(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7006232号
(P7006232)

(45)発行日　令和4年1月24日(2022.1.24)

(24)登録日　令和4年1月11日(2022.1.11)

(51)国際特許分類
Ｇ０１Ｎ　23/2055(2018.01)

ＦＩ
Ｇ０１Ｎ　23/2055　３１０

請求項の数　6　（全16頁）

(21)出願番号　特願2017-241855(P2017-241855)
(22)出願日　平成29年12月18日(2017.12.18)
(65)公開番号　特開2019-109123(P2019-109123A)
(43)公開日　令和1年7月4日(2019.7.4)
審査請求日　令和2年9月11日(2020.9.11)

(73)特許権者　000005223
富士通株式会社
神奈川県川崎市中原区上小田中４丁目１番１号
(74)代理人　100079049
弁理士　中島 淳
(74)代理人　100084995
弁理士　加藤 和詳
(74)代理人　100099025
弁理士　福田 浩志
(72)発明者　野村 健二
神奈川県川崎市中原区上小田中４丁目１番１号 富士通株式会社内
(72)発明者　淡路 直樹
神奈川県川崎市中原区上小田中４丁目１
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　Ｘ線分析装置及び分析方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
試料に照射され回折を生じたＸ線の強度を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器と、
前記２次元検出器と前記試料との間の距離である検出距離を変化させる距離可変機構と、
前記２次元検出器から出力されたＸ線回折像に基づいて、前記Ｘ線回折像を取得する際に設定された前記検出距離を導出する検出距離導出部と、
を含み、
前記検出距離導出部は、前記Ｘ線回折像に基づいて、前記Ｘ線回折像を取得する際に設定された前記検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示す回折プロファイルを生成し、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記複数の仮定距離の各々についてＸ線の強度の最大値を導出し、
前記複数の仮定距離のうち、Ｘ線の強度の最大値が最大となる仮定距離を、前記検出距離として導出する
Ｘ線分析装置。
【請求項２】
前記検出距離導出部は、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記仮定距離とＸ線の強度の最大値との関係をプロットしたプロットデータを生成し、

前記プロットデータに対して所定の関数によるフィッティングを行うことで、前記プロットデータにフィットするカーブを導出し、
前記カーブの頂点に対応する仮定距離を、前記検出距離として導出する
請求項１に記載のＸ線分析装置。
【請求項３】
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの設定値の入力を受け付け、前記設定値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
請求項１または請求項２に記載のＸ線分析装置。
【請求項４】
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの最適値を導出し、前記最適値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
請求項１または請求項２に記載のＸ線分析装置。
【請求項５】
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの最適範囲を導出する
請求項１または請求項２に記載のＸ線分析装置。
【請求項６】
試料に照射され回折を生じたＸ線の強度を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器と、前記２次元検出器と前記試料との間の距離である検出距離を変化させる検出距離調整機構と、を含むＸ線分析装置を用いて前記試料の分析を行う分析方法であって、
前記２次元検出器から出力されたＸ線回折像に基づいて、前記Ｘ線回折像を取得する際に設定された前記検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示す回折プロファイルを生成し、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記複数の仮定距離の各々についてＸ線の強度の最大値を導出し、
前記複数の仮定距離のうち、Ｘ線の強度の最大値が最大となる仮定距離を、前記検出距離として導出し、
導出した前記検出距離に基づいて、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示すプロファイルを導出する
分析方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
開示の技術は、Ｘ線分析装置及び分析方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
Ｘ線を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器を備えたＸ線分析装置が知られている。
【０００３】
例えば、Ｘ線照射手段から被測定結晶の測定面上に照射された特性Ｘ線による回折像を検出する検出手段を備えたＸ線結晶方位測定装置において、検出手段の一部が可動であり、カメラ長が可変とされたものが知られている。
【０００４】
また、試料にＸ線を照射して得られる広角Ｘ線回折または小角Ｘ線散乱のパターンを２次元ディテクターでリアルタイムに観察しながら、遠隔操作が可能なゴニオヘッドで試料の位置と角度とを調整する測定方法が知られている。
【０００５】
また、Ｘ線ビームで試料を照らすＸ線源と、試料から発せられた回折されたＸ線信号を検

出する多次元Ｘ線検出器と、Ｘ線源に対する試料の走査方向に沿った位置を変化させる走査機構と、を備えた分析システムが知られている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００６】

【文献】特開２００５－２６５５０２号公報

特開２００３－２１５０６８号公報

特表２０１７－５１９９７９号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

Ｘ線回折法は、分析対象である試料にＸ線を照射し、試料の様々な方位からの回折・散乱プロファイルを解析することで、試料の結晶構造や配向等の情報を取得する分析方法である。従来のＸ線分析装置では、Ｘ線を検出する検出器としてシンチレーション検出器等のいわゆる０次元検出器が使われてきた。０次元検出器を備えたＸ線分析装置においては、０次元検出器の前方にスリットが設置され、このスリットの幅を変化させることによって、所望の角度分解能を得ている。

【０００８】

近年、Ｘ線分析装置において、Ｘ線を検出する検出器として、複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器が用いられている。２次元検出器を用いることで、広い逆格子空間を一度に測定することが可能であり、分析を高速に行うことが可能となる。

【０００９】

２次元検出器を備えたＸ線分析装置においては、２次元検出器と試料との間の距離（以下、検出距離という）を変化させることで、角度分解能を調整することが可能である。また、Ｘ線分析装置を用いた分析では、検出器によって検出されたＸ線の強度を、横軸に回折角２θをとり、縦軸にＸ線の強度をとった座標平面上に表した回折プロファイルを取得することが一般的に行われている。

