

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 高機能分析

March 1999 ■ No.18

最新のエネルギー分散形X線 マイクロアナライザとコンピュータ

The Latest Energy Dispersive X-ray
Microanalyzer and Computers

坂東 篤・万木利和

Atsushi BANDO, Toshikazu YURUGI

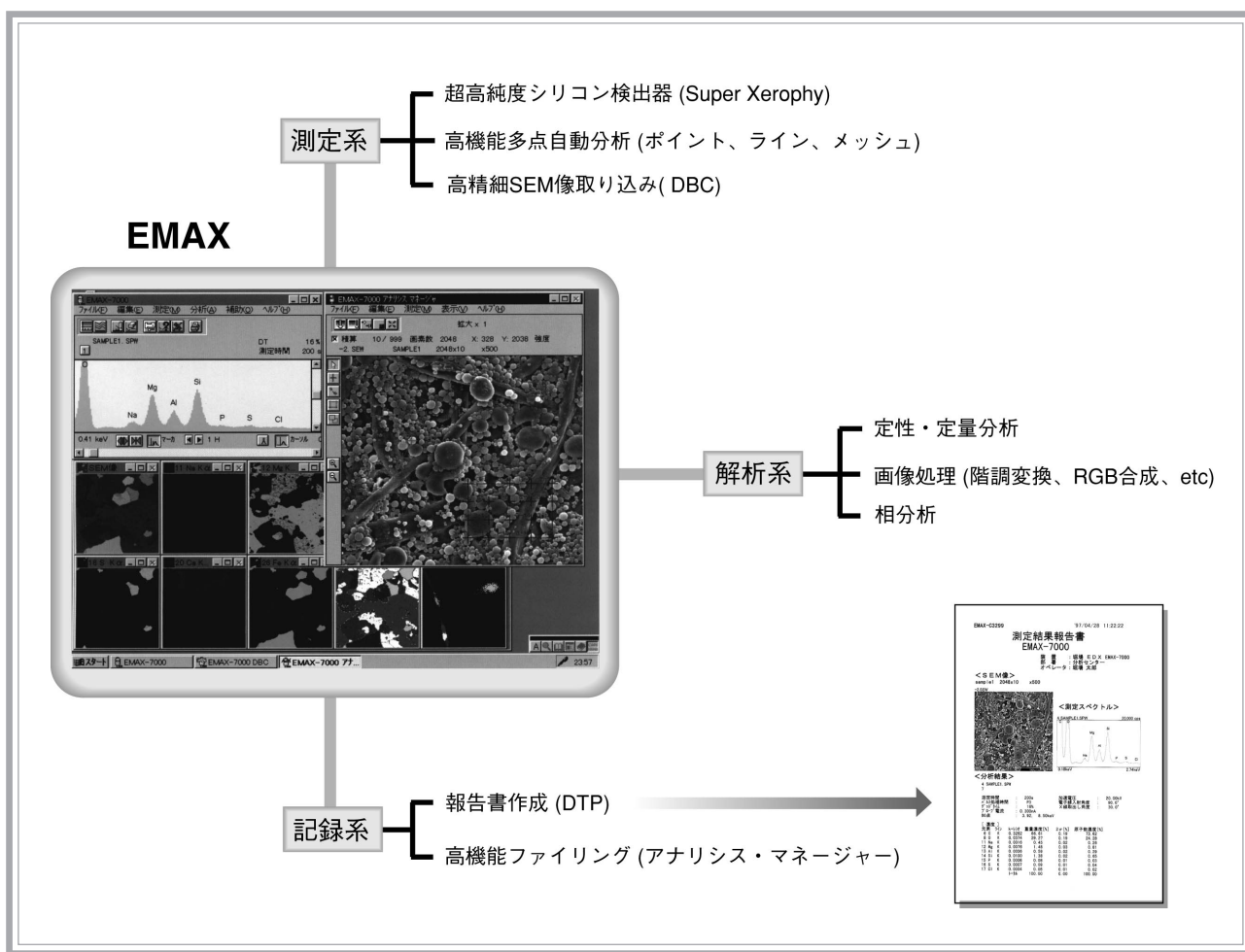
(Page17-21)

株式会社 堀場製作所

Feature Article
特集論文

最新のエネルギー分散形X線マイクロアナライザとコンピュータ
The Latest Energy Dispersive X-ray Microanalyzer and Computers

