

微小部X線回折測定装置 DicifferX Microarea Edition

—微小部X線回折測定に最適な高輝度ラボX線回折装置—



近年、電子デバイスの小型化に伴い、電子部品は微細化、高密度化が進んでいます。特に、積層セラミックコンデンサ (MLCC) など電子部品では、X線回折法による評価対象領域が数十 μm まで微細化しています。このようなニーズに対応するため、微小部X線回折装置“DicifferX Microarea Edition”が開発されました。本装置では、最小 $\phi 10\ \mu\text{m}$ のコリメーターを使用することで、試料位置で約 $\phi 20\ \mu\text{m}$ (ダイレクトビームの半値幅) のポイントビームを形成することが可能です。加えて、DicifferX Microarea Editionは輝度の高いX線源と高精度ゴニオメーター、2次元検出器を搭載しており、ラボ環境において、数十 μm の微小領域を高精度、かつ高速／高強度測定することが可能です。本稿では実例として亜鉛メッキされたナットの断面を $20\ \mu\text{m}$ 間隔で測定し、微小領域における高精度な定性分析結果を示します。

1. はじめに

近年、積層セラミックコンデンサ (MLCC) をはじめとする電子部品等の小型化に伴い、数十 μm 領域を対象とした評価するニーズが高まっています。弊社の汎用的な全自動多目的X線回折装置 SmartLab では、試料位置において約 $\phi 100\ \mu\text{m}$ (ダイレクトビームの半値幅) までしかポイント状にビームを絞ることができません。そのため、数十 μm の微小領域を高精度に測定できるラボ装置として、微小部X線回折装置 DicifferX Microarea Edition が新たに開発されました。DicifferX Microarea Edition は、最小 $\phi 10\ \mu\text{m}$ のピンホール径を有するコリメーターを使用することで、試料位置で約 $\phi 20\ \mu\text{m}$ (ダイレクトビームの半値幅) のポイントビー

ムを形成することが可能です。図1に、コリメーター径 $\phi 10\ \mu\text{m}$ を用いてダイレクトビームをY軸 (水平) 方向、およびZ軸 (垂直) 方向にスキャンした結果を示します。

微小部X線回折測定では、試料位置でのX線照射領域が小さく、かつ高強度であること、加えて測定中にX線の照射位置が狙った箇所からずれないことが重要です。これらの要件を満たすために、DicifferX Microarea Edition には以下の3つの特長が備わっています。①高輝度X線源による強力なX線、②高精度ゴニオメーターによる安定した位置制御、③2次元検出器による効率的な測定。これらの特徴について詳しく紹介します。

