアナライザーの完全自動化システムの開発

Development of Fully Automatic Control System of X-ray Microanalyzer

安部 忠 廣*
Tadahiro Abe森 本 一 三**
Kazumi Morimoto鈴木 健一郎***
Ken-ichiro Suzuki若 林 忠 男****
Tadao Wakabayashi小 柳 和 夫****
Kazuo Koyanagi川 口 博 巳*****
Hiromi Kawaguchi

Synopsis:

A fully automatic X-ray microanalyzer with its entire function from electron probe to data analysis controlled automatically has been developed for a continuous, unmanned, operation with marked efficiency improvement. The main features of this system are as follows:

- 1) Analysis positions of test objects can be determined and registered easily without any interruption to the analysis.
- 2) Up to 23 specimen holders can be mounted in the analyzer at one time.
- 3) Analysis programs can be easily applied to various kinds of analysis because of few limitations imposed on the program.

Once the specimens have been loaded in the analyzer, the system allows several days of uninterrupted analysis, requiring no assistance from an operator. The system has also attained an almost three-time efficiency improvement over the conventional type. Furthermore, rigid control of various functions of the microanalyzer reduces error-causing factors, making various correction programs possible. This has remarkably improved the accuracy of the analysis.

1. まえがき

X線マイクロアナライザーはあらゆる分野で広く活用されているが、この方法の優れた特徴とともに分析法の研究で適用範囲が拡大してきたこともあって、年々分析試料の数は増大し、今や研究分析機器というよりはむしろ日常分析機器といったほうがふさわしいような状態で使用していると

ころが多い。

そのように増大する要求のすべてを迅速に満足させるために、従来は装置の増設かあるいは2シフト制による昼夜運転といった対策が考えられてきたが、最近ではコンピュータによる自動化への関心が高まってきて、分光器や試料ステージが自動化されつつある。しかしながら、そのような部分的な自動化では、分析処理能力という面からいえば、分光器や試料ステージを設定する時間が短

* 技術研究所分析研究室主任研究員
*** 技術研究所水島研究室主任研究員・工博
***** 株式会社島津製作所中央研究開発本部システム部
〔昭和54年3月9日原稿受付〕

** 技術研究所試験課
**** 株式会社島津製作所計測本部第三科学計測事業部

らなだけでなく、本質的にはやはり従来のように、オペレータの労働時間となれば装置の稼働時間にも比例が言われる。したがって、効率化を図るためにはすべてを自動化させて長時間連続無人運転が可能な装置が要求される。

そのために筆者らは、電子線系の制御からデータ解析にいたるすべてを自動化させて、夜間や休日無人で連続分析ができるいわゆる完全自動化システムを開発した。

ここでは、このシステムの内容と鉄鋼試料への応用例を紹介する。

2. システムの概要

システムの設計に当たって特に留意した点は、

- (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いっそう高めること
- (2) 多数個試料（少なくとも1晩分の試料）の同時装填ができ、しかもすべての分析位置がワリセツ、およびサーチできること
- (3) 長時間安定性がよいこと
- (4) 通常行われているすべてのマイクロアナリシツできること
- (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

(6) 十分な安全保護装置を具備すること
などである。それらの項目について、主として以下にすれば最も実用的であるかをひとつひとつ実証的に解決して本システムを完成させたものであり、以下その概要を説明する。

Photo. 1に装置の外観、Fig. 1にシステムの構成を示す。本システムは、従来のX線マイクロアナライザー（以下EMX-SMと記す）の主要構成部すなわち電源コンソール(B)、マイクロアナライザー本体(A)、記録・EBSコンソール(C)、パンレコータ(E)を大幅に改造し、それにコンヒュータ(D)、テレタイパー(F)、CRTディスプレイ(G)およびハードコピー(H)、シミュレータ(I)などを組合せている。

長時間連続運転のためには、できるだけ多くの試料を同時に装填させる必要がある。しかしEMX-SMでは、同時に装填できる試料ホルダーの数は標準試料用ホルダーを含めて6個なので、特殊な機構を考案して、23個の試料ホルダーが装填できるようにした。このようにすると、たとえ1試料で1箇所だけを分析する試料ばかりであっても十分1晩分の仕事量はあるし、また複数箇所を分析する試料では数日分の試料がセットできる。

