(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7616659号
(P7616659)

(45)発行日　令和7年1月17日(2025.1.17)

(24)登録日　令和7年1月8日(2025.1.8)

(51)国際特許分類
Ｇ０１Ｎ　23/207(2018.01)

ＦＩ
Ｇ０１Ｎ　23/207

請求項の数　12　（全28頁）

(21)出願番号　特願2021-188118(P2021-188118)
(22)出願日　令和3年11月18日(2021.11.18)
(65)公開番号　特開2023-74924(P2023-74924A)
(43)公開日　令和5年5月30日(2023.5.30)
審査請求日　令和6年1月29日(2024.1.29)

(73)特許権者　000250339
株式会社リガク
東京都昭島市松原町３丁目９番１２号
(74)代理人　110004107
弁理士法人Ｋｉｇｈｓ
(74)代理人　100125391
弁理士　白川 洋一
(74)代理人　100208605
弁理士　早川 龍一
(72)発明者　菊地 拓哉
東京都昭島市松原町３丁目９番１２号
株式会社リガク内
(72)発明者　小澤 哲也
東京都昭島市松原町３丁目９番１２号
株式会社リガク内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】　補正量特定装置、方法、プログラムおよび治具

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定装置であって、

等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データを記憶する回折データ記憶部と、

前記回折データに基づいて、第１の対応関係を決定する対応関係決定部と、

前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定する補正量特定部と、を備えることを特徴とする補正量特定装置。

【請求項２】

前記試料回転角は、散乱ベクトルに垂直でＸ線の進行する方向の軸回りの角度χおよび光路面に垂直な方向の軸回りの角度ωの少なくとも一方であることを特徴とする請求項１記載の補正量特定装置。

【請求項３】

前記第１の対応関係は、前記試料回転角の多項式を係数として有し、前記試料表面高さの補正量を表す前記回折角度の多項式であることを特徴とする請求項１または請求項２記載の補正量特定装置。

【請求項４】

前記所望の前記試料回転角および前記回折角度に対し、前記試料表面高さの補正量で前

記試料の相対位置を制御する試料位置制御部をさらに備えることを特徴とする請求項１から請求項３のいずれかに記載の補正量特定装置。
【請求項５】
前記所望の前記試料回転角および前記回折角度に対し、前記試料表面高さ方向の位置を補正制御された治具用いて測定された試料表面に平行な方向の基準位置データを記憶する基準位置データ記憶部をさらに備え、
前記補正量特定部は、第２の対応関係により、前記基準位置データに基づいて前記試料表面に平行な方向の補正量を特定することを特徴とする請求項４記載の補正量特定装置。
【請求項６】
前記第２の対応関係は、前記試料回転角の多項式を係数として有し、前記試料表面に平行な方向の補正量を表す前記回折角度の多項式であることを特徴とする請求項５記載の補正量特定装置。
【請求項７】
測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレを補正するための平板状の治具であって、
散乱Ｘ線の強度が異なる材料で形成された隣り合う第１領域および第２領域を受光面上に備え、
前記第１領域と前記第２領域との境界を横切るように照射位置をスキャンして散乱Ｘ線強度を測定できるようにＸ線回折装置に装着されることを特徴とする治具。
【請求項８】
前記第１領域および第２領域の境界は、直交する直線であることを特徴とする請求項７記載の治具。
【請求項９】
前記第１領域は、ステンレスで形成され、前記第２領域は、Ｓｉで形成されていることを特徴とする請求項７または請求項８記載の治具。
【請求項１０】
前記第２領域は、結晶粒子の集合体で形成されていることを特徴とする請求項７から請求項９のいずれかに記載の治具。
【請求項１１】
測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定方法であって、
等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データを取得するステップと、
前記回折データに基づいて、第１の対応関係を決定するステップと、
前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定するステップと、を含むことを特徴とする補正量特定方法。
【請求項１２】
測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定プログラムであって、
等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データに基づいて、第１の対応関係を決定する処理と、
前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定する処理と、をコンピュータに実行させることを特徴とする補正量特定プログラム。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、ビーム照射位置を補正するための補正量特定装置、方法、プログラムおよび

治具に関する。
【背景技術】
【０００２】
テレビ、パソコンまたは携帯電話等の電子デバイスの部品は、年々ダウンサイズ化されている。これに伴い、それらの電子デバイスの機能や性能を評価する際にも微小領域を分析することが多くなっている。また、自動車等の輸送機械の部品も、CO_2の削減や燃費の向上のために小型化される傾向があり、微小領域を分析することが多くなっている。
【０００３】
これらの分析において、一般的にＸ線が用いられている。微小領域を分析する装置が、ある一点にＸ線ビームを照射するためには、各軸の高い交差精度が必要である。そのため、そのような装置には、比較的に重量のあるＸ線源を固定した垂直型ゴニオメータを採用することが多い。
【０００４】
しかし、その場合は重力方向から９０°傾いた向きで試料をゴニオメータに設置する必要がある。ステージ上に強固に試料を設置しなければならず、重量物を測定できないなどデメリットがある。一方で、近年のＸ線回折装置では、試料を床と水平なステージに設置する水平型ゴニオメータが主流になりつつある。このような機構では、大掛かりな固定は必要なく、重量物でも比較的に測定しやすい。また、試料の設置が簡便になる一方で、微小領域を分析するための交差精度は低下している。
【０００５】
横型ゴニオメータの方がＸ線ビームの照射位置はズレにくい。しかし、どちらのゴニオメータを採用するとしても、軸の角度を変えたときに生じる軸の自重または機械の加工誤差によりたわみが生じることで角度ズレまたは位置ズレは発生する。そして、機械的な回転軸位置からＸ線ビームの照射位置または試料の測定位置がズレる。そのため、微小領域での定性、定量、応力、または極点測定において、測定したい領域以外からの回折Ｘ線を検出し、不要な情報が分析データに含まれる。また、Ｘ線ビーム位置または試料の測定位置のズレが回折角度に影響を及ぼし、測定精度が低下する。
【０００６】
これに対し、試料上の微小領域を回転軸に合わせるための技術が知られている（特許文献１～４）。特許文献１記載の技術では、Ｘ線照射手段からのＸ線照射位置が回転軸となるように試料を配置し、試料の回転角と回折角度の関係として主歪の方向を検出している。特許文献２記載の技術では、試料上の任意箇所を任意の角度で入射Ｘ線ビームの光路上に配置し、入射Ｘ線ビームの光軸を回転軸として試料を回転させるＸ線回折装置を使って残留応力を測定している。
【０００７】
また、特許文献３記載の技術では、一軸ステージ上の蛍光板の位置とレーザ変位計のスポット位置を調整することで、傾け角ψの各変化に対応して常にψ軸の回転軸をθ軸上に位置させている。特許文献４記載の技術では、Ｘ線入射用アームの先端から離間して設けられたＸ線源を含む回転軸を中心として回転傾斜させることでＸ線源からのＸ線の取出し角を変え、試料への入射Ｘ線を常に試料の同一照射位置に照射可能にしている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００８】
【文献】特開平０３－２６９３５１号公報
【文献】特開平０５－２８８６１６号公報
【文献】特開平０７－２６０５９８号公報
【文献】特開平０８－９４５４９号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００９】

上記のように、これまでに試料上の微小領域を回転軸に合わせるための様々な機構が提案されている。しかしながら、安定した客観的な手法により機械軸の角度を変えたときに生じるビーム照射位置のズレを正確かつ高精度に補正することまでは達成できていない。

【００１０】

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、安定した客観的な手法により機械軸の変化に伴うビーム照射位置ズレを正確かつ高精度に補正し、試料が回転しても一定の位置にＸ線を照射できる補正量特定装置、方法、プログラムおよび治具を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

（１）上記の目的を達成するため、本発明の補正量特定装置は、測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定装置であって、等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データを記憶する回折データ記憶部と、前記回折データに基づいて、第１の対応関係を決定する対応関係決定部と、前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定する補正量特定部と、を備えることを特徴としている。

【００１２】

（２）また、本発明の補正量特定装置は、前記試料回転角が、散乱ベクトルに垂直でＸ線の進行する方向の軸回りの角度χおよび光路面に垂直な方向の軸回りの角度ωの少なくとも一方であることを特徴としている。

【００１３】

（３）また、本発明の補正量特定装置は、前記第１の対応関係が、前記試料回転角の多項式を係数として有し、前記試料表面高さの補正量を表す前記回折角度の多項式であることを特徴としている。

【００１４】

（４）また、本発明の補正量特定装置は、前記所望の前記試料回転角および前記回折角度に対し、前記試料表面高さの補正量で前記試料の相対位置を制御する試料位置制御部をさらに備えることを特徴としている。

【００１５】

（５）また、本発明の補正量特定装置は、前記所望の前記試料回転角および前記回折角度に対し、前記試料表面高さ方向の位置を補正制御された治具用いて測定された試料表面に平行な方向の基準位置データを記憶する基準位置データ記憶部をさらに備え、前記補正量特定部は、第２の対応関係により、前記基準位置データに基づいて前記試料表面に平行な方向の補正量を特定することを特徴としている。

【００１６】

（６）また、本発明の補正量特定装置は、前記第２の対応関係が、前記試料回転角の多項式を係数として有し、前記試料表面に平行な方向の補正量を表す前記回折角度の多項式であることを特徴としている。

【００１７】

（７）また、本発明の治具は、測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレを補正するための平板状の治具であって、散乱Ｘ線の強度が異なる材料で形成された隣り合う第１領域および第２領域を受光面上に備え、前記第１領域と前記第２領域との境界を横切るように照射位置をスキャンして散乱Ｘ線強度を測定できるようにＸ線回折装置に装着されることを特徴としている。

【００１８】

（８）また、本発明の治具は、前記第１領域および第２領域の境界が、直交する直線であることを特徴としている。

【００１９】

（９）また、本発明の治具は、前記第１領域が、ステンレスで形成され、第２領域は、Ｓｉで形成されていることを特徴としている。

【００２０】

（１０）また、本発明の治具は、前記第２領域が、結晶粒子の集合体で形成されていることを特徴としている。

【００２１】

（１１）また、本発明の補正量特定方法は、測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定方法であって、等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データを取得するステップと、前記回折データに基づいて、第１の対応関係を決定するステップと、前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定するステップと、を含むことを特徴としている。

【００２２】

（１２）また、本発明の補正量特定プログラムは、測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する補正量特定プログラムであって、等方的で無歪みな結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データに基づいて、第１の対応関係を決定する処理と、前記第１の対応関係により所望の前記試料回転角および前記回折角度に対する前記試料表面高さの補正量を特定する処理と、をコンピュータに実行させることを特徴としている。

