

技術報告

UDC 543.423 : 548.734 : 681.3

X線回折における電算機システムの一例*

北川 孟**・片山 道雄**・森本 一三**

丸山 英雄**・鶴岡一夫***

On a Computer System for X-Ray Diffraction

Hajime KITAGAWA, Michio KATAYAMA, Kazumi MORIMOTO,
Hideo MARUYAMA, and Kazuo TSURUOKA

Synopsis:

This paper describes an automated system for X-ray diffractometry. This system has been developed with the main intentions of extending operation times, preparing labor-saving devices, and acquiring experimental data with better precision.

An IBM-1800 computer executes both the off-line data processing and on-line device control for five kinds of X-ray spectrometers in the system.

Its implementation allows a substantial reduction in manpower with a considerable technical improvement over the previous methods, as described in the following.

(1) Only two persons are required to operate this system instead of five. (2) This system is continuously operated about one hundred hours in a week. Operation times are more than trebled as before. (3) Digital-to-analogue, and analogue-to-digital converters are not required since digital outputs from scalers are transmitted to the computer. Some appropriate software are applied for data processing, then signal to noise ratio of diffracted intensity is remarkably increased.

Using the newly developed x-ray diffractometers for determining pole figure and the computer control, pole density functions with better precision can be derived, for diffracted intensities are acquired by the inquiry and answer system.

1. 緒 言

研究所において使用される実験装置は、生産ラインに直結した計測装置とことなり測定精度、検出感度ともにより高いものが要求される場合が多く、一般に機器出力もより複雑、多様である。

一方、最近では研究所においても、測定の迅速化、測定精度の向上、装置の自動化はますます強く要望されてきたため、このような複雑、多様な出力形式をもつ種々の実験装置の制御、データ処理を目的とした電算機システムの開発が各研究所で活発に行なわれている。

研究所において利用される電算機システムは、ラボラトリ・オートメーション (L.A.) と、インストルメンタル・オートメーション (I.A.) に大別されることはよく知られており、これらについては、曾我が詳しく紹介している¹⁾。L.A.の実施例として、IBMワトソン研究所²⁾、新日鉄基礎研究所³⁾、さらに、各所に分散し

たガスクロマトグラフや質量分析計などに分析機器を中央計算機で結んだシステム⁴⁾など数多く報告されている。最近ではL.A.についての特集もある専門誌に掲載され、システムの解説がなされている⁵⁾。

このように各研究所ごとに多くのL.A.システムがすでに開発されているが、現状では対象機種別、具体的利用目的別などの分類、整理はなされていないので、標準化して相互のリソースを共有できる段階にはまだ達していない。

対象機種にしても、南が指摘しているように⁶⁾、いまままで普及してきた機器に若干の改造を行ない電算機と結合し測定を援助するという程度の利用法が、現在では圧倒的に多い。

現在すでに利用されている各種のL.A.システムのうち、新日鉄基礎研究所のFLANC-Iシステムなどは、筆者らが紹介するX線回折システムとその内容において共通するところがかかなりあり、参考になつた面もあるが

* 昭和49年4月本会講演大会にて発表 昭和50年8月11日受付 (Received Aug. 11, 1975)

** 川崎製鉄(株)技術研究所 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 280)

*** 川崎製鉄(株)技術研究所 (現 原子力製鉄組合出向) (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

指向するシステムの性格が若干ことなること、制御対象機種種の仕様のちがいなどにより、実質的にはほとんど独自の方針で開発を進めざるを得なかつた。

当研究所では、現在およそ 10 台の X 線回折装置が 1 個所で集中管理されている。これらの装置は所内各研究室や各製造事業所から依頼される測定に利用されているが、最近では測定を依頼される試料の数量はますます増加する傾向にある。