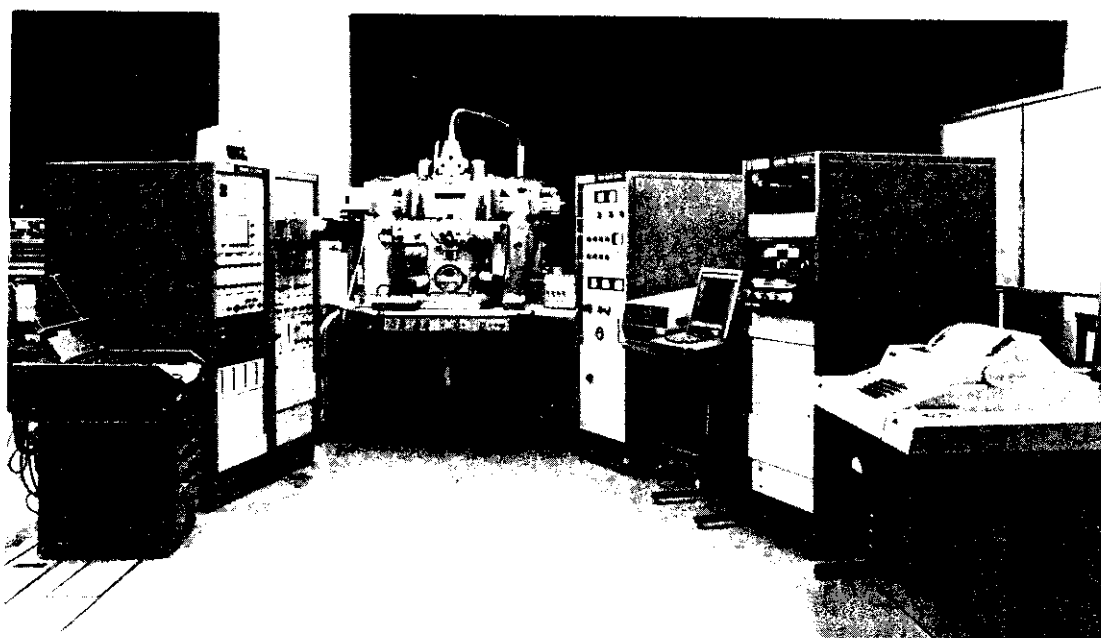


Photo. 1 General view of the fully automatic microanalyzer

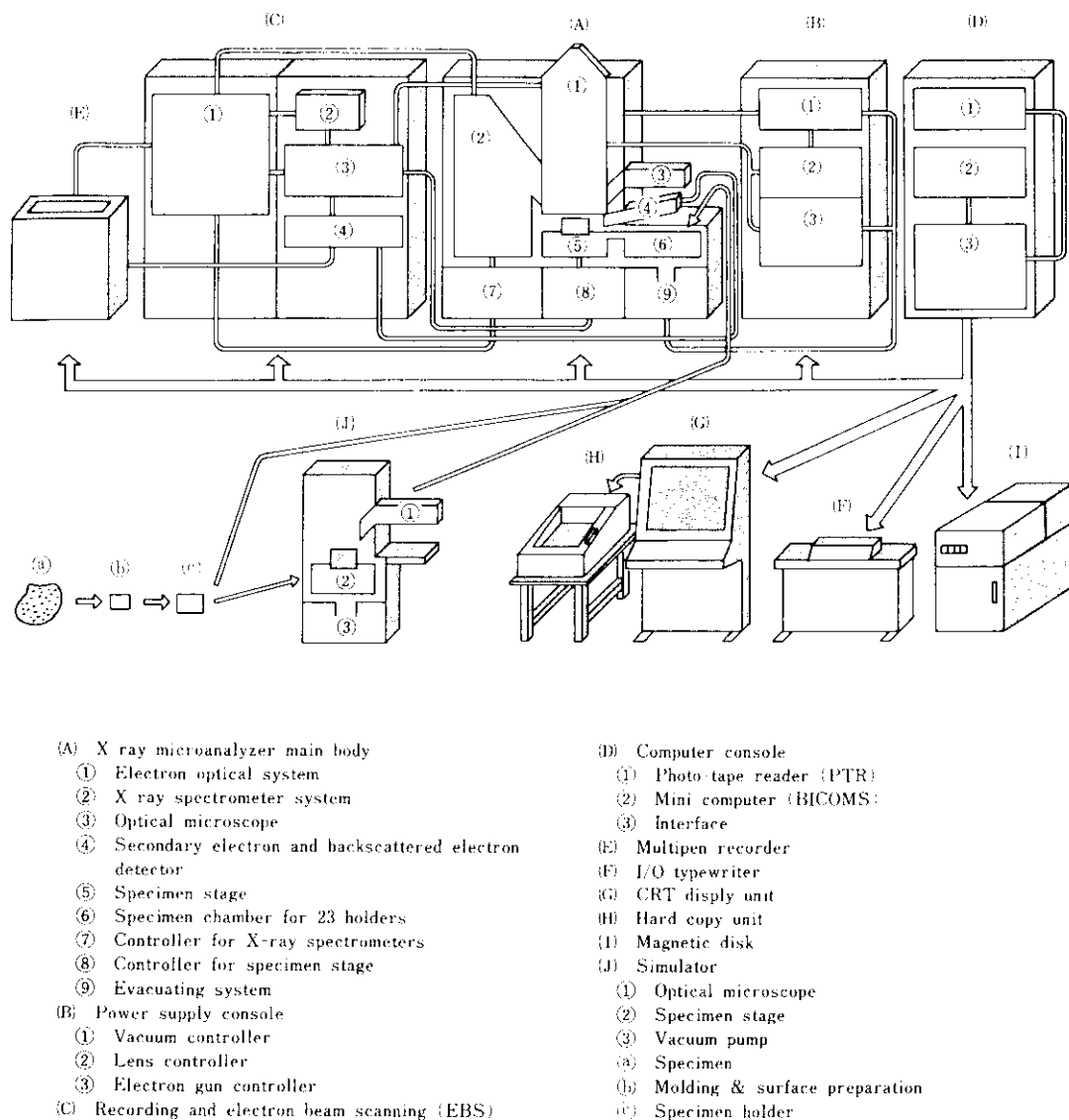


Fig. 1 Schematic diagram of the fully automatic microanalyzer

次に、X線マイクロアナライザーで分析する場合には分析に先立って必ず分析場所を決めなければならないが、従来のように、X線マイクロアナライザー本体を使用して直接分析場所を選択・決定したり、あるいは光学顕微鏡写真などであらかじめ指定された場所をひとつひとつさがし出しては、膨大な時間を要し装置の稼働率を著しく

低下させる。この問題を解消するために、分析場所決定用のシミュレータを開発した。このシミュレータはX線マイクロアナライザー本体と同じ構造の観察光学系と試料微動機構を内蔵しており、これによってX線マイクロアナライザーの測定を止めることなく試料の分析場所をあらかじめ選択または検索することができ、それと同時に分析場

所の絶対位置を表示する。

したがって実際の分析操作は、まずシミュレータで分析場所を選択するかまたはあらかじめ指定された場所を検索する、そしてその絶対位置と分析条件を対話方式で順次コンピュータに指示するとともに、試料を試料室に挿入してスタートボタンを押すと、後は自動的に順次分析されて、その結果は指示どおり CRT ディスプレイ(ハードコピー)、テレタイパー、250 枚撮りの自動カメラあるいはペンレコーダに表示記録される。

このように試料は次々と連続的に分析されるが、そのときのプログラムは、X 線マイクロアナライザーの多種多様な分析条件や分析方法を自由に組合せることができ、しかもそれを迅速に実行できるものでなければならない。このために、BASIC 言語を基礎としてアセンブラーレベルのサブルーチンプログラムを自由に組合せることができる BICOMS (Built-In Computation and Operation Monitoring System)²⁾を使用した。

以上のように、X 線マイクロアナライザーのすべての機能をコンピュータで制御できるが、もちろんマニュアル操作も可能である。

3. ハードウェア

ハードウェアの基本的な構成は EMX SM と同じであるが、その基本性能を十分に発揮させることはもちろん、将来、機能追加の必要が生じた場合でも容易に対応できるように考慮している。

以下、各ユニット別に具体的な内容について述べる。

3.1 電子光学系

X 線マイクロアナライザーの電子光学系は、電子銃、ビームチョッパー、収束レンズ、対物レンズおよびそれらの電源、制御部より構成されており、実際の分析においては、その目的に応じてフィラメント加熱電圧、電子線加速電圧、収束および対物レンズの励磁電流、非点収差補正コイルの励磁電流などを最適値に設定しなければならず、またビームの on-off の設定機構も必要である。それらの設定についてのコンピュータ制御法として、種々検討の結果最終的には次に示すような方

法を採用した。

(1) フィラメントの加熱

無人連続運転を達成させるために、加熱電圧が長時間にわたって安定でしかもフィラメントの寿命が長くなければならない。フィラメント電圧の設定法として、あらかじめマニュアルで最適値に設定しておき以後は電源の on-off のみを操作させる方法と、照射電流の変動分をフィラメント電源にフィードバックさせる自動設定方式を検討したが、費用のかからない前者の方式で十分実用できることが実験で確認された。この方法では常時最適加熱電圧に設定できるので、過電圧のかかる時間が従来に比べてかなり短くなり、フィラメントの寿命が延長されて平均約 200h になる。

(2) 電子線加速電圧の設定

本システムでは 0~50kV を 5kV ステップで制御している。このために、各設定電圧の精度は連続可変の場合よりも高くなる。

(3) 収束および対物レンズの励磁電流の設定

本システムの使用目的が単に X 線分析にとどまらず、2 次電子線像の自動撮影にも及ぶため非常にきめ細かな制御が必要であり、さらに無人連続運転を行うので長時間の高い安定度が要求される。このために、14bit (約 16 000 ステップ) の D-A コンバータを用いて設定精度と安定度の両者を著しく向上させた。なお、電磁レンズはポールピースに強磁性物質を用いているので、その性質上ヒステリシス特性が現れるが、この補償はハードウェアで行わずにソフトウェアで処理した。

(4) 非点収差補正の制御

これはおもに 2 次電子線像の自動撮影を行うときに必要になるが、後で述べるように無人運転での設定最大倍率を 10 000 倍としたことと、そのときの加速電圧が 10~30kV であることから次の方式を採用した。すなわち、非点収差の補正は、強度(elongation)と方向(rotation)の二つの調整ボリュームによって行うが、そのうち加速電圧によって変化するのは強度だけ(方向は長時間変化しない)であり、したがって、本システムではその強度が自動的に加速電圧に連動した設定値に切換わるようにした。

(5) 電子ビームの on-off 制御

静電偏向方式と電磁偏向方式とが考えられるが、

ここでは高速応答性は必要ないので、制御が容易な電磁偏向方式を用いた。

3・2 観察光学系

観察光学系は、一般に試料分析場所と試料の上下位置の設定のために使用されるが、特に後者用に波長分散式のX線分光器を用いる場合は厳密な精度が要求される。無人運転時には従来の目視方法は採用できないので、コンピュータで制御させ、しかもソフトウェアを工夫して十分な精度が得られるようにした。必要に応じて、コンピュータ制御による自動運転中にも分析位置を確認できる。

3・3 試料微動系

このユニットは、本システムの中でも最も特徴的なものの一つである。先に述べたように、EMX-SMの同時装填試料ホルダーの数は標準試料用のホルダーを含めて6個だけなので、分析が比較的短時間で終了し長時間の連続運転は達成できない。この装置では、夜間のみならず休日も無人運転することを考慮し、かつ分析の内容、コンピュータへの指示方法、試料微動部の物理的な制約などを総合して最大試料ホルダー装填数を23個とした。その具体的な機構については考えられるすべての方式を検討し、最終的には基本性能や操作性の面から次に示す方法を採用した。

Fig. 2はその機構の概略図、Photo. 2はサンプル収納コンベアチェーン部の写真であり、各部のおもな仕様はTable 1に示す。以下Fig. 2を用いてこの機構を説明する。サンプルセレクトプレートより上の機構は図示していないが、その部分は試料回転機構がないことを除けばEMX-SMと同じであり、マニュアル操作時にはこの試料微動機構のみを用いて従来と同様に操作できる。試料ホルダーの底部に取付けられた十字状のピンは、図からわかるように、サンプルセレクトプレートでの保持、サンプル収納コンベアチェーンへの収納、サンプル供給シリンダへの保持、それに図示していないが試料ホルダーのチャッキングにおけるX・Y軸の位置決め役割を果す。この機構により、試料ホルダーのくり返しチャッキング位置決め誤差を数 μ 以下にすることができた。試料ホルダーはサンプル収納コンベアチェーンに最大20個まで収