【図面の簡単な説明】

【００２３】

【図１】（ａ）、（ｂ）それぞれχ軸回りの回転前および回転後のＸＹＺ座標を示す斜視図である。

【図２】（ａ）、（ｂ）それぞれω軸回りの回転前および回転後のＸＹＺ座標を示す斜視図である。

【図３】ビーム照射位置のズレにより生じる試料表面高さの変化および回折角度の誤差を示す概略図である。

【図４】Ｘ線測定システムの構成を示す概略図である。

【図５】（ａ）～（ｃ）それぞれ一例の治具を示す平面図、治具上でビーム照射位置をＸおよびＹスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【図６】（ａ）～（ｃ）それぞれ一例の治具を示す平面図、治具上でビーム照射位置をＸおよびＹスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【図７】（ａ）、（ｂ）それぞれ一例の治具を示す平面図、治具上でビーム照射位置を一定方向にスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【図８】（ａ）、（ｂ）それぞれ一例の治具を示す平面図、治具上でビーム照射位置を一定方向にスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【図９】一例の治具を示す平面図である。

【図１０】Ｘ線測定システムの構成を示すブロック図である。

【図１１】ビーム照射位置の補正方法を示すフローチャートである。

【図１２】（ａ）、（ｂ）それぞれＺ方向およびＸＹ方向の補正量を求める対応関係の決定方法を示すフローチャートである。

【図１３】Ｓｉ粉末試料の回折面（１１１）について、各χに対しＺを変えて測定した２θをプロットしたグラフである。

【図１４】（ａ）、（ｂ）それぞれχに対する関数の係数Ａχ，Ｂχをプロットしたグラフである。

【図１５】各χ、各θに対し関数で得られたＺをプロットしたグラフである。

【図１６】（ａ）～（ｃ）それぞれχに対する関数の係数Ｄχ，Ｅχ，Ｆχをプロットしたグラフである。

【図１７】（ａ）、（ｂ）それぞれχ＝０°、３０°で各θに対し関数で得られたＸをプロットしたグラフである。
【図１８】（ａ）、（ｂ）それぞれχ＝０°、３０°で各θに対し関数で得られたＹをプロットしたグラフである。
【図１９】（ａ）～（ｃ）それぞれχに対する関数の係数Ｈχ，Ｉχ，Ｊχをプロットしたグラフである。
【図２０】（ａ）～（ｃ）それぞれχに対する関数の係数Ｌχ，Ｍχ，Ｎχをプロットしたグラフである。
【図２１】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（１１１）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２２】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（２２０）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２３】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（３１１）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２４】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（４００）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２５】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（３３１）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２６】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（４２２）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２７】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（５１１）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２８】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（４４０）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図２９】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（５３１）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図３０】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（６２０）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【図３１】無歪みのＳｉ粉末試料の回折面（５３３）について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。
【発明を実施するための形態】
【００２４】
次に、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら説明する。説明の理解を容易にするため、各図面において同一の構成要素に対しては同一の参照番号を付し、重複する説明は省略する。
【００２５】
［原理］
試料の微小領域に対しＸ線回折測定を行う場合、本来であれば機械軸の角度を変えたとしても、ユーザにより指定される一点にＸ線ビームが照射されることが理想である。しかし、加工精度によるたわみまたは軸の重量によるたわみなどにより、Ｘ線ビームの照射位置または試料の測定位置が基準位置からズレる。
【００２６】
機械軸のたわみやズレは、機械軸の精度や自重によるモーメント等いくつかの要因が考えられる。しかし、Ｘ線ビームの照射位置も試料の測定位置も各軸の機械的な回転軸位置に調整する従来の手法では、軸を動かしたときのたわみなどによる位置ズレは調整できない。さらに両者が動いた際の位置ズレの調整は困難である。
【００２７】
本発明では、機械的な回転軸位置にＸ線ビーム位置と試料の測定位置を調整するのではなく、試料が傾くことで生じたＸ線ビームの照射位置または試料の測定位置のズレを補正する。

【００２８】
図１（ａ）、（ｂ）は、それぞれχ軸回りの回転前および回転後のＸＹＺ座標を示す斜視図である。χ軸は、光路面に平行な軸である。また、ＸＹＺ座標は、試料ＳＯを基準とする座標である。Ｚ軸は、試料表面に垂直であり、Ｘ軸およびＹ軸は、試料表面に平行である。χ軸回りの回転に対しＸ軸はχ軸と一致している。Ｙ軸は、Ｘ軸に垂直である。
【００２９】
χ軸回転によりビーム照射位置のズレが生じた場合、Ｘ軸方向のズレが生じたとしても２θは変化しない。χ軸回転によりＹ軸方向へズレが生じた場合には、χ軸回りの試料回転角χに応じてＸ線が照射される試料表面高さＺが変化することにより、２θが変わる。また、Ｘ軸方向およびＹ軸方向のビーム照射位置もχに応じてズレる。χ軸回転によりＺ軸方向へズレが生じた場合、Ｘ線が照射される試料表面高さＺも変化することにより、２θ角度が変わる。また、Ｘ軸方向およびＹ軸方向のビーム照射位置もχに応じてズレる。
【００３０】
図２（ａ）、（ｂ）は、それぞれω軸回りの回転前および回転後のＸＹＺ座標を示す斜視図である。ω軸は、光路面に垂直な方向の軸である。Ｙ軸はω軸と一致している。ω軸回転によりＸ軸方向のビーム照射位置のズレが生じた場合、ω軸回りの角度ωに応じたＸ線が照射される試料表面高さＺが変化することにより、２θが変わる。また、Ｘ軸方向のビーム照射位置もωに応じてズレる。
【００３１】
ω軸回転によりＹ軸方向へズレが生じた場合には、ωに応じてＸ線が照射される試料表面高さＺが変化せず、２θは変わらない。ω軸回転によりＺ軸方向へズレが生じた場合、ωに応じてＸ線が照射される試料表面高さＺが変化することにより、２θ角度が変わる。また、Ｘ軸方向のビーム照射位置もωに応じてズレる。
【００３２】
また、試料台のステージ上に試料を載せたとき、試料における測定したい面がω軸回りに傾いている場合がある。この場合、試料面の法線をχ軸に対して垂直にして測定したいため、ω軸回りに試料を回転させて試料の傾きを調整した後、試料をχ軸回りに回転させて測定する。この調整は、光学軸を基準の角度に合わせる操作に過ぎないが、それにより機械軸が最初の配置から変わっている。このときも機械軸のたわみがあれば、ω軸回りに試料を傾けていないときと傾けたときで、ビーム位置はズレるので、χ軸およびω軸の両方の角度位置を考慮した補正を行う必要がある。
【００３３】
上記のような場合に、ズレを補正できるように粉末試料をＺ軸方向に移動させて粉末試料のＸ線プロファイルを取得する。なお、上記の試料の移動は相対的であり、試料の移動またはＸ線源と検出器を含むゴニオメータ全体の移動のいずれかであればよい。
【００３４】
試料回転角χを任意の角度間隔で変化させて各χにおける任意の２θ角度になるＺ位置に試料表面を移動する。そのとき各χにおいてＸ線照射位置はＺ軸方向で位置ズレが生じていないことになる。これは粉末試料に対してはＸＹ軸方向のズレがＸ線プロファイルのピーク位置に影響しないためである。２θとＺの関係から、各試料回転角において任意の回折角度２θになる高さＺを求めることで回転軸とビーム照射位置ズレによる高さズレの影響を補正できる。
【００３５】
図３は、ビーム照射位置のズレにより生じる試料表面高さの変化および回折角度の誤差を示す概略図である。図３に示すように、ビーム照射位置のズレにより試料表面高さＺが変化することで、２θにもΔ２θ＝ｔａｎ$^{-1}$（ΔＬ／カメラ長）の変化が生じる。
【００３６】
図３のように、Ｙ軸方向にＸ線照射位置がズレている場合、試料回転角χの変化によってＹ軸およびＺ軸方向にＸ線照射位置も変化する。そして、本来、χ軸の角度が変化しても同じ高さ位置Ｚであるはずが変化し、２θ角度も変化してしまう。そのため、任意のχ

で照射されたＸ線照射位置に試料の位置を調整する。図３のようにズレている場合は、Ｚ軸およびＹ軸方向に試料またはＸ線源および検出器を含めたゴニオメータを調整することで、Ｘ線照射位置のズレを補正できる。

【００３７】

Ｚ軸のズレを補正するために、粉末試料を用いてχ軸の角度毎にＺ軸を変化させたときの２θ角度の変化の傾向からズレ量を把握する。無ひずみの粉末試料を用いるため、試料回転角χが異なっても回折角度２θは変化しない。したがって、同じ回折面を基準にして測定される２θとＺの関係を求めることが有効である。

【００３８】

以上のようなＸ線照射位置のズレを生じさせる測定系に対する試料の回転は、測定系と試料との間の相対的な回転を意味する。すなわち、測定系に対する試料の回転には、試料が回転する場合だけでなく測定系が回転する場合も含まれる。

【００３９】

［第１実施形態］

（システム全体の構成）

図４は、Ｘ線測定システム１００の構成を示す概略図である。Ｘ線測定システム１００は、Ｘ線回折装置２００およびコンピュータ３００（補正量特定装置）を備えている。これらの各装置および各部は、有線または無線で接続され、制御情報や測定データ等を送受信可能になっている。なお、コンピュータ３００は、クラウド上に置かれていてもよい。

【００４０】

（Ｘ線回折装置の構成）

Ｘ線回折装置２００は、Ｘ線照射部２１０、試料台２３０および検出器２５０を備えている。Ｘ線回折装置２００は、Ｘ線回折測定に用いられ、コンピュータ３００により制御される。Ｘ線回折装置２００で取得された回折データは、コンピュータ３００に送信される。

【００４１】

Ｘ線照射部２１０は、Ｘ線を発生させ、発生されたＸ線を試料に照射する。発生段階のＸ線を単色Ｘ線としてもよいし、検出器２５０に入射するまでの経路で単色Ｘ線にフィルタリングしてもよい。少なくとも検出段階で単色Ｘ線による回折データを検出できる構成にする。試料に単色Ｘ線を照射することで、格子面間隔によって異なる回折ビームを同時に検出することができる。単色Ｘ線としては、ＣｕＫα線を用いることが好ましい。Ｘ線照射部２１０は、コリメータ等を備え、試料の結晶粒の大きさに合わせてビームサイズを調整可能であることが好ましい。

【００４２】

試料台２３０は、試料Ｓ０を搭載し、Ｘ線を照射する測定対象を特定の位置に位置調整して固定できる。試料台２３０は、図４に示すようにコンピュータ３００からの制御信号によりモータ等を備えた調整機構を稼働できる。その結果、試料Ｓ０に対しχ軸回転、ω軸回転、Ｘ軸移動、Ｙ軸移動およびＺ軸移動を行うことで位置調整が可能である。調整機構の詳細は後述する。入射Ｘ線Ｒ１は、Ｘ線照射部２１０から放射され、試料Ｓ０の照射位置で回折して回折ビームＲ２を発生させる。入射Ｘ線Ｒ１に対する回折ビームＲ２の角度は、２θで表せる。なお、補正制御は、ＸＹＺ軸による移動に代えて別の軸で同等の移動を行ってもよい。