【００１０】

図１は、２次元検出器によって取得したＸ線回折像に基づいて作成された回折プロファイルの一例を示す図である。図１には、検出距離の想定を変化させた複数の回折プロファイルが示されている。図１に示すように、同じＸ線回折像から得られる回折プロファイルであっても、検出距離の想定が異なると、得られる回折プロファイルが変化する。これは、回折角２θと２次元検出器の画素位置との幾何学的に定まる対応関係が、検出距離によって定まるためである。このように、２次元検出器を備えたＸ線分析装置を用いて回折プロファイルを取得する場合、検出距離の想定が、実際の検出距離から乖離していると、適正な回折プロファイルを得ることができない場合がある。例えば、エピタキシャル膜等の高分解能測定を必要とする試料を分析する場合、想定した検出距離の、実際の検出距離からの乖離が僅かであっても、回折プロファイルに歪みが生じる場合がある。

【００１１】

例えば、レーザ測定により検出距離を測定する対応も考えられるが、この場合、既存のＸ線分析装置に、レーザ測定器を追加する必要があり、装置規模が大きくなる。また、Ｘ線分析装置においては、試料が複数の軸の周りに回転するため、レーザ測定による検出距離の取得が容易ではない。このように、２次元検出器を備えたＸ線分析装置において、正確な検出距離を取得することは困難であった。そのため、２次元検出器を予め定められた位置に設置することで、検出距離の誤差を抑制する対応がとられていた。または、２次元検出器を備えたＸ線分析装置は、低分解能測定が許容される試料の分析に限定して用いられていた。

【００１２】

開示の技術は、一つの側面として、装置規模の増大を抑制しつつ２次元検出器と試料との間の距離である検出距離を正確に導出することを目的とする。

【課題を解決するための手段】
【００１３】
開示の技術に係るＸ線分析装置は、試料に照射され回折を生じたＸ線の強度を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器と、前記２次元検出器と前記試料との間の距離である検出距離を変化させる距離可変機構と、を含む。Ｘ線分析装置は、前記２次元検出器から出力されたＸ線回折像に基づいて、前記検出距離を導出する検出距離導出部を含む。前記検出距離導出部は、前記Ｘ線回折像に基づいて、前記Ｘ線回折像を取得する際に設定された前記検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示す回折プロファイルを生成し、前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記複数の仮定距離の各々についてＸ線の強度の最大値を導出し、前記複数の仮定距離のうち、Ｘ線の強度の最大値が最大となる仮定距離を、前記検出距離として導出する。
【発明の効果】
【００１４】
開示の技術によれば、一つの側面として、装置規模の増大を抑制しつつ２次元検出器と試料との間の距離である検出距離を正確に導出することが可能となる。
【図面の簡単な説明】
【００１５】
【図１】２次元検出器によって取得したＸ線回折像に基づいて作成された回折プロファイルの一例を示す図である。
【図２】開示の技術の実施形態に係るＸ線分析装置の構成の一例を示す図である。
【図３】開示の技術の実施形態に係る検出距離導出部として機能するコンピュータの構成の一例を示す図である。
【図４】２次元検出器２０によって取得されたＸ線回折像の一例を示す図である。
【図５】開示の技術の実施形態に係るＣＰＵが、検出距離導出プログラムを実行することで実施される処理の流れを示すフローチャートである。
【図６】開示の技術の実施形態に係るプロットデータの一例を示す図である。
【図７】開示の技術の実施形態に係るプロットデータに対するフィッティングを行うことで導出されたカーブの一例を示す図である。
【図８】開示の技術の実施形態に係る回折プロファイルのサンプリングレートと、検出距離との関係の一例を示す図である。
【図９】サンプリングレートを変化させて生成した回折プロファイルの一例を示す図である。
【図１０Ａ】サンプリングレートが低すぎる場合のプロットデータの一例を示す図である。
【図１０Ｂ】サンプリングレートが高すぎる場合のプロットデータの一例を示す図である。
【図１１】開示の技術の他の実施形態に係る検出距離導出部として機能するコンピュータの構成の一例を示す図である。
【図１２】開示の技術の他の実施形態に係るＣＰＵが、最適値導出プログラムを実行することで実施される処理の流れを示すフローチャートである。
【発明を実施するための形態】
【００１６】
以下、開示の技術の実施形態の一例を、図面を参照しつつ説明する。なお、各図面において同一または等価な構成要素および部分には同一の参照符号を付与している。
【００１７】
[第１の実施形態]
図２は、開示の技術の実施形態に係るＸ線分析装置１の構成の一例を示す図である。Ｘ線分析装置１は、Ｘ線源１０、２θステージ１１、ωステージ１２、χステージ１３、φステージ１４、サンプルステージ１５、２θアーム１６、検出器ステージ１７、２次元検出器２０、及び検出距離導出部３０を含んで構成されている。
【００１８】

Ｘ線源１０は、サンプルステージ１５またはサンプルステージ１５に搭載された試料（図示せず）に向けてＸ線を照射する。

【００１９】

２θステージ１１は、円盤状の形状を有し、２θステージ１１の中心を通る鉛直方向に沿った回転軸Ａ１の周りに回転可能である。ωステージ１２は、円盤状の形状を有し、２θステージ１１のステージ面に搭載されている。ωステージ１２は、ωステージ１２の中心を通る回転軸Ａ１の周りに、２θステージ１１とは独立に回転可能である。２θステージ１１及びωステージ１２の回転方向は、Ｘ線源１０から出射されたＸ線の回折角２θに対応した方向である。

【００２０】

χステージ１３は、ωステージ１２のステージ面に搭載されており、円弧状のステージ面を備えている。φステージ１４は、χステージ１３の円弧状のステージ面に搭載されており、この円弧状のステージ面に沿って移動可能である。φステージ１４は、更に、自身のステージ面に対して直交する回転軸Ａ２の周りに回転可能である。サンプルステージ１５は、Ｘ線分析装置１による分析の対象となる試料を搭載するためのステージであり、φステージ１４のステージ面に搭載されている。