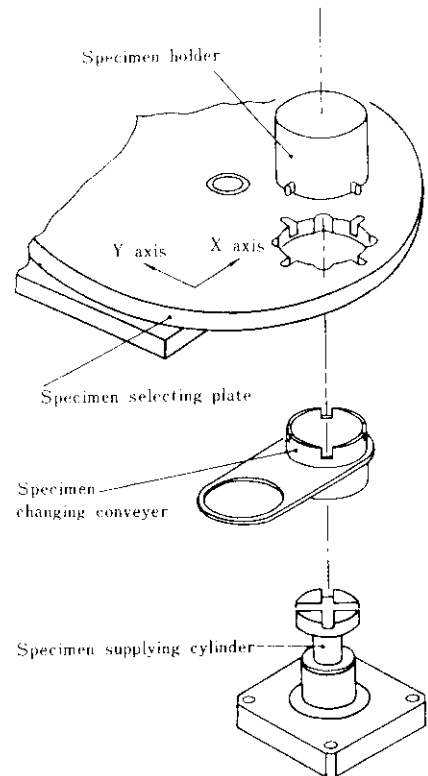


Fig. 2 Illustration of specimen changing mechanism

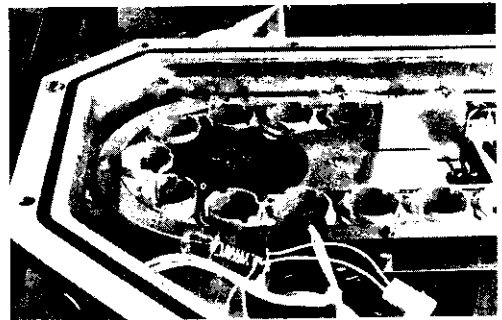


Photo. 2 Specimen conveyer

納され、サンプル供給シリンダにより1個ずつ上部のサンプルセレクトプレートに送り込まれる。このときサンプル供給シリンダとサンプルセレクトプレートの試料ホルダー収納穴は同軸上に位置しなければならないが、サンプル供給シリンダはX線マイクロアナライザー本体に対して固定の位置にあり、一方サンプルセレクトプレートは試料微動のXYプレート上にあるので、その両者が同

Table 1 Main specification of the specimen stage

Specimen feeding range	X-axis	0~25.4 (mm)
	Y-axis	0~25.4 (mm)
	Z-axis	+2~-130 (mm)
Number of specimens to be mounted at any time	23 pieces (32mm ϕ ×17mmH)	
Stepping intervals of specimen feeding	X, Y-axis	1 μ /step
	Z-axis	6 μ /step
Operation mode	Manual operation	
	Remote operation by operation controller	
	Program operation by computer control	
Axes to be controlled	X, Y, Z axis	
	Stepping motor	
	Selector axis	Linear motor

軸となる位置は1箇所である。すなわちX・Yの特定位置のみでしか試料交換ができないことになり、この位置の検出が必要となる。この検出にはハードウェア的な手段を用いず、ソフトウェアで行う方法を採用した。各駆動部のモータはマイクロスイッチとリレーによりシーケンス制御される。その制御方式としては、CPUモード、AUTOモード、マニュアルモードの3種類を備えている。CPUモードではコンピュータからの信号によりリレーシーケンスをスタートさせて作動するのはもちろんであるが、各マイクロスイッチの状態も読み込んで異常がないかを監視しており、異常時には直接各駆動モータを作動させ、スタート位置まで自動復帰させる。AUTOモードはリレーシーケ

スによる自動運転であるが、このときのシーケンスが一定時間内に終了しない場合は、emergency信号を発生しシーケンスを中断する。マニュアルモードでは各駆動部をパネルの押しボタンスイッチで操作できるが、マイクロスイッチによるインターロックや機械的なすべりクラッチを設けて装置の保護をしている。それらの保護機能に関しては、AUTOモードはマニュアルモードを、CPUモードはAUTOモードを含んでいるので、コンピュータ制御による無人運転時には数重の保護が施されていることになり、考えられるほとんどの事故に対処できるように設計している。

この試料微動機構は苛酷な連続運転が予想されるので、ユニット単体で1箇月間、本体組み込み調整後1箇月間、計2箇月もの連続耐久試験を行ったが全然異常は認められなかった。通常の分析においてはこのユニットの動作時間は全分析時間の2~3%以下であるので、この結果は十分耐久力があることを証明している。

なお、試料ホルダーはサンプル収納コンベアチェン上に20個、サンプルセレクトプレート上に3個、計23個が同時装填できるが、前者へは被分析試料、後者へは標準試料という使い分けをしているので、能率はさらに向上する。

3.4 X線分光系

Table 2にX線分光器の仕様を示す。本装置には5台のX線分光器を取付けており、スキャンングタイプの4台はパルスモータによってコンピュータで制御する。その内結晶交換ができる3台には、モータ駆動式自動結晶交換機構とエアースリダ式結晶傾斜角度調整機構を装着した。ここで

Table 2 Main specification of the X-ray spectrometers

Channel	Crystal	Wavelength range	Detector	Driving	Minimum stepping interval
1	LiF/PET	1.055~3.778Å/2.294~8.214Å	Kr exatron	Stepping motor	0.000 05Å/step (for LiF)
2	LiF/PET	1.055~3.778Å/2.294~8.214Å	Kr exatron	Stepping motor	0.000 05Å/step (for LiF)
3	RAP/Lig*	7.72~24.24Å/39.01~122.5Å	FPC	Stepping motor	0.005Å/step (for RAP)
4**	PbSD	25.70~49.87Å	FPC	Stepping motor	0.001Å/step
5	PbSD	To be used for 0α exclusively	FPC	Linear motor	---

* Lignocerate

** Semi-scanning type

モータとエアシリンダを使い分けたのは、前者では動作速度制御が容易であること、後者では停止位置の設定が容易であることに着目したためである。このX線分光器は、X線マイクロアナライザーにおいては最も重要な部分であり、このユニットの精度が分析の精度を決定するともいえる。そのために、自動化の部分だけでなく分光系全体の部品についてまで検討を行い、分析精度、特に波長再現性について評価した。すなわち2箇月間にわたる耐久試験の結果、波長再現精度の要求が特に厳しい状態分析に対しても十分な値であることを確認した。

なおX線分光器の波長設定操作については、機械的なバックラッシュを除くために長波長側から短波長側へ一方向に走査させる必要があり、また設定波長精度を向上させるためにソフトスタート、ソフトストップなどの考慮が必要になるが、このような制御はハードウェアでは行わずにソフトウェアで実行させている。

3・5 記録・EBS系

このユニットは、電子線操作制御部、CRT表示制御部、入力信号操作制御部、X線信号計数表示部およびレコーダから構成されている。

電子線操作制御部は、電子光学系で試料上にフォーカスされた電子ビームを1次元あるいは2次元で走査する機能と、電子ビームを走査可能な範囲内で任意の位置へ移動させる機能を有する。EMX-SMでは、あらゆる試料あらゆる分析に対処できるように、これらの条件設定はきめ細かく設計されているが、それらをすべてコンピュータ制御してもいたずらにプログラムを複雑にするだけであるので、実際に行われている分析内容を検討して、次のように必要と思われる内容のみをコンピュータで制御している。まず走査倍率は250倍、500倍、1000倍、2500倍、5000倍、10000倍の6種類とし、加速電圧による補正は自動的に行えるようにした。次に走査モード、走査本数、走査速度などの設定はすべてプリセット方式とし、走査終了信号のみをコンピュータに割込信号として入力させている。コンピュータは走査像撮影時の走査回数あるいは全計数値をカウントし、所定の走査回数が終了すれば自動的にシャッターを閉じ、

カメラのフィルムを捲き上げる。また電子ビームの移動については、X・Y軸ともに10bitのD/Aコンバータを用いているので、CRT画面上で1024×1024点の位置制御ができる。CRT表示制御部は、電子線操作制御部の電子ビームの走査あるいは移動と同期してCRT上のビームスポットを動かす機能と、入力信号に応じてCRTビームの輝度変調を行う機能、それに写真整理のためにCRTラスターの一部に数字を表示する機能を有する。ここでコンピュータ制御されるのは、この数字表示とCRT電子ビーム輝度制御である。数字表示は9桁でありその組合せはソフトウェアにより自由に変更できるが、ここでは試料番号や分析箇所などの整理用に3桁、スペース1桁、原子番号表示2桁(2次電子線像の場合は"00"と表示する)、スペース1桁、走査倍率2桁(1/100で表示)に設定した。また輝度制御の必要理由は、2次電子線像がアナログ入力による変調であるのに対して、X線像の場合は入力がパルス状であり、このパルスに対応する輝点により像を形成するので、前者に比べて電子ビームの輝度を上げなければ全体に像が暗くなるからである。ここではそれぞれの輝度調節のために可変抵抗器を設け、入力信号の種類によって自動的に切換えている。

入力信号操作制御部は、測定あるいは表示すべき各種の信号を、目的の出力装置に出力させるための切換えやレベル変換など適当な処理を行うユニットである。ここでコンピュータ制御されるのは、試料電流とモニター電流の切換え、2次電子線信号と反射電子線信号の切換え、CRT表示入力の2次電子線信号とX線信号(5チャンネル)の切換えである。これらの入力信号のうち、2次電子線信号と反射電子線信号は直流成分と交流成分から構成されており、この直流成分は観察時の設定条件によって著しく変化するので、これを適正レベルに設定して交流成分をCRTの輝度変調可能範囲に合わせる必要がある。この調整に当たっては、走査電子顕微鏡ですでに用いられている自動画調コントロールシステム³⁾を採用し、このシステムのon-offのみをコンピュータで制御している。

