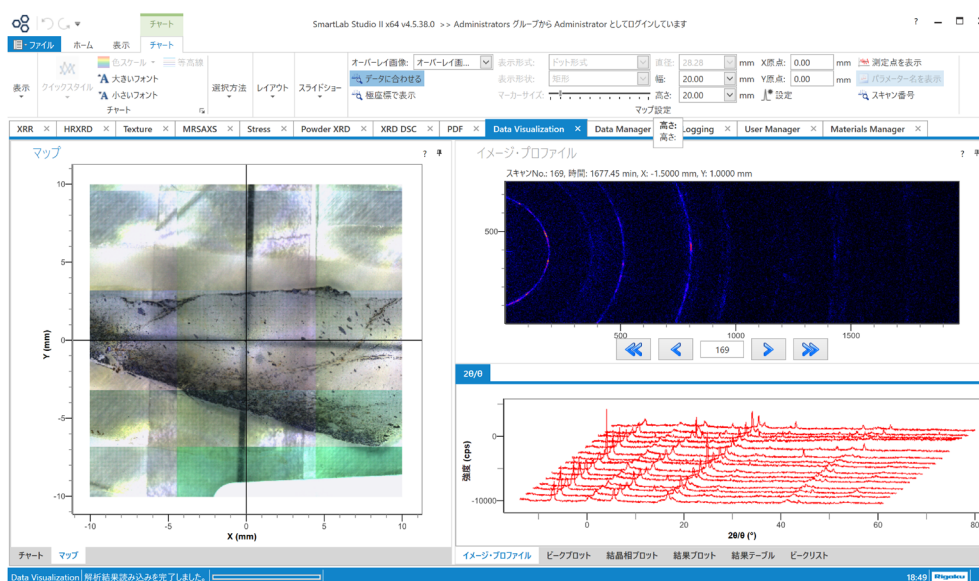


SmartLab Studio II

Data Visualization プラグイン

—CBO- μ を用いた微小部マッピング分析例—



1. はじめに

物質の状態分布や材料・デバイスの強度分布などを分析するには、分析内容に適した物理量を求めるためのマッピング測定を行うのが得策です。X線回折装置において、X線源、光学素子および検出器の著しい発展により、照射領域の狭小化および微小強度の検出が可能になり、高価な光学素子やアタッチメントを使用せずとも、より小さな材料の評価が可能になってきています。本稿では、XYアタッチメントを用いて試料をXY方向に移動しながら、CBO- μ （マイクロ）という光学素子を用いて微小領域にX線を照射し、高速2次元検出器HyPix-3000を用いて試料からの回折X線を測定して得られたデータを、X線分析統合ソフトウェアSmartLab Studio IIのData Visualizationプラグインで分析するまでの方法について紹介します。

2. Data Visualization プラグインの機能

Data Visualization プラグインは、多くのデータをまとめて処理し、データや解析結果をわかりやすく可視化するプラグインです。SmartLab システムを使えば、XYマッピング測定だけでなく、温度変化測定、湿度

変化測定など、様々な外部装置を組み合わせると同時測定を行うこともできます。ひとつのスキャンや露光の時間が秒のオーダーで行われるようになり、得られるデータの数は一挙に飛躍的に増大したため、ひとつの目的の測定で、数百から数千のデータが一度に得られることがあります。従来のソフトウェアでも、SmartLab Studioとの組み合わせにより、あらかじめ設定しておいた解析テンプレートに基づいてバッチ解析を行うことができたが、これほど多くのデータをまとめて解析するにはかなりの時間が必要でした。また時間や温度に対する物理パラメーターの変化をグラフなどで可視化することはできませんでした。XYマッピング測定結果については、マッピング表示ソフトウェアData Mapperがありましたが、すべてのアプリケーションに対応していたわけではなく、物理パラメーターの可視化は、薄膜総合解析ソフトウェアGlobalFitによる膜構造パラメーターの値と、統合粉末X線解析ソフトウェアPDXLによるピークサーチ結果に限定されていました。

Data Visualization プラグインでは、様々な便利ツールが用意されており、時間変化や温度変化に対するパ

ラメーター値のプロットや、XYマッピング測定結果の表示に関する機能が充実しています。本稿では、いくつかの例をもとに、Data Visualization プラグインのXYマッピング表示に関する機能について紹介します。

3. 入射光学系とXYマッピング測定

SmartLab システムにおいて、微小ビームを作るた



図1. 微小部測定用光学素子CBO- μ .