【００４３】

検出器２５０は、検出面に入射するＸ線の強度に応じて電気信号を発生する。これにより、試料Ｓ０により生じる回折ビームを検出できる。検出器２５０は、ピーク検出の容易さの観点で２次元検出器であることが好ましい。検出器２５０としては半導体検出器を用いることができる。検出器２５０の位置は、コンピュータ３００からの制御信号により調整できる。

（調整機構）

【００４４】

試料台２３０は、ベース部２３５、ヘッド部２３７および試料板２３８で構成される。χクレードル（χ軸調整機構）２３２とベース部２３５は、一体となっており、クレードル２３２に沿って試料台全体を揺動させることができる。ベース部２３５は、Ｚ軸調整機構およびφ軸回転機構を有している。Ｚ軸調整機構は、試料Ｓ０の高さを調整する。φ軸回転機構は、試料Ｓ０を回転させる。ヘッド部２３７は、測定の用途によって取り外し、取り替えが可能となっている。ヘッド部２３７には、ステージ表面に平行な移動を可能にするＸＹ軸調整機構が設けられている。ヘッド部２３７は、その上部に、試料板２３８を取り付けられるように構成されている。

【００４５】

図４に示すゴニオメータ２４０は、入射側アームと出射側アームとを有している。入射側アームは、Ｘ線照射部２１０を支持しており、出射側アームは、検出器２５０を支持している。さらに、入射側アームには、試料面の鉛直方向（矢印ω方向）に回転するω（θｓ）回転系が接続されている。また、出射側アームには、試料面と鉛直方向（矢印２θ方向）に対して回転する２θ（θｄ）回転系、および試料面と水平方向（矢印２θχ方向）に対して回転する２θχ回転系が接続されている。ゴニオメータ２４０は、例えば、測定軸として、５軸（ω、χ、φ、２θおよび２θχ軸）の走査が可能に構成される。

【００４６】

φ軸は試料を設置するステージの表面の面内回転軸（表面に垂直な軸）である。ω軸は、試料またはＸ線源の姿勢の制御により、試料表面に対して入射するＸ線の角度を制御する軸である。χ軸は、ω値が０°の時にＸ線が進行する方向に対して垂直な方向の試料基準面の傾き（＝あおり）を制御する軸である。

【００４７】

（治具の構成）

ＸＹ方向のビーム照射位置の補正には治具を用いることが好ましい。図５（ａ）～（ｃ）は、それぞれ一例の治具４００を示す平面図、治具４００上でビーム照射位置をＸおよびＹスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。治具４００は、平板状に形成され、測定系に対する試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレを補正するために用いられる。治具４００は、例えば第１領域と第２領域を形成するくぼみとで構成され、くぼみには標準試料が充填される。治具４００は、第１領域と第２領域との境界を横切るように照射位置をスキャンして散乱Ｘ線強度を測定できるようにＸ線回折装置に装着される。

【００４８】

治具４００は、照射Ｘ線に対し蛍光Ｘ線の強度が異なる材料で形成された隣り合う第１領域４１０および第２領域４２０を受光面上に備える。これにより、第１領域４１０および第２領域４２０により形成される境界の位置を基準に試料上のビーム照射位置を決めることができる。第１領域４１０は、中央部を取り囲む枠部を形成し、第２領域４２０は、正方形の中央部を形成している。

【００４９】

第１領域４１０および第２領域４２０の境界は、直交する直線であることが好ましい。これにより、直交する直線の境界をＸ、Ｙ方向の基準位置として用いることができる。また、第１領域４１０は、ステンレスで形成され、第２領域４２０は、Ｓｉで形成されていることが好ましい。これにより、特にＣｕの特性Ｘ線に対し蛍光Ｘ線の放射量の差から境界を探索しやすい。なお、Ｃｕの特性Ｘ線に代えて他の波長のＸ線を照射してもよい。また、第１領域４１０および第２領域４２０の材料は、照射Ｘ線の波長に応じて生じる蛍光Ｘ線の放射量の差から境界を認識できる組合せであればよく、それぞれ上記のものとは別の材料で形成してもよい。

【００５０】

第２領域４２０は、平らな受光面を形成し、等方的かつ無歪みな結晶粒子の集合体で形成されていることがさらに好ましい。これにより、平らな表面を有する無歪みで試料回転に対しても一定の回折角を有する標準試料として第２領域４２０を用いることができる。

【００５１】

上記の例では、第１領域が中央部を取り囲んでいるが、第１領域がＸ方向の一方側かつＹ方向の一方側のみに形成されてもよい。図６（ａ）～（ｃ）は、それぞれ一例の治具５００を示す平面図、治具上でビーム照射位置をＸおよびＹスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【００５２】

治具５００は、第１領域５１０および第２領域５２０を受光面上に備え、材質やその他の特徴は上記の治具４００と同様である。ただし、第１領域５１０は、Ｘ方向の一方側かつＹ方向の一方側のみに存在し、Ｌ字状に形成されている。このような構成であっても、第１領域５１０と第２領域５２０とにより形成される境界の位置を基準にビーム照射位置を補正できる。

【００５３】

上記の治具の例は、一度の設置で２方向にスキャン可能であるが１方向のみスキャン可能であってもよい。図７（ａ）、（ｂ）は、それぞれ一例の治具６００を示す平面図、治具上でビーム照射位置を一定方向にスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。

【００５４】

治具６００は、第１領域６１０および第２領域６２０を受光面上に備え、材質やその他の特徴は上記の治具４００と同様である。ただし、治具６００は、長方形の第２領域６２０を第１領域６１０が取り囲むように形成されている。このような構成では、第１領域６１０と第２領域６２０とにより形成される境界を横切る方向にスキャンした後に、治具６００の向きを９０°変えてもう一度境界を横切る方向にスキャンすることで、基準位置を特定し、それをもとにビーム照射位置を補正できる。

【００５５】

図８（ａ）、（ｂ）は、それぞれ一例の治具７００を示す平面図、治具上でビーム照射位置を一定方向にスキャンしたときの散乱光の強度を示すグラフである。治具７００は、長方形の第１領域７１０を第２領域７２０が取り囲むように形成されている。治具７００は、治具６００と同様に用いることができる。

【００５６】

単純に一つの境界で領域が２分割された治具であってもよい。図９は、一例の治具８００を示す平面図である。治具８００は、一つの境界によって第１領域８１０と第２領域８２０に領域が分割されて構成されている。治具８００も、治具６００、７００と同様に用いることができる。

【００５７】

（補正量特定装置の構成）

図１０は、Ｘ線測定システム１００の構成を示すブロック図である。コンピュータ（補正量特定装置）３００は、例えばＰＣであり、処理を実行するプロセッサおよびプログラムやデータを記憶するメモリまたはハードディスク等により構成される。コンピュータ３００は、Ｘ線回折装置２００の制御および測定データの処理を行う。コンピュータ３００は、入力装置を介してユーザからの入力を受け付け、出力装置を介してユーザへ情報を出力する。

【００５８】

コンピュータ３００は、回折データ記憶部３１０、対応関係決定部３２０、補正量特定部３３０、基準位置データ記憶部３５０、補正量記憶部３７０および試料位置制御部３８０で構成され、試料の回転により生じるＸ線照射位置のズレに対し補正量を特定する。

【００５９】

回折データ記憶部３１０は、結晶粒子の集合体である標準試料にＸ線を照射して得られた、試料回転角および試料表面高さに対する照射Ｘ線の回折角度の組み合わせからなる回折データを記憶する。

【００６０】

対応関係決定部３２０は、回折データに基づいて、試料回転角および回折角度に対して試料高さを関連付けた対応関係を決定する。対応関係は、関数であることが好ましく、回

折データにフィッティングすることで得られる近似式であることがさらに好ましい。近似式は、試料回転角の多項式を係数として有し、試料位置を算出する回折角度の多項式であることが好ましい。これにより、フィッティングで容易に近似式を決定できる。なお、対応関係は、試料回転角および回折角度に対して実測から得られた補正量そのものを関連付けたものでもよい。

【００６１】

補正量特定部３３０は、第１の対応関係により所望の試料回転角および回折角度に対する試料表面高さをＺ方向の補正量として特定する。なお、試料回転角は、散乱ベクトルに垂直でＸ線の進行する方向の軸回りの試料回転角χまたは光路面に垂直な方向の軸回りの角度ωである。補正量特定部３３０は、第１の対応関係として数式で表される第１の関数を用いてＺ方向の補正量を算出することが好ましいが、実測値によりＺ方向の補正量を特定することも可能である。

【００６２】

また、補正量特定部３３０は、第２の対応関係により、基準位置データに基づいてＸ方向およびＹ方向の補正量を特定する。このようにしてＸ方向およびＹ方向の補正量を特定できる。補正量特定部３３０は、第２の対応関係として数式で表される第２の関数を用いてＸ方向およびＹ方向の補正量を算出することが好ましいが、実測値によりＸ方向およびＹ方向の補正量を特定することも可能である。

【００６３】

このように試料回転角および回折角度に対して試料位置を補正できるため、安定した客観的な手法によりビーム照射位置のズレを正確かつ高精度で補正できる。試料が回転しても特定の位置にＸ線を照射できる結果、試料の微小領域に対する正確で高精度なＸ線回折測定が可能になる。また、Ｘ線回折装置の測定精度を向上できる。

【００６４】

基準位置データ記憶部３５０は、所望の試料回転角および回折角度に対し、Ｚ方向の補正量でＺ方向の位置を補正制御された治具を用いて測定された試料表面に平行なＸ方向およびＹ方向の基準位置データを記憶する。

【００６５】

補正量記憶部３７０は、決定された対応関係により特定された各方向の補正量を記憶する。試料位置制御部３８０は、所望の試料回転角および回折角度に対し、ベース部２３５のＺ軸調整機構およびヘッド部２３７のＸＹ軸調整機構を駆動し、Ｘ軸、Ｙ軸およびＺ軸の各方向の補正量で試料の相対位置を制御する。これにより、測定したい試料に対して関数または算出された各方向の補正量を用いて、試料回転角に応じて生じるビーム照射位置のズレを正確かつ高精度で補正できる。

【００６６】

（ビーム照射位置の補正制御方法）

次に、上記のように構成されたシステムを用いてビーム照射位置を補正できる。以下に一例として試料回転角χを変化させたときのビーム照射位置の補正方法を説明する。図１１は、ビーム照射位置の補正方法を示すフローチャートである。まず、Ｘ方向およびＹ方向のビーム基準位置を決定する（ステップＳ１）。