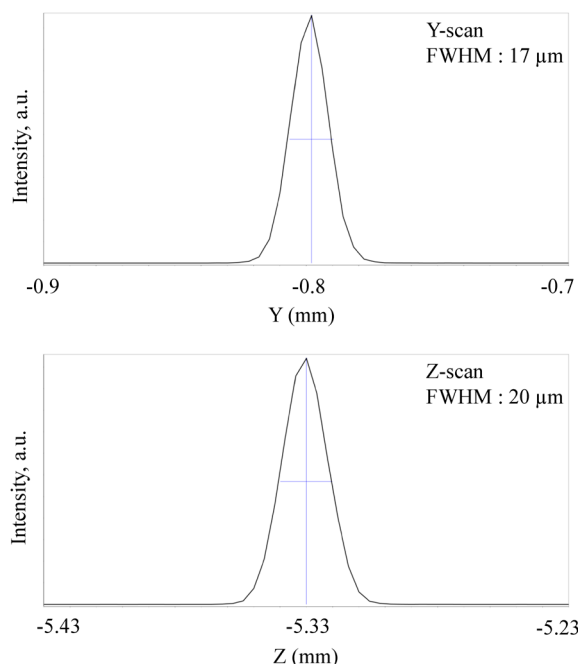


図1. コリメーター径 $\phi 10 \mu\text{m}$ 使用時のダイレクトビームプロファイルと半値幅。

2. 特長

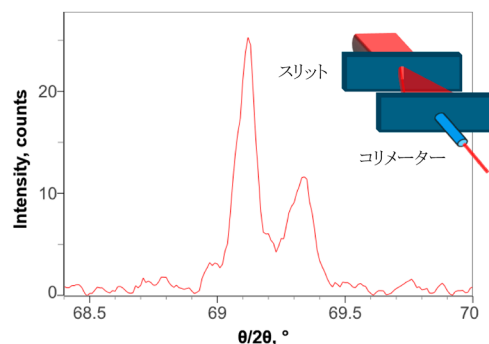
2.1. 高輝度 X 線源

一般的な X 線回折装置は、ラインビーム光学系が使用されることが多く、微小領域の測定を行うためにはビームサイズをスリットやコリメーターによってポイント状に制限しています。この制限によって X 線の強度が低下し、十分な回折強度が得られない場合が少なくありません。一方、DicifferX Microarea Edition は高輝度 X 線源 (MicroMax-007HF) を搭載し、実効焦点サイズ $\phi 70 \mu\text{m}$ のビームを利用したポイント光学系を採用しています。発生した X 線は、人工多層膜 X 線集光ミラー (VariMax) で 2 回反射し、効率良く集光および単色化されます。これにより、コリメーターを使用せずとも、試料位置において約 $\phi 200 \mu\text{m}$ (ダイレクトビームの半値幅) のポイントビームを形成することができます。集光ミラーからコリメーターの間は、真空パスとなっており、空気による X 線の強度減衰を抑制しています。また、ミラースリットの開口幅を変更することで、高分解能設定と高強度設定を切り替えることができます。高分解能設定では、ミラースリットの開口幅を狭めることで集光した X 線の一部を制限し、集光角・発散角を抑えることで分解能を向上します。これに対して、高強度測定では、ミラースリットを開放することで分解能は低下しますが、より高い X 線強度で測定を行うことができます。

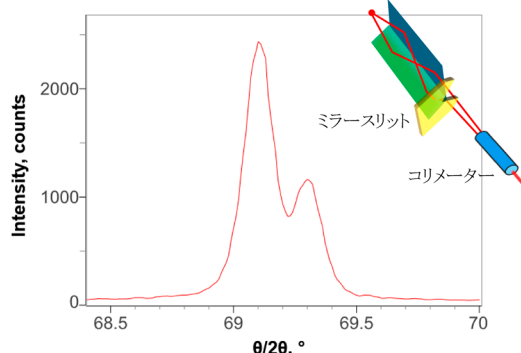
図2には、SmartLab と DicifferX Microarea Edition に $\phi 100 \mu\text{m}$ のコリメーターを装着して NIST 標準 Si (Standard Reference Material 640f) を測定した結果を示します。

SmartLab の微小部光学系で測定したときの強度を

SmartLab



DicifferX Microarea Edition (高分解能設定)



DicifferX Microarea Edition (高強度設定)

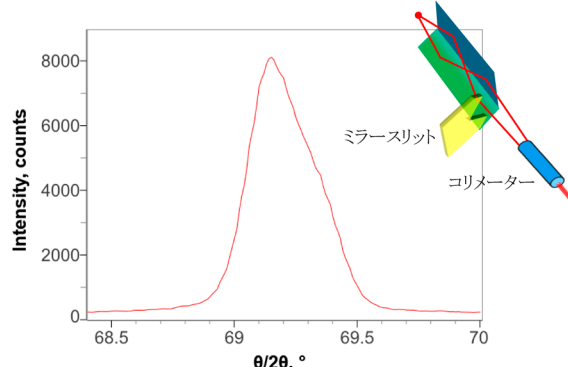
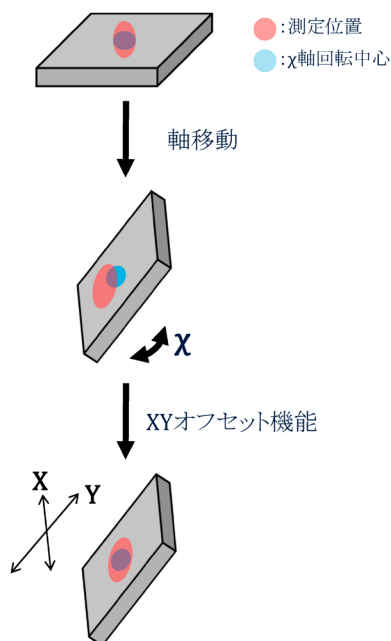


図2. SmartLab と DicifferX Microarea Edition に $\phi 100 \mu\text{m}$ のコリメーターを装着して測定した NIST 標準 Si の測定結果。

1 とすると、DicifferX Microarea Edition で測定したときの強度は約 100 ~ 330 倍となります。これは 1 点あたり 10 分掛かっていた測定が、約 2 ~ 6 秒まで短縮できることを意味します。また、SmartLab と DicifferX Microarea Edition の高分解能設定で測定したときのそれぞれの半値幅は同程度です。したがって、微小部光学系において DicifferX Microarea Edition は SmartLab と同じ分解能を有するデータを短時間で取得できるため、測定効率が非常に優れています。

2.2. 高精度ゴニオメーターとオフセット機能

微小部 X 線回折測定において、狙った箇所に X 線を正確に照射するためには、ゴニオメーターの位置精度



が非常に重要です。DicifferX Microarea Editionには、高精度のゴニオメーターとXYオフセット機能を有する試料ステージが搭載されています。この機能により、X軸（試料のあおり軸）を動かしたときに測定位置がX軸の回転中心からずれたとしても、X軸の移動位置毎にXY位置を補正し、測定位置とX軸の回転中心を一致させることができます(図3)。高精度ゴニオメーターとXYオフセット機能により位置精度は±10 μmを実現しており、軸を可動させている間も測定位置が狙った箇所からずれることなく測定可能です。

2.3. 2次元検出器

DicifferX Microarea Editionは検出器としてハイブリット型多次元ピクセル検出器HyPix-3000(検出面サイズ：77.5 mm×38.5 mm)⁽¹⁾を搭載しています。