X線信号計数表示部は、パルス状のX線信号をあらかじめ設定された計数時間に従って計数させるとともに、外部にデジタル表示あるいはアナ

ログ表示するユニットである。またX線信号だけでなく、試料電流、モニター電流、2次電子線の信号もV-Fコンバータを通して計数率とし、表示あるいは出力させる機能も持っている。これらの計数には、X線信号計数とは別のもう一つの計数ユニットを設けて、信号の種類に応じて入力側で切換わるようにした。ここでコンピュータ制御の対象となるのは、計数設定時間、試料およびモニター電流計のレンジ切換え、V-Fコンバータの入力信号の切換え、および、各チャンネルごとに計数された値をコンピュータに読み込ませるインターフェイスである。

レコーダは、通常リアルタイムで各チャンネルのX線信号や試料電流信号のアナログ出力を記録するが、コンピュータ制御による運転では、得られる情報はデジタル量として記憶されており、そのうえ、リアルタイムで制御しようとする各チャンネルごとの感度設定、時定数設定、さらに設定値の記録など複雑な制御が必要となる。そのためにリアルタイムの制御は行わず、デジタル量としてコンピュータに記憶している情報をD-Aコンバータによって各チャンネルごとに出力させる方式を採用した。このとき感度の設定はコンピュータで計算して自動的に行われるし、またレコーダの入力チャンネルとX線信号のチャンネルとは自由に対応させることができるので、同時に測定できない情報でも後で同時出力記録が可能になり非常に便利である。もちろんチャート送り速度も自由に選択することができる。

3・6 安全保護装置

本システムは、すでに述べたように完全無人運転が目的であるので、各ユニットレベルでの故障あるいは異常事態に対し十分な保護処理を施している。これらの具体的内容についてはここでは述べないが、いずれも検討および実験をくり返し十分吟味されたものであって信頼性は高い。

さらに、外因あるいは内因による火災防止のために数箇所に火災検知器を設置し、異常時には全電源が切られるが、それと同時に消火信号を発信させることもできる。

3・7 シミュレータ

シミュレータはX線マイクロアナライザーの本体とは別個のユニットであり、機械的にも電気的にも接続していない。このユニットの機能は、先に述べたように、X線マイクロアナライザーに装填される試料の分析すべき位置をあらかじめ決定するためのものであり、X線マイクロアナライザーと同じ構造の光学観察系、試料微動系(20個試料交換機構は除く)と、これらを保持する筐体、X・Y位置表示カウンタとで構成している。

Photo. 3にその外観を示す。なお光学観察系と試

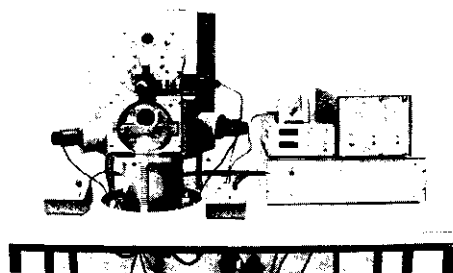


Photo. 3 Simulator

料微動系を保持する筐体内は、油回転真空ポンプにより 5×10^{-3} Torr程度の真空に保持する。この理由は筐体内の機構部品が塵埃や水分を嫌うためであったが、試料のガス抜きができるので、X線マイクロアナライザー本体への装填時における試料室予備排気時間が短くなるという効果もある。

このユニットに使用している光学観察系と試料微動系は、X線マイクロアナライザー本体と全く同じものであるが、部品レベルでの誤差や取付けの誤差などが必ず生じるので、このユニットで得られたX・Y座標値を補正する必要がある。この補正はコンピュータへ座標値を入力するときに、ソフトウェアによって自動的に行われるが、その再現性はサンプル数約400点について測定した結果、標準偏差は 10μ 以内である。この誤差の中には試料ホルダーのつかみ誤差数 μ も含まれている。そのような誤差を補正するために、後で述べるように、2次電子線信号あるいはX線信号で画像解析を行い、必ず目的場所が分析できるようにした。

このユニットの使用により、X線マイクロアナライザーは試料装填時を除いて連続運転が可能と

なり、システムの稼働率は著しく向上した。

3・8 コンピュータおよび周辺機器

使用しているコンピュータおよび周辺機器を、Table 3 に示す。この表のほか標準入出力インターフェイス、各ユニット制御用インターフェイス群などがある。本システムの場合、高速で入出力を行う必要のある磁気ディスクを除き、他のユニットはすべてプログラムモードバスラインと呼ばれるCPUのI/Oラインで入出力を行っている。このバスラインはコンピュータのバスラインそのままなく、まずバッファ用のインターフェイスを経て必要な信号線のみを取り出したものである。バッファ用インターフェイスでは各命令のリプライ信号を発生させて、各ユニットでの負担を少なくした。またここでCPUバスラインとの接続・断の切換えや、疑似命令の発生による各ユニット制御の動作確認も行える。

各ユニットの制御はほとんどオープンループによる制御であり、各動作の遅れはソフトウェアで保障する。またどうしても動作完了信号の入力が必要な部分は、割込信号を発生させてソフトウェアの効率を上げた。

Table 3 Hardware construction of the computer and peripherals

Mini-computer	OKITAC 4300B (24kW)
Magnetic disk memory	784A (2.4MW)
High speed photo-tape reader	713N
I/O typewriter	OKITYPER 6000
CRT display unit	SONY TEKTRONIX 4010
Hard copy unit	SONY TEKTRONIX 4631

4. ソフトウェア

本システムのソフトウェアは、X線マイクロアナライザーの多種多様な分析条件や分析方法に十分対応でき、しかもそれらを迅速に実行できるよう考慮して開発したものであり、次のような対策を講じた。

- (1) 先に述べたように、ハードウェアの制御に多様性を持たせるため、分析手法に柔軟性を持たせるために高級言語としてBICOMSを使用した。
- (2) X線マイクロアナライザーの装置全体に対して、制御プログラムのハードウェア保護機能（フェイルセーフ）をもつ構造である。
- (3) 制御操作の多重化に伴う装置自身の崩壊事故対策（クラッシュレス・マルチドライビング）を施した。
- (4) 時定数の異なる制御対象に対する入出力信号間隔の内部管理（タイム・インディペンデント・プログラミング）を施した。
- (5) 装置機構の内部誤差消去機能（メカニカル・エラー・セルフ・クエンチング）を施した。
- (6) 3次元までの最大60 000レコード（1レコード/2ワード）に及ぶデータ領域を470エリアについて管理することができる。
- (7) X線分析諸係数表を1レコードずつランダムに取り出すことができる管理機能を持たせている。

上記の諸事項は、X線マイクロアナライザーの計測目的である測定条件や設定位置などの「物理量」のみを考慮したうえで、BICOMSによってプログラムを記述さえすれば、測定本来の目的が果たせるようにしている。したがって、別種の機能あるいは別種の機構に属する一群の操作であっても、ソフトウェア上で同じ物理量と考えることができるものについては、単にその物理量の変化分のみをプログラムおよびプログラムの実行過程で追っていくことができる。同様に、時間微分項の影響がまぬがれないパルスモータ駆動系や電磁レンズなどの特定な物理量を変化させる場合でも、ソフトウェア体系内部で制御される。

以下その内容について述べる。

4・1 ソフトウェアの構成

Table 4 にソフトウェアの構成を示す。この表のように階層構造体系をとっており、表の「列」には左から右へ処理内容の高まりを表し、表の「行」には上から下へ演算速度の高まりを表している。1列目は非常時処理プログラムおよび入出力制御プログラムである。2列目にはX線マイクロアナライザー本体の制御入出力をつかさどるプログラム群が位置する。この部分はBICOMS サブルーチ

Table 4 Hierarchical structure table

Sophistication			Low							High
Speed	H/W level	Language	Related equipment control	EMX control (I/O device)	Table/X ray coefficient maintenance & control	Operating system monitor program	Main system monitor program			
							Level 0 (automatic control)	Level 1 (analysis)	Level 2 (user's replacement)	
Low		BICOMS					Main system monitor program (see Fig. 3)		User's programming area for replacement	
	Base				Table/X ray coefficient maintenance & control	BICOMS				
	3		Related equipment control (disk, CRT)	Specimen changer control and safety driving Feedback control						
	2	Assembler	Related equipment trigger (typewriter)	Electronical control & monitor Mechanical scheduling						
	1			Mechanical control & monitor Pulse driver acceleration & deceleration control						
High	0		Emergency control and rapid stop	Pulse generation & output control						

From H/W 10kHz timer

ン群であり、前記の諸事項について細かな配慮のもとに有機的に組立てている。システム基準時間としては、10KHzのリアルタイムクロックで時分割制御される。3列目にはX線分析計算に用いる諸係数を、最大3次元までのデータ領域に定義することのできる管理機能が位置する。外部記憶装置(磁気ディスク)は1.2Mワードのカートリッジを2面備えており、そのうちの1面にこの諸係数とすべてのプログラムを記憶させている。なお他の1面をデータエリアとして使用している。4列目は中心的存在であるオペレーティングシステムである。そして1行目にはそれらすべてのプログラムの上に立って成立し得るシステムモニターが位置しており、BICOMSで記述している。

