解 説 (1)

2次元—マッピング—化のための信号収集

副 島 啓 義

(株)島津製作所 〒604 京都市中京区西ノ京桑原町1

(1987年12月3日受理)

Collection of Signals for Two Dimensional Mapping Analysis

Hiroyoshi SOEZIMA

Shimadzu Corporation

1, Nishinokyo-Kuwabaracho, Nakagyo-ku, Kyoto 604

(Received December 3, 1987)

At two dimensional digital analysis with many points (Mapping), the following conditions and accuracies of sampling data are discussed;

1. Relation between the sampling time for one picture element and the accuracy.
2. Conditions for the recognition of a image contrast.
3. Conditions for the recognition of a edge and boundary.
4. Relation between the numbers of picture elements and the accuracy.
5. Phenomenon of the transformation of a image shape in the case of probe size which is not so small as compared with the specimen structure size.

1. 緒 言

多数の表面・界面解析法、微小部解析法が実現しており、分類法・命名法にもよるがその数は100種をはるかに越え、150種ともそれ以上ともいわれる。これらの解析手法群の最たる特徴は、他の解析法つまり全体解析法と異なり試料の場所による情報の違いを重要な解析要素とすることである。しかし表面解析法は、各種顕微鏡のように原理上“場所”の情報を有しているものもかなりあるが、多くは一回の分析では試料上のある位置に限定された情報であり、場所による情報の違いは複数回の分析を必要とする。この結果、もしある一点の分析(点分析、0次元)を線上の変化(線分析、1次元)、面上の変化(面分析、2次元)へと拡大していくとなると分析点の数は非常に多くなり、その分だけ総分析時間は大変長いものになってしまう。もし総分析時間をほぼ同じに設定すると、点分析→線分析→面分析となるにつれ1点あたりの分析時間は大巾に短くなり、各1点の情報量と情報精度はどんどん低下していくことになる。

面分析の結果が“絵”として見えるためには最低50×

50画素程度が必要であり、モザイク形状がほとんど認識できなくなるのは200×200画素程度であるので、2次元化の基本画素を100×100であるとする、総分析時間一定の下では1画素あたりの情報量は1/10000に、情報精度は $1/\sqrt{10000}=1/100$ に減少することになる。単純に分析時間を10000倍にするのは現実的ではないので、多次元化による総解析情報量の増加がもたらす利点・1点あたりの情報量と情報精度の低下・総分析時間の増加の問題といったことを如何にバランスさせるかが重要課題である。

以上のことを概念的に表わしたのがFig. 1である。この図の横軸は試料の場所の情報を表わし、縦軸はある場所(2次元化したときはある画素)における情報量や情報精度を表わしている。図中に記された矢印は、“点分析や線分析に如何に場所の情報を加えていくか、面(2次元)分析や3次元分析の1画素あたりの情報量・情報精度を如何に増していくか”を意図しており、総解析情報は図の右上方ほど大きくなる。つまり解析の進歩は右上方を目指しており、2次元化—マッピング—もその1つの方法ということである。

Fig. 1 Concept illustration of multi-dimensions analysis.

2. 画素数と精度

2.1 1画素あたりの精度

一般にある情報を収集しているとき、その信号は時間に対して変動しながら積算されていく。たとえばX線光量子を計数している場合、きわめて長い時間の平均計数率 N_0 に対して、実計数が N となる確率 $P(N)$ は次式のポアソン分布に従う。

$$P(N) = \frac{N_0^N}{N!} \exp(-N_0) \quad (1)$$

これより、 N_0 (これは真の値と意味は同じである) は、

$$\left. \begin{aligned} N - \sqrt{N} < N_0 < N + \sqrt{N} & (68.3\%) \\ N - 2\sqrt{N} < N_0 < N + 2\sqrt{N} & (95.4\%) \\ N - 3\sqrt{N} < N_0 < N + 3\sqrt{N} & (99.9\%) \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