従来からも当研究所においては、測定能率の向上を目的に種々の方策を講じてきた。たとえば、各装置を、粉末試料回折装置、逆極点図作成装置、正極点図作成装置など測定目的ごとに専用化して使用し、ほとんどの装置に 1 名の専任オペレータを配置していた。昭和 44 年末には、数種類の X 線回折装置を対象にした小型電算機（コア容量 4kW、補助記憶装置として容量 8kW の磁気ドラムを付属）によるオンライン制御システムを完成した⁷⁾。

昭和 47 年より稼働率の高い装置の増設、更新を計画し、「電算機による制御あるいはデータ処理」を前提とした装置の仕様検討を始めた。新システム開発の目的は、(1)測定およびデータ処理能率の向上、(2)専任オペレータの要員削減という本来の意味における省力化、(3)従来の小型電算機システムの実績を十分に活用することによりデータの質的向上をはかること、などであつた。このシステムは、IBM-1800 を中央計算機とした L.A. システムとして、昭和 48 年末に完成した（この電算機は当初、コア 24kW、補助記憶装置としてディスク 512 kW×2 の規模であつたが、その後コア 8kW、ディスク 512kW の増設を行なつた。現在では、オフライン技術計算の増大に対処するために中央計算機を、IBM-370/115 に更新し本システムもこの中に吸収した）。

以下、当研究所で開発した「X 線回折装置の電算機システム」について紹介する。

2. 現在のシステムの概要

現在のシステムを開発するにあつた基本方針としては、

(1) 省力化、能率向上および測定精度の一層の向上をはかるために、主としてすでに定型化された測定業務を対象にする。

(2) 対象とする測定装置を電算機とオンライン結合させるか、オフラインでデータ処理のみ実行させるかの判断の基準を装置の性格、測定方法などにより以下のように設定する。

すなわち、測定のシーケンスが比較的単純で特に電算

機からの指令を受けなくても装置のもつ機能のみで自動的に測定が行われるものについては測定データの処理のみを紙テープを介して電算機で実行させる。一方、測定シーケンスが複雑で測定の自動化が電算機なしで達成できない装置は、オンライン制御方式とする。

(3) 小型電算機システムの成果を活用し、X 線回折強度は、スケアラ出力より直接デジタル値としてとり出す方式とする。

などである。

このシステムの構成要素のうち新設した装置の主たるものは、(イ)未知物質同定のための回折装置、(ロ)逆極点図作成装置、(ハ)完全正極点図作成装置、(ニ)シュルツ反射法専用装置であり、(イ)、(ロ)はオフライン、(ハ)、(ニ)はオンラインで電算機処理する。

さらに、(イ)、(ニ)のゴニオ・メータには、最大 100 個まで試料を装填できる「試料自動交換機構」、検出器の走査範囲をあらかじめ設定できる「プログラム走査機構」、設定走査範囲以外の角度範囲は、100°/min の速度で早送りできる「検出器早送り機構」、などが装備されている。

(イ)は既設の回転対陰極 X 線発生装置の左側の X 線照射窓を利用して設置した。

(ロ)、(ハ)、(ニ)はいずれも、2.7kW Mo 封入管から放射される特性 X 線を用いて測定が行なわれる。

当研究所における X 線回折の電算機システムは、24 時間無人運転を前提として計画したので、いずれの装置も X 線発生装置を含めて、十分な安全保護機構を設けてある。

さらに、計数値の安定性について十分検討したところ、満足すべき結果が得られた。

本システムにおける測定およびデータ処理に必要なソフトウェアの開発は、すべて当研究所で行なつた。

3. 構成要素の説明

3.1 未知物質同定のための回折装置

未知物質の同定には、X 線ディフラクトメータ法が最近では、一般的に利用されている。従来の方法では、X 線回折強度を記録紙に描記させるために、(1)レートメータによるデジタル・アナログ (D-A) 変換誤差、時定数などによる誤差が含まれる、(2)チャートレコーダの適当な測定レンジ選定の必要性、など精度および作業性の面で欠点があつた。

X 線回折強度をレートメータを、通さないでスケアラより直接デジタルのまま紙テープにさん孔記録する方式を採用すると、(1)に指摘した誤差要因は除かれる。さらに回折強度の記録容量を十分大きくすると、測定レ