【００２１】

２θアーム１６は、２θステージ１１に接続され、２θステージ１１及びωステージ１２の径方向に伸びている。２θアーム１６は、２θステージ１１の回転に伴って、回転軸Ａ１の周りに回転する。

【００２２】

２次元検出器２０は、Ｘ線の強度を検出する複数の検出素子（図示せず）が単一の面内に配列されて構成されている。サンプルステージ１５またはサンプルステージ１５に搭載された試料に照射され、回折を生じたＸ線が、２次元検出器２０の複数の検出素子によって受信される。２次元検出器２０は、受信したＸ線の強度を示す出力信号を出力する。

【００２３】

検出器ステージ１７は、２次元検出器２０を載置するための載置台１８とリンク部１９とを含んで構成されている。リンク部１９は、一端が載置台１８に接続され、他端が２θアームに接続されている。リンク部１９は、２θアーム１６の伸長方向に沿って移動可能である。リンク部１９が２θアーム１６の伸長方向に沿って移動することで、サンプルステージ１５またはサンプルステージ１５に搭載された試料と、２次元検出器２０との間の距離である検出距離が変化する。本実施形態に係るＸ線分析装置１によれば、リンク部１９の可動範囲内において、検出距離を自由に設定することが可能であり、Ｘ線分析装置１の角度分解能を調整することが可能である。なお、検出器ステージ１７は、開示の技術における検出距離調整機構の一例である。

【００２４】

検出距離導出部３０は、２次元検出器２０によって検出されたＸ線の強度に基づいて、検出距離を導出する。検出距離導出部３０は、例えば、図３に示すコンピュータ１００によって構成することができる。コンピュータ１００は、バス１１０を介して相互に接続されたＣＰＵ（Central Processing Unit）１０１、主記憶装置１０２、補助記憶装置１０３、インターフェース１０４、入力装置１０５及び出力装置１０６を含んで構成されている。２次元検出器２０は、インターフェース１０４を介してコンピュータ１００に接続されている。

【００２５】

入力装置１０５は、例えば、キーボード、ポインティングデバイス、タッチスクリーン、マウス、ジョイスティック及びトラックボールの少なくとも１つを含んで構成されている。出力装置１０６は、例えば、ディスプレイ、プリンタ及びプロッタの少なくとも１つを含んで構成されている。

【００２６】

補助記憶装置１０３は、Hard Disk Drive（ＨＤＤ）、solid state drive（ＳＳＤ）、

フラッシュメモリ等の不揮発性の記憶装置によって構成されている。補助記憶装置１０３には、コンピュータ１００を検出距離導出部３０として機能させるための検出距離導出プログラム１２０が記憶されている。

【００２７】

ＣＰＵ１０１は、検出距離導出プログラム１２０を補助記憶装置１０３から読み出して主記憶装置１０２に展開し、検出距離導出プログラム１２０が有する各処理を順次実行する。検出距離導出プログラム１２０を実行したコンピュータ１００が、検出距離導出部３０として機能する。なお、検出距離導出プログラム１２０により実現される機能は、例えば、ＡＳＩＣ（Application Specific Integrated Circuit）等の半導体集積回路によって実現することも可能である。コンピュータ１００は、Ｘ線分析装置１の全体の動作制御を行う制御部としても機能する。

【００２８】

以下に、検出距離導出部３０が、検出距離を導出する動作について説明する。以下の説明では、サンプルステージ１５と２次元検出器２０との距離を検出距離として導出する場合について説明する。この場合、サンプルステージ１５を、開示の技術における試料とみなすことができる。

【００２９】

検出距離導出部３０による検出距離の導出処理に先立って、検出器ステージ１７を稼働させ、検出距離を任意の距離に設定した後、Ｘ線分析装置１において半割調整を行う。半割調整とは、試料表面（ここではサンプルステージ１５の表面）の回転中心を、Ｘ線源１０から出射されたＸ線ビームの中央に配置するとともに、試料表面をＸ線ビームと平行となるようにアライメントをとる処理である。半割調整が完了した後、Ｘ線源１０からＸ線を出射し、２次元検出器２０においてＸ線回折像を取得する。図４は、２次元検出器２０によって取得されたＸ線回折像の一例を示す図である。図４において横方向が回折角２θに対応する方向である。検出距離導出部３０は、２次元検出器２０によって取得されたＸ線回折像に基づいて検出距離を導出する。

【００３０】

図５は、ＣＰＵ１０１が、検出距離導出プログラム１２０を実行することで実施される処理の流れを示すフローチャートである。

【００３１】

ステップＳ１において、ＣＰＵ１０１は、２次元検出器２０から出力されたＸ線回折像に基づいて、検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、回折プロファイルを生成する。

【００３２】

例えば、検出距離Ｄの調整可能範囲における最小値がｄ１、最大値がｄ２である場合（ｄ１≦Ｄ≦ｄ２）、ｄ１からｄ２までの距離をｎ等分した各距離を、仮定距離として設定してもよい。すなわち、ｍ＝（ｄ２－ｄ１）／ｎとすると、ｄ１、ｄ１＋ｍ、ｄ１＋２ｍ、ｄ１＋３ｍ、・・・、ｄ２が、それぞれ、仮定距離として設定される。なお、ユーザが、仮定距離の上下限値及び仮定距離の設定間隔（ｎ）を、入力装置１０５を介して指定してもよい。また、ユーザが、複数の仮定距離を、入力装置１０５を介して直接指定してもよい。