【００６７】

例えば、装置毎の測定位置決定機構で定められた位置を基準位置とすることができる。測定位置決定機構としては、レーザ照射機構およびカメラが挙げられる。このようにして治具の位置と基準位置のズレを確認する。ＸＹ方向の補正をする際には、治具の位置を用いてビーム照射位置のＸＹ位置を求める。そのため、治具の位置と基準位置とのズレ量を把握し、そのズレ量に基づいて補正式を作る必要がある。

【００６８】

ただし、ユーザの作業性や作業の再現性の観点から、治具の位置は基準位置（装置の基準位置）に合わせることが好ましい。このような取り付けの再現性が高める方法により治具位置調整を工場出荷時に行うことで、ユーザが調整する際に治具の取付位置のズレ量の

確認や入力の作業が不要になる。

【００６９】

ズレ量に関しては、ＸＹ方向のビーム位置確認の手順により治具の中央（第２領域）にある粉末試料の中心位置を決定する。その際に粉末試料の中心位置とビーム基準位置（レーザが照射される位置またはカメラで観察する位置）がズレている場合はそのズレ量分を補正式に加える必要がある。

【００７０】

例えば、治具の第２領域の中心位置は、Ｘ線で求めることができる。一方で、Ｘ線回折装置２００上の基準位置がカメラやレーザにより把握される。例えば、Ｘ線回折装置２００のカメラを用いてＸＹステージでズレ量を確認することができる。レーザを用いる場合は、Ｘ線回折装置２００の外部よりＣＣＤカメラを用いても確認できる。

【００７１】

次に、各回折面で複数のχ、試料表面高さＺでの回折角度２θを測定する（ステップＳ２）。ＣｕＫα線でＳｉ粉末を測定する場合は、おおよそ２θ＝２８°～１４０°の範囲に１１の回折角がある。２θ角度は、２θ／θの関係で測定され、入射角度θが変化するため、機械軸のたわみも反映されたビーム位置の変化を計測する。

【００７２】

標準試料として粉末試料を用いる場合、χが変化しても同じ回折角度２θで回折ビームが検出される。さらにビーム照射位置をＸＹ方向にずらしても同じ回折角度２θで回折ビームが得られる。これは粉末試料が無ひずみであるためである。一つの回折面で試料回転角χを変化した際に、χにより回折角度２θが変化する。これは機械軸のたわみによってビームが照射される試料表面高さＺが変化しているからである。

【００７３】

機械軸のたわみおよび試料表面高さＺの変化によって、ビーム照射位置は特定のＸＹ位置から変化する。しかし、粉末試料を用いる場合、ＸＹ照射位置のズレによるＸＹ方向のビーム照射位置の変化により回折角度２θは変化しない。Ｚ方向の変化によって回折角度２θは変化する。したがって、回折面に特有の回折角度２θが測定される試料表面高さＺは、機械軸等のたわみによるビーム照射位置のズレがない試料表面高さＺである。

【００７４】

そして、２θとＺの関係式を各χとの関係でまとめ、それらの関係も最も適した関数を用いて近似する（ステップＳ３）。なお、回折角度２θの変化によって、回転軸とＸ線照射位置のズレ量が変化する場合も想定し、複数の回折面で上記の関係を求める。全ての回折面における関係式から、２θとＺの関係式の各係数とχの関係を求める。詳細は後述する。

【００７５】

求めた関数（第１の対応関係）より、任意の回折角度２θとχを設定し、それらの角度での補正された試料表面高さＺを算出する。任意の回折角度２θ（入射角度θ）および任意のχに対し、同じ回折角度２θが得られる試料表面高さＺが得られる。得られた試料表面高さＺでは、ビーム照射位置の高さが同じであることを意味する。低角度から高角度の回折角度２θでの任意のχにおける補正された試料表面高さＺを求める。そして、算出されたＺに試料表面高さを移動させる（ステップＳ４）。

【００７６】

次に、各２θ／θごとに、χを変えてＸＹ位置を確認する（ステップＳ５）。ＸＹ位置の確認は治具を用いてＳＵＳとＳｉ粉末の蛍光Ｘ線の強度差で行うことができる。回折角度で確認する必要はないため、２θ／θが低角度から高角度まで等間隔に確認できる。ＸＹ方向のビーム照射位置の補正で２θ／θ、χおよびＸＹ位置の関係の近似を有効に行うために等間隔にすることが好ましい。また、低角度から高角度までの２θ／θの範囲は、実際に測定に使用する角度範囲で行えばよい。

【００７７】

各回折角度２θ、各χにおける補正された試料表面高さＺで、ＸＹ方向のビーム照射位

置を求める。測定で用いる試料回転角χと試料の２θ角度から求められたＺ軸位置において、蛍光粉末または感光紙もしくはＸ線照射位置を特定できる治具を使用して、複数のχにおけるＸ軸およびＹ軸方向のＸ線照射位置のズレを確認し、計測する。Ｘ軸およびＹ軸方向のズレ量とχの関係に対し、関数をフィッティングし近似式（第２の対応関係）を決定する（ステップＳ６）。この関係式を用いて任意の回折角度２θ、測定で用いるχからＸ軸およびＹ軸方向のズレ量を求める。

【００７８】

なお、回折角度２θの変化でＸ線照射位置のズレが変化する場合は、複数の回折面で、複数のχにおけるＸ軸およびＹ軸方向のＸ線照射位置ズレを確認し、計測する。全ての回折面における関係式から、２θとＸ、２θとＹの関係式の各係数とχの関係を求める。測定に用いるχより２θとＸ、２θとＹの関係式の各係数が求まり、測定対象の２θ角度より各χでのＸ軸およびＹ軸方向のズレ量が求められる。

【００７９】

具体的には、各２θ／θおよび各χでＸＹステージの駆動機構を使用して、Ｘスキャンおよびスキャンを行い、ＳＵＳとＳｉ粉末の蛍光Ｘ線強度を計測する。治具４００に対しては、Ｓｉ粉末を跨ぐようにＳＵＳ、Ｓｉ粉末、ＳＵＳの順でスキャンする。そして、強度の低い領域の中心を求めることで、治具におけるＸＹ方向の中心位置が求められる。ビームがずれた場合は、標準試料のＸＹ中心位置の座標が変わる。治具５００に対しては、ＳＵＳからＳｉ粉末までスキャンし、境界のエッジを確認する。ビーム照射位置がズレた場合はエッジまでの距離が変わるため、現在のビーム照射位置を求められる。

【００８０】

なお、上記のようなＸ線強度のＸＹスキャンに代えて、蛍光粉末または感光紙を用いてＸ線照射位置をカメラ等で確認し、画像処理等で位置を数値化してもよい。あるいは、レーザ等を使用し、レーザの光路とＸ線の光路を合わせておき、レーザ照射位置をカメラ等で確認し、画像処理等で位置を数値化してもよい。

【００８１】

そして、試料表面高さＺの補正式およびＸＹ位置の補正式を装置固有の補正式として記憶する（ステップＳ７）。これにより、入射角度θの変化に伴うＸＺ位置を補正でき、ω軸の回転軸とビーム照射位置のズレも補正できる。例えば、ソフトウェアに補正式を登録することで、測定条件から決まる入射角度θおよび試料回転角χに応じて得られたＸＹＺ位置にビームもしくは試料の位置を補正できる。

【００８２】

なお、出荷前には製造者がすべてのステップを実施することが好ましい。その場合には、測定系変更時にユーザは、ビーム基準位置の決定、治具の位置およびビーム基準位置のズレの確認が不要になる。

【００８３】

（Ｚ方向の対応関係の決定方法）

図１２（ａ）は、Ｚ方向の補正量を求める対応関係の決定方法（図１１のステップＳ３に相当）を示すフローチャートである。各回折面ごとに、各χにおける回折角度２θおよび試料表面高さＺの関係に対し、多項式をフィッティングする（ステップＳ３１）。

【００８４】

測定されたズレの分布に応じて一次関数、二次関数または三次関数等の関数を選択する。関数形は自動で選択されることが好ましいが、ユーザが選択できるようにしてもよい。ただし、試料表面高さＺは一軸方向の直線的な変化であるため、一次関数または二次関数で十分に近似可能と考えられる。各回折面（ｈｋｌ）の試料回転角χごとに回折角度２θと試料表面高さＺの関係が成り立っているため、それらの傾きと切片は各回折面かつχごとの係数となる。

【００８５】

【数１】

$$2\theta^{hkl} = A_{\chi}^{hkl} Z^{hkl} + B_{\chi}^{hkl} \quad \cdots(1)$$

【００８６】
回折面ごとに得られた多項式の係数および試料回転角χとの関係に多項式をフィッティングする（ステップＳ３２）。例えば、傾きＡχおよび切片Ｂχのそれぞれに対し、以下のχの多項式をフィッティングできる。
【００８７】
【数２】

$$A_{\chi}^{hkl} = a_{slope}^{hkl}\chi^2 + b_{slope}^{hkl}\chi + c_{slope}^{hkl} \quad \cdots(2)$$

【数３】

$$B_{\chi}^{hkl} = a_{intercept}^{hkl}\chi^2 + b_{intercept}^{hkl}\chi + c_{intercept}^{hkl} \quad \cdots(3)$$

【００８８】
これらの近似式より、切片Ｂχ^{hkl}（回折角度２θ）付近で同じ回折角度２θが得られる任意のχにおける試料表面高さＺが求められる。
【００８９】
次に、回折面ごとの近似式より、任意の回折角度２θとχを設定し、任意の回折角度２θになる試料表面高さＺを求める（ステップＳ３３）。式（１）～（３）より、以下の関数が求められる。
【００９０】
【数４】

$$Z^{hkl} = \frac{2\theta^{hkl} - a_{intercept}^{hkl}\chi^2 + b_{intercept}^{hkl}\chi + c_{intercept}^{hkl}}{a_{slope}^{hkl}\chi^2 + b_{slope}^{hkl}\chi + c_{slope}^{hkl}} \quad \cdots(4)$$

【００９１】
求められるＺは回折角度２θが変わると変化する。これは、回折角度２θの影響ではなく、Ｘ線入射角度θの影響である。便宜上２θで表しているが、厳密には以下のようにθで表すのがよい。
【００９２】
【数５】

$$Z^{hkl} = \frac{\theta^{hkl} - \left(a_{intercept}^{hkl}\chi^2 + b_{intercept}^{hkl}\chi + c_{intercept}^{hkl}\right)/2}{\left(a_{slope}^{hkl}\chi^2 + b_{slope}^{hkl}\chi + c_{slope}^{hkl}\right)/2} \quad \cdots(5)$$

【００９３】
各回折面に試料表面高さＺを求め、χごとにプロットする。そして、求めた各回折面の任意のχでの試料表面高さＺより、χごとに、各回折面の回折角度２θと試料表面高さＺとの関係のデータに例えば式（６）のような多項式をフィッティングする（ステップＳ３４）。多項式として一次関数、二次関数または三次関数等を選択できる。ズレにはχ軸の機械的なたわみと２θ／θ軸の機械的なたわみが重なるため、一律には判断できないため