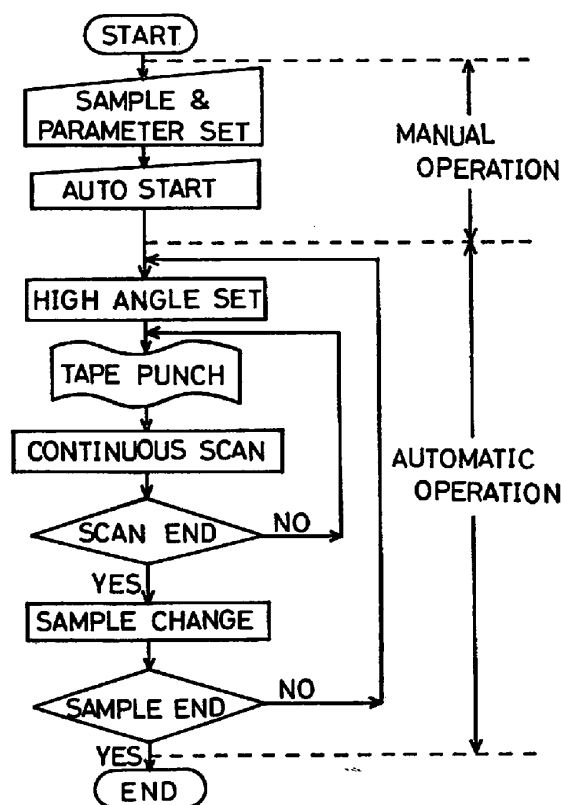


Fig. 1. Flow diagram of data acquisition system for powder diffractometry.

レンジの切換などを、行なわなくても記録可能である。

紙テープに記録された回折強度を電算機に読込ませて解析し、 d (Å) と回折強度比 (I/I_0) を求めることによりデータ解析の際の個人誤差も除去でき、さらに大幅な能率向上も期待されたので、電算機とオフライン結合する方式の、自動未知物質同定のための回折装置を新設した。

この装置の測定フローを Fig. 1 に示す。

通常は、高角側から $2\theta - \theta$ 運動の連続走査によって測定が行なわれる。X線回折強度は所定の時間ごとに分割計数されて、紙テープにさん孔記録される。ゴニオメータは 2θ 角度範囲として 90° から 10° まで走査する場合が多く、走査速度: $2^\circ/\text{min}$, 分割サンプリング時間: $1/4\text{sec}$ の条件でサンプリングを行なうので、ステップ数としては 9600 ステップ/試料となり、1試料について 9600 個の回折データが得られる。さん孔記録形式は1データについて3キャラクタ 18ビットとした。

紙テープに記録されたデータは高速テープリーダーによって電算機に読込まれる。読込まれたデータはスムージングを行なつて真の回折強度: I (すなわち記録されたX線回折強度からバックグラウンド強度を差引いた値) を求めて補助記憶装置に記憶させる。スムージングは最

小2乗法による放物線近似を用いた重みづき移動平均演算で行なっている。サンプリング間隔について小型電算機システムの実績を参考に、さらに本システムにおいて種々の回折データについて検討を行なつた結果、11点 (2θ に換算しておよそ 0.1°) とした。スムージング後バックグラウンド強度を求める。バックグラウンドは 2θ の高い方から 1000 データ単位に独立してきめる。この範囲を3分割し、各部分での最小値より11点小さいデータ順に選び、さらにこれら各点の前後にある各1点を加え、各部分で33点ずつ、合計99点のデータを用いて最小2乗法により放物線近似し、これをバックグラウンドとする。各データからバックグラウンドを差引き回折線を求める。ある点のデータの前後のデータを比較し、それぞれ3点以上単調に減少した場合、回折線とする。これは 2θ に換算しておよそ 0.05° 以上の拡がりをもつピーク値を、回折線と判定したことに相当する。全走査範囲について、これらの処理が行なわれた後、回折線の位置 (2θ , または d (Å) まで算出) と、回折強度比 (I/I_0 , I_0 は全走査範囲において最強の回折強度) をプリントアウトさせる。同時にカードにもさん孔させ物質同定プログラムの入力データとする。