坂東 篤 万木利和



要旨

近年コンピュータは、分析装置の操作やデータ解析を行なう上で欠く事の出来ないものになっている。本稿では、当社のエネルギー分散形X線マイクロアナライザ“EMAXシリーズ”とコンピュータの関わりを紹介し、コンピュータにより実現されたより視覚的で定量的な測定データの解析例を示す。また、最新のコンピュータによる優れたユーザーインターフェースや、分析担当者の作業効率を高めるための最新機能“アナリシスマネージャ”について紹介する。

Abstract

In recent years, computers have become indispensable to operate and analyze results from analysis equipment. This article will introduce the relationship between Horiba's EMAX series energy dispersive x-ray microanalyzers and computers, describing examples of how computers have improved visibility and quantity of results. You will also see how computers have enabled better user interfaces and improved the efficiency of those analyzing with our analysis manager's latest functions.

1. EMAXの基本構成

EMAXは、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope:SEM)や透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope:TEM)と組み合わせて元素分析を行うエネルギー分散形X線マイクロアナライザ(Energy dispersive Microanalyzer of X-ray)と呼ばれる分析装置である。

電子顕微鏡は、試料に電子線を照射し、試料から得られる二次電子、反射電子、透過電子などの情報を基に主に試料表面の微小領域の形状観察を行う。この時、試料からはX線も同時に発生する。放出されるX線には、試料に含まれる元素固有のエネルギー(波長)を持つ特性X線が含まれる。EMAXは、この特性X線を検出することにより元素分析を行う。

X線を検出する手法には、エネルギー分散形(Energy Dispersive X-ray spectroscopy:EDX)と波長分散形(Wave length Dispersive X-ray spectroscopy:WDX)がある。WDXは、X線の回折を利用して選択的に特定波長のX線を取り出して測定する方法である。一方、EDXは、半導体検出器によって全エネルギーのX線を同時に測定する方法である。EDXはWDXに比べて、分解能では劣るものの多元素を同時に分析が可能で、操作が簡単であるという特徴を持っている。

EMAXの基本的な機器構成を図1に示す。EMAXは検出器・分析部・データ解析部の3つの部分からなり、データ解析部にコンピュータが使われている。

2. EMAXの発展とコンピュータ

当社は、1982年に定量分析を行なうことのできるEMAX-2200を開発した。定量値は、試料中の各々の元素から発生する特性X線強度が濃度にほぼ比例することから求められる。しかし実際は、特性X線強度と濃度の関係は単純な比例関係でなく、複雑な補正計算を行う必要がある。このため、EMAX-2200にはスペクトルの表示や定性分析などを行なうためのマイクロコンピュータに加えて、定量計算用にミニコンピュータ(DEC社製:PDP-11)を搭載していた。また、ミニコンピュータのフロッピーディスクなどの補助記憶装置を利用することで測定データの保存も可能となった。

1985年には電子顕微鏡画像や元素分布像を取り込むDBC(Digital Beam Control)機能を実現したEMAX-3000を開発した。この装置で取り扱う画像データのデータ量は、それまでのスペクトルデータに比べて20倍以上と非常に大きくなり、データ解析を行なうためにコンピュータの重要性がさらに増加した。

1989年に開発したEMAX-2700では、データ解析部にミニコンピュータに代えてパーソナルコンピュータ(日本電気製:PC-9800シリーズ)を採用した。この時期のパーソナルコンピュータは、日本語環境に加えてグラフィック機能も充実してきたこともあり、日本語メニュー、マウス操作によるGUI(Graphic User Interface)を導入することができ、操作性が大幅に向上した。