以上のようにソフトウェア体系は、ある意味で

は測定機器主体のシステムであり、また、定量補正処理や無人運転に関してはデータ主体のシステムであるといえる。

4.2 オペレーティングシステム(OS)

BICOMSは、各種のデータ処理を行うプログラムの作成、実行が容易なように援用するソフトウェア体系であり、BASIC言語を基本とした対話方式によってプログラムの作成、管理、実行、修正などが手軽に行える。この機能と、制御されるX線マイクロアナライザーの各機能が一体となって、オペレーティングシステムを形成する。

4.3 コントロールプログラム

Fig. 3は、Table 4における1行目のメインプロ

グラムモニターを図解したものである。このメインプログラムは、大きく分けて三つのレベル分けをしている。

レベル0は、X線マイクロアナライザーの自動制御部分であり、これに属するものとしては、自

動焦点機能、画像解析による分析位置決定、X線分光波長自動決定機能、電子光学系自動制御機能、X線分光器自動校正機能、自動露出機能、装置稼動状態判別機能などがある。

レベル1には、分析処理、無人運転用各種テー

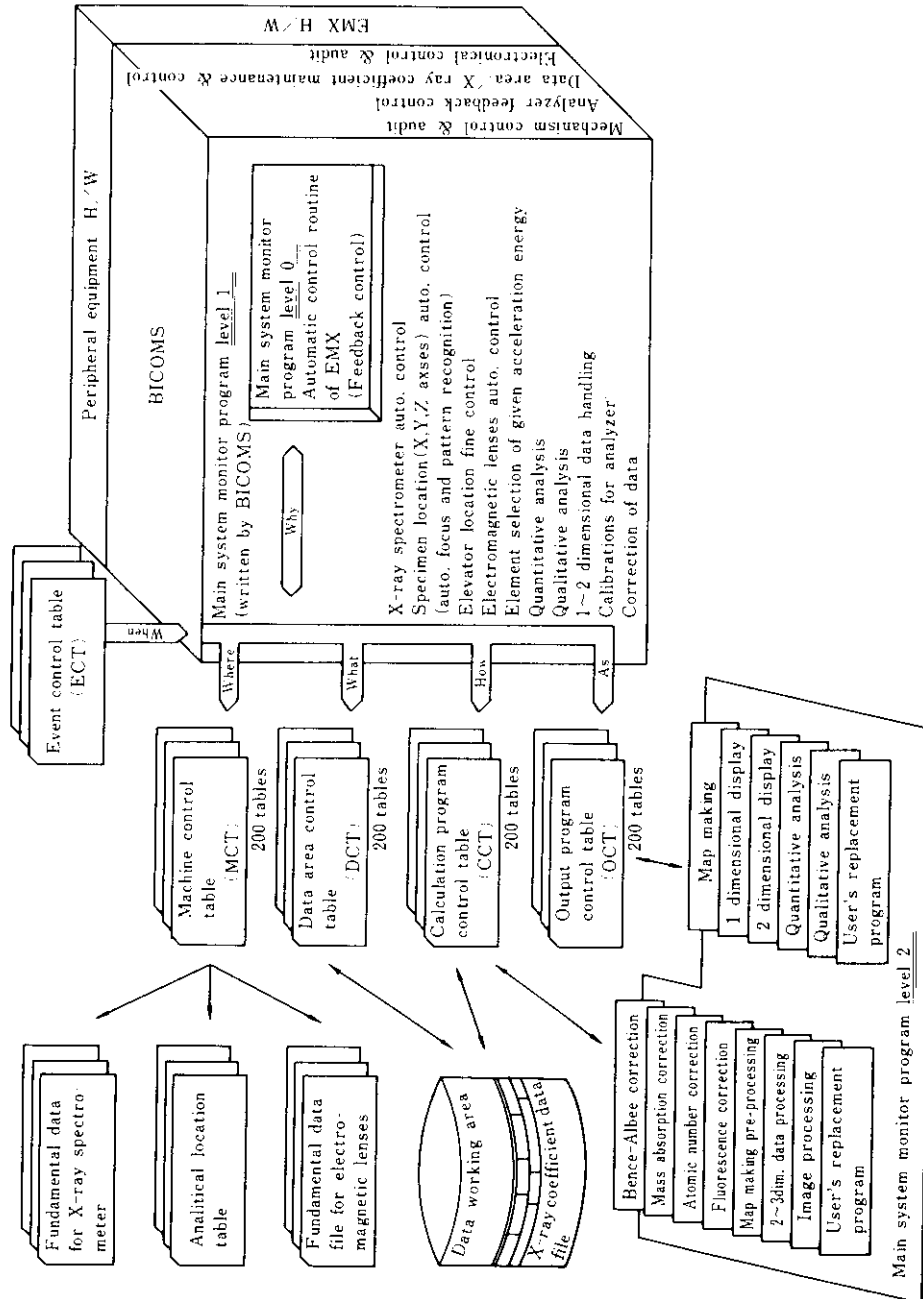


Fig. 3 Monitor structure of the main system

ブルの管理と運転、入出力、キャリブレーション、定性分析元素のスキャン順自動選択機能、定量分析位置自動選択機能などがある。

レベル2は、定量補正計算処理、マッピング作成処理などの実行レベルである。この部分は任意に書換えられるようにBICOMSに管理権をあずけている。

Fig. 4に、コントロールプログラムとBICOMS(OS)との関係を示している。すなわち二つのモニタープログラムは表裏の関係をなしており、テレタイプにキーワードを入力することで交互に反転させることができる。

前記レベル0における部分的、自律的な制御の例として、画像解析による分析位置決定機能について述べる。Fig. 5にそのフローチャートを示すが、まずX線マイクロアナライザー本体のビーム位置を偏向コイルによって、規則正しく2次元に移動させながら、2次電子線あるいは特性X線の強度を測定していき、そのデータを記憶する(分析領域がX線分光器の分光領域から外れるほど広い場合は、2次電子線しか使用できない)。そのようにして得られたメッシュデータを微分し、微分値の上限と下限からイメージのスレッシュホールドレベルを定め、そのレベルの上か下かでデータ全体を2値化する。次にその2値化データの連続性が

ら、データの集合をパターンとして分離する。この集合についてそれぞれの辺縁長を求め、通常は最大の辺縁長をもつ集合体が分析目的物かあるいは基準位置になっているので、その集合体の重心位置を計算し、この重心位置を電子ビーム中心位置にフィードバックして、必ず電子ビームの中心に目的場所が来るように試料を移動させる。もちろん最大辺縁長のものだけでなく、平均的なものや最短のものも選択することができる。

レベル1においては、Fig. 3の左に示すような各種のテーブルがある。無人運転時の中心的機能を果たすのはイベントコントロールテーブル(ECT)であり、マシンコントロールテーブル(MCT)、データエリアコントロールテーブル(DCT)、カルキュレーションコントロールテーブル(CCT)およびディスプレイコントロールテーブル(OCT)をシーケンシャルに選択できる。このECTは10テーブルより成っており、各テーブルは20組のシーケンスをもっている。その他のテーブルはそれぞれ200テーブルから成っている。MCTはX線マイクロアナライザーの制御入出力をつかさどり、ここに試料位置X,Y,Z軸、試料番号および分析位置番号、X線分光器分光波長位置(波長、原子番号あるいはピークサーチ)、電子ビーム径、画像解析実行の判別、電子ビームモード、加速電圧、試料電流、

