

## 微小部エックス線回折測定を実現するためのアライメント機構の検討

技術企画部 技術支援室・山下 満

### 1 目的

当センタ - にはリガク製の全自動多目的X線回折装置 ( SmartLab ) が導入されており、微小領域測定を行うためのコリメ - タ光学系 ( 図 1 ) も導入されている。しかしながら、標準で装備されている CCD カメラを用いた微小部視野のアライメント調整方法では、ピンホ - ルコリメ - タ ( 概ね  $\phi = 100\mu\text{m}$  ) によって得られるビ - ムサイズで観察対象の視野を適切に位置指定することは、平板試料を除いては不可能であった。微小部のX線回折測定は微小異物の同定作業などにおいて不可欠で



図 1: リガク製の全自動多目的X線回折装置 ( SmartLab ) に装備された微小領域 XRD 測定

あり、分析対象視野を正確に指定するアライメント機構の実現が強く望まれている。そこで本研究では、当センタ - が導入している最小径 100 $\mu\text{m}$  ) のピンホ - ルコリメ - タによって得られるビ - ムサイズ相当の試料位置調整精度を実現することを目的に、メ - カ - 標準の試料位置の調整手順の再検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2.1 ユ - セントリック位置の調整方法について

100 $\mu\text{m}$  程度の精度で微小域のアライメントを実現するためには、既存のアライメント手順で欠落している試料のZ軸位置調整を再検討する必要がある。このため、FIB で通常行っているユ - セント



図 2: ユ - セントリック位置調整手順の概略図と TEM メッシュの外形等

リック位置調整 (図 2) の操作手順を流用して試料のZ軸の調整方法の検討を行った。具体的には、試料の直上で観察される視野に対し、視点を傾けた場合に生じる視野の移動を丁度キャンセルするように試料の高さ (Z) を微調整する方法で、カメラが視野の移動を適切に補足できるだけの分解能を有している事が必須である。さらに、試料の位置 (視野) 確認を行う CCD カメラは、本来、チルト軸

の面内で観察するのが最適であるが、XRD 装置の構造的制約のため、本研究ではチルト軸面からおおよそ 30 ° 程度あおった向きに備え付けられている標準搭載の CCD カメラを用いて行った。

## 2.2 微小部 XRD 測定について

微小部エックス線回折測定を検証するための実証試験には、SmartLab の CBO + CBO-f 光学系を用い、これらで得られるとされるビ - ムサイズ (100 $\mu\text{m}$  程度) と同程度の位置精度の検討が必須となるため、XRD 測定対象には透過型電子顕微鏡用のダブルメッシュ ( $\phi=3.0\text{mm}$ 、メッシュピッチ 500 $\mu\text{m}$ ) を利用した。図 3 は、CBO + CBO-f 光学系を用いて入射 X 線をコリメ - トした際に照射される X 線の照射サイズと TEM メッシュの大きさを模した概略図である。試料ステージ上の TEM メッシュを移動することにより、入射 X 線の照射位置を移動できるため、Cu(111) 回折線の強度変化から照射径の大きさを概算可能である。

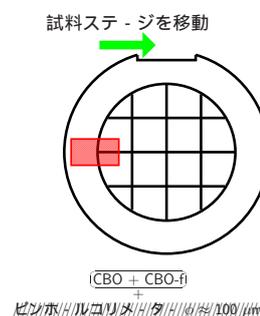


図 3: 微小部 X 線回折測定におけるビ - ム照射位置の概略図

## 3 結果と考察

### 3.1 ユ - セントリック位置の調整

図 4 は試料の Z 軸を -1.00mm から +1.00mm まで変化させた時に、分析視野を CCD カメラで観察した結果である。CCD カメラの被写界深度が深いいため像のぼけ具合が不明瞭となり、合焦点位置を正確に読み取ることは困難であった。

