

# 自動分析と画像処理機能を備えた X線マイクロアナライザー<sup>\*1</sup>

楨石 規子<sup>\*2</sup> 山本 公<sup>\*3</sup> 松村 泰治<sup>\*4</sup>

## Electron Probe Micro Analyzer with Automatic Analyzing and Image Processing System

Noriko Makiishi, Akira Yamamoto, Yasuharu Matsumura

Table 1 Main specifications

### 1 はじめに

鉄鋼材料のみならず電子材料、新素材など多くの分野における新技術・新製品の開発を支える解析・評価技術として電子、イオン、X線などを励起源とするマイクロビームアナリシスが広く活用されている。なかでもX線マイクロアナライザー(EPMA)は定量性に優れ、また高真空を必要としない汎用装置として威力を発揮している<sup>1)</sup>。

最近ではコンピューター技術の進歩に伴い、大面積での元素分布マッピングおよびその結果の画像処理など多様な解析機能も装備されるようになってきている<sup>2)</sup>。また製膜技術の進歩により、軽元素(C, N, O)分析のための多層膜分光素子の開発<sup>3)</sup>もあり、その活用度はますます高まってきた。

このような状況にあって、当社でも多くの機能を具備し連続無人分析も可能なEPMAを1987年7月に開発・導入した。現在順調に稼働しており、製品およびプロセスの解析に大きな効果を挙げているので、その概要と適用例について紹介する。

### 2 装置の概要

装置の構成をFig. 1に、主な仕様をTable 1に示す。本装置は大別して測定部および制御・データ処理部に分けられ、測定部は分光器、電子線制御系、高速マッピング装置およびレコーダーで構成される。また制御・データ処理部はコンピューター、画像表示装置、キャラクター用CRT、画像出力用CRT、カラーハードコピーおよびプリンターで構成される。高性能コンピューターの搭載、ハードウェアの改良などにより、新しいEPMAは以下の特長を持っている。

#### (1) 完全自動化

定性分析、定量分析、線分析および写真撮影の各モードを任意の試料に対し任意の組み合わせで自動分析するとともに定性分析の情報により自動的に条件が設定できる。このような完全自動化にはソフトウェアの設計はもちろん装置の安定化がキーポイントとなる。このため電子銃を改良してビーム電流そのものの安定化を図り、夜間15時間の無人運転で変動を0.9%以

Term	Specification
Accelerating voltage	0~30 kV, 0.5 kV step
Diameter of electron beam	min 100 Å
Channel	6 (full scanner 4, semi scanner 2)
Signal for analysis	X-ray Backscattered electron Secondary electron
Sample size	max 100 mm (W) × 100 mm (D) × 40 mm (H)
Area of measuring	max 90 mm × 90 mm
Speed of stage scanning	max 10 mm/s
Integrating time	min 1 ms
Display	CRT: 19 inch (16 colors)
Data processing	VAX station GPX/II (32 bit type) Hard disc (71 MB) MT (95 MB) Automatic analysis and Image analysis

内に抑えた。またモニター電流をフィードバックしてビーム電流の微小変動を制御するシステムとし、長時間でも3%以内の変動を補償できるようにした。また試料位置と電子ビームそれぞれにオートフォーカス機構をつけ焦点のブレをなくした。

#### (2) 電子光学系の大電流化

電子光学系の大電流化により微小領域、微量元素の測定精度が優れている。入射ビームを細束化した時に入射電流値が大きくなれば発生する特性X線強度が大きくなり、微小領域・微量元素の測定精度は向上する。このため収束レンズなど電子光学系を改良して大電流化を図った結果、例えば100 nmのビーム径で加速電圧10 kVの時、 $10^{-8.5}$  Aのビーム電流となり10倍以上向上した。

