
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:

trolled automatically has been developed for a continuous, unmanned, operation with marked efficiency improvement. The main features of this system are as follows:

らな点ではあるが、本質的にはやはり従来のように、オペレータの労働時間すなわち装置の稼働時間によって評価される。したがって、効率化を望むためには十分な自動化が必要である。

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は、従来のように述べておくことは必要が、本稿では、

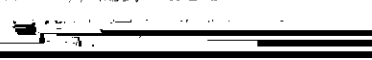
大運転可能な装置が要求される。

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、夜間や休日も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。

に解決して本システムを完成させたものもあり、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（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本体(A)、記録・EBSコンソール(C)、ペン



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。

タ(D)、テレタイプ(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する必要があり、このため、SM

(2) 多数個試料（少なくとも1晩分の試料）の同時

SMでは、同時に装填できる試料ホルダの数は

分析ができ、しかもすべての分析位置がワリセツ、およびリサーチできること。

(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

標準試料用ホルダを含めて6個なので、特殊な機構を考案して、23個の試料ホルダが装填できるようにした。このようにすると、たとえば1試料で1箇所だけを分析する試料ばかりであっても



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れ、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

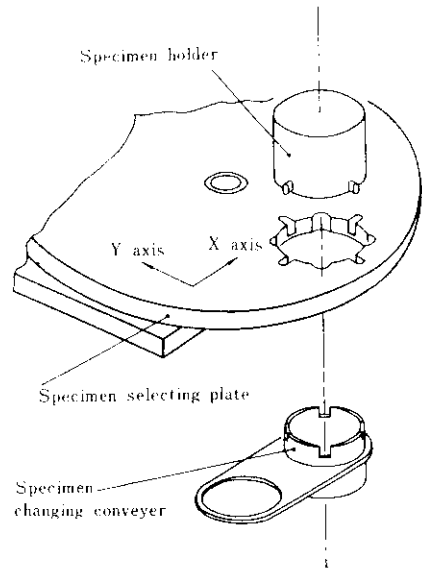


Table 1 Main specification of the specimen stage

Specimen feeding range	X-axis	0~25.4 (mm)
	Y-axis	0~25.4 (mm)
	Z-axis	+2~+130 (mm)
Number of specimens	23 pieces	

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が機械的かつオペラの子を扱はて

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

カメラのフィルムを巻き上げる。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の制御に、CRT上の電子ビームの位置を

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

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

ログ表示するユニットである。また X 線信号だけ シミュレータは X 線マイクロアナライザーの本

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

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

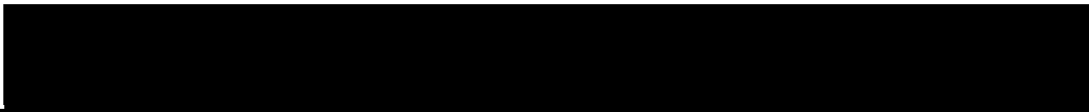
使用しているコンピュータおよび周辺機器を、

(2) X線マイクロアナライザーの装置全体に対し

Sophistication

Low

High



グラフィック、制御、およびデータ処理システム

プログラムは、大きく分けて三つのレベルに分けられ、分光波長自動決定機能、電子光学系自動制御機能、

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序自動選択機能、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、テラ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