【００３３】

回折プロファイルは、横軸に回折角２θをとり、縦軸にＸ線の強度をとった座標平面上に表されるプロファイルであり、２次元検出器２０から出力されるＸ線回折像に基づいて作成することが可能である。図１に示すように、検出距離の想定が異なると、得られる回折プロファイルが変化する。ステップＳ１では、検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、回折プロファイルが生成される。なお、本実施形態において、回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートとして、予め定められたサンプリングレートを適用してもよい。また、回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートを、ユーザが入力装置１０５を介して直接指定してもよい。なお、回折プロファイルにおけ

るサンプリングレートとは、回折プロファイルにおけるＸ軸（回折角２θ）方向におけるデータ密度である。

【００３４】

ステップＳ２において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ１において生成した仮定距離毎の回折プロファイルに基づいて、仮定距離とＸ線強度の最大値との関係をプロットしたプロットデータを生成する。図６は、本ステップにおいて生成されるプロットデータの一例を示す図である。ＣＰＵ１０１は、仮定距離毎の回折プロファイルからＸ線強度の最大値をそれぞれ導出し、横軸に仮定距離をとり、縦軸にＸ線強度の最大値をとった座標平面上に、導出した最大値をプロットすることでプロットデータを生成する。

【００３５】

ステップＳ３において、ＣＰＵ１０１は、予め定められた関数を用いて、ステップＳ２において生成されたプロットデータに対するフィッティングを行うことで、プロットデータにフィットするカーブを導出する。フィッティングに用いる関数としてローレンツ関数を好適に用いることができる。また、ローレンツ関数とガウス関数とを足し合わせたフォークト関数を用いてもよい。図７は、図６に示すプロットデータに対して、ローレンツ関数を用いてフィッティングを行うことで導出されたカーブの一例を示す図である。

【００３６】

ステップＳ４において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ３において導出されたカーブの頂点Ｔに対応する仮定距離ｄｍａｘを、検出距離Ｄとして導出する。図７には、カーブの頂点に対応する仮定距離ｄｍａｘ（検出距離Ｄ）として１１５７．５２ｍｍが導出された場合が、例示されている。

【００３７】

本発明者らの鋭意研究により、回折プロファイルにおけるＸ線強度の最大値は、実際の検出距離に最も近い距離を仮定距離とした回折プロファイルにおいて最大となることが判明している。従って、検出距離導出部３０として機能するコンピュータ１００が、上記の処理を実施することで、検出距離を正確に導出することができる。

【００３８】

その後、２次元検出器２０の位置を維持したまま、サンプルステージ１５に試料を搭載し、改めて、半割調整を実施した後、試料にＸ線を照射して回折プロファイルを取得する。この回折プロファイルの取得に際しては、ステップＳ４において導出された検出距離Ｄを用いることで、歪みのない適正な回折プロファイルを得ることができる。なお、サンプルステージ１５に試料を搭載した後に改めて半割調整を行うことで、試料を搭載しないサンプルステージ１５の表面にＸ線を照射して得られる回折プロファイルに基づいて導出した検出距離をそのまま使用することが可能である。これは、サンプルステージ１５に試料を搭載した後に改めて行われる半割調整により、試料の表面の位置が、検出距離を導出したときのサンプルステージ１５の表面に相当する位置にアライメントされるからである。

【００３９】

以上のように、開示の技術の実施形態に係るＸ線分析装置１によれば、検出距離を正確に導出することが可能となる。従って、回折プロファイルの生成を、正確な検出距離に基づいて行うことができるので、歪みのない適正な回折プロファイルを得ることができる。また、検出距離は、２次元検出器２０の出力に基づいて導出されるので、レーザ測定器等の検出距離を測定するための機構が不要であり、装置規模の増大を抑制することができる。

【００４０】

［第２の実施形態］

本発明者らは、図５に示すフローチャートのステップＳ１において、複数の仮定距離毎の回折プロファイルを作成する際のサンプリングレートが、高すぎたり、低すぎたりすると、ステップＳ４において導出される検出距離の精度が低下することを見出した。すなわち、ステップＳ１において、複数の仮定距離毎の回折プロファイルを作成する際のサンプリングレートには最適範囲が存在する。

【００４１】

図８は、図５に示すフローチャートのステップＳ１において取得される複数の仮定距離毎の回折プロファイルのサンプリングレートと、図５に示すフローチャートのステップＳ４において導出される検出距離との関係の一例を示す図である。図８に示すように、回折プロファイルのサンプリングレートが特定の範囲にある場合に、ステップＳ４において導出される検出距離は、真値に略一致する。一方、回折プロファイルのサンプリングレートが、上記特定の範囲から外れると、ステップＳ４において導出される検出距離は、真値から乖離する。

【００４２】

図９は、サンプリングレートを変化させて生成した回折プロファイルの一例を示す図である。図９には、サンプリングレートが低すぎる場合、高すぎる場合、適切である場合の３つの場合が示されている。図９に示すように、サンプリングレートが低すぎる場合、回折プロファイルに歪みが生じる。一方、サンプリングレートが高すぎる場合、Ｘ線強度のばらつきが大きくなる。このように、回折プロファイルに歪みが生じ、またはＸ線強度のばらつきが大きくなると、図５に示すフローチャートのステップＳ２において取得されるプロットデータにおける各プロットの配列が乱れる結果となる。

【００４３】

図１０Ａ及び図１０Ｂは、それぞれ、図５に示すフローチャートのステップＳ２において取得されるプロットデータの一例を示す図である。図１０Ａは、サンプリングレートが低すぎる場合を示しており、図１０Ｂは、サンプリングレートが高すぎる場合を示している。図１０Ａ及び図１０Ｂに示すように、サンプリングレートが高すぎたり、低すぎたりすると、プロットデータにおける各プロットの配列に乱れを生じる。このように、プロットデータにおける各プロットの配列が乱れると、関数を用いたカーブフィッティングにおいて誤差が大きくなり、導出される検出距離の精度が低下する。