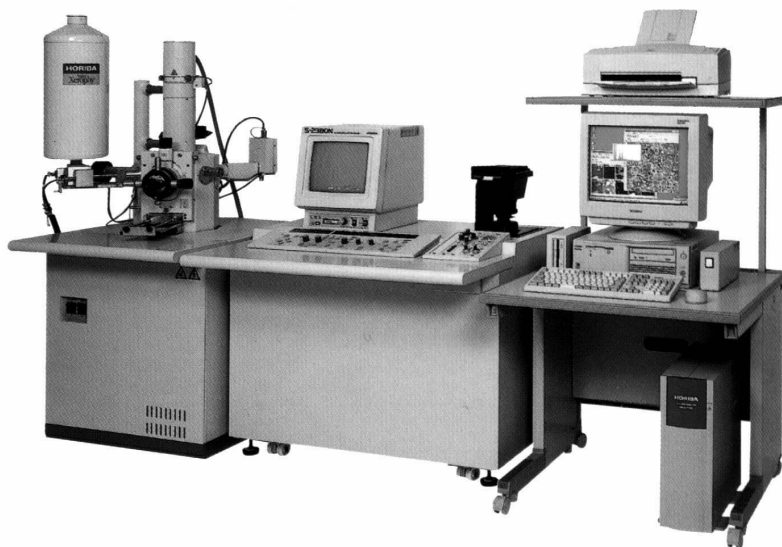


図1 エネルギー分散形X線マイクロアナライザ EMAX-7000 シリーズ
The model EMAX-7000 series energy dispersive X-ray analyzer
(日立製作所製 走査型電子顕微鏡 S-2380 と組合せ)

1993年には、元素分布像から組成分布の解析を行なうための相分析機能を持つEMAX-5770XRを開発した。相分析機能は、最大31元素分もの元素分布像を用いた画像処理を行なう必要があるため、パーソナルコンピュータに加えて独自のDSP(Digital Signal Processor: DSP)が分析部に搭載している。

1997年、Microsoft®Windows™の普及に伴ないMicrosoft®Windows™上で動作するEMAX-7000を開発した。これにより、操作が他のWindows環境のソフトウェアと共通になり操作性がさらに向上した。機能面では、測定結果の解析のみではなく、報告書作成や、表計算やワープロなどの市販ソフトウェアもEMAXのパーソナルコンピュータ上で利用できるようになった。

以下に、コンピュータを利用して可能となったのEMAXの代表的な機能について具体例を交えながら紹介する。

2.1 元素分布像データの処理

近年、EDXにおいてDBCによる元素分布像の取り込みは必須の機能となってきた。EMAXにおいても出荷される装置の大半が元素分布像の取り込み機能付きである。元素分布像とは着目している元素がどの様に分布しているかを示す画像のことで、画像の濃淡により元素の分布を視覚的に知ることができる。EMAXの場合、多元素を同時に分析できるEDXの特長を生かし、一度の測定で最大31元素分の元素分布像の同時取り込みを実現している。

図2に元素分布像の一例を示す。図2はドロマイト

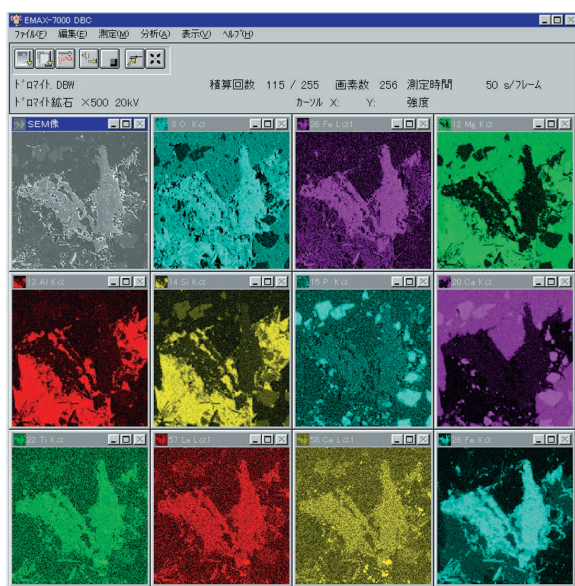


図2 DBC分析例

DBC analysis of dolomite

(試料：ドロマイト鉱石 倍率：500倍)

鉱石をDBCにより分析した例である。この分析例を見てもわかるように、画像で表示するとスペクトルや定量値などの数字だけのデータに比べ視覚的にわかりやすく、説得力の高いデータが得られる。また、点分析ではわかりにくい局所的な元素の偏析なども観察できる。

先に述べたとおり、元素分布像は試料中の元素分布を調べるのに非常に有効である。しかし、31元素分ものデータを同時に取り込むことができるため元素分布像の数が増えると、それらの解析は非常に手間のかかる作業になる。そこでEMAXには元素分布像の解析を行なうためにいくつかの画像処理機能が用意されている。本稿では、その中からRGB合成、相分析機能について紹介する。