となる。不等式の後の () 内の数値は夫々の不等式の中に N_0 が存在する確率を表わしている。

さらに、ある画素Aにおける計数には信号成分 N_A とバックグラウンド B_A が含まれており、他の画素Bにおける信号成分 N_B とバックグラウンド B_B と識別されて、たとえばAの方が信号強度が高いとされる確率は、

$$\left. \begin{aligned} (N_A - B_A) - (\sqrt{N_A} + \sqrt{B_A}) > (N_B - B_B) + (\sqrt{N_B} + \sqrt{B_B}) & (68.3\%) \\ (N_A - B_A) - 2(\sqrt{N_A} + \sqrt{B_A}) > (N_B - B_B) + 2(\sqrt{N_B} + \sqrt{B_B}) & (95.4\%) \\ (N_A - B_A) - 3(\sqrt{N_A} + \sqrt{B_A}) > (N_B - B_B) + 3(\sqrt{N_B} + \sqrt{B_B}) & (99.7\%) \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

となる。

(2)式や(3)式に実際に数字をあてはめると、 $N=1$ 程度では信頼できる情報はほとんど何も得られないことになる。 $N=10$ の場合で、バックグラウンドが無視できるようなときでも、その信頼度は80%程度であり、もしバックグラウンドが $B=5$ とすると50%以下の信頼度となってしまう。ところが実際の計測におい

ては、微量成分を対象としたり、高速分析のために1画素あたりの計測時間(サンプリングタイム)が短かったりで、 $N=1$ 程度ということが少なくない。ではこのような計測は全く意味のないことかという必ずしもそうではない。たとえば 512×512 画素で作像した結果を肉眼で見ているときは、1画素毎を区別しているとはまずなく、 $10 \times 10 = 100$ 画素くらいの集合を単位として判断していることが多い。つまり情報量を100倍、精度を $\sqrt{100} = 10$ 倍に拡大して見ていることになる。そこで実際の画素数が幾つであっても 50×50 画素程度に換算したときの1画素あたりの情報精度がどうかという判断で条件設定するのが現実的である。

種々の解析装置の信号のバラツキがポアソン分布に従うとは限らないが、一般的に信号 N には $\sqrt{N}$ の変動があると見なせるので上記の考え方は一般的な判断基準である。なお、この 50×50 画素相当の判断で情報不足となった場合でも、コンピュータによる後処理により画像強調・情報抽出等の余地は十分残されているので、簡単に2次元化をあきらめる必要はない。

ところで、測定時間短縮のために1画素あたりのサンプリングタイムを短くすると、上記のように計数値が小さくなり誤差が大きくなるので、これを防ぐためにプローブを強める(たとえば電子ビームの場合にはビーム電流を増す)ことが行なわれる。このような場合、検出系・計測系の不感時間(デッドタイム)に対する配慮を忘れてはならない。不感時間はよく知られているように検出系・計測系の時間分解能にかかわる特性であるが、リニアリティを保ったままでの単位時間あたりの最大計測量を示している。この単位時間にはしばしば秒が用いられ、“この系は50000 cps(カウント/秒)まで直線性があります”などといっている。1画素あたりのサンプリングタイムを仮に50 msec としたら、0.05% 程度の成分の計数値が2~3カウントになってしまったので、プローブを10倍に強めたとする。このとき、主成分に対しては1000000 cps レベルになっていることになり、もしも先の50000 cps が直線範囲だとすると、とてもまともな計測はされていないことになる。毎秒あたりの計数に慣れ過ぎたため、ミリ秒あたりの計数値の小ささにまどわされて、不感時間に対する判断を間違えないよう注意すべきである。

2.2 コントラストと境界認識

2次元化して作像されたものを“絵”としてみる場合、各部の情報に相違があるかどうかを識別するために必要な最低限のコントラストや境界計法(一種の像分解能)が重要になる。2次元像の表示法の基本形は白黒濃淡像である。後述するように濃淡による識別能力は、視