【００４４】

そこで、開示の技術の第２の実施形態に係るＸ線分析装置１は、検出距離導出部３０が、検出距離の導出に先立って、回折プロファイルのサンプリングレートの最適値を導出する。

【００４５】

図１１は、開示の技術の第２の実施形態に係る検出距離導出部３０として機能するコンピュータ１００Ａの構成の一例を示す図である。コンピュータ１００Ａの補助記憶装置１０３には、検出距離導出プログラム１２０に加え、回折プロファイルのサンプリングレートの最適値を導出するための最適値導出プログラム１２１が記憶されている。

【００４６】

以下に、検出距離導出部３０が、検出距離の導出に先立って、回折プロファイルのサンプリングレートの最適値を導出する動作について説明する。図１２は、ＣＰＵ１０１が、最適値導出プログラム１２１を実行することで実施される処理の流れを示すフローチャートである。

【００４７】

ステップＳ１１において、ＣＰＵ１０１は、２次元検出器２０から出力されたＸ線回折像に基づいて、互いに異なる複数の仮定距離毎に回折プロファイルを生成する処理を、サンプリングレートが互いに異なる複数の条件で実施する。すなわち、互いに異なる複数の仮定距離の各々について、サンプリングレートが互いに異なる複数の回折プロファイルを生成する。

【００４８】

ステップＳ１２において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ１１において生成した複数の回折プロファイルに基づいて、サンプリングレート毎に検出距離を導出する。検出距離の導出は、図５に示すフローチャートのステップＳ２～Ｓ４における処理と同様の処理を実施することによって行う。上記のように、回折プロファイルのサンプリングレートが異なると、プロットデータにおける各プロットの配列が変化し、プロットデータに基づいて導出される検出距離が変化する。

【００４９】

ステップＳ１３において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ１２において導出したサンプリングレート毎の検出距離に基づいて、サンプリングレートと検出距離との関係を示すグラフを作成する。すなわち、ＣＰＵ１０１は、サンプリングレートと検出距離との関係を、図８に示すような、横軸にサンプリングレートをとり、縦軸に検出距離をとった座標平面上に表したグラフを生成する。

【００５０】

ステップＳ１４において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ１３において生成したグラフにおいて、プラトー領域を特定する。ここでいうプラトー領域とは、ステップＳ１３において生成したグラフにおいて、サンプリングレートの変化に対する検出距離の変化が比較的小さい領域である。プラトー領域は、例えば、ステップＳ１３において生成したグラフにおいて、互いに隣接するプロット間における検出距離の差分の絶対値が所定値以下となる連続した領域を探索することで特定することができる。例えば、図８に示すグラフにおいては、図中点線で囲む領域が、プラトー領域として特定される。

【００５１】

ステップＳ１５において、ＣＰＵ１０１は、ステップＳ１４において特定したプラトー領域の中央に対応するサンプリングレートの値を、サンプリングレートの最適値として導出する。図８に示すように、開示の技術を用いて導出される検出距離は、プラトー領域において真値に最も近くなる。従って、サンプリングレートと検出距離との関係を示すグラフのプラトー領域を特定することで、サンプリングレートの最適範囲または最適値を導出することができる。

【００５２】

ＣＰＵ１０１は、サンプリングレートの最適値を導出した後、検出距離導出プログラム１２０を実行することで、検出距離を導出する。ＣＰＵ１０１は、図５に示すフローチャートのステップＳ１において、サンプリングレートを、最適値導出プログラム１２１を実行することで導出した最適値に設定し、回折プロファイルを導出する。

【００５３】

開示の技術の第２の実施形態に係るＸ線分析装置によれば、回折プロファイルのサンプリングレートが最適値に設定されるので、より精度の高い検出距離を導出することが可能となる。

【００５４】

なお、本実施形態では、サンプリングレートと検出距離との関係を示すグラフのプラトー領域の中央に対応するサンプリングレートの値をサンプリングレートの最適値として導出する場合を例示したが、この態様に限定されるものではない。例えば、検出距離導出部３０として機能するコンピュータ１００が、プラトー領域に対応するサンプリングレートの範囲を、サンプリングレートの最適範囲として導出し、これを出力装置１０６から出力してもよい。この場合、ユーザが、出力された最適範囲を考慮して、サンプリングレートの最適値を決定してもよい。