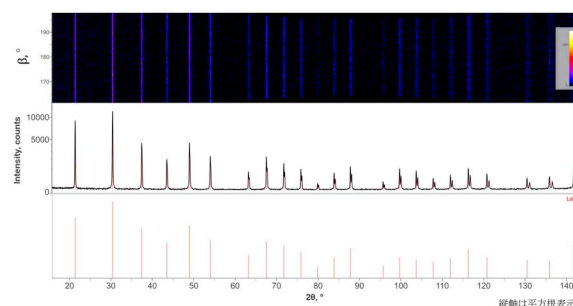


図4. DicifferX Microarea EditionによるNIST標準LaB₆の2Dスキャンの結果。

HyPix-3000は0次元／1次元／2次元の測定モードに対応しています。2次元モードによる測定は、TDI (Time Delay Integration) モードによる2Dスキャンと、検出器を固定して露光する2D露光の2種類に対応しています。2Dスキャンは広い角度範囲の測定が可能のため、微小な変色部(異物)の定性・定量評価に適しています。2D露光は2θの一定の範囲を同時に測定でき、任意の回折ピークに着目しながら、数十～数百枚の画像を取得でき、微小領域の残留応力測定や極点測定、マッピング測定ができます。

図4に、DicifferX Microarea Editionでφ100 μmのコリメーターを用いてNIST標準LaB₆ (Standard Reference Material 660c)を2Dスキャンした結果を示します。

2次元モードはデバイ環の環方向(β方向)に沿った強度を積算して1次元プロファイルに変換するため、0次元／1次元モードよりも短時間で高強度のデータが取得できます。微小領域の測定を行う場合には、HyPix-3000の広い検出面積を最大限に活かした2次元モードによる高速／高強度測定が非常に有効です。

3. 測定事例

DicifferX Microarea Editionで亜鉛溶融メッキした

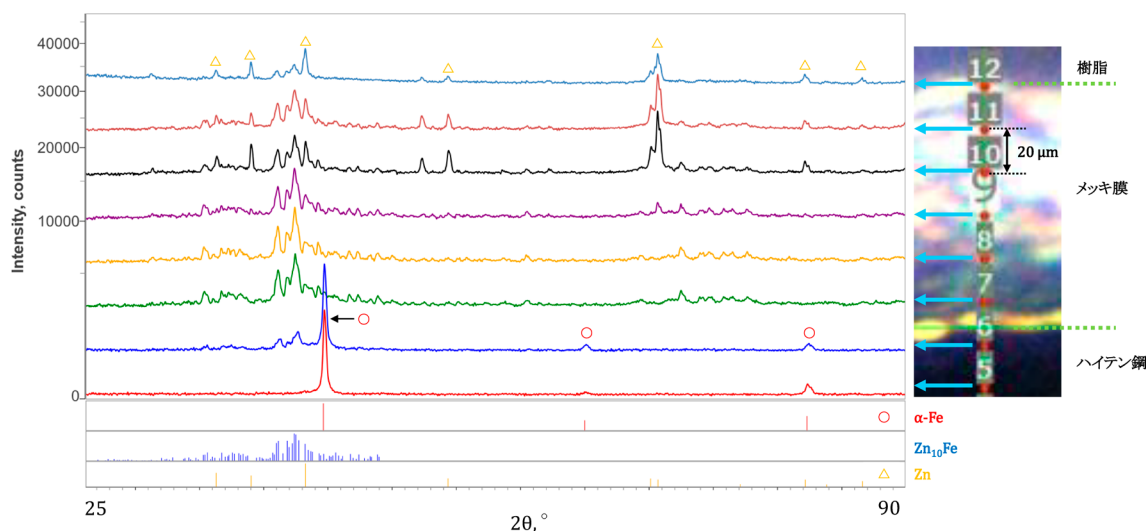


図5. DicifferX Microarea Editionによる亜鉛溶融メッキの定性分析結果。

ナットの断面をマッピング測定した事例を紹介します。φ10 μmのコリメーターを用いて、メッキ膜とその周辺を20 μm間隔で測定しました。取得した2次元画像を1次元プロファイルに変換し、定性分析した結果を図5に示します。樹脂とメッキ膜の境界から約40 μm離れた領域では、Znが多く存在していることが分かります。更に離れた領域では、Zn-Fe合金(Zn₁₀Fe)が多く存在していることがわかります。DicifferX Microarea Editionは数十μmの微小領域を高精度に測定することができるため、メッキ膜に含まれる結晶相の分布を詳細に把握することができます。

4. 主な仕様

最大出力 (Cu線源)	1.2 kW
対応波長	Mo, Cu, Co, Cr,
コリメーター径	最小：φ 10 μm 最大：φ 500 μm
カメラ長	65 ～ 150 mm
X, Y 軸 (XY-52 mm アタッチメント)	ストローク：±26 mm
Z 軸	ストローク：-9 ～ +1 mm
セット可能な試料最大厚	50 mm
セット可能な試料最大重量	1 kg ±10 μm の高い精度が必要な時は 300 g

*2025 年 7 月現在の仕様です。

参 考 文 献

(1) リガクジャーナル, 45 (2014), No. 1, 26–28.