神経のよく発達した人間の場合でも高くはない。これは自然界の明るさをリニアで表わすと $0 \sim 10^6 \sim 10^{10}$ くらいもあるのに対して、対数換算して $0 \sim 6 \sim 10$ 段階くらいで感じるようになっているからである。解析装置の出力は多くの場合 100 分率濃度表示に代表されるように $0 \sim 100$ 表示が多い。つまり 10^{10} のダイナミックレンジを持つ肉眼で 10^2 内の変化を見ようとしている限界がある。だからこそカラー化やY変調表示といったことの価値がでてくるのであるが、ここでは基本の濃淡像について述べる。

どのくらいの濃淡があれば識別可能かについては個人差があり、濃淡の境界が単純な直線か複雑に入り組んでいるかによっても異なるが、経験則として 20% の変化が必要とされている^{1,2)}。また、DC 化された信号でのコントラストの場合で、同じ明るさレベル内では均一な明るさであるようなときと、EPMA でのX線像のようにパルス状の輝点の集合として明るさレベルを表わしているときとは識別力が異なる。後者では同じ明るさレベルであるべき領域内においても輝点の存在がバラツクため明るさがバラツいてしまう。**Fig. 2** は実例である²⁾ (EPMA による真ちゅうのX線像)。画面を仮に 50×50 画素に分割したときの1画素あたりのパルス数は 300~400 で、図中の α 相と β' 相では 15% ほど信号量が異なる。(b)は信号量の変化をそのまま表わしたものであり、 α 相と β' 相の区別はかなり困難で、特に境界位置は不明瞭である。(c)は人工的に明るさレベルが 50% 変化するようにしたもので、(b)と(c)を比べると識別能の違いがはっきりする。

さて以上のことを数式で表現すると次のようになる^{3,4)}。信号に変動があるとき、信号量 N の領域と $N + \Delta N$ の領域を識別するためには、 ΔN は N の変動の大きさの 10 倍あることが必要である(10は経験ファクタ)。

$$\Delta N \geq 10\sqrt{N} \quad (4)$$

また、 N に変動がなく N がそのまま明るさレベルを表わすとし、明るさが 20% 変化すれば識別できるとすると(20%は経験ファクタ)。

$$N + \Delta N \geq 1.2N \quad \text{すなわち} \quad \Delta N \geq 0.2N \quad (5)$$

したがって一般に変動のある場合は(4)式と(5)式を同時に満たす必要がある。

次に画面上のある境界層を識別することを考える^{3,4)}。10 cm $\times$ 10 cm の画面において、幅 1 mm $\times$ 長さ 10 mm の境界層が識別できればよいとする。**Fig. 3** のように 100 $\times$ 100 画素に分けて考えると境界層は幅 1 画素、長さ 10 画素である。全画面のサンプリングタイムを T 秒とし、信号強度を N /秒とすると境界層での総信号量は $NT/1000$ となる。この時(4)式は、

Fig. 2 An example of image contrast and edge shape of a brightness modulation pulsed image. (Zn K α Xray image of a brass by EPMA)²⁾

Fig. 3 Illustration of the edge shape indication by picture elements.

$$\Delta N \geq 10\sqrt{1000NT} \quad (6)$$

となり、 $N=10000$, $T=100$ とすると、

$\Delta N \geq 3162$

(7)

となり、約 32% 以上の変化がないと境界は明瞭ではなくなる。なお、この時(5)式は満足している。また $N=1000$ で $\Delta N=200$ のときは $T \geq 2500$ 秒であることが必要である。すなわち、サンプリングタイムに 2500 秒以上かけないと 20% 程度の変化層の境界を明瞭に表わすことができない。

2.3 画 素 数

2.1 節や 2.2 節で述べたように、精度のみを追求するのであれば 1 画素あたりのサンプリングタイムを長くし、画素数も多くする方がよいに決まってはいるが、総分析時間が長くなりすぎる問題がある。他方、1 画素あたりのサンプリングタイムを長くして画素数を少な目にするのと、画素数を多くして 1 画素のサンプリングタイムを短くするのと、どちらが“得”かということを考えてみる。たとえば 100×100 画素で 1 画素 1 秒とするのと、 200×200 画素で 1 画素 0.25 秒とすることの比較である。後者では $2 \times 2 = 4$ 画素分が前者の 1 画素分の大き