【００５５】

以上の第１及び第２の実施形態に関し、更に以下の付記を開示する。

【００５６】

（付記１）

試料に照射され回折を生じたＸ線の強度を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器と、

前記２次元検出器と前記試料との間の距離である検出距離を変化させる距離可変機構と、

前記２次元検出器によって検出されたＸ線の強度に基づいて、前記検出距離を導出する検出距離導出部と、

を含むＸ線分析装置。

【００５７】

（付記２）

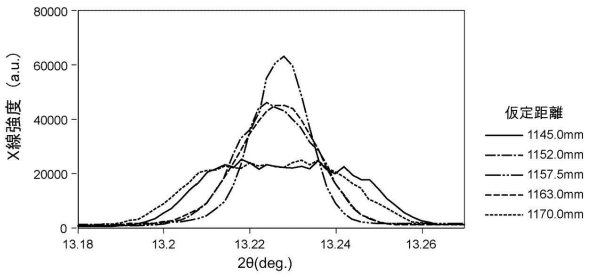
前記検出距離導出部は、

前記２次元検出器の出力に基づいて、前記検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示す回折プロファイルを生成し、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記複数の仮定距離の各々についてＸ線の強度の最大値を導出し、
前記複数の仮定距離のうち、Ｘ線の強度の最大値が最大となる仮定距離を、前記検出距離として導出する
付記１に記載のＸ線分析装置。
【００５８】
（付記３）
前記検出距離導出部は、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記仮定距離とＸ線の強度の最大値との関係をプロットしたプロットデータを生成し、
前記プロットデータに対して所定の関数によるフィッティングを行うことで、前記プロットデータにフィットするカーブを導出し、
前記カーブの頂点に対応する仮定距離を、前記検出距離として導出する
付記２に記載のＸ線分析装置。
【００５９】
（付記４）
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの設定値の入力を受け付け、前記設定値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
付記２または付記３に記載のＸ線分析装置。
【００６０】
（付記５）
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの最適値を導出し、前記最適値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
付記２または付記３に記載のＸ線分析装置。
【００６１】
（付記６）
前記検出距離導出部は、前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの最適範囲を導出する
付記２または付記３に記載のＸ線分析装置。
【００６２】
（付記７）
試料に照射され回折を生じたＸ線の強度を検出する複数の検出素子が単一の面内に配列された２次元検出器と、前記２次元検出器と前記試料との間の距離である検出距離を変化させる検出距離調整機構と、を含むＸ線分析装置を用いて前記試料の分析を行う分析方法であって、
前記２次元検出器によって検出されたＸ線の強度に基づいて、前記検出距離を導出し、
導出した前記検出距離に基づいて、Ｘ線の回折角とＸ線の強度との関係を示す回折プロファイルを生成する
分析方法。
【００６３】
（付記８）
前記２次元検出器の出力に基づいて、前記検出距離を仮定した互いに異なる複数の仮定距離の各々について、前記回折プロファイルを生成し、
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記複数の仮定距離の各々についてＸ線の強度の最大値を導出し、
前記複数の仮定距離のうち、Ｘ線の強度の最大値が最大となる仮定距離を、前記検出距離として導出する

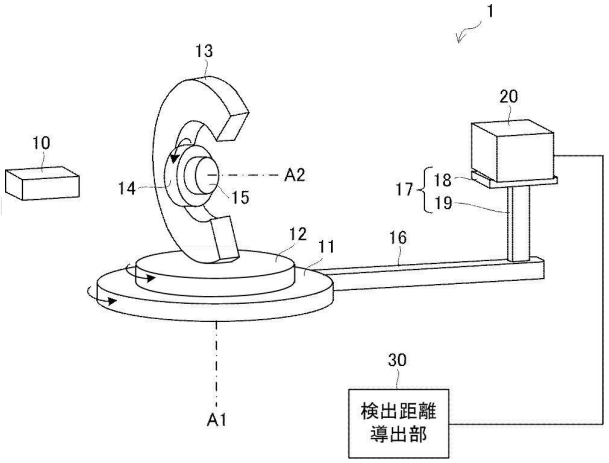
付記７に記載の分析方法。
【００６４】
（付記９）
前記複数の仮定距離の各々について生成した前記回折プロファイルに基づいて、前記仮定距離とＸ線の強度の最大値との関係をプロットしたプロットデータを生成し、
前記プロットデータに対して所定の関数によるフィッティングを行うことで、前記プロットデータにフィットするカーブを導出し、
前記カーブの頂点に対応する仮定距離を、前記検出距離として導出する
付記８に記載の分析方法。
【００６５】
（付記１０）
前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの設定値の入力を受け付け、前記設定値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
付記８または付記９に記載の分析方法。
【００６６】
（付記１１）
前記回折プロファイルを生成する際のサンプリングレートの最適値を導出し、前記最適値に応じたサンプリングレートにて前記回折プロファイルを生成する
付記８または付記９に記載の分析方法。
【符号の説明】
【００６７】
１　Ｘ線分析装置
１０　Ｘ線源
１１　２θステージ
１２　ωステージ
１３　χステージ
１４　φステージ
１５　サンプルステージ
１６　２θアーム
１７　検出器ステージ
１８　載置台
１９　リンク部
２０　２次元検出器
３０　検出距離導出部
１００、１００Ａ　コンピュータ
１０１　ＣＰＵ
１０２　主記憶装置
１０３　補助記憶装置
１０４　インターフェース
１０５　入力装置
１０６　出力装置
１２０　検出距離導出プログラム
１２１　最適値導出プログラム

【図面】

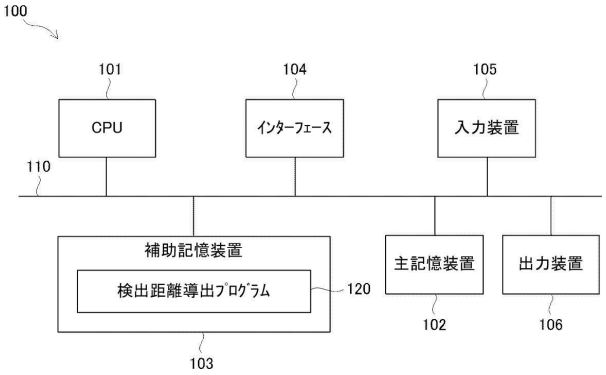
【図１】


80000
60000
40000
20000
0
X線強度（a.u.）
13.18
13.2
13.22
13.24
13.26
2θ(deg.)
仮定距離
1145.0mm
1152.0mm
1157.5mm
1163.0mm
1170.0mm