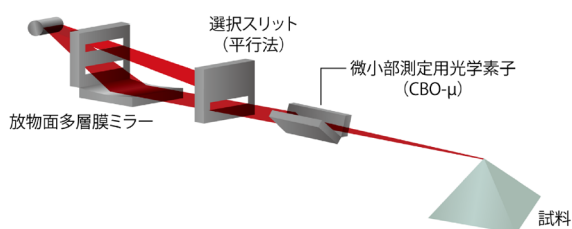


図2. CBO- μ を用いた微小部測定用入射光学系.

めの光学素子はいくつか用意されていますが、本稿ではCBO- μ について紹介します。CBO- μ は、試料表面において、被照射野サイズが半値幅で100 μm 程度のビームを作り出す入射光学素子です。入射側アーム (θ_s アーム) 上では、平行ビームを作り出すCBOユニットの下流側にある入射平行スリットアダプターの代わりにCBO- μ を取り付けて使用します。

実際のXYマッピング測定では、試料アタッチメントとしてXY-20 mm アタッチメント (X,Yそれぞれの方向に原点から ± 10 mm 移動できるアタッチメント) を用いて、X方向、Y方向それぞれ1 mm ステップで試料を移動させながら、各測定点においてHyPix-3000を用いた2D スキャンを行いました。スキャン条件やマッピング条件 (マッピングの範囲や点数) については、後ほど触れます。

4. 解析例

4.1. 錆びた鉄板

具体的な解析事例を使ってData Visualization プラグインの機能を示します。対象材料としては、錆びた鉄板を採用し、表面を構成する物質の分布を解析しました。図3の左側に試料である鉄板の写真が表示されています。このように、試料観察用のアタッチメントカメラで撮影した画像を取り込み、解析画面に表示させることができます。褐色部分は鉄の酸化物が主成分、灰色部分は鉄が主成分であると推測されます。この板の表面のX方向、Y方向それぞれ原点から ± 7 mm の範囲を、1 mm ステップで計225点測定しました。スキャン条件は、 2θ 範囲が20 $^\circ$ ~60 $^\circ$ 、スキャン速度5 $^\circ/\text{min}$ 、で2Dスキャンを行いました。図3の右側には、2D検出器で測定したイメージデータとそこから切り出した

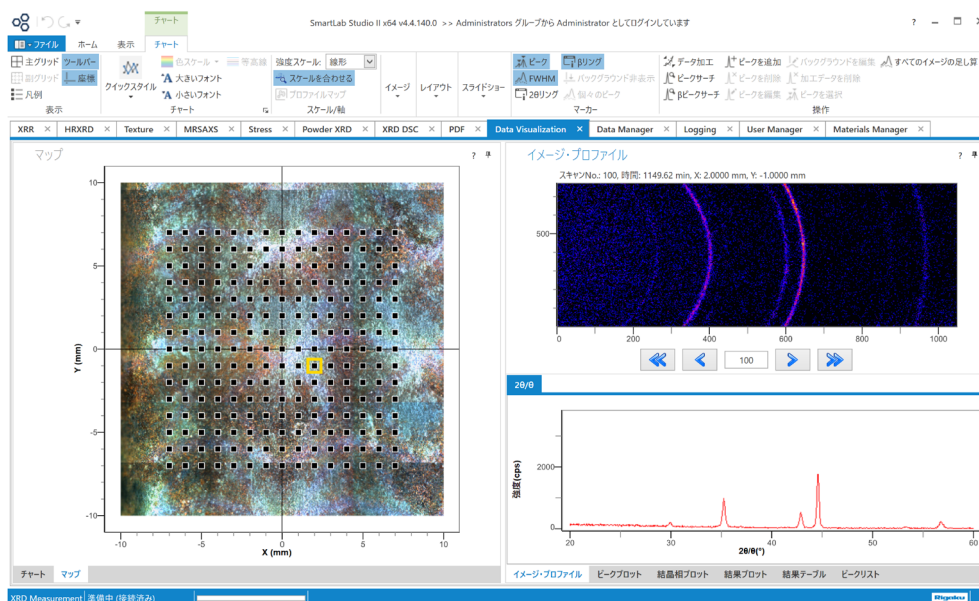


図3. Data Visualization プラグインのマップパネル (左) とイメージ・プロファイルパネル (右).