#### (3) 高速マッピング

最大100 mm角の試料が高速でマッピングできる。試料ステージを大型化し最大100 mm × 100 mmの試料が装着できるよう

\*1 平成元年2月15日原稿受付

\*2 技術研究本部 計測・物性研究センター

\*3 技術研究本部 計測・物性研究センター(現 Heidelberg 大)主任研究員

\*4 技術研究本部 計測・物性研究センター 主任研究員

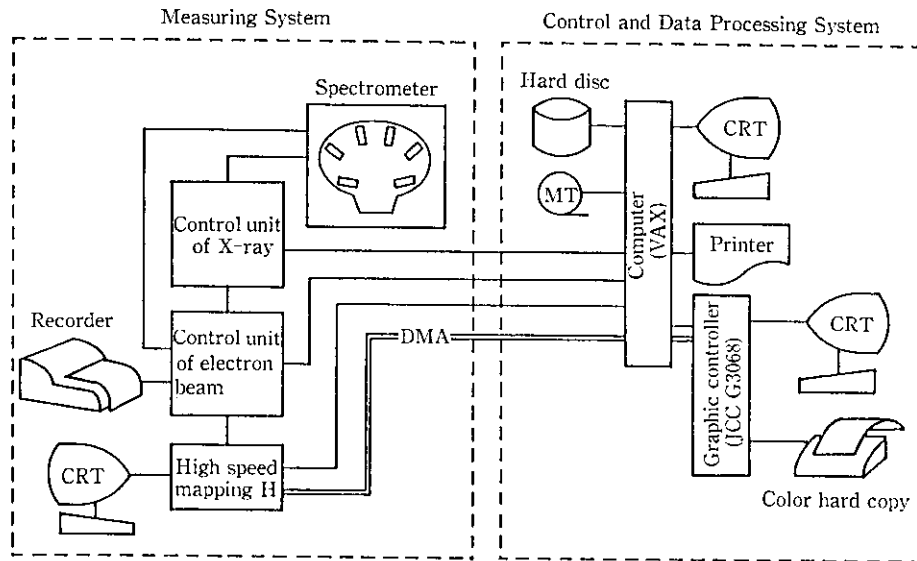


Fig. 1 Blockdiagram of system

にした。試料を移動させるステージスキャンの最小ステップは  $1\mu\text{m}$  で最大  $10\text{mm/s}$  で駆動し、高速マッピング装置の併用により測定時間の大幅な短縮を達成した。なお測定時間は  $50\text{mm} \times 50\text{mm}$  の試料 ( $100\mu\text{m}$  ステップ,  $10\text{ms}$  積分) で約 50 分であった。また前述した細束ビームの大電流化はビームスキャンによる微小領域の高速マッピングに大きな効果を挙げた。なお高速マッピング装置により結果はリアルタイムで画面表示される。

#### (4) 人工累積膜分光素子の採用

人工累積膜分光素子を採用し、超軽元素の感度が高い。一般に用いられる鉛ステアレート (PbSD) では強度が弱い N を対象として W/Si の多層膜 ( $2d=72.2\text{Å}$ , 4 インチ) を採用した。この結果  $NK\alpha$  では 5 インチ PbSD の約 6 倍,  $OK\alpha$  においては同じ PbSD の約 13 倍に強度が向上した。この時分解能 (ピーク半価幅) は  $NK\alpha$  の場合, PbSD の  $1.00\text{Å}$  に対し  $1.44\text{Å}$  で実用上問題とならない差であった。

#### (5) 6 元素の同時分析

分光器本体を改造してフルスキャナー 4 台, セミスキャナー 2 台を設置し, これまでの最大 5 元素に対して同時分析元素数を増した。これにより組み合わせの自由度も拡大し, 例えば Fe, Zn, Ni などの重元素が 3 元素同時に測定できるようになり, マッピング, 線分析などの効率が向上した。

#### (6) 画像表示・解析機能の拡大

マルチステーションタイプの 32 ビットミニコンピュータ ( $\mu\text{-VAX}$ ) などの搭載により画像表示・解析機能を拡大した。すなわちマッピングデータの画像をモニターへ出力し, 色調などを制御するための画像表示とその画像をフィルタリングやコントラスト強調など数学的に加工して画像変換する画像処理の機能に加えて, 円相当径や偏平率など幾何学的パラメーターを抽出・統計処理する解析機能がそれである。これにより微量元素分布状態, 不純物や分散粒子の形状, 状態分析, 組成比の分布などが容易に解析できる。

### 3 適用例

新しい EPMA は前述した多くの特長を持っているが, なかでも視覚に訴える解析装置としてマッピングの利用が多い。すなわち最近の材料研究では材料の平均組成よりむしろ元素・成分の分布状態がより重視されるようになったからである。ここでは新 EPMA の適用例として鉄鋼およびフェライトの分析例を挙げた。

#### 3.1 鋳片中 Mn の分布

鋳込シュミレーターで作製した鋳片の C 断面中心部における Mn の分布状態を Photo 1 に示す。これはステージスキャンでマッピングした結果で, Mn 強度の大きい中心部の偏析および 2 次, 3 次の微細なデンドライト組織が明確に判別できる。この例での試料面積は  $5\text{mm} \times 5\text{mm}$  ( $10\mu\text{m}$  ステップ) で測定時間は約 50 分でデータは中間値フィルター処理した。

#### 3.2 フェライト粒界での Ca の分布

微小領域での微量元素の例として市販フェライト中 Ca の分布測定結果を Photo 2 に示す。原料あるいは仮焼時に添加したと推定される Ca 化合物が粒界に濃化しているのがよくわかり, 本装置の性能を示している。なお Photo 2 は平均値フィルター処理したデータである。

### 4 むすび

新 X 線マイクロアナライザーの概要と特長および適用例を紹介した。本装置は完全自動化のためのソフトウェアが完成していないため, その機能をフルに発揮していないが, 高性能・多機能な解析装置として今後ますます多くの分野で活用されるであろう。そのためには, セミ・ミクロンオーダーの薄層分析, 深さ方向の非破壊分析などさらに応用技術の拡大を図ってゆく予定である。終りに電子光学系等の改造に関して (株) 島津製作所 副島啓義氏はじめ, 関係者のご協力に謝意を表します。