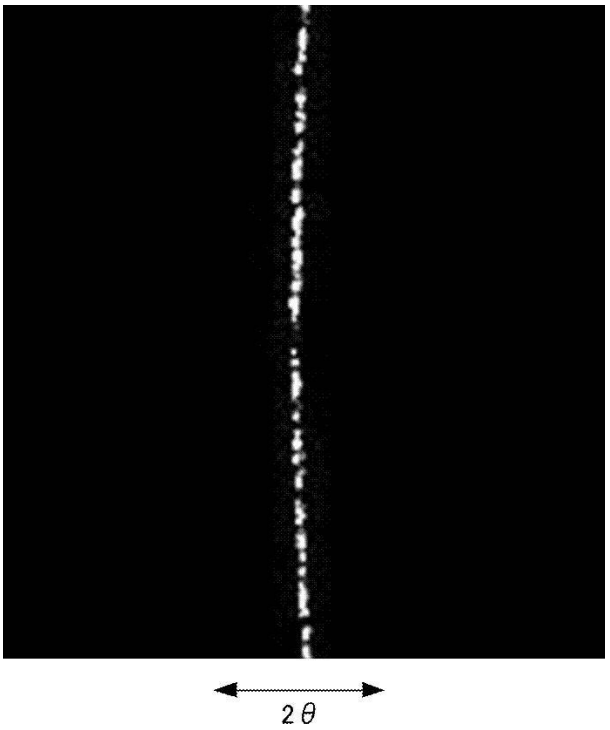
【図２】


1
13
20
10
A2
14
15
17
18
19
12
11
16
A1
30
検出距離
導出部

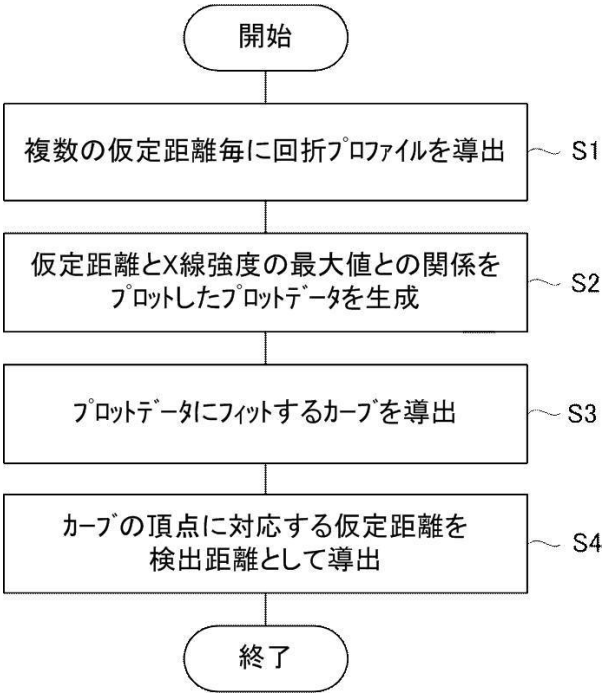
【図３】


100
101
104
105
CPU
インターフェース
入力装置
110
補助記憶装置
検出距離導出プログラム
120
主記憶装置
出力装置
102
106
103

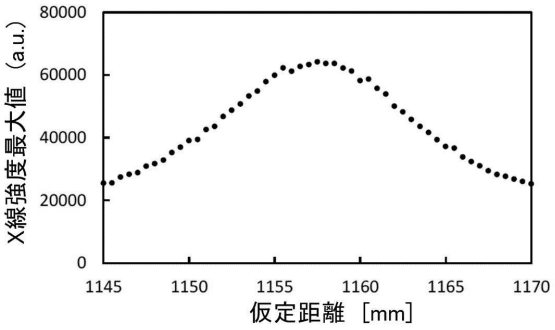
【図４】


2θ

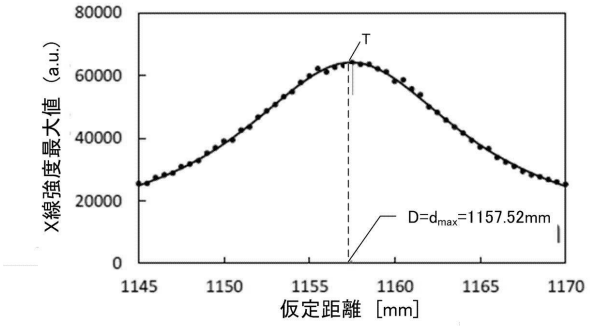
【図５】


開始
複数の仮定距離毎に回折ﾌﾟﾛﾌｧｲﾙを導出
S1
仮定距離とX線強度の最大値との関係を
ﾌﾟﾛｯﾄしたﾌﾟﾛｯﾄﾃﾞｰﾀを生成
S2
ﾌﾟﾛｯﾄﾃﾞｰﾀにﾌｨｯﾄするｶｰﾌﾞを導出
S3
ｶｰﾌﾞの頂点に対応する仮定距離を
検出距離として導出
S4
終了

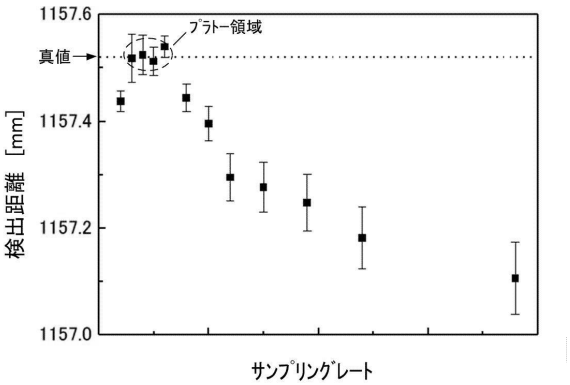
【図６】


X線強度最大値（a.u.）
80000
60000
40000
20000
0
1145
1150
1155
1160
1165
1170
仮定距離［mm］

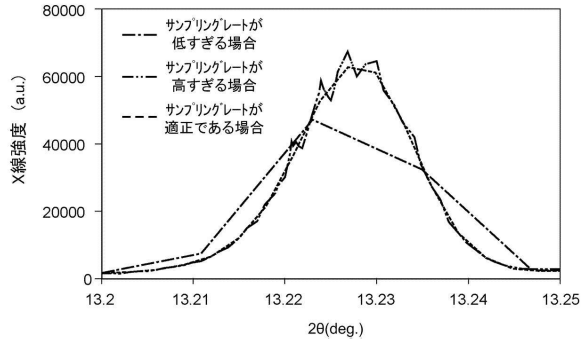
【図７】


X線強度最大値（a.u.）
80000
60000
40000
20000
0
T
D=dmax=1157.52mm
1145
1150
1155
1160
1165
1170
仮定距離［mm］