2 θ プロファイルが表示されています。蛍光X線低減モードで測定したことで、試料に含まれる鉄板からの蛍光X線が抑制され、バックグラウンドレベルが低い良質のデータが取得できています。

Data Visualization プラグインでは、左側のマップパネルで試料の写真に測定点が重ねて表示され、右側のイメージ・プロファイルパネルで2Dデータや1Dプロファイルが表示されます。いずれも読み込んだデータがそのまま表示されますが、Data Visualization プラグインでは、切り出し条件を設定して2Dデータから1Dプロファイルを作成することもできます。図3では、左側のマップパネルで測定点No. 100が選択されており（黄色い四角でハイライト）、その測定点で得られ

たデータが右側に表示されています。試料写真上の測定点の選択方法は、1点ごとだけでなく、指定した領域に含まれる測定点、指定した直線上に乗っている測定点、などを選択可能です。複数の測定点を選択した場合は、右下のグラフで対応する1Dプロファイルが重ねて描画されます。

次に、データの解析の実行と結果の表示について紹介します。ごく単純なケースは、1Dプロファイルのピークサーチを行い、ピーク強度やピーク幅の分布を試料表面の状態と比較することです。ピークサーチは、リボンの「ピークサーチ」をクリックし、表示されるダイアログボックスで条件を設定したのち実行します。図4の例では、44.7付近のピークがFe由来の