電算機によって回折データ処理を行なつた場合、回折線の限界検出能の向上するために、多数の回折線を検出し得る。すなわち、従来チャート記録させたプロフィールを解析して得た回折線の数の、約3倍も試料からの回折線として判定するので、実用上以下の3条件を満足するものみに制限した。

(1) バックグラウンド強度を I_B , その標準偏差を σ とすると回折線の強度: I は

$$I \geq I_B + 5\sigma$$

(2) 全走査範囲のうち最強の回折強度を $I_{\text{max.}}$ とすると、

$$I \geq I_{\text{max.}}/100$$

(3) 全走査範囲において回折線の総数を強度の強い順に、100本以内とする。

必要に応じてスムージング後のプロフィールを、デジタルプロッタによって作図させることもできる。

3.2 逆極点図作成装置

逆極点図は、直接測定可能な15個程度の回折面の強度を求めて作成される簡便法、JETTERらによって提唱されている精密法⁸⁾、三次元結晶方位分布関数により算出する方法、などにより得られる。

当研究所においては、通常、簡便法によって逆極点図を作成している。

簡便法による測定では、軸密度を得ようとする結晶面の回折角度が既知であり、回折強度を得るため走査範囲

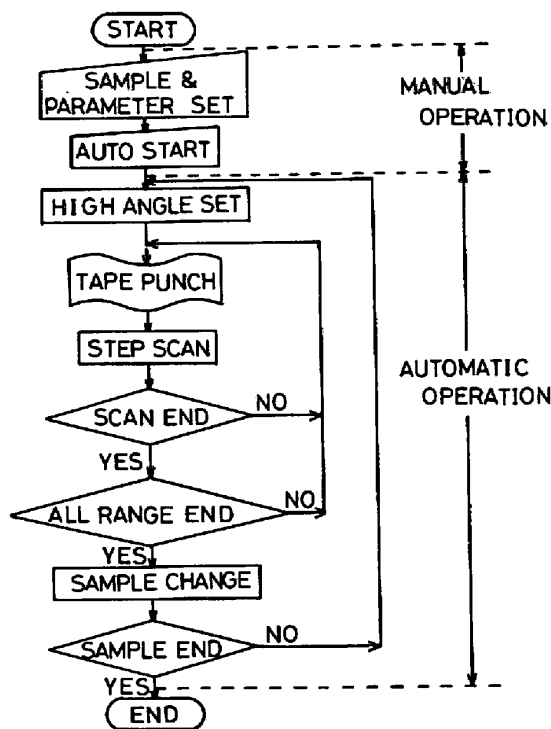


Fig. 2. Flow diagram of data acquisition system for convenient inverse pole figure.

も、バックグラウンドの測定を含めて、 2θ として 5° 以内で十分である。したがって、従来は、所定の走査範囲の測定が終了すると、次の測定すべき走査範囲まで手動で早送りする作業を繰り返し行なっていた。またこの種の測定は試料交換の頻度が高いこともあり、比較的簡単な測定であるにもかかわらず、オペレータを装置に拘束させる必要があつた。

筆者らは、この装置についても、未知試料同定の回折装置の場合と同様の方針で、データをオフラインで電算機処理するシステムを開発した。

測定フローを Fig. 2 に示す。

この装置においては、ステップ走査によつて測定されたX線回折強度が、紙テープにさん孔記録される。さん孔記録の形式は、3.1 に述べたものと同様、1データにつき3キャラクタ18ビットとした。

電算機におけるデータ処理は、以下の要領で行なわれる。

高速テープリードによつて、データは、1回折線単位に電算機に読込まれる。読込まれた後、スムージングを行なつてから、バックグラウンド強度を決定する。スムージングは、未知試料同定のための回折データを処理する場合と同様、最小2乗法による放物線近似で行なっている。サンプリング間隔は、回折線のデータごとに次のようにきめる。すなわち、読込まれたデータのうち最小