きでありサンプリングタイムも同じになる。ということとは同じ面積における精度は同じであるが、きめの細かさの点で、後者の方がすぐれていることになる。これはあたりまえのようであるが、現実的には必ずしもそうとはいいい切れない。2 次元化のためのデータ収集には種々の方法があるが、ロスタイムというものが生ずることが少なくない。たとえば 1 画素毎にコンピュータと指令やデータのやり取りをする場合、サンプリングタイムとは別にやり取りの時間が必要である。もしこのやり取りに 0.1 秒必要だとすると、 100×100 画素では 1000 秒、 200×200 画素では 4000 秒ものロスタイムが生じてくる。こうなると総分析時間の立場からは前者にもメリットがある。きめの細かさのためにはコンピュータによる後処理により表示の画素を増すことは難しいことではない。これは本題の範囲外であるし、分析ということの思想においても問題がないわけではないが、コントラスト強調やスムージングといった画像処理の 1 つと考えて割り切ることもできる。Fig. 4 の (a) は生データを $256 \times$

Fig. 4 Comparison (a) to (b). (a) is obtained by 256×256 picture elements sampling and 256×256 picture elements image. (b) is obtained by 128×128 picture elements sampling and 256×256 picture elements image. (See colour page 1.)

256 画素で収集し、256×256 画素で表示したもの、(b) は 128×128 画素で収集して 256×256 画素で表示したものである。試料はステンレス鋼で Ni の分布を EPMA で分析したものである。

以上のように画素数は精度・きめの細かさ・ロスタイムも含めた総分析時間・後処理による部分拡大が必要かどうかなどの総合判断により決定される。

3. 走査像における形状変化

表示像においては画素は互いに重なりもせず隙間もなく並んでいるが、試料上では種々の状態があり試料情報が正確に検出されないことがある。また試料組織の大きさと画素の大きさの関係によっても情報が歪んでくる。

3.1 試料上の画素の大きさ

解析装置の一次プローブあるいは信号発生・検出領域の大きさが試料上の画素の大きさの基本寸法と考えられる。表示像上の画素の大きさに対応する試料上の画素の大きさと、プローブ径や信号発生領域による実質的な画素（これは1画素における信号検出寸法である）の関係は、たとえば Fig. 5 のようになる。この図の細線の枠目は表示像上の画素（以後、単に画素という）を表わし、太線はプローブの大きさ、あるいは信号発生領域、あるいは信号検出領域（以後、単にプローブという）を表わしている。(a)はもっとも通常のケースで画素とほぼ同じ大きさのプローブである。プローブは多くの場合円形状なので部分的なデッドスペースがある。(b)は画素に対してプローブがかなり小さい場合でデッドス

ペースが大きい。(b)のケースは条件設定ミスで生ずることもあるが、広域の分析で1画素の寸法が大きくなると信号検出器の焦点深度の関係で生じ得る。(c)は逆にプローブの方が画素より大きい場合である。このケースも条件設定ミスではなしに、微小領域を多画素でデータ収集しようとするときに、装置の空間分解能の限界から生じ得る。(d)は1画素内を小さいプローブで高速2次元走査することによりデッドスペースも重なりもほとんど無くした場合である。この方法は大変よいといえるが1画素あたりのサンプリングタイムが短いときは十分速く走査するとか、サンプリングタイムで丁度走査が1画素全領域を整数回終了するとかの制御が望ましい。また、1画素の大きさが検出器の焦点深度より大きいときは実質(b)と同じになる。逆に、画素の大きさが空間分解能より小さいときは実質(c)と同じになる。(e)はプローブや試料ステージを連続走査しながら、ゲートの開閉などにより画素として分割してメモリしていく方法である。ロスタイムが少ない高速データ収集のときにしばしば採用される。デッドスペースや重なりは他と同様である。斜線部が1画素に対する信号収集領域である。(f)は少し特殊なケースである。(e)と同様に連続走査しながら、走査速度とは別個にサンプリングタイムを設定したときに、1画素相当の走査が終らないうちにサンプリングが終了してしまう場合である。当然デッドスペースが大きくなる。

ところで以上のような様々なケースは図を見てみると夫々かなりの差があるように見えるが、実際に作像し

Fig. 5 Some examples of probe size and probe shape on one picture element.

