

## 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 その2

技術企画部 技術支援室・山下 満

### 1 目的

当センタ - のリガク製の全自動多目的X線回折装置 ( SmartLab ) は、コリメ - タ光学系による微小領域測定も可能であるが、平板試料を想定した標準手法を用いて**複雑形状**の試料の**高さ**を適切に調整することは不可能である。

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、

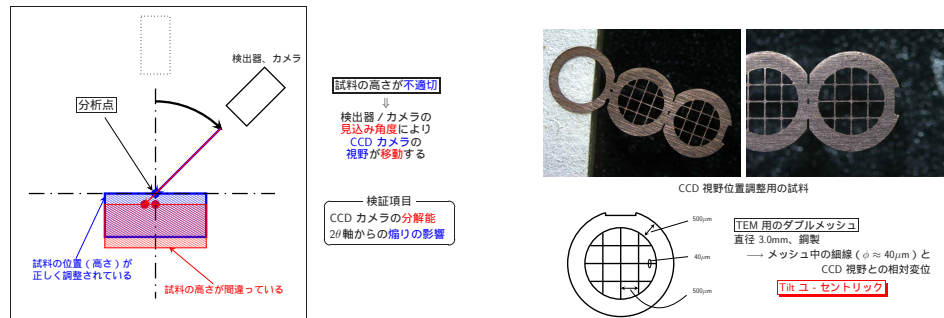


図 1: FIB のユ - セントリック位置調整手順の概略図と TEM メッシュの外形等

入している最小径 100µm ) のピンホ - ルコリメ - タによって得られるピ - 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ている。100µm 程度のアライメント精度を実現するには、既存のアライメント手順で欠落している試料の Z 軸調整を再検討する必要がある、これを実現するために FIB で通常行っているユ - セントリック位置調整 ( 図 1 ) の操作手順を流用した。なお、SmartLab の CCD カメラは **Tilt 軸上に配置されていない**ため、Tilt 軸の移動とともに CCD 画面の縦方向にも像が移動するため、FIB におけるユ - セントリック位置調整のように単軸 ( Z ) の調整では不十分であった。そこで、今年度は Z 軸以外の複数軸 ( X Y ) を**繰り返し調整**することにより、XRD 測定の対象部位を Tilt ユ - セントリック位置に移動させる方法について検討を行った。

### 2 実験方法

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 ) を微調整するとともに、CCD 視野の縦方向の移動についても、これを打ち消すよう試料の座標 ( X, Y ) の微調整を行った。なお、試料は直径 3mm の Cu 製ダブルメッシュ ( 図 1 右 ) とし、調整対象部位は 40µm 程度のメッシュ細線の交点 ( メッシュ中央部 ) とした。

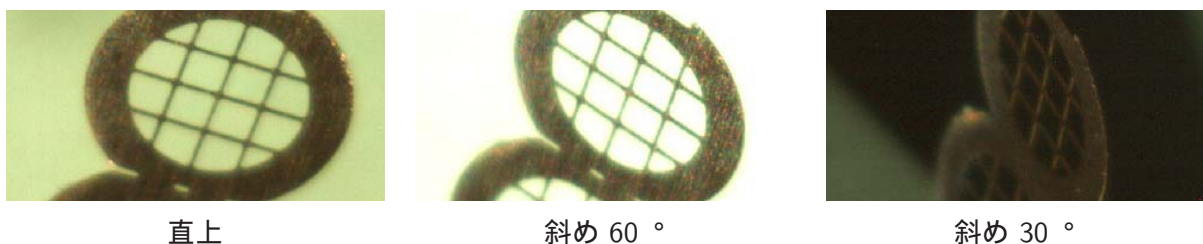


図 2: CCD 像の移動が概ね 100µm 程度に収まるよう試料の XYZ 座標を微調整して得られた CCD 像

### 3 結果と考察

図2は、ユ - セントリック位置調整が完了した際に得られた CCD 像で、調整対象としたメッシュ中央部の変位は概ね  $100\mu\text{m}$  程度に収まる状態を実現することができた。

図3は CBO + CBO-f 光学系に  $0.5\text{mm}$  スリットを用いて Cu 製の TEM メッシュをまたぐ X 方向にスキャンして得られた Cu(200) 回折線の強度変化である。回折線の極大部の相対距離はおおよそ  $0.75\text{mm}$  であった。これは X 線が照射されるラインフォーカス幅 ( Y 方向  $0.5\text{mm}$  ) に位置するメッシュ細線からの回折線が全て検出される事に加え、Cu(200) の場合、斜め入射 ( 回折角度  $2\theta=50.37^\circ$  ) で試料に X 線が照射されているため、X 方向の照射幅がスキャン方向に広がっていることに起因すると思われるが、詳細については検討中である。

最小ビ - ム径  $100\mu\text{m}$  のピンホ - ルコリメ - タを用いた測定については、X 線強度が極端に低下し、通常、自動で行われる光軸の調整が正常終了できないというトラブルが発生したため、最小ビ - ム径での測定は実施できなかった。

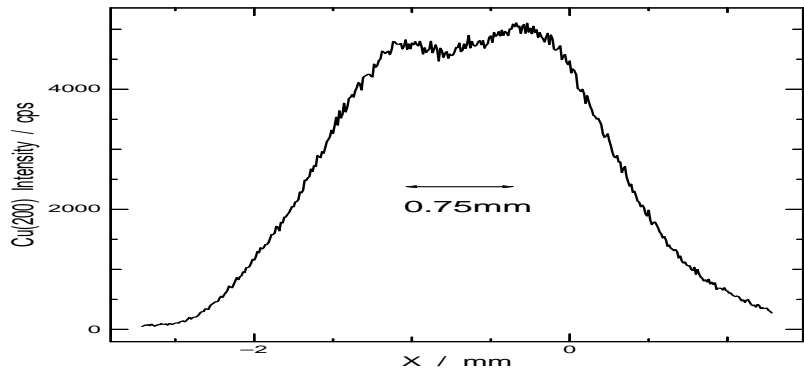


図 3: CBO + CBO-f 光学系に  $0.5\text{mm}$  スリットを用い、Cu 製の TEM メッシュ ( $\phi=40\mu\text{m}$  程度) を横切った時に得られた Cu(200) 回折線の強度変化

(問合せ先 山下 満)