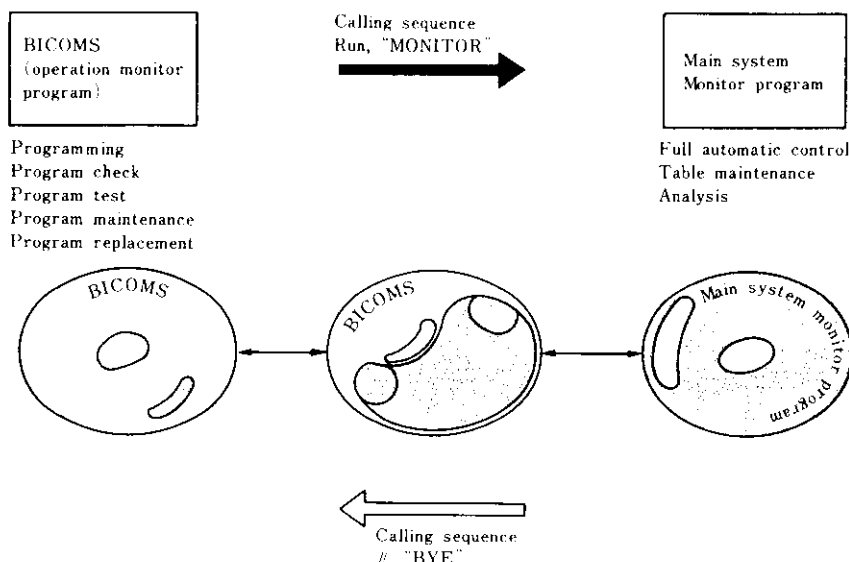


Fig. 4 Schematic illustration of phase inversion

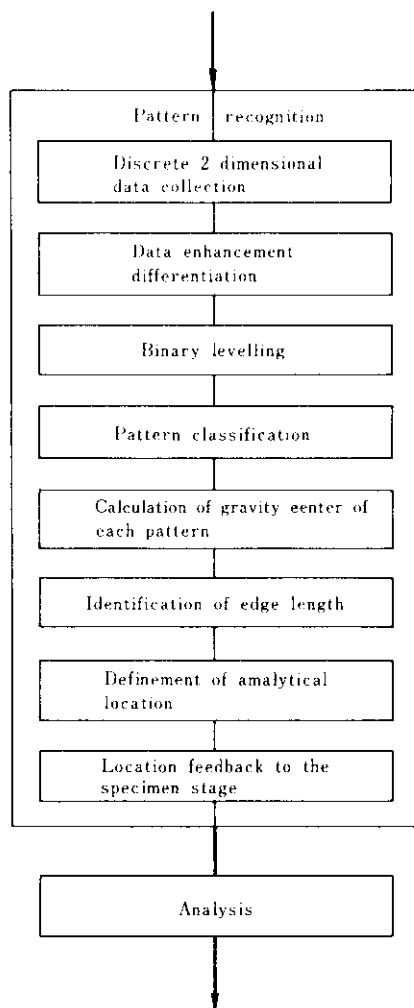


Fig. 5 Defining routine of analytical location by pattern recognition

スケーラおよびタイマーのセット、カメラやレコーダなどデータ採取モード選択、ビームチョッパモードなどの分析条件を指示する。そのうちの任意の3組までは、物理量の差分だけを取り込ませることができる。DCT, CCT, OCTは、ECTのそれぞれの1シーケンスで最大五つのプログラムを選択することができる。

レベル2は、もろもろの演算処理プログラム群であり、ユーザー作成によるプログラムもここに組み込まれる。定量計算、マッピング、定性分析などはこの部分で管理され、CCTで操作実行される。

したがって、上記諸テーブルのすべてを設定すると、23個の試料について種々の分析ができる。

4.4 X線分析諸係数の管理

X線定量分析に用いる諸係数は、 K_{α} 線から M_{β} 線まで各バレンスのデータを原子番号4番から92番までについて記憶させており、それぞれのデータはランダムに1データごとに取り出すことができる。その内容は、原子量⁴⁾、元素名、バレンス名、特性X線波長⁵⁾、平均電離電圧⁶⁾、平均蛍光収率、励起確立、吸収補正関数AおよびZ項、Reed法蛍光励起補正項J値⁷⁾、X線吸収端波長^{5,8)}、質量吸収係数⁹⁾、原子番号補正Duncumb-Reedにおける後方散乱係数¹⁰⁾、Lenard定数、Duncumb-Reedによるストッピングパワー⁷⁾、Bence-Albeeの α 係数¹¹⁾、Albee-Rayの α 係数¹²⁾、ジャンプファクター、X線分光器の分光結晶情報(含表裏)、分光結晶走査範囲情報などである。

4.5 応用プログラム

当研究所で採用している自動分析プログラムのフローチャートをFig. 6に示す。このプログラムはTable 4では1行7列目にあたり、またFig. 3ではメインプログラムのレベル2の部分に位置している。

あらかじめMCT, DCT, CCT, OCTおよびECTに各試料の測定条件、分析方法、測定順序などを指定するが、これらは過去10数年間の経験をもとにテーブル化して整理しており、テーブル化できない試料番号や分析位置など試料ごとに変わる条件とともに、テレタイパーまたはCRTディスプレイにより対話方式で簡単に指示することができる。これは通常試料交換後の試料室予備排気中に終了する。

それからスタートボタンを押すと、まず最初は、電子線系、分光系、試料ステージ、サンプル収納コンベアなどが初期値(基準値)に設定される。次にECTの最初のシーケンスに指示された各測定条件テーブルを調べ、必要なものを測定ワークテーブルに設定して各種条件を印字した後、試料を選び出し分析位置に移動させる。ここで試料電流自動調整、オートフォーカス、画像解析などのプログラムが動き、電子線系、試料の分析場所な

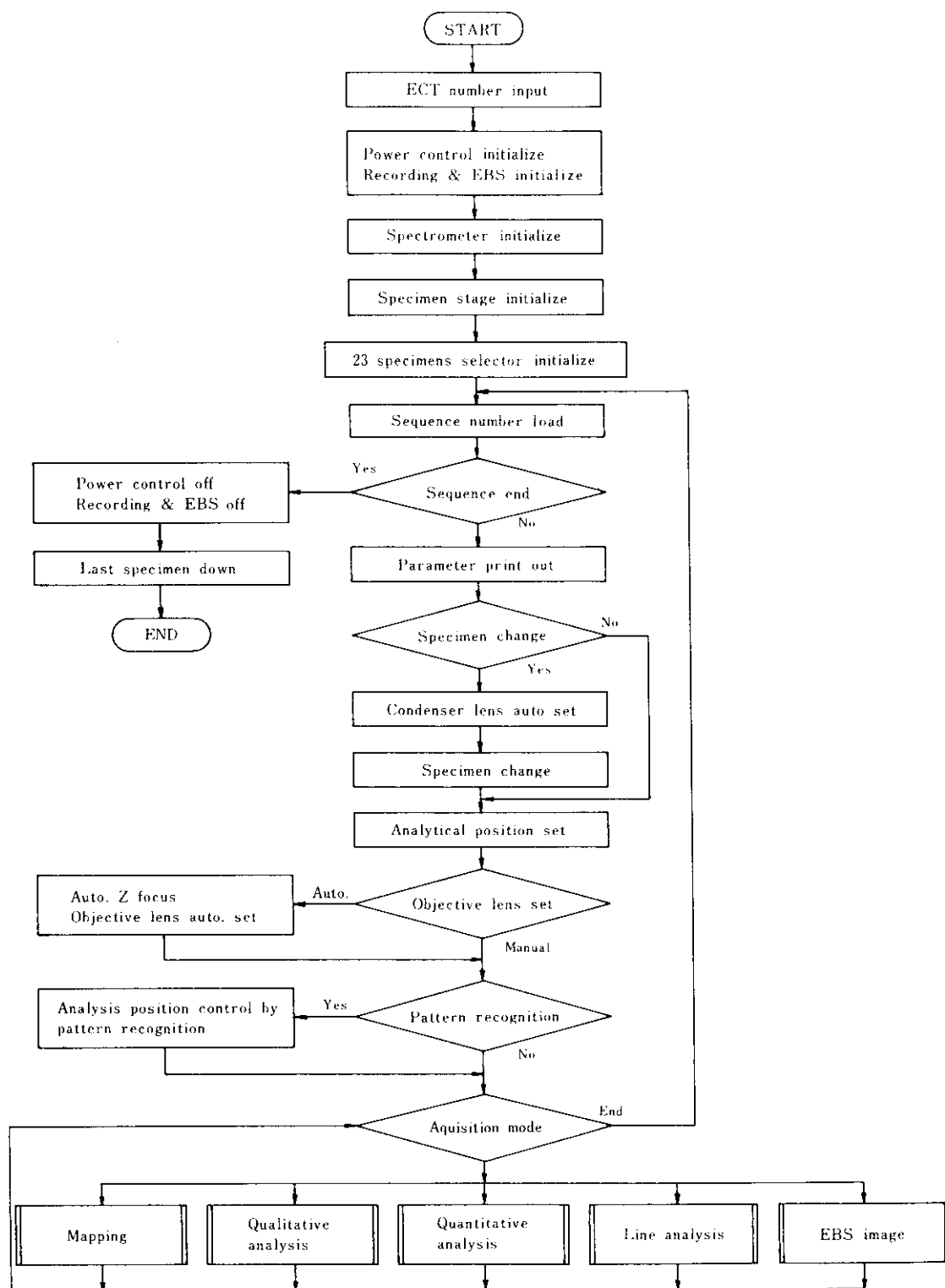


Fig. 6 General flow chart of automatic analysis

どが正しくセットされる。そして測定条件や分析方法を調べて対応する処理ルーチンにより測定、表示が行われ、その場所での指定された分析が終わると、次のシーケンスを調べて次の場所または試料が分析される。このようにしてすべてのシーケンスが終わると、最後の試料をサンプル収納コンベアに戻してから、電源コンソールのフィラメント加熱および加速電圧を off にしてプログラムを完了する。