の回折強度($I_{\min.}$)を求めこれと最大の回折強度($I_{\max.}$)

とより、 $I_H = (I_{\max.} + I_{\min.})/2$ を求め、 $I_{\max.}$ の前後のデータについて、それぞれの部分のデータ(I_n)と I_H を比較し、 $I_n < I_H$ を満足しかつ最大の値をもつ点をさがす。これら2点の間隔の1/2の値(整数部分のみとる)を、サンプリング間隔とする。もし、 $(I_{\max.} - I_{\min.})/2 \leq 500$ ならば回折データを、11点のサンプリング間隔で一度平滑化した後、同様の手順で、かりの半幅の1/2をサンプリング間隔として、再度スムージングを行なっている。その後、両端のバックグラウンド部のデータについて、各部分で最小値より順に11点を選び、さらにこれらの各点の前後にある1点のデータを加え、各部分で33点づつ、計66点のデータを用いて、最小2乗法で直線をきめ、これを真のバックグラウンド強度としている。逆極点図のデータ処理の場合、 2θ 走査角度範囲が小さいこともあり、バックグラウンドは、直線近似した方が、従来チャート記録されたものから解析した値とよく一致した。

各回折データからバックグラウンド強度を差引いた後、その回折線の回折強度を決定する。回折強度としてはスムージング、バックグラウンド除去後の最大強度値、および、積分強度値の両方がえられるプログラムを用いている。

これらの値と無秩序配向試料(標準試料)のそれぞれの強度値との比を出力として得、各結晶面の軸密度とする。1回折線のデータ処理に要する時間は、テープの読込み時間を含めて、数十sec以内である。

X線計数値に寄与する誤差要因としては、(1)計数装置の計数落とし、(2)バックグラウンド誤差、(3)計数値の統計的誤差、などがあげられる。

本システムにおいて新設したすべての装置の計数回路は、公称0.8マイクロsecのパルス分解時間であり、従来の装置のそれが、1マイクロsecであつたので、若干(10^4 c.p.s.の場合0.2%程度)ではあるが、計数落とし誤差は、改良されたものと考えられる。さらにX線源の出力を1.5kWから2.7kWに増強したことにより計数値の統計変動は30%減少した。

電算機によるデータ処理に用いているプログラムの妥当性を検討するために、150個の試料の{100}結晶面の軸密度について、従来通りチャート記録したデータを同一の熟練したオペレータが解析した値と、電算機処理によつて得た値と、比較した。その結果、相関係数： $r = 0.9998$ を得、よく一致することがわかつた。

したがって、バックグラウンド除去方法を含め、適用したソフトウェアは、妥当であつたといえる。

本装置により得られる軸密度値は、 10^{-2} の桁まで算出している。

日常の測定において、X線管球の劣化などによる入射X線強度の経時変化、試料のセッティングのずれや指定した走査範囲が適当であつたかどうかなど、測定上の誤差を監視するために、(1)標準試料の各結晶面回折強度の I_{hkl} の $\{110\}$ 面回折強度に対する比 I_{hkl}/I_{110} の実測値とその理論強度比の比較、(2)測定試料のうち、10枚目、20枚目、……と10試料ごとに1枚、回折強度を十分に吟味した基準試料を毎回測定し、その回折強度変動を管理する、などの方法を講じている。

3.3 正極点図作成装置 (完全正極点図およびシュルツ反射法専用正極点図作成装置)

板状試料の正極点図作成装置にて、 $\{hkl\}$ 面極密度分布図を得る場合、 $2\theta_{hkl}$ が一定なので、測定中に検出器の走査を行なう必要はないが、試料台の動作はかなり複雑である。すなわち、 β 回転と称する試料法線まわりの回転、それに直交する軸まわりの回転 (α 回転)、さらに被測定面積を拡げるために、積分動作と称する試料の面内平行往復運動を行なわねばならない。