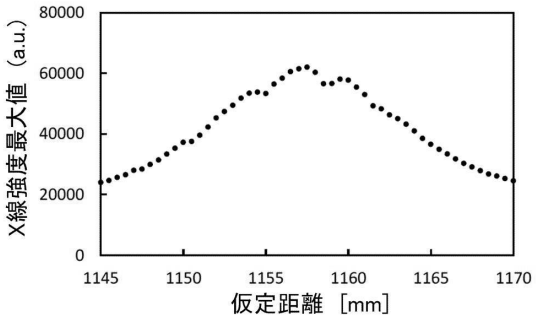
【図８】


1157.6
1157.4
1157.2
1157.0
真値
ﾌﾗﾄｰ領域
検出距離［mm］
ｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞﾚｰﾄ

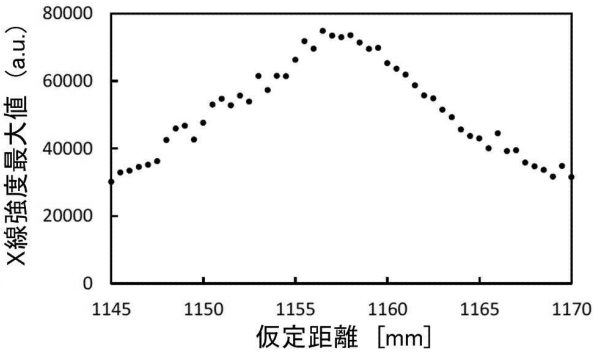
【図９】



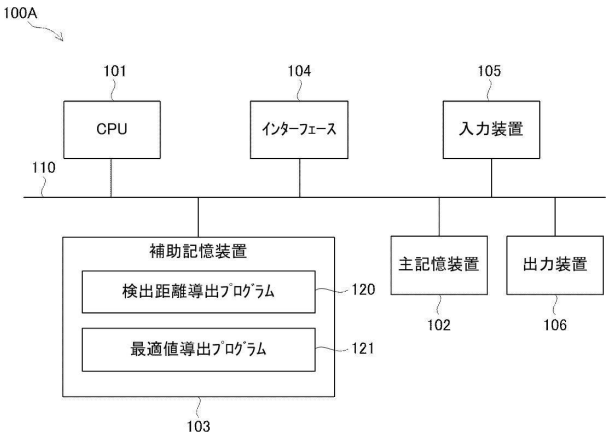
【図１０Ａ】



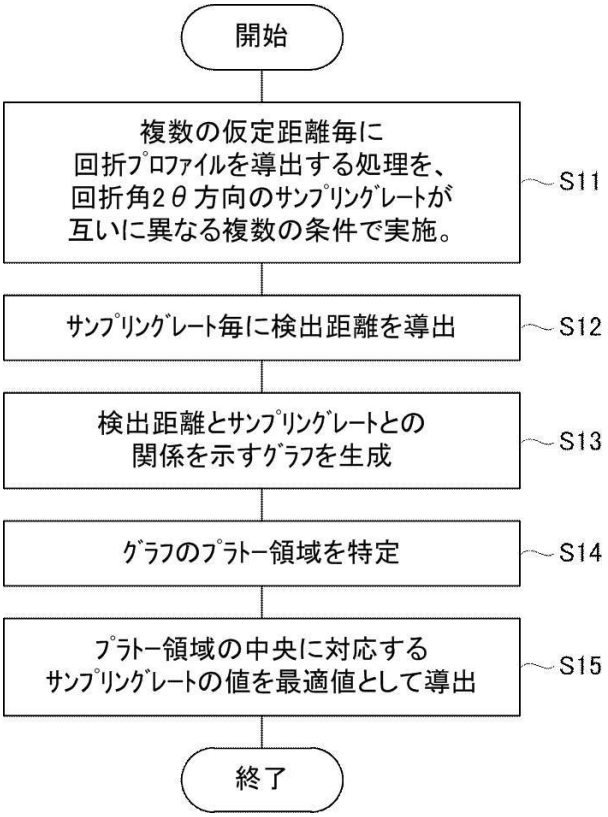
【図１０Ｂ】



【図１１】



【図１２】


開始
複数の仮定距離毎に
回折ﾌﾟﾛﾌｧｲﾙを導出する処理を、
回折角2θ方向のｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞﾚｰﾄが
互いに異なる複数の条件で実施。
S11
ｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞﾚｰﾄ毎に検出距離を導出
S12
検出距離とｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞﾚｰﾄとの
関係を示すｸﾞﾗﾌを生成
S13
ｸﾞﾗﾌのﾌﾟﾗﾄｰ領域を特定
S14
ﾌﾟﾗﾄｰ領域の中央に対応する
ｻﾝﾌﾟﾘﾝｸﾞﾚｰﾄの値を最適値として導出
S15
終了

フロントページの続き

番１号 富士通株式会社内
審査官 小澤 瞬

(56)参考文献 特開２００３－０８３９１５（ＪＰ，Ａ）
特開平１０－１３２７６３（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－１５１７４８（ＪＰ，Ａ）
特開２００７－２５５９３２（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２０１４／００９８９４０（ＵＳ，Ａ１）

(58)調査した分野 (Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ０１Ｎ ２３／００ － Ｇ０１Ｎ ２３／２２７６