、最も合う関数を自動でまたはユーザにより選択することが好ましい。
【００９４】
【数６】

$$Z = D_\chi \theta^2 + E_\chi \theta + F_\chi \quad \cdots(6)$$

【００９５】
このようにして得られた多項式の係数とχとの関係のデータに対し、以下のような多項式でフィッティングする（ステップＳ３５）。
【００９６】
【数７】

$$D_\chi = d_D \chi^3 + e_D \chi^2 + f_D \chi + g_D \quad \cdots(7)$$

【数８】

$$E_\chi = d_E \chi^3 + e_E \chi^2 + f_E \chi + g_E \quad \cdots(8)$$

【数９】

$$F_\chi = d_E \chi + e_E \quad \cdots(9)$$

【００９７】
上記の式（６）、（７）、（８）、（９）より、以下の通り、任意の回折面かつ任意のχで、一定の回折角度２θが得られる試料表面高さＺを算出する（ステップＳ３６）。このとき回折角度２θが決まればビーム照射位置の高さが決まる。
【００９８】
【数１０】

$$Z = (d_D \chi^3 + e_D \chi^2 + f_D \chi + g_D)\theta^2 + (d_E \chi^3 + e_E \chi^2 + f_E \chi + g_E)\theta + (d_E \chi + e_E) \cdots(10)$$

【００９９】
（Ｘ、Ｙ方向の対応関係の決定方法）
図１２（ｂ）は、ＸＹ方向の補正量の対応関係を決定する方法（図１１のステップＳ６に相当）を示すフローチャートである。測定により得られたＸＹ方向のビーム照射位置より、χごとの回折角度２θとＸ位置の関係および回折角度２θとＹ位置の関係のそれぞれのデータに対し、以下のような多項式でフィッティングする（ステップＳ６１）。
【０１００】
【数１１】

$$X_\chi = H_\chi \theta^2 + I_\chi \theta + J_\chi \quad \cdots(11)$$

【数１２】

$$Y_\chi = L_\chi\theta^2 + M_\chi\theta + N_\chi \quad \cdots(12)$$

【０１０１】

近似式として得られた多項式の係数とχとの関係のデータに対し、以下のような多項式でフィッティングする（ステップＳ６２）。

【０１０２】

【数１３】

$$H_\chi = h_H\chi^3 + i_H\chi^2 + j_H\chi + k_H \quad \cdots(13)$$

【数１４】

$$I_\chi = h_I\chi^3 + i_I\chi^2 + j_I\chi + k_I \quad \cdots(14)$$

【数１５】

$$J_\chi = h_J\chi^3 + i_J\chi^2 + j_J\chi + k_J \quad \cdots(15)$$

【数１６】

$$L_\chi = l_L\chi^3 + m_L\chi^2 + n_L\chi + o_L \quad \cdots(16)$$

【数１７】

$$M_\chi = l_M\chi^3 + m_M\chi^2 + n_M\chi + o_M \quad \cdots(17)$$

【数１８】

$$N_\chi = l_N\chi^3 + m_N\chi^2 + n_N\chi + o_N \quad \cdots(18)$$

【０１０３】

求めた近似式により、任意の回折角度２θとχを設定することで、以下の通り、それらの角度でのＸ位置およびＹ位置がそれぞれ求められる。すなわち、式（１１）、（１３）～（１５）より、式（１９）が得られる。また、式（１２）、（１６）、（１７）、（１８）より、式（２０）が得られる。

【０１０４】

【数１９】

$$X_{jig} = (h_H\chi^3 + i_H\chi^2 + j_H\chi + k_H)\theta^2 + (h_I\chi^3 + i_I\chi^2 + j_I\chi + k_I)\theta + \left(h_J\chi^3 + i_J\chi^2 + j_J\chi + k_J\right) \quad \cdots(19)$$

【数２０】

$$Y_{jig} = (l_L\chi^3 + m_L\chi^2 + n_L\chi + o_L)\theta^2 + (l_M\chi^3 + m_L\chi^2 + n_L\chi + o_L)\theta + (l_N\chi^3 + m_N\chi^2 + n_N\chi + o_N) \quad \cdots(20)$$

【０１０５】

そして、求められたＸＹ位置から治具の位置と基準位置のズレ量を差し引くことで補正されたＸ位置、Ｙ位置がそれぞれ求められる。すなわち、治具の位置と基準位置のズレ量をΔＸ,ΔＹとすると、式（２１）、（２２）が得られる。

【０１０６】

【数２１】

$$X = X_{jig} - \Delta X = (h_H\chi^3 + i_H\chi^2 + j_H\chi + k_H)\theta^2 + (h_I\chi^3 + i_I\chi^2 + j_I\chi + k_I)\theta + \left(h_J\chi^3 + i_J\chi^2 + j_J\chi + k_J\right) \quad \cdots(21)$$

【数２２】

$$Y = Y_{jig} - \Delta Y = (l_L\chi^3 + m_L\chi^2 + n_L\chi + o_L)\theta^2 + (l_M\chi^3 + m_L\chi^2 + n_L\chi + o_L)\theta + (l_N\chi^3 + m_N\chi^2 + n_N\chi + o_N) \quad \cdots(22)$$

【０１０７】

（測定方法）

上記のようにして準備された対応関係または算出された補正量を用いて、ビーム照射位置を補正制御しつつＸ線回折測定を行うことができる。まず、ユーザは試料をステージにセットし、回折角度や試料回転角等の測定条件を入力する。そして、ユーザは測定開始を指示する。

【０１０８】

測定条件で設定された回折角度２θや試料回転角ω、χよりＸＹＺの各方向の補正位置を求める。その際に、関数または算出された補正量を対応関係として用いる。ビーム照射位置をＸＹＺの各方向の補正位置に移動させながら測定を行う。

【０１０９】

測定が露光で、スキャンでない場合は、補正した位置に移動してから計測すればよい。測定がスキャンの場合は各試料回転軸の動きに合わせてＸＹＺ方向の位置を補正する必要があるため、各試料回転軸の動きに合わせてＸＹＺ方向の位置を動かす必要がある。その場合は、フィードバック制御が好ましい。なお、上記の例では複数の回折面を用いて補正を行っているが、一つの回折面のみを用いてもよい。例えば、応力測定においてはそのような方法を採用できる。

【０１１０】

［実施例］

（補正量特定の検証）

上記の補正量特定方法について実験を行なった。使い古されたＸ線回折装置（リガク製SmartLab）を９ｋＷで稼働し、入射光学系に微小部光学系ユニットを用いた。また、約φ０．５ｍｍのビーム径のＣｕＫαのＸ線を用いた。

【０１１１】

Ｘ軸およびＹ軸方向のＸ線照射位置のズレ量を確認するために、Ｘ軸およびＹ軸方向に

Ｓｉ粉末とＳＵＳが軸方向と直交する方向に並べた治具を使用した。Ｘ軸およびＹ軸のそれぞれの軸で散乱線の強度をスキャンし、Ｓｉ粉末とＳＵＳの蛍光Ｘ線強度の差より、Ｘ線照射位置のズレを確認した。

【０１１２】

微小部光学系ユニットには、以下の表のズレを確認できた。これは、ＸＹ軸のズレ量を確認した際の中心位置と補正式によって求めた中心位置のズレ、すなわち実測値と補正式の計算値の差を示している。φ０．５mmのビームに対して、Ｘ方向のズレが±０．０５mm以下であるため、このズレの測定への影響は小さいと判断できた。

【０１１３】

【表１】

	Ｘ位置	Ｙ位置
最大値	0.039 mm	0.009 mm
最小値	-0.045 mm	-0.008 mm

【０１１４】

次に、基準位置にビーム照射位置を合わせ、各回折面について各χでＺを変えて回折角度を測定した。回折面としては、（１１１）、（２２０）、（３１１）、（４００）、（３３１）、（４２２）、（５１１）、（４４０）、（５３１）、（６２０）および（５３３）を選択した（以下、同様）。また、試料回転角χとしては、０°、６°、１２°、１８°、２４°、３０°、３６°、４２°、４８°、５４°および６０°を選択した（以下、同様）。

【０１１５】

図１３は、Ｓｉ粉末試料の回折面（１１１）について、各χに対しＺを変えて測定した２θをプロットしたグラフである。このようなプロットを各回折面について行った。そして、それぞれのプロットに対して式（１）をフィッティングした。

【０１１６】

各回折面に対して決定された近似式を用いて、試料回転角χを変えて係数Ａχ，Ｂχをプロットした。図１４（ａ）、（ｂ）は、それぞれχに対する近似式の係数Ａχ，Ｂχをプロットしたグラフである。さらに、係数Ａχ，Ｂχのχとの関係に式（２）、（３）をフィッティングした。

【０１１７】

得られた近似式を用いて各χ、各θに対しＺをプロットし、式（６）をフィッティングした。図１５は、各χ、各θに対し近似式で得られたＺをプロットしたグラフである。さらに、それぞれのχに対し、得られた近似式の係数Ｄχ，Ｅχ，Ｆχをプロットした。図１６（ａ）～（ｃ）は、それぞれχに対する近似式の係数Ｄχ，Ｅχ，Ｆχをプロットしたグラフである。そして、係数Ｄχ，Ｅχ，Ｆχのχとの関係に式（７）～（９）をフィッティングした。このようにして、各θ、各χに対してＺを算出するための近似式を得ることができた。

【０１１８】

次に、各θ、各χに対して算出されたＺに粉末試料の表面高さを調整し、Ｘ方向およびＹ方向のビーム照射位置を測定した。各χ、各θに対しＸ、Ｙをプロットし、式（１１）、（１２）をフィッティングした。図１７（ａ）、（ｂ）は、それぞれχ＝０°、３０°で各θに対し近似式で得られたＸをプロットしたグラフである。図１８（ａ）、（ｂ）は、それぞれχ＝０°、３０°で各θに対し近似式で得られたＹをプロットしたグラフである。

【０１１９】

さらに、それぞれのχに対し、得られた近似式の係数Ｈχ，Ｉχ，ＪχおよびＬχ，Ｍχ，Ｎχをそれぞれプロットした。図１９（ａ）～（ｃ）は、それぞれχに対する近似式の係数Ｈχ，Ｉχ，Ｊχをプロットしたグラフである。図２０（ａ）～（ｃ）は、それぞれχに対する近似式の係数Ｌχ，Ｍχ，Ｎχをプロットしたグラフである。以上の処理により、各θおよび各χに対し、近似式によりＸ、Ｙ、Ｚの補正した位置を算出できた。

