

蛍光板を用いた微小部 X 線回折の調整方法について

佐藤 徹哉

機器分析グループ

1 はじめに

工学研究機器センターには、試料水平型多目的 X 線回折装置として SmartLab が設置されており、粉末試料をはじめとして薄膜などの固体から溶液など多種多様な試料の測定が可能である。一般的に粉末試料の場合には、集中法(Bragg Brentano : BB) 光学系による $2\theta/\theta$ スキャンが用いられるが、薄膜などの固体試料の場合、多層膜ミラーによりビームを平行化させて平行ビーム(Parallel Beam : PB)光学系を用いて種々の測定を行う。そのひとつに、試料内の微小領域のみに X 線を照射する微小部 X 線回折がある。図 1 に微小部 X 線回折の光学系を示す。通常

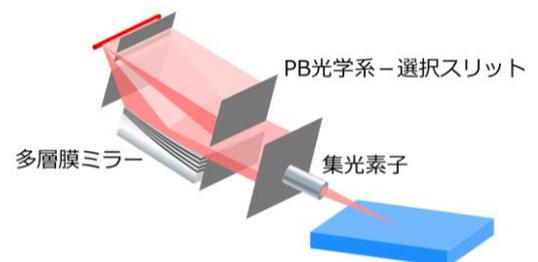


Fig. 1 微小部 X 線回折の光学系

の測定では観測強度を重視することから、ラインフォーカスと呼ばれる幅のあるビームを用いる。微小部光学系では、ピンホールコリメーターを用いてラインフォーカスの一部分のみを取り出すことも可能であるが、強度が大きく低下する。そこで、集光素子アタッチメントを用いることでラインフォーカスからポイントフォーカスへ変換し、強度低下を抑えて X 線を細く絞ることが可能である。微小部 X 線回折の特徴として、試料の結晶性にも依存するが最小で 0.1 mm オーダーの微小な領域を捉えることが可能であり、ラインフォーカスを用いた分析では試料の平均化された全体的な情報つまりバルク分析になることから、微小領域での測定では効果を発揮する。また測定位置の精度が重要になり、光学系や顕微鏡カメラなどの軸に対して精密な調整が求められる。そこで今回、新規に蛍光板を用いた調整方法を検討したので報告する。

2 内容

微小部 X 線回折分析では、顕微鏡観察にて測定箇所を選択して分析を行う。実際には試料ステージにより測定箇所をカメラ中心へと移動させ、顕微鏡の合焦により高さ調整を行い、試料位置を決定している。そのため、カメラ中心とビーム照射位置が一致するよう調整を行う必要がある。X 線光学系の調整に関しては、装置制御プログラムにより自動調整が可能であるが、これだけでは測定位置の精度は不十分である。実際に、調整前の段階においては、後述する微小部 X 線回折用の標準を用いて測定位置の精度の確認を行ったが、0.1 mm サイズの領域を捉えることは不可能であった。そこで、蛍光板を用いて調整することで、測定位置の精度向上を試みた。

2.1 蛍光板について

今回の調整で用いた蛍光板は透過型電子顕微鏡用の蛍光板(小)である。図 2 に蛍光板の外観と顕微鏡による拡大写真を示す。表面は平坦で微小な結晶粒子の集合体である。また、蛍光板中心にある黒点のサイズは直径 0.5 mm 程度であった。このように平坦で粒子集合の表面形態であることから、精度よく顕微鏡の合焦確認が可能である。その他の蛍光板として、X 線検知用の蛍光板やフィルム状の蛍光板も比較検討したが、X 線検知用の蛍光板は平坦性が悪く、またフィルム状の蛍光板は顕微鏡による合焦の確認が困難であった。

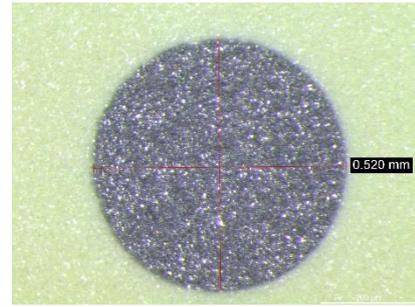
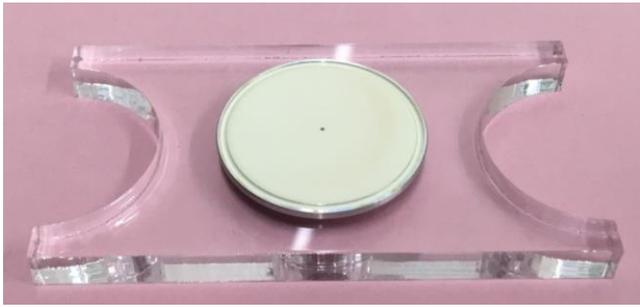