てみると大差はない。大差ないというよりほとんど差がないことが多い。試料組織の大きさが画素の大きさよりずっと大きいときは、まさしく差がないといってよい。(b)や(f)のときに小さな析出物などが検出され損うことがありうる。(c)のように重なっているときでも3×3画素程度以下のプローブならば、作像結果にそれほどの差は認められない。しかしながら、小さな析出物といったものの面積あたりの数と析出物における濃度を同時に知りたいときは、プローブが小さすぎると数に、プローブが大きすぎると濃度に誤差が生ずる。こういう場合は小さいプローブで多画素で作像し、しかも多画面で判断せざるを得ない。

画素の大きさとプローブの大きさの関係は一般にそれほど神経質である必要はないが、定量的なデータ解析を行なう場合には、データ収集後の後処理に気を取られて、プローブ形状を忘れてしまわないことである。

3.2 試料微細組織形状の歪

微細な組織を十分小さくないプローブで走査すると当然のこととして像はボケる。しかし単にボケるだけではなく組織形状が変化することがある。後処理によりコントラスト強調を行なったり、エッジ抽出を行なったりすると、変化した形状がシャープな像となって現われ、あたかもそのような組織形状が存在しているかのように見えてくる。このような現象はプローブより小さな仮想の画素により組織を表わし、プローブ自体も複数の画素で

表わすことによりシミュレーションすることができる³⁻⁵⁾。Fig. 6 と Fig. 7 は実例である。Fig. 6 のAはプローブを1画素とした場合で、試料組織形状の最小寸法が1画素であるなら、当然のこととして2次元化表示像には試料形状がそのまま表われる。Fig. 6 のBとCはプローブを3×3画素とし試料組織を1画素単位で表わしている。このBとCのように試料形状が単純で、組織と組織がプローブ寸法より離れて存在しているときは、いわゆるボケが生じるだけである。Bの場合、コントラスト強調により信号強度3以下をカットすると試料組織と同様の形状と寸法が再現表示される。Cは試料組織が1画素と小さいので、プローブの大きさがそのまま表示される。Dは特殊なケースでプローブが非対称の場合で、表示像にもそのプローブ形状が反映する。Fig. 6 のようなケースは概して形状の歪というほどの現象は生じないが、Fig. 7 はプローブ寸法程度より大きくない接近した組織がある場合、形状の変化(形状の歪)が生ずることを示している。AやBはボケが生じているが、コントラスト強調を行なっても元の試料組織形状は出現しない。特に強度3以下をカットした場合、2つの粒子(Aの3×3, Bの2×2画素)の接した部分に強度4部のコブが出現することや、Bにおいて強度4以下をカットするとき、元の粒子より小さい強度5部の2点として表示されることが注目される。Cはさらに特徴的で、離れて存在していた微粒子2点が、強度1をカットすることにより1点の粒子となって表示されることになる。Dは周

Fig. 6 Signal intensity distribution in the case of probe size being nearly equal to or larger than specimen structure size. Simulation 1^{3,4)}

Fig. 7 Signal intensity distribution in the case of probe size being nearly equal to or larger than specimen structure size. Simulation 2^{3,4)}