【０１２０】

（補正有無の測定の検証）

上記の算出結果を用いて、無歪みのＳｉ粉末試料についてχを変化させつつズレを補正してＸ線回折測定を行った。Ｓｉ粉末試料を用いてＸ線応力測定を行い各回折面でχを変化した際の回折角度２θの変化を評価した。

【０１２１】

なお、Ｘ線応力測定はｓｉｎ^{2}ψ法（側傾法）でＸ線応力測定を行った。図２１～図３１は、無歪みのＳｉ粉末試料の各回折面について補正有り無しそれぞれのｓｉｎ^{2}ψに対する２θを示すグラフである。２θ－ｓｉｎ^{2}ψ線図においてχ＝ψであり、グラフの横軸は側傾法の場合χと一致する。

【０１２２】

図２１～図３１によれば、補正無しの場合は、回折角度２θがχの増加に伴い、大きく変化している。補正有りの場合は、補正無しの場合と比較して回折角度２θの変化は小さく、ほぼ一定の値を示している。

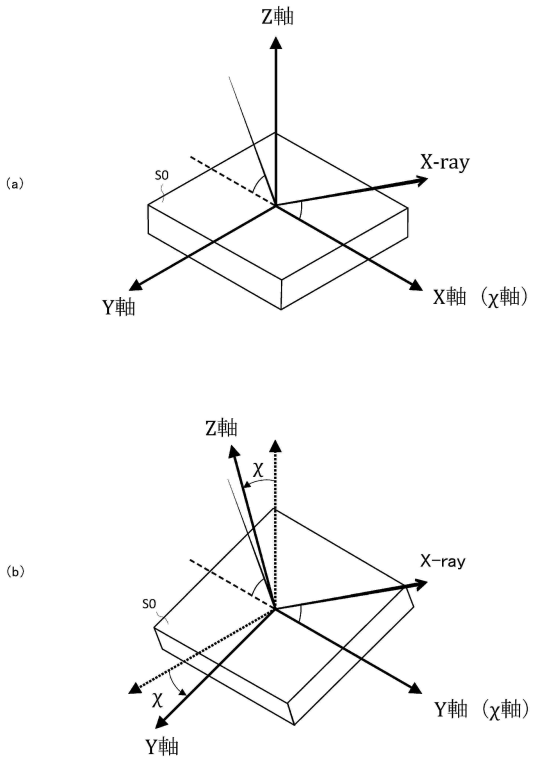
【符号の説明】

【０１２３】

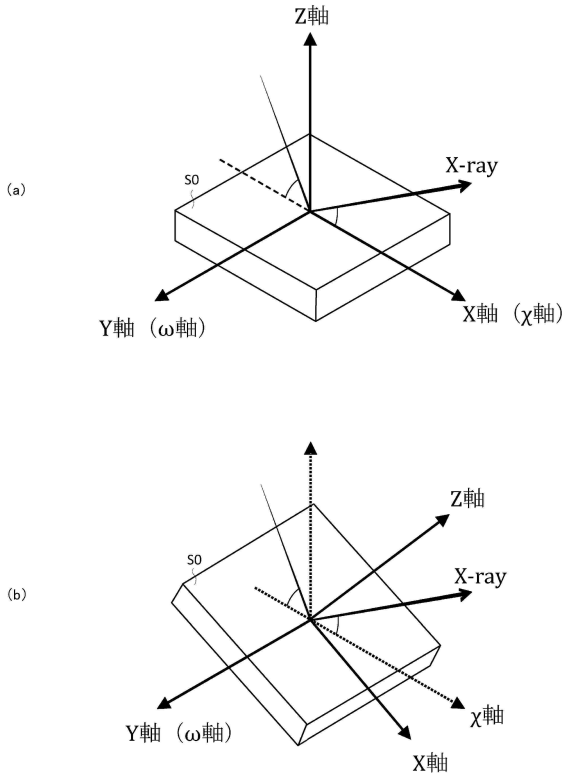
１００　Ｘ線測定システム
２００　Ｘ線回折装置
２１０　Ｘ線照射部
２３０　試料台
２３２　クレードル
２３５　ベース部
２３７　ヘッド部
２３８　試料板
２４０　ゴニオメータ
２５０　検出器
３００　コンピュータ（補正量特定装置）
３１０　回折データ記憶部
３２０　対応関係決定部
３３０　補正量特定部
３５０　基準位置データ記憶部
３７０　補正量記憶部
３８０　試料位置制御部
４００、５００　治具
４１０、５１０　第１領域
４２０、５２０　第２領域
Ｒ１　入射Ｘ線
Ｒ２　回折ビーム
Ｓ０　試料

