

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

つながる兵庫の技

研究の背景

当センターの全自動多目的X線回折装置 (SmartLab) はコリメ - タ光学系による微小領域測定が可能である。しかしながら、メ - カ - 標準の試料位置の調整手順は平板試料を想定しており、ピンホ - ルコリメ - タによって得られるビ - ムサイズ (概ね  $\phi = 100\mu\text{m}$ ) で観察対象の視野を適切に高さ調整することは一般的な試料では不可能であった。そこで本研究では、平板試料以外に対してもピンホ - 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、試料位置の調整手順の再検討を行った。

実験方法

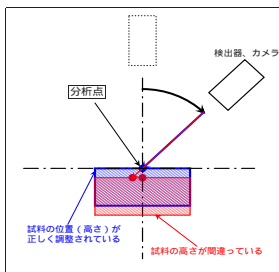
ユ - セントリック位置の調整方法

平板でない試料の微小域 (数百  $\mu\text{m}$  程度) 測定  
→ 試料の高さ調整に関しての記述が無い

FIB のユ - セントリック位置調整の操作手順を援用

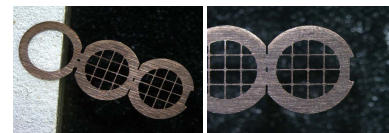
- 視野の差異を認識可能なカメラ分解能
- チルト軸の面内に固定するのが最適

XRD 装置の構造的制約のため、チルト軸面から約  $30^\circ$  程度あつた方向に備え付けられている標準搭載の CCD カメラを利用



検出器 / カメラの見込み角度により CCD カメラの視野が移動する

検証項目  
CCD カメラの分解能がチルトからの傾りの影響

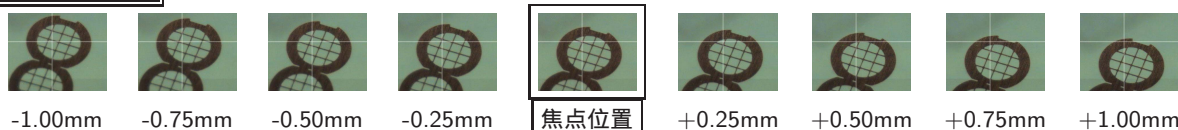


ユ - セントリック位置調整手順の概略図と TEM メッシュの外形等

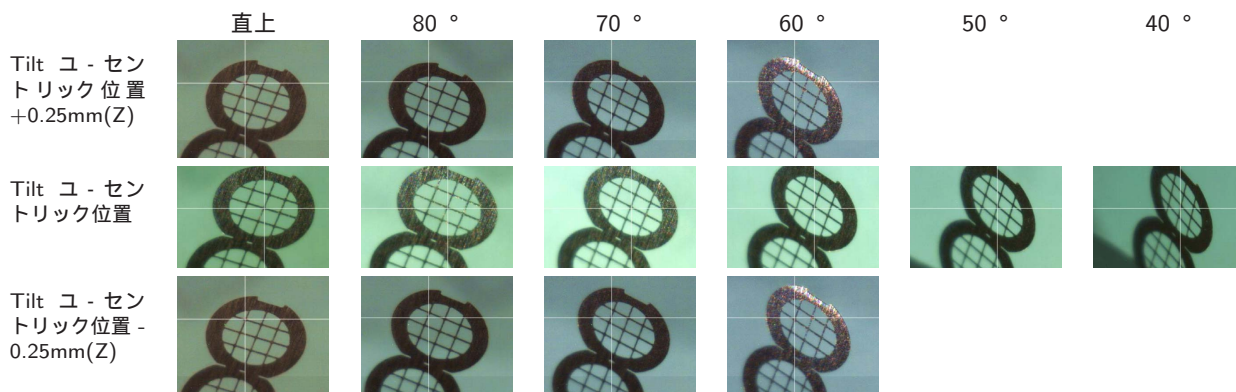
微小部 XRD 測定

SmartLab の CBO + CBO-f 光学系を用いた微小部エックス線回折測定の検証 → 同光学系で得られるビ - ム径と同程度の位置精度が必須  
測定試料 ..... 透過型電子顕微鏡用のダブルメッシュ (Cu 製  $\phi=3.0\text{mm}$ 、メッシュピッチ  $500\mu\text{m}$ )  
適切な位置に測定試料を配置 ..... 試料ステ - ジの移動量に応じた回折線の強度が変化から試料高さの妥当性を評価

ユ - セントリック位置の調整



試料の Z 軸を  $-1.00\text{mm}$  から  $+1.00\text{mm}$  まで変化させた場合の CCD 視野像  
(CCD カメラの被写界深度が深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)

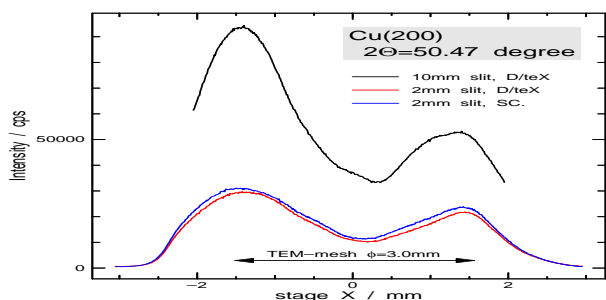


FIB の Z 軸調整の調整手順に基づいて、分析視野の位置調整を行った場合の CCD 像  
(CCD カメラが Tilt 軸上に配置されていない → Tilt 軸の移動とともに縦方向に CCD 像は移動する事は避けられない)

Z 座標が Tilt 軸の中心からわずかにずれている ..... Tilt を大きくするにしたがい、CCD 視野が横方向に移動するのを識別可能  
Z 軸が適切に調整されている ..... 上図の中段のように、Tilt 軸を変えても左右への CCD 像の移動が見られない

CCD 像の移動の有無を確認することで、試料の Z 軸を調整可能

微小部 XRD 測定



TEM メッシュの微小部 X 線回折測定から得られた Cu(200) の強度変化

微小部エックス線回折測定の実証試験

試料ステ - ジの位置  
⇔ Cu(200) 回折線 ( $2\theta=50.4 \text{ deg.}$ ) の強度変化  
回折線の強度変化  
... Cu メッシュの直径 3.0mm の外周部に対応する位置で極大

ピンホ - ルコリメ - タ (ビ - ム径  $100\mu\text{m}$ ) を用いた場合  
... X 線強度が極端に低下  
... 現時点では回折線の強度変化による検証が実施できていない

技術企画部・技術支援室 山下 満