図3にRGB合成の結果を示す。試料はタングステン

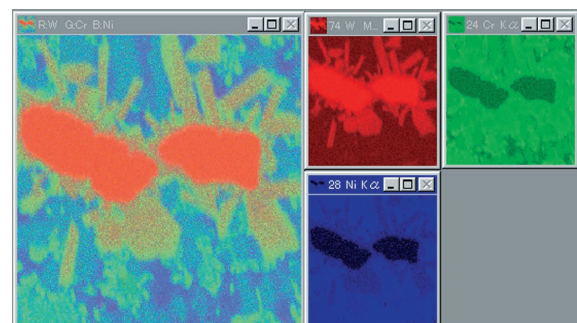


図3 RGB合成例

RGB analysis of tungsten alloy

(試料：タングステン合金 倍率：1000倍)

合金である。RGB合成像は三つの元素の元素分布をそれぞれ赤、緑、青の三色に割り当て1枚に合成した画像である。図3の場合は、Wを赤、Crを緑、Niを青に割り当てて合成した。3元素分の情報を1枚の画像にまとめる事により、それぞれの元素が分布している場所が明確に判るようになる。

RGB合成像では、最大で3元素までの元素分布を用いた組成の違いしか表現できないが、相分析を用いると、更に多くの元素の情報を基にした組成の違いを表現する事ができる。相分析は、主成分分析と呼ばれる統計的手法を用いて、取り込んだ全ての元素分布の特徴を1枚の主成分散布図に集約して、組成の同じ場所を抽出する機能である。図4に相分析の例を示す。試料は図3と同じタングステン合金である。相分析を行なうとRGB合成では判らなかった炭素(C)の領域(紫色の部分)もあることを知ることができる。

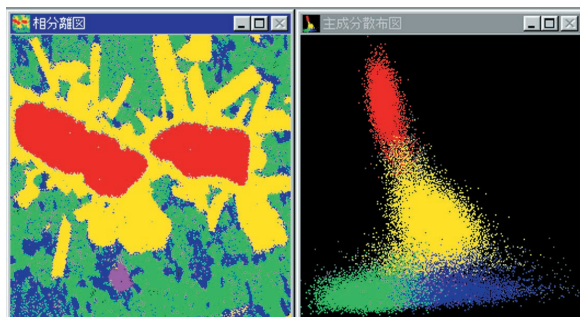


図4 相分析例
Phase analysis of tungsten alloy
(試料：タングステン合金 倍率：1000倍)

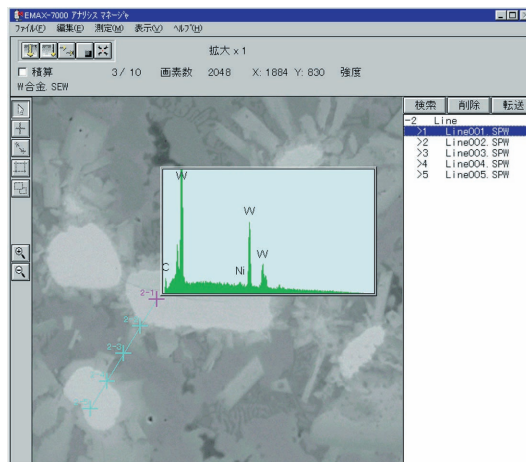


図5 アナリスマネージャ分析例
Analysis manager of tungsten alloy
(試料：タングステン合金 倍率：800倍)

3. 簡単な操作とデータのファイリング

Microsoft®Windows™環境は、非常にビジュアルな操作環境である。最新のEMAX-7000には、その特徴を生かすため、EDXの画面上で分析位置の指定やデータのファイリングが行なえるアナリスマネージャ機能が搭載されている。アナリスマネージャを使うと、EMAXに取り込んだ電子顕微鏡画像上で元素分析したい部位をクリックするだけで、そのポイントに電子線が照射されX線分析が開始できる。また、取り込まれたデータは、電子顕微鏡画像、測定位置、分析条件などと共にディスクに保存(ファイリング)される。図5にアナリスマネージャでの分析結果の一例を示す。

この例では電子顕微鏡画像上に測定したポイントと測定したデータを簡易表示している。従来、EDXで測定されたデータは、電子顕微鏡画像、分析部位と測定条件、定量分析結果、測定スペクトルが別々に保存されていたため、分析者が対応づけてデータの整理を行なう必要があった。とくに～のデータは相互に関連しており、分析者にとってデータの整理は、時間がかかる負荷の大きい作業であった。アナリスマネージャでは、～の情報は1つのファイルとして管理できるため、分析者がデータの対応をとる必要がなくなり、データの取り扱いや整理が容易になった。