【図面】

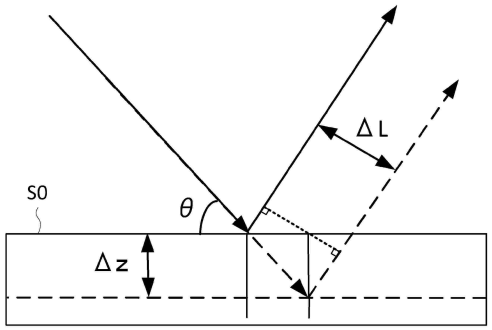
【図１】



【図２】

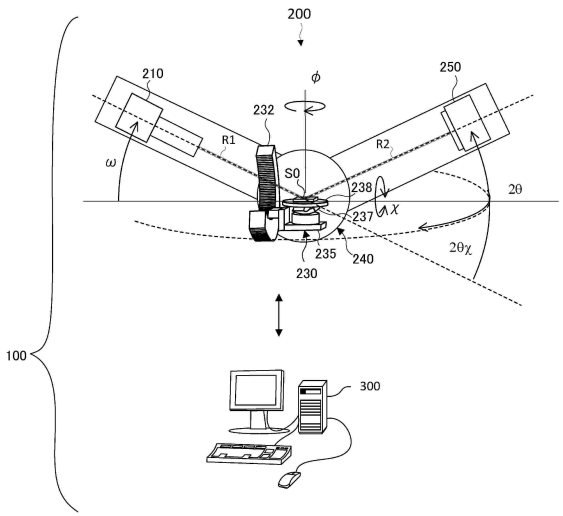


【図３】

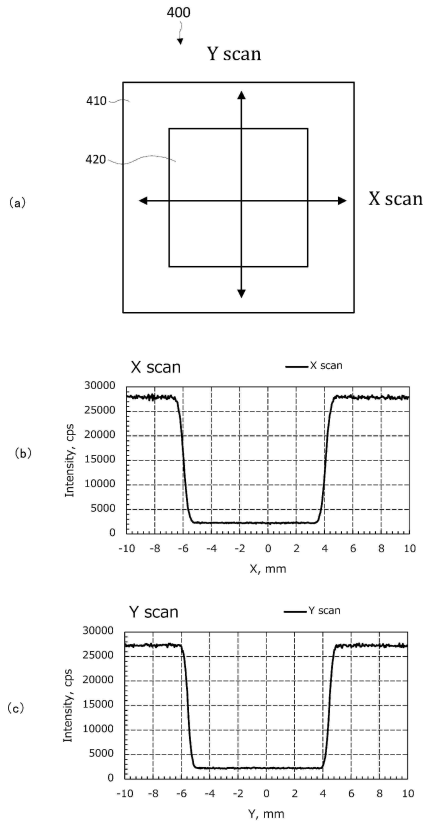


$\Delta 2\theta = \tan^{-1}(\Delta L/\text{カメラ長})$

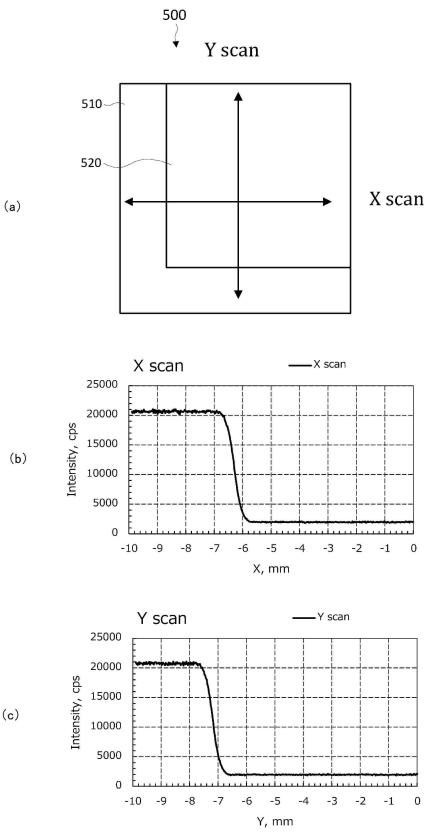
【図４】



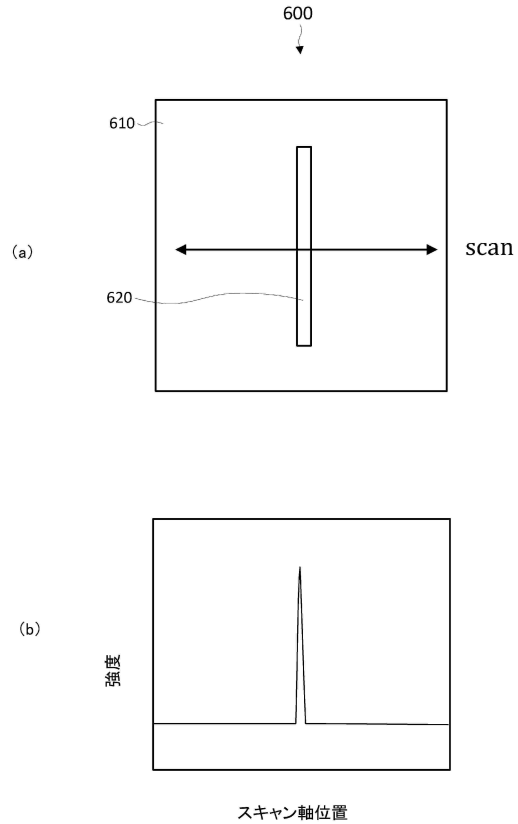
【図５】


400
Y scan
410
420
X scan
(a)
X scan
X scan
(b)
Intensity, cps
X, mm
Y scan
Y scan
(c)
Intensity, cps
Y, mm

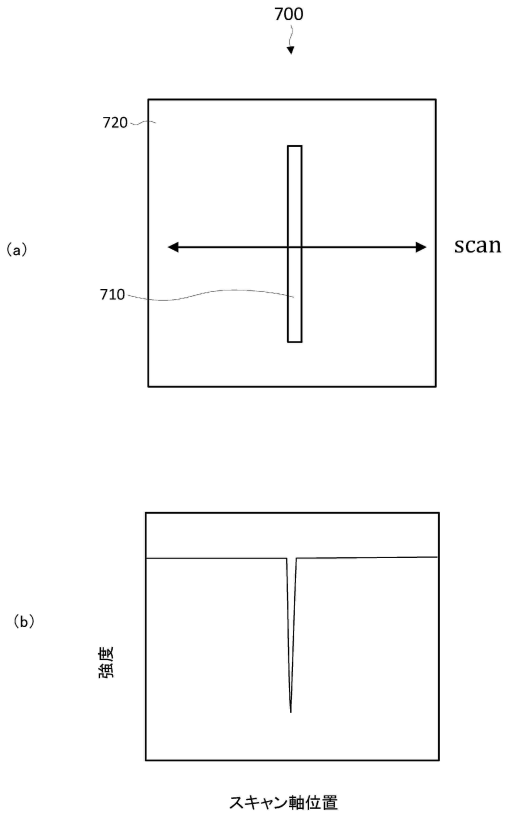
【図６】


500
Y scan
510
520
X scan
(a)
X scan
X scan
(b)
Intensity, cps
X, mm
Y scan
Y scan
(c)
Intensity, cps
Y, mm

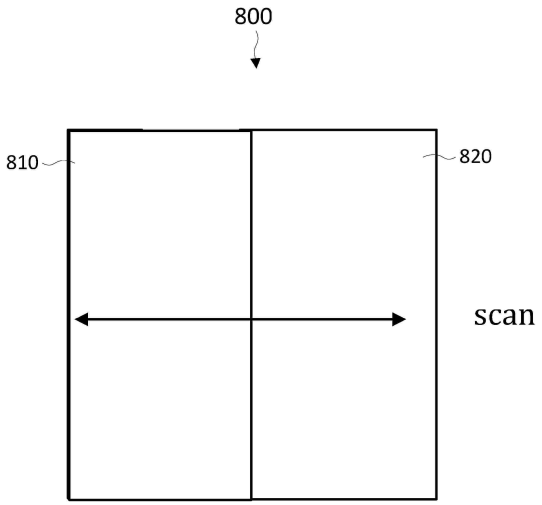
【図７】


600
610
620
scan
(a)
(b)
強度
スキャン軸位置

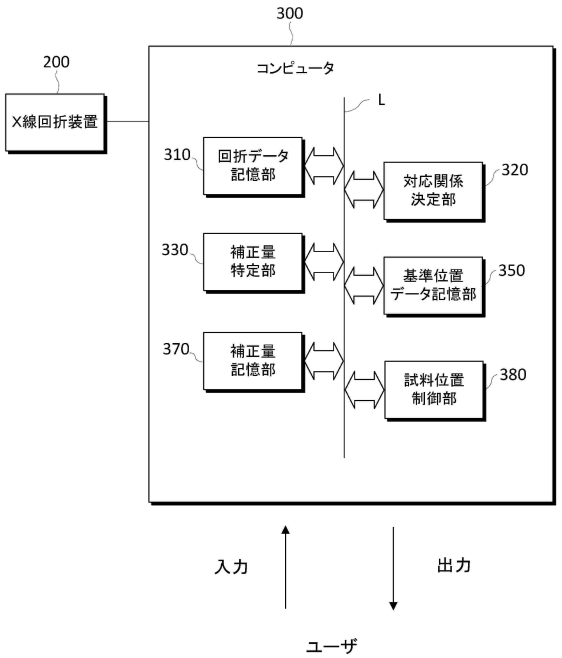
【図８】


700
720
710
scan
(a)
(b)
強度
スキャン軸位置

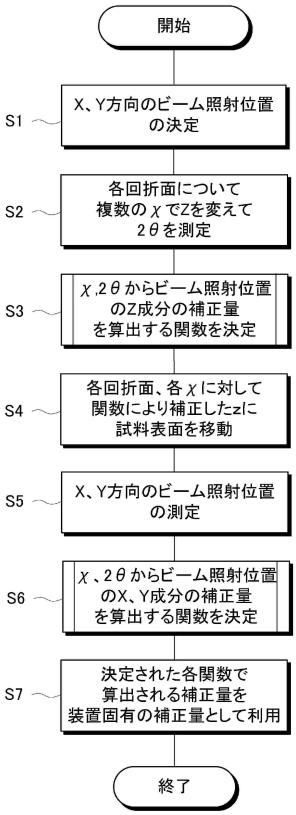
【図９】



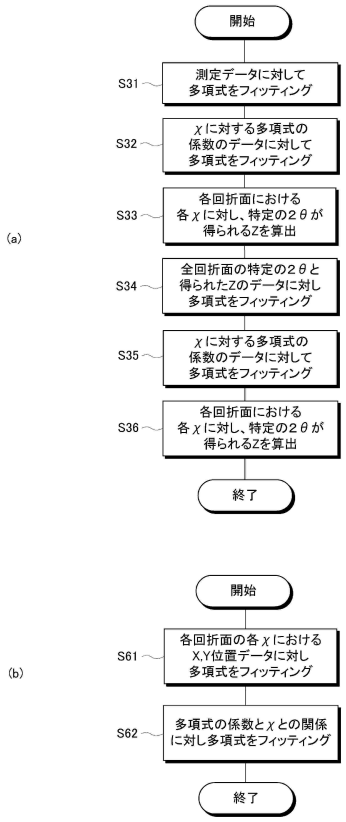
【図１０】



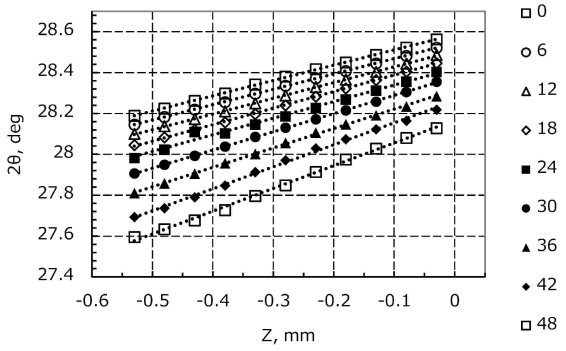
【図１１】



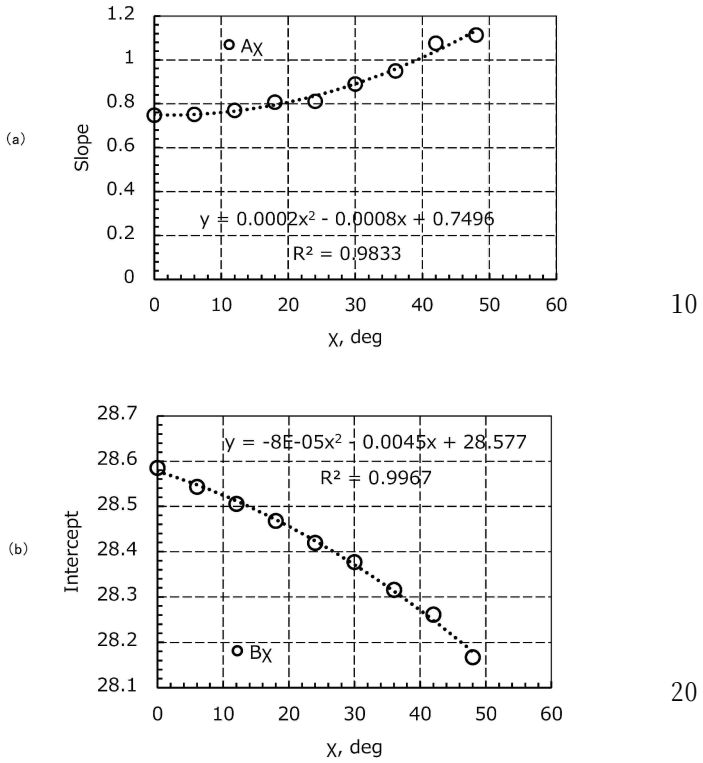
【図１２】



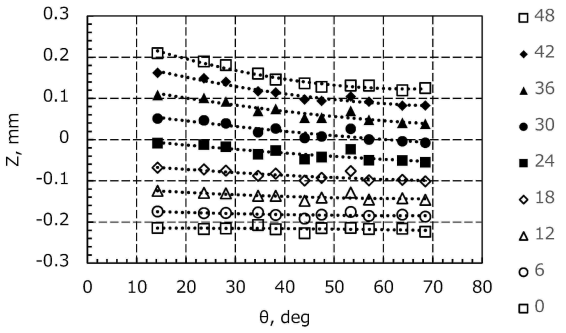
【図１３】



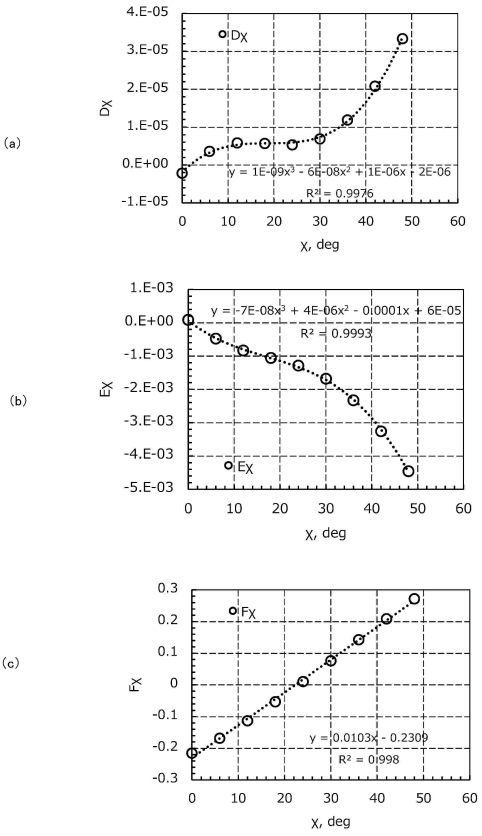
【図１４】



【図１５】

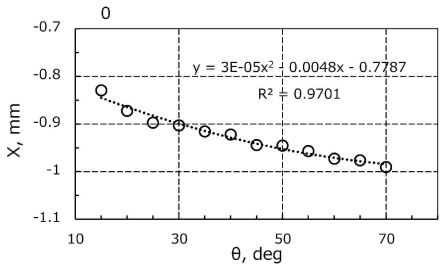


【図１６】

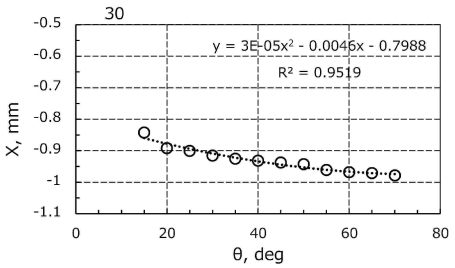


【図１７】

(a)

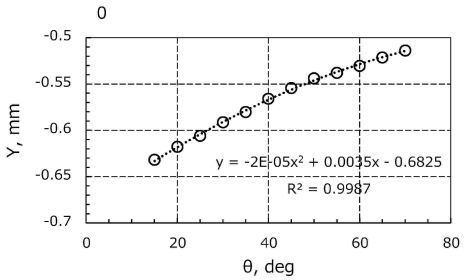


(b)