正極点図作成装置は、現在までも、周辺機器の進歩にともなつて、かなり改良され、試料台の動作に関する自動化はすでに行なわれている。

筆者らは本システムにおいて、従来使用してきた装置

を更新する際、上記のような比較的容易な試料台のみの自動化にとどまらず、任意の α 角度位置におけるバックラウンド測定、透過法による測定と反射法による測定の両測定モードの自動切換え、など測定上のすべての動作、データ処理、表示まで一貫して自動的に行なう、電算機制御を前提とした装置を新設した。完全正極点図作成装置については、測定モードの自動切換え、最高3つの結晶面に関する極点図の自動測定、などを可能にしたので、1試料につき10hr以内で三次元結晶方位分布関数算出のための極密度関数データを得ることができるようになった。しかも、試料の装着時以外は全く無人で測処理が実行される。シュルツ反射法による極点図作成装置、データ置は、最大6試料まで装填可能な試料自動交換装置を装着させたので、12試料/日の測定が可能であつた。その後、夜間時に、9試料まで装填できる試料自動交換装置を用いているので、15試料/日の測定能力をもつようになった。

これらの装置は、測定能力向上、省力化の面のみならず後述のように測定値の精度向上の面でも寄与するところが大きかつた。

本装置は、前述のように2.7kWのMo封入管から放射される特性X線を用いて、測定が行なわれ、右側の照射窓に完全正極点図測定用試料台、左側の照射窓にシュルツ反射法専用正極点図測定用試料台が、設置されている。



Photo. 1. A view of automated diffractometers for pole figure. (Right: combining Schulz's reflection with Decker's transmission, Left: Schulz's reflection with automatic sample-changer.)

Photo. 1 に装置の外観を示す。

測定プロセスは、は以下のとおりである。

完全正極点図作成装置については、 $\{hkl\}$ 結晶面の角度位置 (2θ , 最大 3 つの結晶面まで一度に設定できる), その他の測定条件 (α , β のステップ間隔, 積分動作を行なう時間など) を操作盤上に設定後, 測定を開始する。シュルツ反射専用極点図作成装置についても大体同様の操作で測定が行なわれる。

いづれの装置においても測定開始後は, データ処理, 表示まで自動的に実行され, 結果は, プロッタにて作図される。

次に測定データ処理の概要をのべる。

ある α , β 角度にて所定時間積算計数された回折強度は, スケラよりデジタル値として直接電算機に読込まれる。 β については, 試料面内におけるある方向 (たとえば圧延方向) を基準とし, 所定の間隔ごと (たとえば 5° ごと) の回折強度の計数を行なつて, 360° までのデータを得る。電算機が, 読込まれたデータの個数を確認した後 (たとえば 5° 間隔の場合 72 個のデータ数になるが), この α 角度位置における最小計数強度値を与える β 角度位置: β_{\min} を判別し, 試料の β 角度位置を β_{\min} へ戻すよう装置へ指令する。この動作完了を電算機が確認したら, あらかじめ設定した 2θ オフセット値: $\pm 2\theta$ だけ検出器を, オフセットするよう装置へ指令する。これらオフセット位置での計数値の平均値を, この α 角度位置におけるバックグラウンドとし, 各 β 角度位置の計数値からバックグラウンド数値を差引いて, 回折強度とする。すなわち, 本システムにおいては, 各 α 角度ごとにバックグラウンドを実測する。全領域の測定が完了すると, 反射法と透過法の各測定範囲の強度補正 (重ね合わせ) を行なう。重ね合わせの方法として, (1) 反射法の測定データは標準試料により, 透過法のデータは補正式による計算から補正する方法, (2) 反射法, 透過法両方法による測定データともに, 標準試料によつて補正する方法, などが行なわれている。当研究所においては, 以前より (2) の方法を用いており, 本システムでもこれによつた。板厚を数水準にかえた標準試料を準備し, (μt 値として 0.8 から 2.8 の範囲) 反射法の場合, $\alpha = 30^\circ$ から 90° まで, 透過法では, $\alpha = 0^\circ$ から 45° の範囲を測定し, このデータより補正曲線を作成し, 電算機に記憶させておく。各測定試料は μt を実測しその試料の単位強度を求める。全角度範囲の回折強度を測定した後, 各 α , β 角度位置での計数値をその α 角度の単位強度で除して, 単位強度の倍数表示としての強度値を求める。重なつて測定されている $\alpha = 30^\circ, 35^\circ, 40^\circ$ において,