4. 報告書作成の支援

EMAXで取り込まれるデータは、スペクトル、定性分析結果、定量分析結果、電子顕微鏡画像、元素分布像など多岐にわたる。従来、分析結果を報告書の形にまとめる場合は、これらのデータを人の手で様々な形に加工する必要があった。しかし、最新の機種ではEMAXのソフトウェア上で報告書の形にまとめることができる。この機能を使うと、スペクトル、定性分析の結果、定量分析の結果、電子顕微鏡画像、元素分布像などのレイアウトを決めて報告書を作成できる。また、分析結果に対するコメントや詳しい分析条件などを書き込むこともできる。しかも作成した報告書のレイアウトには、入力したコメントも同時に保存される。即ち、独自の定型フォーマットを作成しておき、データ測定後、そのフォーマットを呼び出し印刷することで報告書が作成できるようにしてある。図6に報告書の作成例を示す。

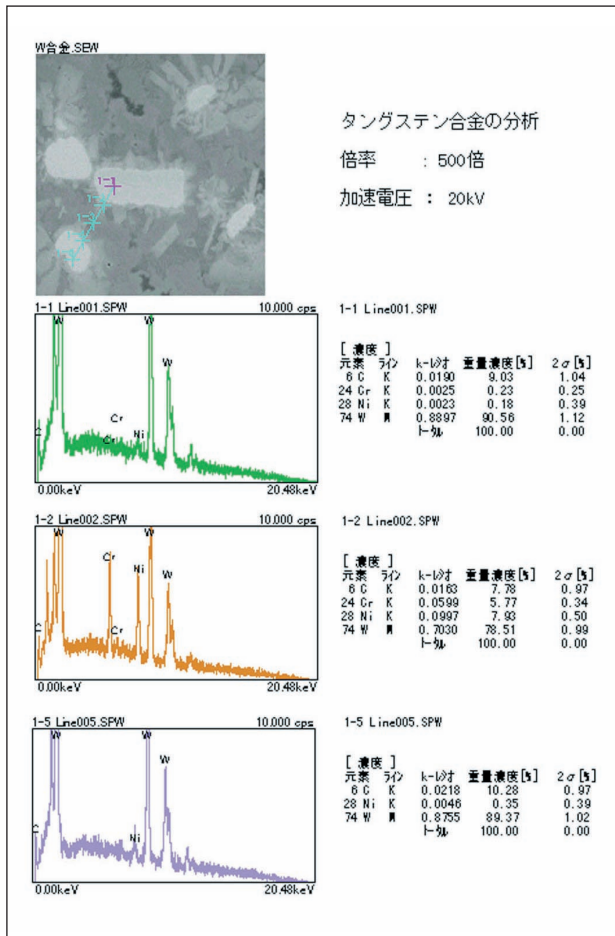


図6 報告書例
Typical reporting format

5. まとめ

初期のEMAXは、コンピュータを複雑な定量計算を行なうために導入し、測定したデータを保存することを可能にした。最新の機種ではコンピュータは単なるデータ処理のためだけではなく、Windowsにより提供されるGUI環境を用いて高い操作性を実現するためのツールとしても利用している。

近年、インターネットや社内LANなどを介したコンピュータネットワークにより、データ・報告書の共有化や、分析ノウハウの蓄積を目的としたデータの共通化が進んでいる。これら情報インフラの発展は、我々分析機器メーカーからの分析ノウハウの提供や迅速なメンテナンスに対応するための足掛かりになると考えられる。

一方、EDXや電子顕微鏡がコンピュータを使った自動調整や自動測定が可能になり、広い観察範囲(数cm)から微小な異物(数μm)を探したり、非常にたくさんの異物、領域を迅速に分析することが容易になっている。今後は、ますます大量のデータを検索したり処理する技術が必要になってくる。EDXは、誰にでも使えるよう操作性を高め、ビジュアルな報告書作成機能を持たせることにより、分析担当者の作業効率をより高めることが求められている。

今後もコンピュータ技術は非常に早い速度で進歩していくものと考えられる。新しい分析装置を開発する上においても、最新のコンピュータ技術をどのように取り込んでいくかという点が重要なポイントの一つになる。我々分析機器メーカーは、分析者にとって何が重要であるかを十分把握した上で、最新のコンピュータ技術を分析装置の機能向上に活用していきたいと考えている。



坂東 篤
Atsushi BANDO
分析センター
ジョブリーダー



万木利和
Toshikazu YURUGI
科学計測開発部
素材分析チーム
ジョブリーダー