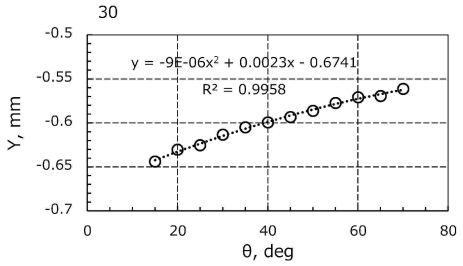


【図１８】

(a)

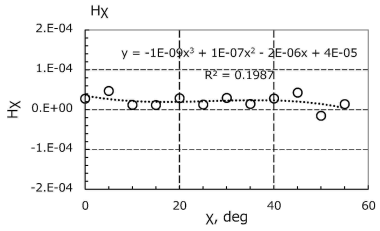


(b)

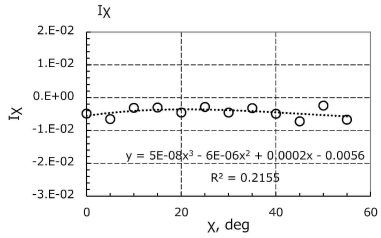


【図１９】

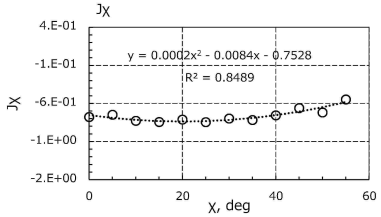
(a)



(b)

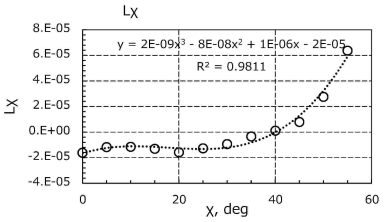


(c)

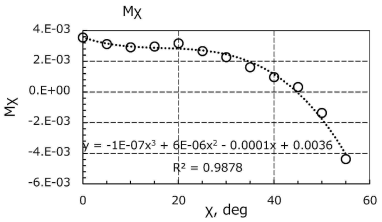


【図２０】

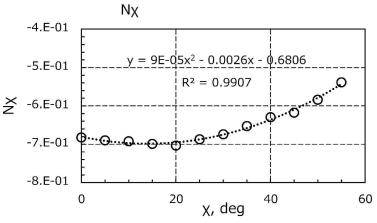
(a)



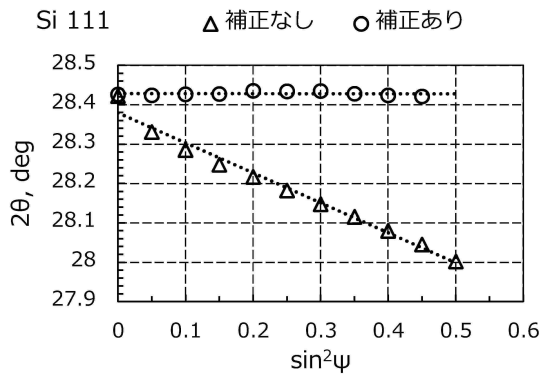
(b)



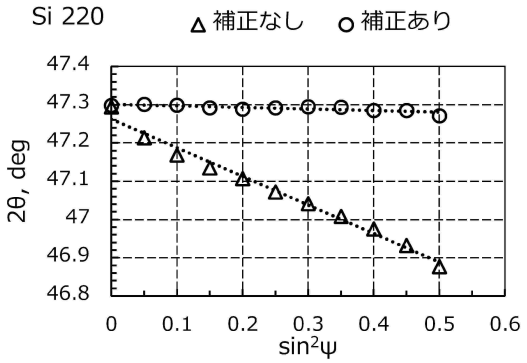
(c)



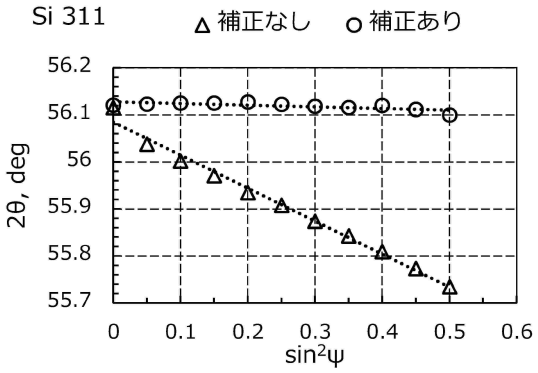
【図２１】



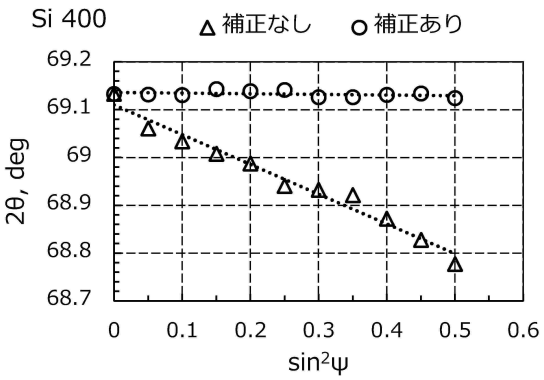
【図２２】



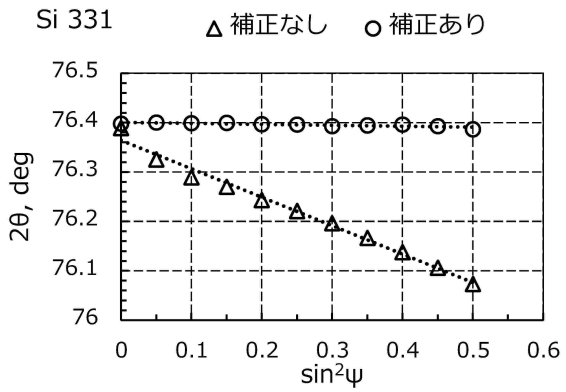
【図２３】



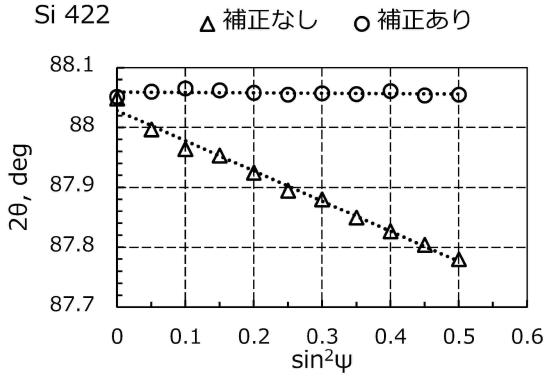
【図２４】



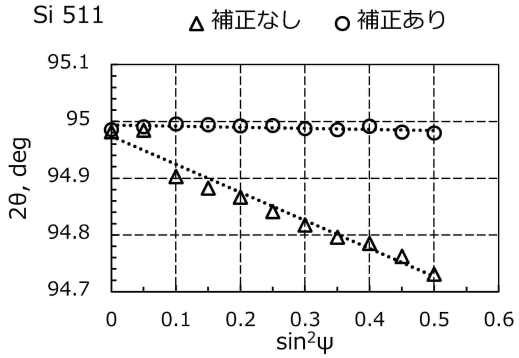
【図２５】



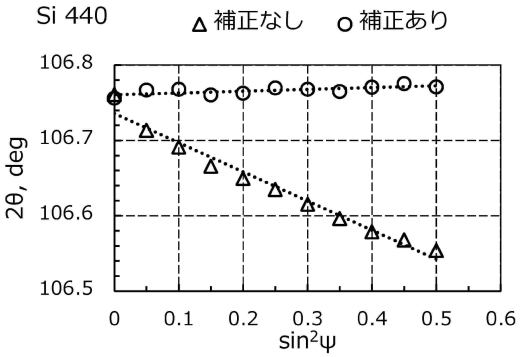
【図２６】



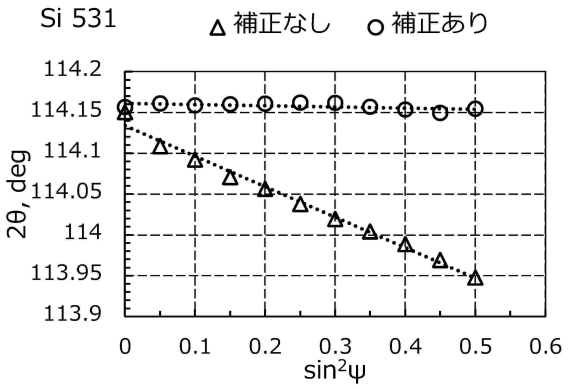
【図２７】



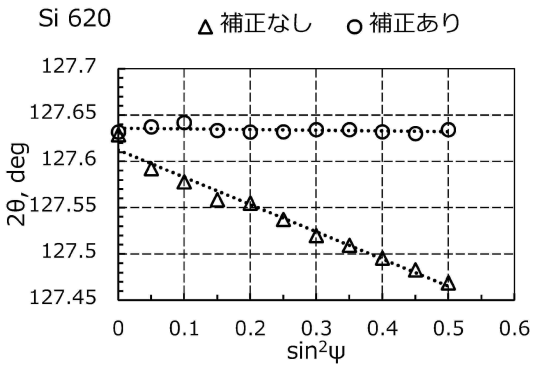
【図２８】



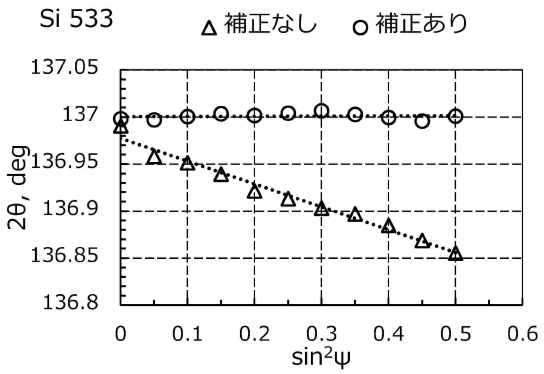
【図２９】


Si 531
補正なし
補正あり
114.2
114.15
114.1
114.05
114
113.95
113.9
2θ, deg
0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
sin²ψ

【図３０】


Si 620
補正なし
補正あり
127.7
127.65
127.6
127.55
127.5
127.45
2θ, deg
0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
sin²ψ

【図３１】


Si 533
補正なし
補正あり
137.05
137
136.95
136.9
136.85
136.8
2θ, deg
0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
sin²ψ

フロントページの続き

(72)発明者　松尾 隆二
東京都昭島市松原町３丁目９番１２号 株式会社リガク内

審査官　右▲高▼ 孝幸

(56)参考文献　特開２００３－１５６４５７（ＪＰ，Ａ）
特開平５－１２６７６７（ＪＰ，Ａ）
特開平３－１８３９３８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野　(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ０１Ｎ　２３／２０７