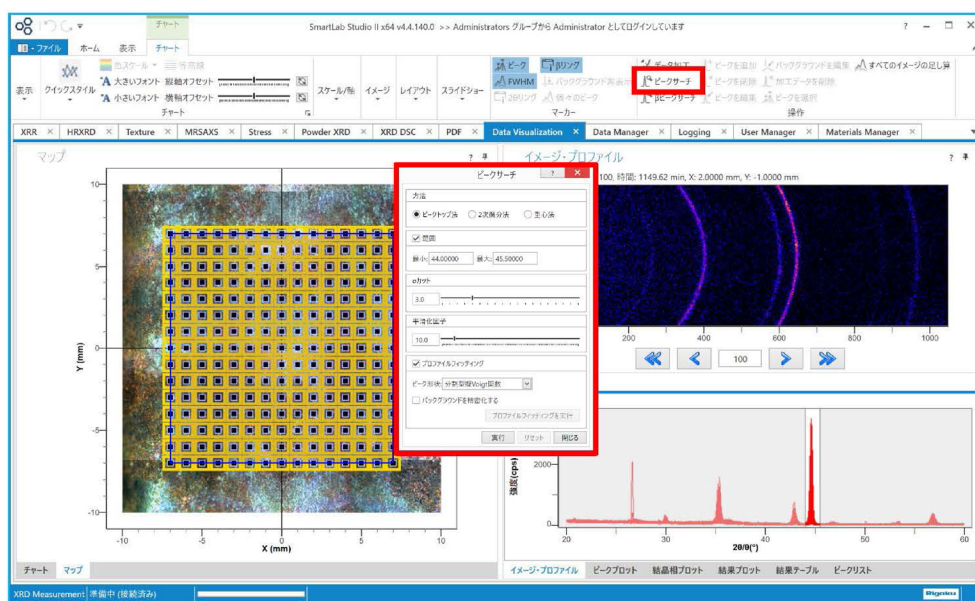


図4. 測定点（データ）の選択（左）とピークサーチ条件設定（中央および右下）。

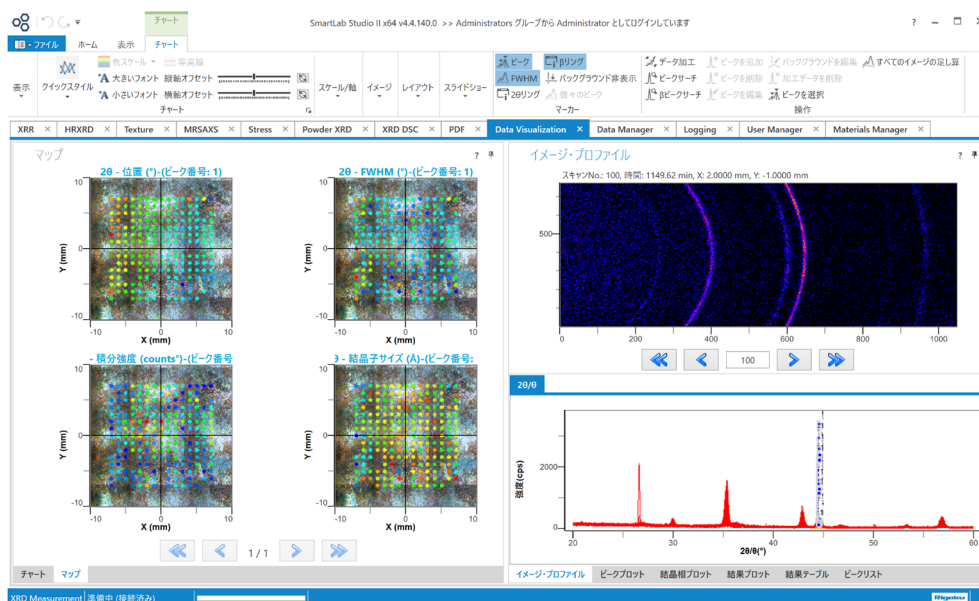


図5. 鉄板の写真上にピークサーチ結果をマッピング（ドット表示）。

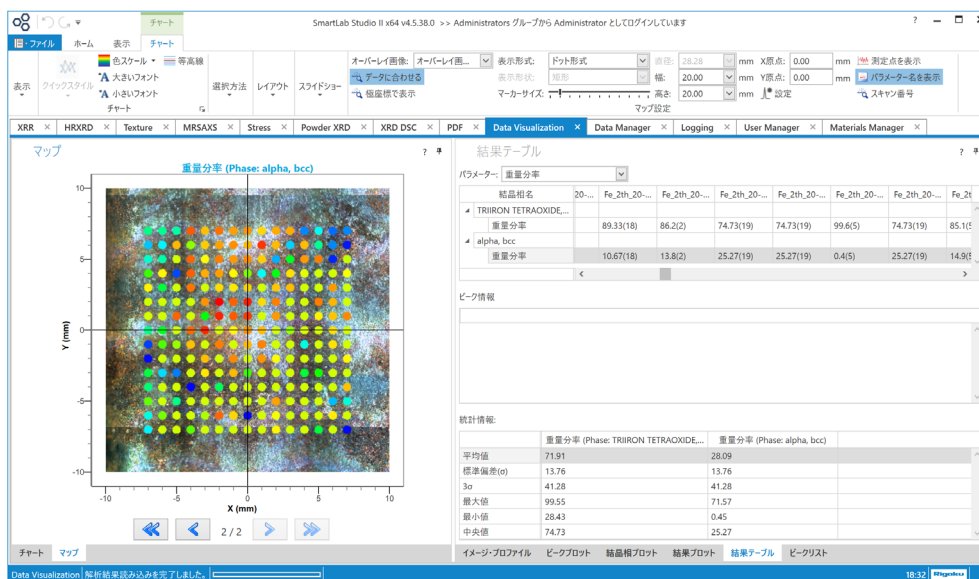


図6. 鉄板の写真上にFeの重量分率をマッピング (ドット表示)。

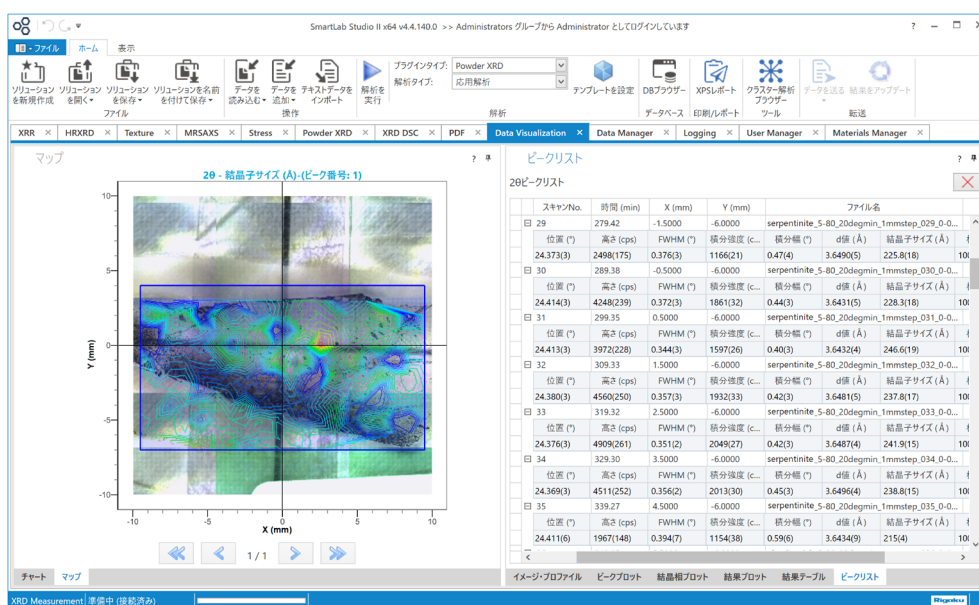


図7. 蛇紋岩の薄片の写真上に結晶子サイズをマッピング。

ピークであるため、ピークサーチ範囲を指定して実行します。

図5にピークサーチ後のData Visualizationプラグインの画面を示します。図4の条件では、すべての1Dプロファイルに対して指定された範囲(44.7°付近)でピークサーチが行われました。左側には、ピーク位置、ピーク高さ、半値幅(FWHM)、積分強度などの分布マップを、試料写真上に重ねて表示することができます。通常のカラーマップは試料写真と重ねて描画すると写真が見えなくなるので、ドットで表示するのが便利です。ドットのサイズは調整できるようになっています。