期的組織における特異現象を示している。プローブ寸法より小さい周期状組織は感覚的には分離されないと思われるが、数学的にはプローブ寸法に関係なく試料寸法と同じ周期で信号強度変化が生ずる。ということは適当なコントラスト強調を行えば表示像に周期組織が出現することになる。さらに、このDでは信号強度の極大値は試料組織とはずれたところに出現することが示されている。Dの試料上の●印にプローブ中心があるときは信号強度が3であり、極大値6を示すのは●印と●印の間である。つまり表示像上の組織の位置は試料上では組織の谷間である。これに類した現象の実測例をFig. 8に示す^{3,4,6)}。この図はエシェレット形回折格子(断面形状が鋸歯状の回折格子)の走査電子顕微鏡による2次電子像(厳密には2次電子+反射電子の像)である。(a), (b), (c)はプローブ径を夫々 $0.1\mu\text{m}^\phi$, $0.6\mu\text{m}^\phi$, $1.4\mu\text{m}^\phi$ として作像してある。図中矢印で示した白点(多分、付着しているゴミ)の位置と、回折格子を示す縦の白線の位置に注目されたい。ゴミはプローブ径が大きくなるにつれボケていくが、ゴミが1点のみ独立して存在しているときは、ボケても中心位置はずれないと考えられる。これに対して回折格子の方は信号分布が

変化し、極大強度を示す位置がずれていくのが分る。

4. 結 言

2次元化のための信号検出を行なうときの留意すべきことを改めて列挙してみると、

- 1) 検出系-測定系の有する一般的誤差は、オペレータのミスも含めて本質的にどの画素にも含まれている。
- 2) 一般に1画素あたりの計測時間が短いために、本文に述べたような変動誤差が大きい。しかもこの誤差を減らすことは時間要因が入っているだけに難しい。
- 3) 2次元の場所による非信号成分の差、たとえばバックグラウンドの変化や凹凸・傾斜の影響などは、信号強度のみを短時間計測していると判断・補正しにくい。
- 4) 2次元表示された結果はしばしば肉眼で判断されるが、肉眼の感覚は必ずしも数値的なものと一致しない。などがある。こうしてみると2次元化の問題点が目についてしまうが、2次元表示やデータ処理には問題点をカバーして余りある利点がある。成分や状態の2次元分布の情報がもたらす直接的な材料解析の効果、平均情報のみでマクロを判断するのでなく、ミクロの集合体としマクロを把握することによるより進んだ材料解析の可能性など期待するところは大きい。それに、誤解されることを気にせずにあえていうと、材料の2次元情報がたとえば美しいカラー写真に作像されたら、視覚の生物である人間には楽しいことだし、材料理解も研究意欲も高まるというものである。

装置の高感度化・高速化も進んでいるので、2次元化のために非現実的な長時間を要することもかなり解消されてきている。細心の注意は払いながら、大胆に2次元化を図ってもよい時期にきている。しかし、如何にコンピュータ技術が進歩し、すぐれた後処理ソフトが発達しても、信頼できるデータは、メモリに入る生データによってほとんど決まることを忘れてはならない。

本稿にあたって、Fig. 4のデータについては島津製作所応用技術部の古味秀人氏と本社2科技術部の小原清弘氏、大越暁氏の協力を得たので感謝の意を表わしたい。

文 献

- 1) 萱島敬一, 伊達 玄: 島津評論 23, 45 (1966).
- 2) T. Wakabayashi, T. Miyake, G. Date and H. Soezima: "Xray Optics and Microanalysis" ed. by G. Shinoda, K. Kohra and T. Ichinokawa (Univ. of Tokyo press, 1972) p. 287.
- 3) 副島啓義: 博士論文 (大阪大学, 1979).
- 4) 副島啓義: "電子線マイクロアナリシス" (日刊工業新聞社, 1987) p. 162.
- 5) 片山幸昭, 副島啓義, 正木俊行: 電子顕微鏡学会 A-2-20 (1973).
- 6) 副島啓義: 島津評論 26, 129 (1969).

Fig. 8 Signal intensity distribution in the case of probe size being nearly equal to or larger than specimen structure size. An example (Secondary electron image on grating by SEM)^{3,4,6)}