Fig. 2 蛍光板の外観と拡大写真

2.2 X線照射野の可視化

図3に調整後の蛍光板の発光の様子を示す。照射条件として入射角 12.5° 、コリメーターサイズは $\phi 0.1$ である。カメラ中心(白十字罫線)とビーム照射位置が一致していることが確認できた。調整方法として、図の左右方向のズレは試料の高さ、上下方向のズレはコリメーターの取り付け位置により調整を行った。図中心にある円は蛍光板の黒点であり、黒点のサイズ(約 $\phi 0.5$)を参考に照射野を見積もると約1 mm四方であることがわかる。なお、図左右方向の広がり(照射幅)は照射角度によって変化する。対して図の上下方向の広がり(照射高さ)はコリメーターサイズに依存するものである。 $\phi 0.1$ のコリメーターを用いた場合でも、コリメーターサイズの5倍以上に照射高さが拡大することがわかった。

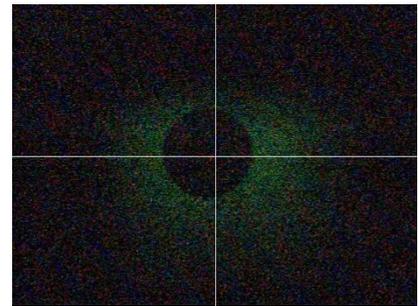


Fig. 3 X線照射による蛍光板発光

2.3 微小部X線回折用の標準試料による確認

微小部X線回折用の標準試料を用いて調整後の測定位置精度の確認を行った。図4に微小部X線回折用の標準試料の顕微鏡観察とその測定結果を示す。標準試料はCu粉末を含有した樹脂に $\phi 0.1$ のPtワイヤーを埋包し、研磨にてワイヤー断面を露出させている。測定では $\phi 0.1$ のコリメーターを用いた。 $\phi 0.1$ のコリメーターサイズでも、照射野は1 mm四方に広がることから樹脂中のCuからの回折がメインになるものの、 $\phi 0.1$ のPtワイヤーからの回折反射を検出することができた。これにより、測定箇所となるカメラ中心とビーム照射位置が一致しており、蛍光板を用いて調整を行うことで測定の位置精度を向上させることができた。

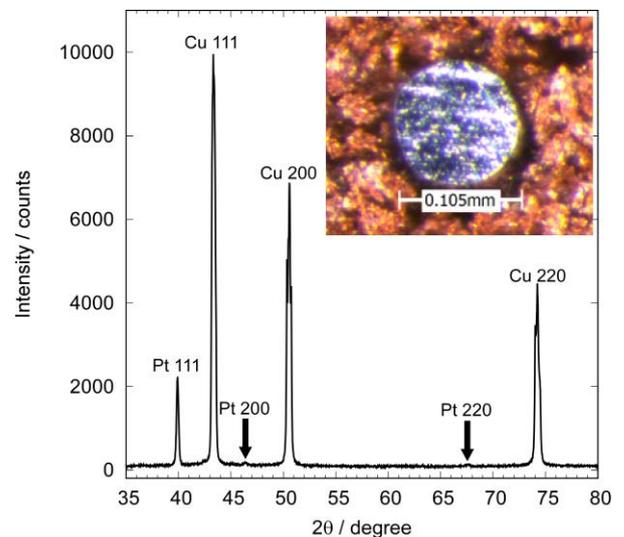


Fig. 4 標準試料の測定結果

3 まとめ

これまでの調整法では測定の位置精度が不十分であり、標準試料の0.1 mmサイズの領域を捉えることができなかった。蛍光板を用いて調整を行うことで測定箇所となるカメラ中心とビーム照射位置を精度よく一致させることが可能になり、 $\phi 0.1$ のPtワイヤー断面からの回折反射を検出することができた。これにより、測定の位置精度が向上したと結論できる。また蛍光板で照射野を可視化することで実際のX線照射野を認識することができ、利用者に対して微小部X線回折分析の理解に繋がるのが期待される。