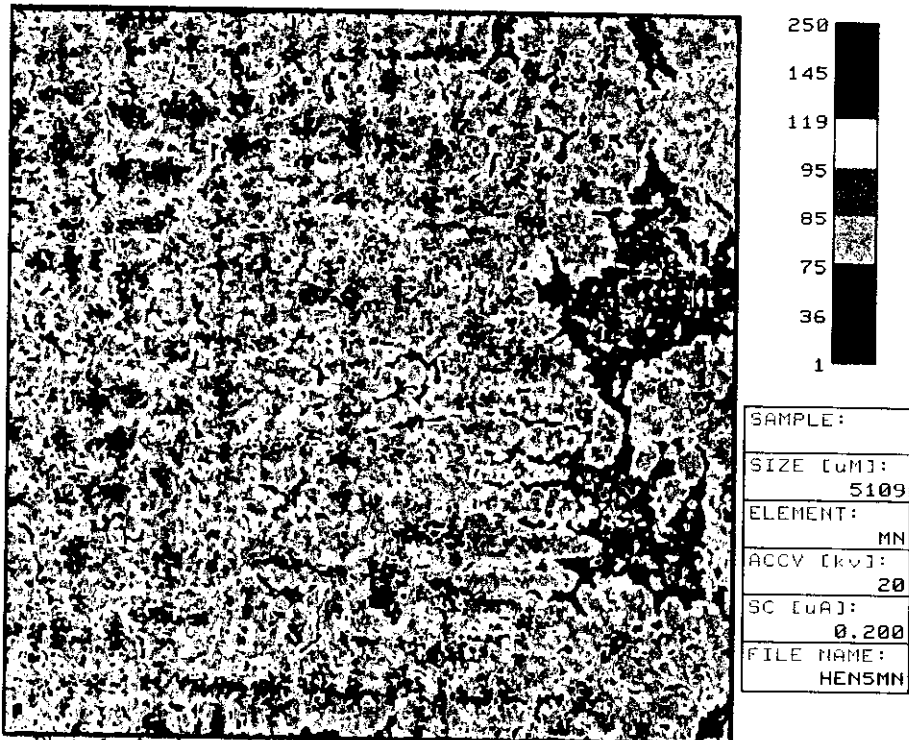


Photo 1 An elemental distribution of Mn at centerline in a steel ingot cast by a segregation simulator

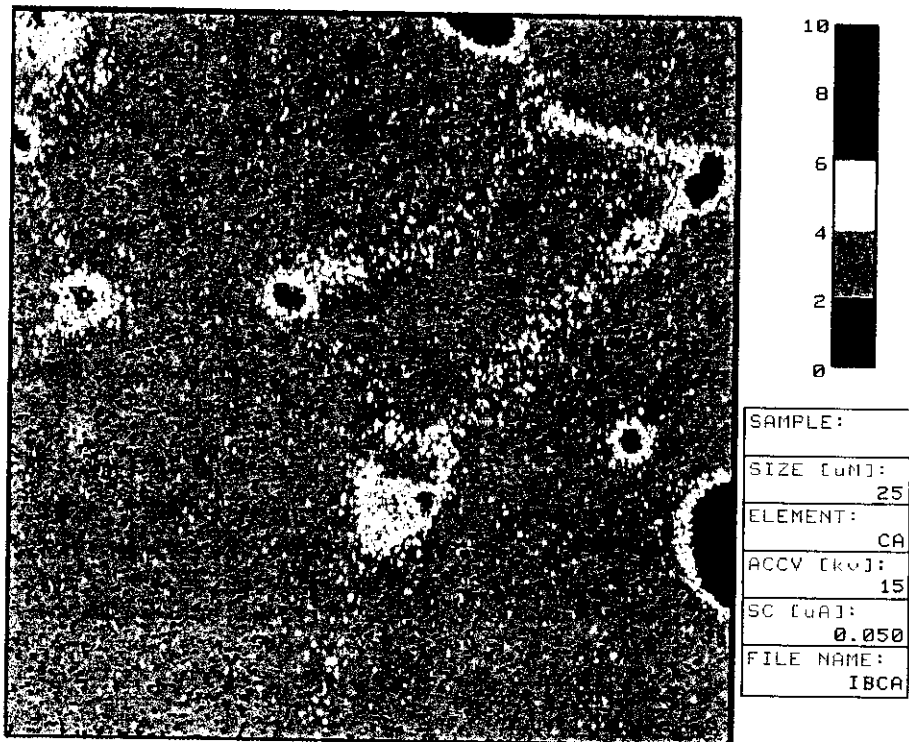


Photo 2 An elemental distribution of Ca in ferrite

#### 参考文献

- 1) 篠田軍治: 分光研究, 30 (1981) 10, 151-163
- 2) 浜田広樹, 田口 勇: 製鉄研究, 323 (1986), 15-20
- 3) 河辺一保, 斎藤昌門, 奥村豊彦: 「X線分析の進歩 第18集」, (1987), 2, [(株) アグネ技術センター]