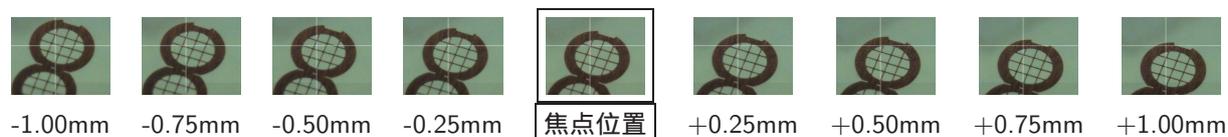


図 4: 既存のアライメント手順で Z 軸を調整した場合の CCD 視野像

次に図 5 は FIB で行う Z 座標の調整手順に従って分析視野のユ - セントリック位置の微調整を行った際の CCD 像である。

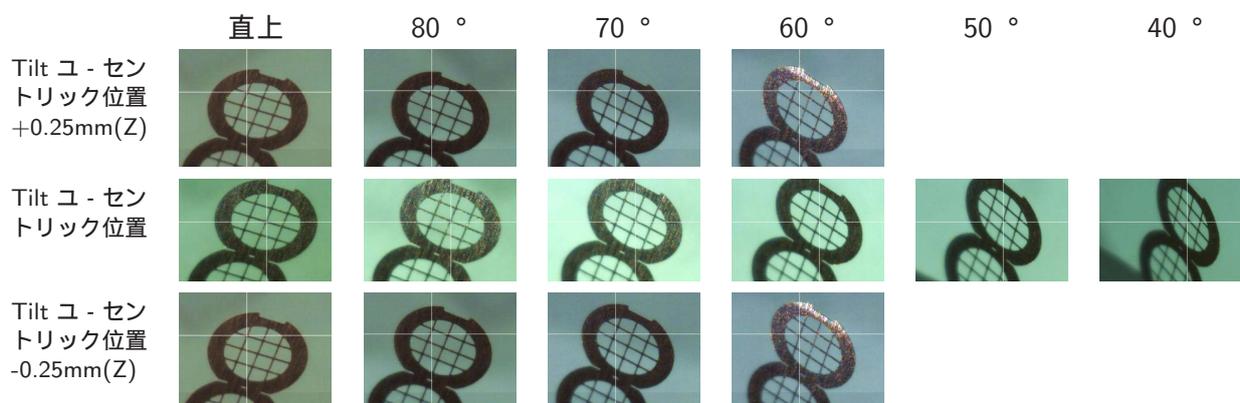


図 5: FIB で行っている Z 軸調整の調整手順に基づいて、分析視野のユ - セントリック位置調整を行った場合の CCD 像 (Tilt ユ - セントリック位置では、斜めから見ても視野の移動が少ない)

CCD カメラが Tilt 軸上に配置されていないため、Tilt 軸の移動とともに縦方向に CCD 像は移動

する事は避けられないが、Z 座標が Tilt 軸の中心からわずかにずれている（図 5 では  $\pm 0.25\text{mm}$ ）場合、Tilt を大きくするにしたがって、CCD 視野が横方向に移動することから、試料の Z 座標が Tilt 軸の回転中心に合致していないと判断することが可能であった。一方、Z 軸が適切に調整されている場合は、図 5 の中段のように、Tilt 軸を変えても左右への CCD 像の移動が見られず、適正な Z 座標に調整されていると判断が可能である。

### 3.2 微小部 XRD 測定

微小部エックス線回折測定を検証するための実証試験として、CBO + CBO-f 光学系で得られるビ - ムサイズと同程度の位置精度で微小部 X 線回折測定を実施可能か検証を行うために、試料ステージの座標に対し Cu(200) 回折線 ( $2\theta=50.4\text{ deg.}$ ) の強度変化を測定した結果を図 6 に示す。

CBO + CBO-f 光学系においては、X 線のビ - ムサイズは入射角度が  $40^\circ$  付近で概ね図 3 中の赤斜線程度と見積もられる。これに対し、実測して得られた Cu(200) の回折線は Cu メッシュの直径  $3.0\text{mm}$  の外周部に対応する位置でその強度が極大となることを確認できた。

最小ビ - ム径  $100\mu\text{m}$  のピンホールコリメータを用いた場合、X 線強度が極端に低下するため、今年度の測定ではビ - ムの照射位置を捕捉して検証を実施するのは困難であった。このため、次年度も継続して  $100\mu\text{m}$  のピンホールコリメータを用いた状態で、透過型電子顕微鏡用の Cu メッシュ上の細線に対しステージ移動量と Cu(200) もしくは Cu(111) 定角 X 線回折信号の強度変化の実測値により評価・検討を行う計画である。

(問合せ先 山下 満)

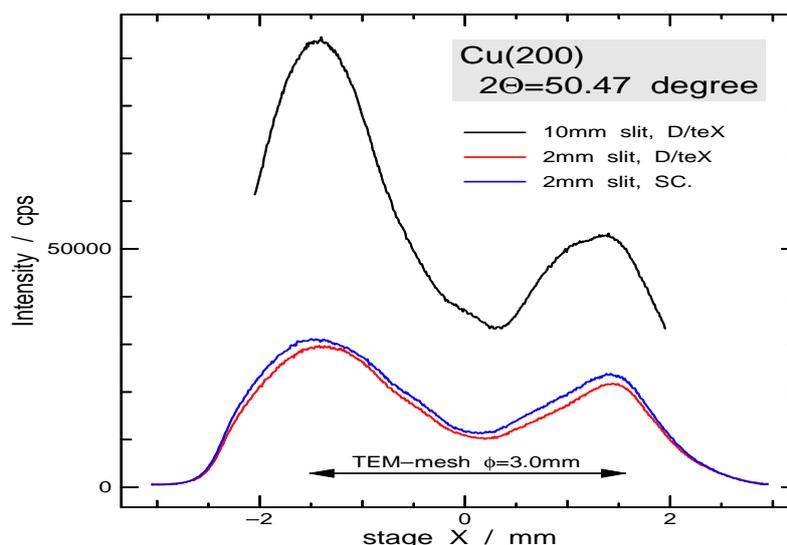


図 6: TEM メッシュに対して微小部 X 線回折測定を行って得られたビ - ム照射位置と Cu(200) の強度変化