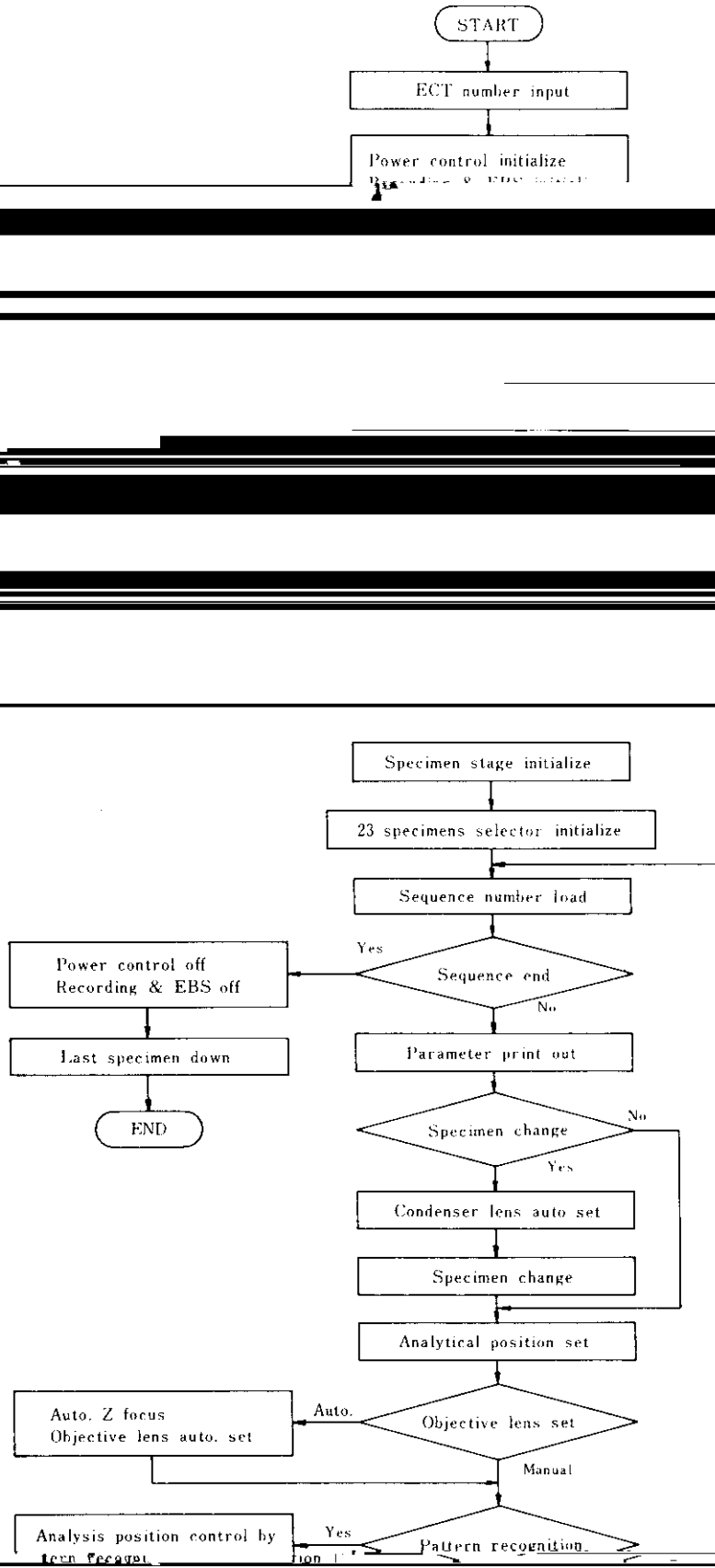
ら、データの集合をパターンとして分離する。この集合についてそれぞれの辺縁長を求め、通常は最大の辺縁長をもつ集合体が分析目的物かあるいは基準位置になっているので、その集合体の重心位置を計算し、この重心位置を電子ビーム中心位置にフィードバックして、必ず電子ビームの中心に目的場所が来るように試料を移動させる。もちろん最大辺縁長のものだけでなく、平均的なものや最短のものも選択することができる。

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

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ョールドレ

ナ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

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。



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メニューにより測定、表示が行われ、その場所での指定された分析が終了すると、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了すると、分析が完了する。

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。

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。

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 Ni-14 の試料の 9 番目の公転位置の全バックグラウンド強度の 2.5 倍に拡大した EBS 像

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

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。

Full scale
Fe : 20 000CPS
Ca : 20 000CPS

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

Mg : 10 000CPS
O : 1 000CPS

Ca

5・4 定量分析

12 $\frac{> 10\ 000}{\text{Al-O}}$ $\frac{K_{\beta}}{\lambda}$

フトを測定するので、高度な波長再現性が要求さ

完全混合モデルの解析では不十分であることを意

が強く、とり取り、超等配するの更システムのは科

このように分析（この例では分析点40×40で、

してはなおさらである。本システムでは分光器も
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0.0005Å

1点あたりの積分時間10s）は、従来の装置では
ナベリ、ニカ、ハネ、ヒキ、チ、コ、シ、セ、ソ、タ、チ、

と電子線が、1日中を自動的に走査し、その結果は、時刻表通りに自動的に出力される。

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、

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

6. むすび

X線マイクロアナライザ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

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