ピークサーチだけでなく、他の解析プラグインの機能を使って、データをまとめて解析することができま

す^{*1}。例えば、本試料の相同定結果からは、結晶化した主要構成物質としてFeおよびFe₃O₄が確認されました。そこで、各ピークをFeおよびFe₃O₄に帰属させ、定量することが可能です。手順としては、① Powder XRDプラグインで、FeおよびFe₃O₄の2種類の結晶相をテンプレートに設定して保存します。② Data Visualizationプラグインで、①で作成したテンプレートを選択します。③リボンで [Powder XRD] プラグインを選択し、解析タイプとして [定量] を選択します。④リボンの [実行] ボタンをクリックします。左のマップパネルで選択したすべてのデータに対して解析が行

^{*1} 2020年10月現在、バッチ処理に使用できるプラグインは、Powder XRDプラグイン、XRRプラグイン、HRXRDプラグイン、Stressプラグイン、の4つです。

われ、Feおよび Fe_3O_4 の定量値（重量分率）が、右側の「結果テーブル」タブに表示されます。これらの重量分率は、左側の試料写真上にマッピング表示することができ、試料の色などと重量分率を対比させることが可能です（図6）。

4.2. 蛇紋岩の微小薄片

蛇紋岩は蛇紋石（ $\text{Mg,Fe}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ）を主要構成鉱物とする超塩基性岩であり、かんらん岩などが水と反応し、蛇紋岩化作用を受けることで生成します。この岩石の薄片について、X: $-9.5 \sim 9.5$ mm, Y: $-7 \sim 4$ mmの範囲を、1 mm ステップで計240点測定しました。スキャン条件は、 2θ 範囲が $5 \sim 80^\circ$ 、スキャン速度 $10^\circ/\text{min}$ 、で2Dスキャンを行いました。

4.1節と同様、あるピーク（ 24.4° 付近）のピークサーチを行い、蛇紋岩の写真に結晶子サイズの分布をマッピング表示しました（図7）。試料の写真が見えるように、ドット表示ではなく、ここでは等高線表示を適用しました。これを見ると、蛇紋岩が黒くなっている部分の等高線が青色で表示され、それ以外の部分が緑または黄や赤で表示されています。黒い部分がそれ以外の部分に比べて $50 \text{ \AA}$ 程度結晶子サイズが小さくなっているのがわかります。

図7の等高線をよく見ると、左下および右上の角付近が欠けています。これは4.1節でも述べた通り、その原因について、左下および右上の測定点を選択して表示される回折パターンから確認することができます。Data Visualization プラグインにはスライドショーの機能が用意されており、ひとつひとつ測定点を選択しなくても、1番の測定点から順番に選択され、対応する回折パターンが右側のイメージ・プロファイルパネルに表示されるようになっています。スライドショーを見ると、等高線が欠けている部分は、回折ピークがない非晶質のみのパターンになっており、こ

の領域は蛇紋岩の薄片がないガラス板のみの部分であることがわかります。

スライドショーについては、以下のURLで見ることができます。

<https://youtu.be/sAv9LEBK0O8>

5. おわりに

Data Visualization プラグインは、XYマッピング測定データをまとめて解析し、試料上の様々な物理量の分布をわかりやすく表示することができます。本稿では一例として、CBO- μ を用いた微小領域のXYマッピング分析結果を紹介しました。CBO- μ は、 $0.3 \sim 1$ mm程度のピッチでXYマッピング測定を行い、 $0.5 \sim$ 数cm四方の領域の分布解析に非常に便利な光学素子です。

一方、Data Visualization プラグインでは、本稿で紹介した測定ピッチや試料サイズに限らず、大きなサイズのウェハーやごく微小なコンデンサまでいろいろな大きさの試料にも対応し、また、様々な測定光学系や試料台、異なる装置構成で測定したデータに対しXYマッピング分析を行うことができます。リガクのX線回折装置や、SmartLab Studio IIのData Visualization プラグインが、微小領域の状態分析、物性分析、劣化分析など様々な場面で利用されることを期待しています。

参考文献

- (1) 白又勇士：リガクジャーナル，**46**（2015），No. 2，1-7.
- (2) 刑部 剛：リガクジャーナル，**47**（2016），No. 2，7-11.
- (3) リガクジャーナル，**48**（2017），No. 1，35-37.
- (4) リガクジャーナル，**49**（2018），No. 1，33-34.