各 β 角度位置での強度値のうち最大値を選び出し, 透過法による値 (X_{mt}) と反射法による値 (X_{mr}) を比較する。すなわち, これら 3 つの角度位置における X_{mt}/X_{mr} の平均値: $\overline{(X_{mt}/X_{mr})}$ を求める。反射法による測定範囲の各強度値にこの係数を乗じ, 反射, 透過両領域の補正を行なう。透過法によつて得たデータから, 反射法によるデータを補正する理由は, 重なつて測定されている領域において, 前者の計数値の方が後者のそれより 1 桁以上大きいので精度がよいと判断したからである。強度が強くなるほど, X_{mt} と X_{mr} の差は大きくなるが, 一般には X_{mt} と X_{mr} の差の絶対値は, 単位強度値の $1/2$ 以下である。

これらのデータについて, 消衰による影響などを補正するために, 正規化してプロッタにて作図させる。

三次元結晶方位分布関数算出の入力データとして用いる場合は, 分布関数算出のプログラムにて正規化されるので, 極点図データ処理プログラムでは, 正規化せずに, 重ね合わせ処理後の強度値をそのまま 10^{-2} の桁までカードに打ち出させている。

上述のような重ね合わせ補正法の適用は, 当研究所において十分な実績に裏付けられたものであるが, この方法を全面的に電算機で実行させるにあつて, (1) の補正法と比較してみたところ, 結果はよく一致した。さらに, 両方法により得た極密度関数値を用いて, 三次元結晶方位分布関数を算出し, 比較してみても, 顕著な差はみられなかつた⁹⁾。

シュルツ反射法極点図のデータ処理も, おおむね完全正極点図と同じであるが, α について全角度範囲の測定は行なわないので (試料台の機構上の制約から $10^\circ \leq \alpha \leq 90^\circ$ の範囲), 強度の正規化は行なわない。反射法専用正極点図作成装置では, 最大 3 mm 厚までの試料が測定可能であり試料作成が容易である。また同一試料で簡便法による ND 逆極点図 (板状試料における板面についての軸密度関数) の測定もできる, などの利点がある。

4. 本システム開発により得られた効果

当研究所の X 線回折システムは, IBM ワトソン研究所のシステム, 新日鉄基礎研究所の FLANC-I システムなど, 本システムより以前に開発, 実用化されているシステムの内容の 1 部と共通したものであることは, 前述のとおりである。これらのシステムの構成要素としての装置の仕様や, ソフトウェアの詳細はわからないが, 今までに発表されている文献から¹⁰⁾¹¹⁾, FLANC-I システムと本システムと比較してみる。

(1) FLANC-I システムは, 研究所内の各実験担当

者が操作することを前提にして開発されている。本システムは、各専用化された装置を専任のオペレータが操作し、依頼された試料の測定、データ処理を行なう形式で運用されている。したがって、本システムの開発のねらいの1つは、オペレータが同時に複数の装置を容易に操作、監視することを、可能にすることであつた。

(2) 本システムは、構成要素としての装置の増設、更新と、時期をあわせて開発したので、ほとんどの装置が電算機制御、電算機によるデータ処理を、前提として設計、製作された。完全正極点図作成装置を除いたすべての装置には、試料自動交換機構を備えていることもあつて、測定条件の変更、およそ 24hr ごとの試料交換、などの操作以外は、連続無人運転が可能であり、通常は、週の始めから週末まで、100hr 以上、連続測定を行なっている。