5. 応用 例

本システムの応用例として、鉄鋼試料について分析方法別に紹介する。

5・1 EBS 像

EBS 像の一例として、Photo. 4 に鋼中非金属存在物の面分析の結果を示す。写真整理用の数字

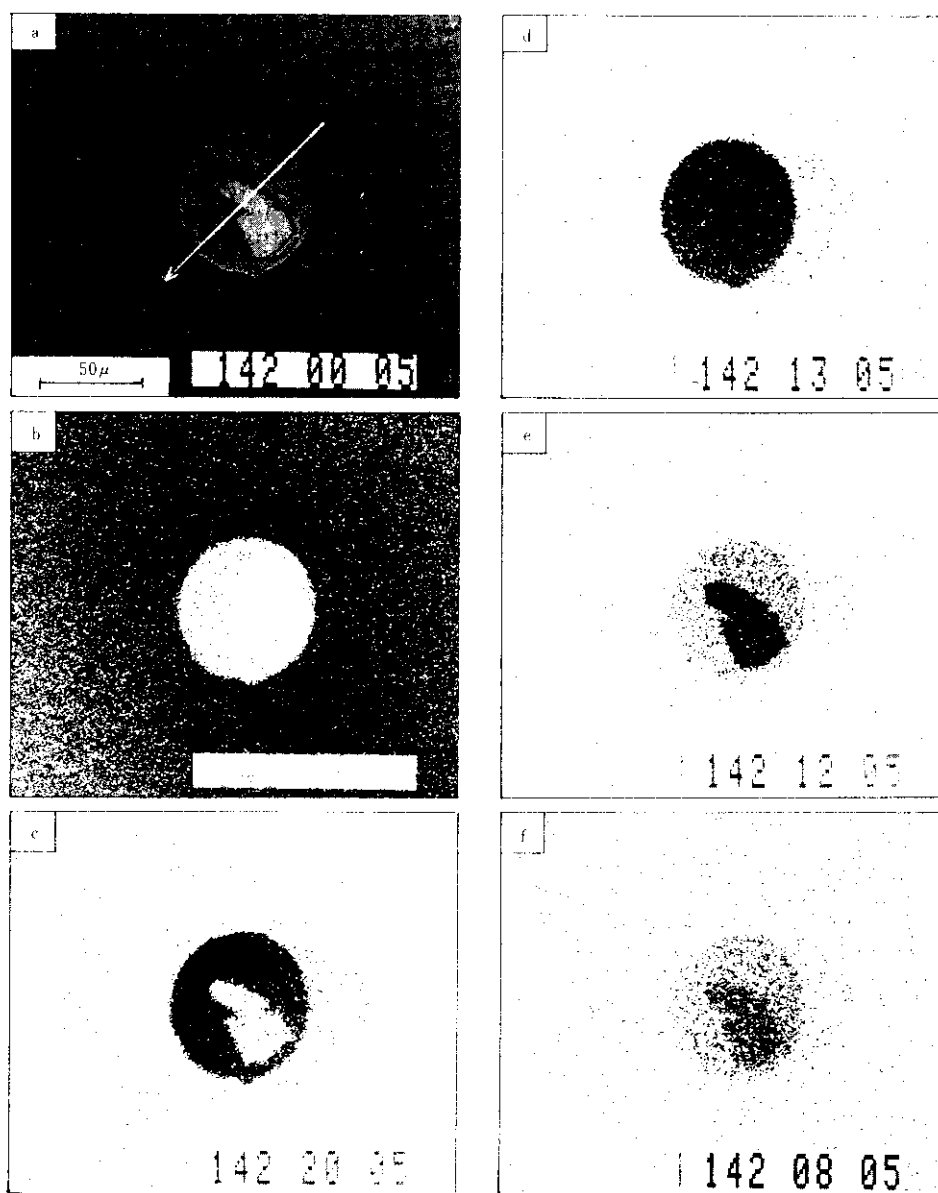


Photo. 4 EBS images of a non metallic inclusion in steel

表示から、No. 14 の試料の 2 番目の分析位置の介在物で、(a)は 500 倍の 2 次電子線像、(b)~(f)は同じ倍率の Fe, Ca, Al, Mg, O の特性 X 線像であることがわかる。この EBS 像は 250 枚撮りのフィルムで撮影されるが、必要に応じて適当な時にフィルムを切って写真処理をする。

5.2 線分析

Fig. 7 は、Photo. 4 の非金属介在物の 2 次電子線像(a)に示す位置での線分析の結果で、分析元素は Fe, Al, Ca, Mg, O の 5 元素、測定間隔は 1μ 、積分時間は 1s、チャートスピードは $5\mu/\text{cm}$ と指示したものである。各元素のフルスケールは適当な高さで表示されるようにコンピュータで決定されており、その値は元素名とともに印字される。

なお、従来の装置ではこのような元素の組合せを同時記録させることはできないので、ここでも本システムの特長を発揮している。

5.3 定性分析

O は酸素用固定分光器で分析されるが、他の全元素は 4 台のスキニングタイプ分光器の分光結晶をうまく組合せて、同時走査により定性分析が行われる。そのうえ不要波長域を高速走査させているので、測定時間は大幅に短縮される。そし

てバックグラウンド強度の 3σ 以上をピークとみなし、元素名とピーク強度およびバックグラウンド強度が印字される。このときもちろん重畳効果の影響は考慮されている。

Table 5 にステンレス鋼の分析結果を示す。

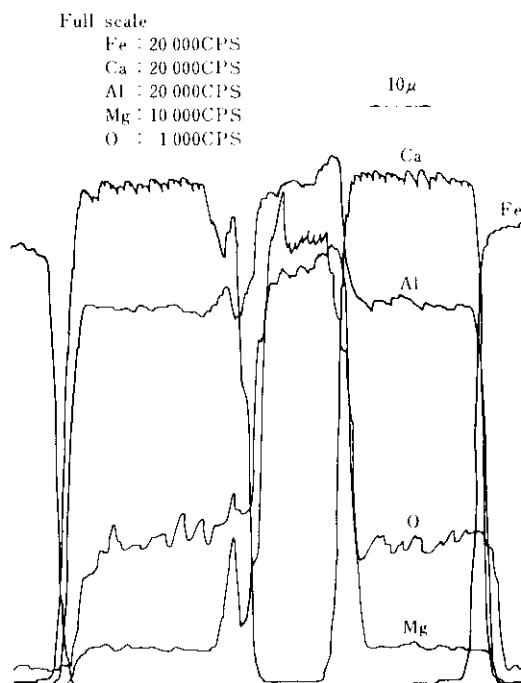


Fig. 7 Line analysis of non-metallic inclusion in steel

Table 5 Result of qualitative analysis of stainless steel

SPECIMEN NO. 11-1 STAINLESS STEEL

ELEMENT		PEAK		BACK GROUND		RESULT (P-B) CPS
		INTENSITY (CPS)	WAVE LENGTH	INTENSITY (CPS)	WAVE LENGTH	
6 C	KA	45	44.7	9	51.6	36
13 AL	KA	78	8.34	49	9.34	29
14 SI	KA	53	7.126	7	7.226	46
24 CR	KA	4 033	2.2909	26	2.3909	4 007
25 MN	KA	474	2.103	38	2.203	436
26 FE	KA	14 376	1.9373	32	2.0373	14 344
27 CO	KA	169	1.7902	55	1.8902	114
28 NI	KA	2 274	1.6591	59	1.7091	2 215
29 CU	KA	84	1.5408	64	1.6008	20
42 MG	LA	265	5.4062	22	5.5062	243

5・4 定量分析

分析波長位置はピークサーチによって決定される。測定は各分光器とも軽い元素から行われ、X線強度は試料電流値により常時補正される。定量補正については最も適当な方法を自由に選択でき、その結果は分析位置ごとに元素名または酸化物名とともに印字される。Table 6 にステンレス鋼(JSS 652-1)の分析結果を示す。ここでの定量補正法は、吸収補正は Philibert-Heinrich 法、特性X線による蛍光補正は Castaing-Reed 法、連続X線による蛍光補正は Springer 法、原子番号補正は Duncumb-Reed 法であり、満足すべき結果が得られている。

5・5 状態分析

ケミカルシフトを利用した状態分析の一例として、鋼中 Al 系介在物の形態別定量¹³⁾について述べる。

Fig. 8 に Al_2O_3 と AlN 試薬の $\text{AlK}\beta$ 測定スペクトルを示す。このように $\text{K}\beta$ 線でも両者にかかなりの差が認められるが、 $\text{K}\beta$ 線の長波長側にある $\text{K}\beta'$ 線はより顕著な差を示しており、形態別定量に有効であることがわかる。

Fig. 9 は低炭素 Al キルド鋼電解抽出物の $\text{AlK}\beta'$ 線の規格化スペクトルであるが、この波形分離スペクトルから Al 系介在物の形態別定量をすると、 Al_2O_3 49%、 AlN 51% となり、化学分析値から計算した値とよく一致する。