(3) 電算機とオンライン結合してもデータ収集のみが主体となる装置を、極力オフラインでデータ処理させるようににしたことによつて、現在の当研究所の電算機システムでは、電算機からの装置制御と装置からのデータ収集を行なわせる、いわゆる電算機制御を前提とした 9 台の装置（そのうち 2 台は本システムの正極点図作成装置）のオンライン結合が、可能となつた。

(4) 本システムのすべての装置は、X線回折強度計数値をスケアラ出力としてデジタルのままとりだし電算機に直接あるいは、紙テープを介して読込ませる方式とした。

本システム開発により、現在までに得られた成果の主たるものは、以下のとおりである。

(1) 測定データの精度向上

データの質的向上に対する寄与としては、X線回折強度の大幅な SN 比の改善である。3:1 で触れたように、回折強度データを電算機により処理し回折線を判別させるとその数は、チャート記録されたデータを従来どおりの方法で判別した場合に得られる回折線の数の約 3 倍となる。これは、計数装置の計数落とし誤差の減少、計数値の統計変動の減少、計数値をレートメータを通さずにとりだすことによる D-A 変換および定数時の影響などの誤差要因の除去、などハードウェアの改良効果のほかに、小型電算機の実績を参考にして作成したソフトウェアを適用したことによる効果と考えられる。

電算機制御を前提として導入したオンライン装置（正

極点図作成装置）は、動作のほとんどが電算機からの指令によつて実行されるので、個人誤差が除去され、 2θ 角度位置、 α , β 角度位置設定の再現精度が、向上した。さらに、データの質的向上をはかることが可能である。たとえば、ある α , β 角度位置における回折強度計数値が小さい場合、あらかじめ設定した計数値以上の値を得るように「積算時間延長（所定の積算時間を単位とし何倍かにする）」命令を電算機から装置へ送ることにより統計誤差の小さいデータを求めることができる。

(2) 能率の向上

測定時間の大幅な延長を可能にしたため、測定能力は、従来の約 3 倍となつた。未知物質の検索プログラム、結晶方位の三次元解析プログラムへそのまま入力可能な形式の極密度関数の出力プログラム、などを作成したこともあつて一般的にデータ処理時間が、著しく短縮された。

(3) 省力化

本システムは、専任オペレータの人員削減という本来の意味での省力化を狙い、最終的には、省力化人員は 3 名となり、現在は、今までの半分以下の人員で動かしている。

このように本システムは、一応所期の開発目的を達成した。今後は、さらに、オンライン制御装置について電算機の信号の受け渡しの簡素化、などハードウェア改良について検討して行くべきであろう。

本報告においては、紙面の制約もあり、装置としての構成要素についての記述に主眼を置いたため、未知物質検索のためのプログラムおよび結晶方位の三次元解析プログラム、などの紹介は、全面的に、割愛せざるを得なかつた。

文 献

- 1) 曾我: 第 16 回西山記念技術講座 (1972), p. 21 [日本鉄鋼協会]
- 2) H. COLE: IBM J. of R & D., 1, 5 (1969)
- 3) 草鹿: 計測と制御, 11 (1972) 12, p. 12
- 4) 例えば, E. ZIEGLER, D. HENNEBERG, and G. SCHOMBURG: Anal. Chem., 42(1970) 9, p. 51A
- 5) 田上: 計測と制御, 小特集ラボラトリー・オートメーション, 14 (1975) 10, p. 27
- 6) 南: 計測と制御, 15 (1976) 1, p. 125
- 7) 鶴岡, 安部, 加藤: 鉄と鋼, 56(1970) 4, S 152
- 8) L. K. JETTER, C. J. McHARGUE, and R. O. WILLIAMS: J. Appl. Phys., 27 (1956), p. 368
- 9) 北川, 片山: 鉄と鋼, 60 (1974) 11, S 489
- 10) 新日鉄基礎研電算機システム開発班: IBM Review, 34 (1971), p. 60