この状態分析は、ケミカルシフトによる波長シ

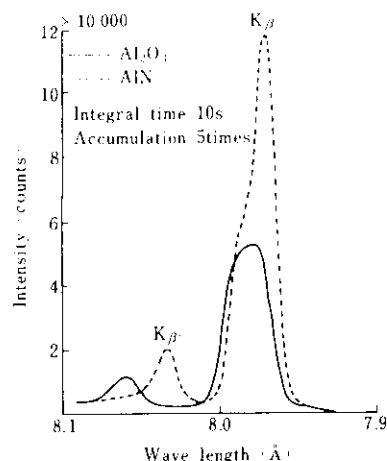


Fig. 8 Al $\text{K}\beta$ and $\text{K}\beta'$ spectra of the Al_2O_3 and AlN (PET crystal)

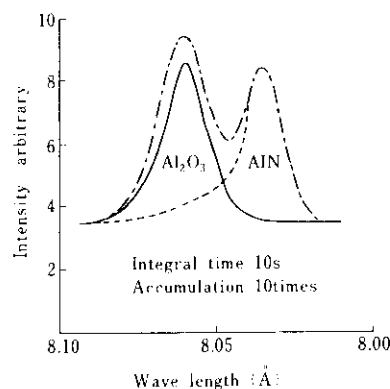


Fig. 9 Normalized $\text{AlK}\beta'$ spectra of the extracted non-metallic inclusion of low carbon steel (PET crystal)

Table 6 Result of quantitative analysis of JSS 652-1

SPECIMEN NO 16-1 JSS 652-1

ELEMENT	STD. SPECIMEN	UNK. SPECIMEN	K-RATIO	RESULT (%)	CHEMICAL (%)
SI 14	47.689	163	0.003418	0.5308	0.54
CR 24	52.718	10.958	0.207860	17.6522	17.44
MN 25	53.596	1.155	0.021555	2.1133	1.94
FE 26	52.388	33.753	0.644292	65.4705	65.503
NI 28	46.562	5.142	0.110433	12.0530	11.79
CU 29	48.917	105	0.002152	0.2423	0.22
MO 42	49.367	970	0.019644	2.5425	2.46
TOTAL			1.009354	100.6046	99.893

フトを測定するので、高度な波長再現性が要求される。特に、この $K\beta$ 線や微量成分のように強度が弱く、くり返し積算測定を必要とするものに対してはなおさらである。本システムでは分光器もちろんコンピュータで精度よく制御されているので、この例でも日間波長位置再現性は $0.0005\text{\AA}$ 以下であり十分な性能をもっている。さらに、試料の任意の領域を任意の速度で移動させながら測定することができるので、コンタミネーションや粒度、偏析などの影響が除去または軽減でき非常に有利である。

5・6 コンテントマッピング

コンテントマッピングの一例として、鋼のミクロ偏析調査結果¹⁴⁾について述べる。これは、従来問題とされていながら膨大な時間と労力を要するのではほとんど適用されていなかったものである。

Photo. 5 の (a) は一方向凝固させた Fe-C-Zr-S-0.1%P 鋼の凝固組織で、黒い部分がデンドライトの樹、白い部分がデンドライトの樹間である。(b) はその試料の P の偏析を 0.03% おきにマップ表示したものである。この偏析結果から 2 次元凝固率 f_s と P 含有率との関係を求めると、Fig. 10 に示すように、とくに f_s の低い領域ではデンドライト樹間溶鋼が完全混合であると仮定した Flemings の式¹⁵⁾から求めた曲線と一致しない。これは、デンドライトセル中には必ず拡散層が存在するので、

完全混合モデルの解析では不十分であることを意味しており、ミクロ偏析状態を正確に求めなければならないことを示している。

このような分析（この例では分析点 40×40 で、1 点あたりの積分時間 10s）に、従来の装置ではオペレータがつききりで測定に約 10h、グラフ解析や表示に約 4d を要するが、本システムでは自動的に約 5h でできる。さらに分析点の数が増えれば増えるほどその威力が発揮され、 100×100 点ぐらいの分析が必要となる実用鋼塊は、測定だけでも 60h 以上要するのでその適用は不可能に近い。

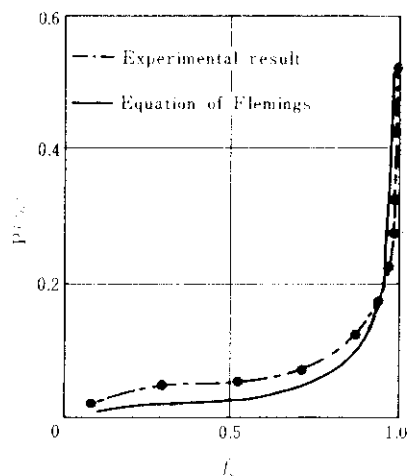


Fig. 10 P concentration against fraction of solid f_s

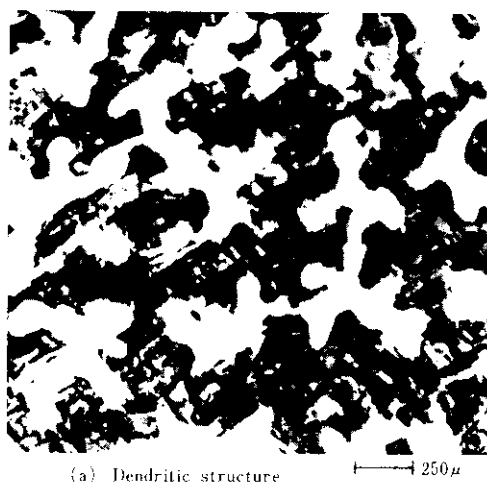


Photo. 5 Dendritic structure and content map of P of uni directionally solidified specimen (Fe-C-Zr-S-0.1%P alloy, with solidification rate of $200\text{mm}\cdot\text{h}^{-1}$)

とされていたが、1日半ぐらいでコンテンツマップが得られる。

そのうえ、電子線系や試料ステージなどが厳密に制御されているので分析精度もよく、この例でも各分析点のP濃度の平均値は0.098%であり、化学分析値の0.100%とよく一致している。

6. むすび

X線マイクロアナライザーを有効に活用するために、電子線系の制御からデータ解析まですべてを自動化させて、無人連続運転が可能な完全自動システムを開発した。

このシステムでは、試料を挿入して分析条件を設定するだけで後は自動的に分析されるので、熟練技術者を必要とした作業が簡素化され、しかも夜間や休日も無人運転ができるので能率は3倍以上向上する。特に、従来測定・解析に膨大な時間と労力を要するので困難とされていたコンテンツマッピングが、極めて簡単に作成できるようになった効果は大きい。

そのうえ、X線マイクロアナライザーの各機能が厳密に制御されているので操作上の誤差要因が減少し、それとともに種々の補正が可能になるので、分析精度も著しく向上する。

参 考 文 献

- 1) 安部忠廣、森本一三、鈴木健一郎、鶴見清、藤元克巳、菅島敬一、喜利元貞、堀彰男、副島啓義、川口博巳：鉄と鋼，63 (1977) 4, S235
- 2) 大場克彦：電子展望，15 (1978) 11, 55
- 3) 若林忠男、伊達玄、副島啓義、石原眞三、正木俊行、荒木武：島津評論，32 (1975) 1, 35
- 4) 理化学辞典：(1975)，〔岩波書店〕
- 5) E.W. White and G.G. Johnson, Jr.: X-ray and Absorption, Wavelength and Two-Theta Table, second edition, (1970), [ASTM]
- 6) P. Duncumb, P.K. Shields-Mason, and C. Da Casa: 5th International Congress on X ray Optics and Microanalysis, (1968), [Tübingen Germany]
- 7) L.S. Birks: Electron Probe Microanalysis, second edition, (1971), [Wiley interscience]
- 8) W.J. Veijel, E. Briggs, B. Bracewale and M. Donaldson: 1969 Tabulation KN-798-69-2(R), [Kaman Nuclear Corp., Colorado Spring, Colorado]
- 9) R.W. Fink, R.C. Jopson, H. Mark and C.D. Swift: Rev. Mod. Phys., 38 (1966), 513
- 10) P. Duncumb, S.J.B. Reed: Quantitative Electron probe Microanalysis, Nat. Bur. Std. Spec. Publ., (1968), 298
- 11) A.E. Bence and A.L. Albee: J. Geology, 76 (1968), 382
- 12) A.L. Albee and L. Ray: Anal. Chem, 42 (1970) 12, 1408
- 13) 大橋善治、角山浩三、森本一三、安部忠廣、針間文宣：鉄と鋼，64 (1978) 11, S818
- 14) 安部忠廣、鈴木健一郎：日本金属学会会報，18 (1979) 3, 208
- 15) H.D. Brody and M.C. Flemings: Trans, Met. Soc. AIME, 236 (1966) 5, 615