

# 微量元素の蛍光X線マッピング精度向上に関する研究

福岡 修<sup>1</sup>, 杉山 信之<sup>1</sup>, 榎原 啓介<sup>1</sup>

<sup>1</sup> あいち産業科学技術総合センター

## 1. 概要

X線の集光レンズであるポリキャピラリを用いた際に、封入管式のX線源を用いたラボ機とシンクロトロン光でどの程度マッピングの精度の差ができるかを調査した。さらに、シンクロトロン光の単色化するエネルギーの最適化を行い、特定の元素に対してさらにマッピングの精度が向上するかどうかについて調査を行った。

## 2. 背景と研究目的

近年X線の全反射を利用した集光レンズであるポリキャピラリが開発され、数十 $\mu\text{m}$ の空間分解能を持ったマッピング像を得ることが可能となった。ラボ機でも応用される例が多くなり、微小部の分析が簡易的にできるようになった。ただし、ラボ機のX線源は従来からの封入管式のものを用いており、X線の輝度はさほど変わらず、従って検出下限は微量元素に対応できていないため、精細なマッピングは得られにくい。一方、シンクロトロン光を用いた元素分析は、エネルギー帯は限定的であるが線源が高輝度のため検出下限が低く、さらに光を単色化するため特定の元素に対して励起効率の高い状態で分析を行うことができる。

本研究では、現状のラボ機とシンクロトロン光を用いたマッピング分析の精度の違いを調査し、さらにシンクロトロン光にて単色化したエネルギーの最適化を行ったときに、どの程度マッピングの精度が向上するかについて調査を行った。

## 3. 実験内容

本研究にてマッピング分析を行う対象物として、「あ」の文字のマスクに対してスパッタ蒸着した膜を作製した。マスクは厚紙をレーザーカットして作製し、蒸着源はWとし、基板はSiウェハを用いた。また、各成膜時間を設け作製し、X線反射率測定にて膜厚を確認し、成膜レートを算出した。

今回マッピング分析を行うために、ラボ機としてはブルカー製のM4 TORNADO PLUSを用い、シンクロトロン光はBL5S1のビームラインを利用した。表1に仕様の比較表を示す。検出器は同じSDDを用いているがシンクロトロンではハッチが広いいため、大面積のものを整備できている。一方、ラボ機では測定室が小さい分真空にしやすく、本研究で用いたラボ機では試料導入から5分程度で真空引きが完了し、測定ができる仕様となっている。

最後に、シンクロトロン光を用いて励起エネルギーを最適化するために、試料の蛍光XAFS測定を予め行った。得られたXAFSスペクトルから励起効率の高いエネルギーを選択し、マッピング分析を行った。

表1 ラボ機 (M4 TORNADO PLUS) とシンクロトロン (ビームライン BL5S1) の仕様

	ラボ機	シンクロトロン
光源 (エネルギー)	白色 (Rh 光源)	(分光器を用いて) 単色
光源 (輝度)	不明	$1 \times 10^{10} \sim 10^{11}$ photons/sec
検出器	SDD 120mm2	SDD 350mm2
測定雰囲気	真空 (200Pa)	大気
ポリキャピラリ使用時のビーム径	20 $\mu\text{m}$ (Mo 測定時)	20 $\mu\text{m}$ (公称)

#### 4. 結果および考察

Fig.1 に W 膜の点分析を行った際に得られた蛍光 X 線スペクトル (W  $L\alpha$  線) を示す。ラボ機では管電圧 30kV、管電流  $400\mu A$  の条件、シンクロトロンでは 10247eV のエネルギーで積算時間 100s にて分析を行った。成膜時間 5min ではどちらも SN 良くスペクトルが得られたが、両者を比較した際、おおよそ 40 倍程度の強度比があることが分かった。さらに、成膜時間 3s で作製した膜については、ラボ機ではスペクトルが確認できなかつたのに対し、シンクロトロンでは SN のとれた状態でスペクトルを確認することができた。次に、マッピング分析を行った結果を Fig.2 に示す。マッピングは 2mm 角の「あ」の文字に対して  $30\mu m$  ステップにて各ピクセル 1s 積算にて分析を行った。成膜時間 1min については両者文字がはっきりと確認できた。一方、成膜時間 10s についてはラボ機では文字を視認することができなかつたのに対し、シンクロトロンでは文字を確認することができた。さらに、同一サンプルを用いて、マッピング精度の向上を図り W 膜の蛍光 XAFS 測定で得られたスペクトルから、ホワイトラインの位置にあたるエネルギー 10206.5eV の光を照射して同じく分析を行ったところ、10247eV の条件よりも SN の良いマッピング像を得ることができた。

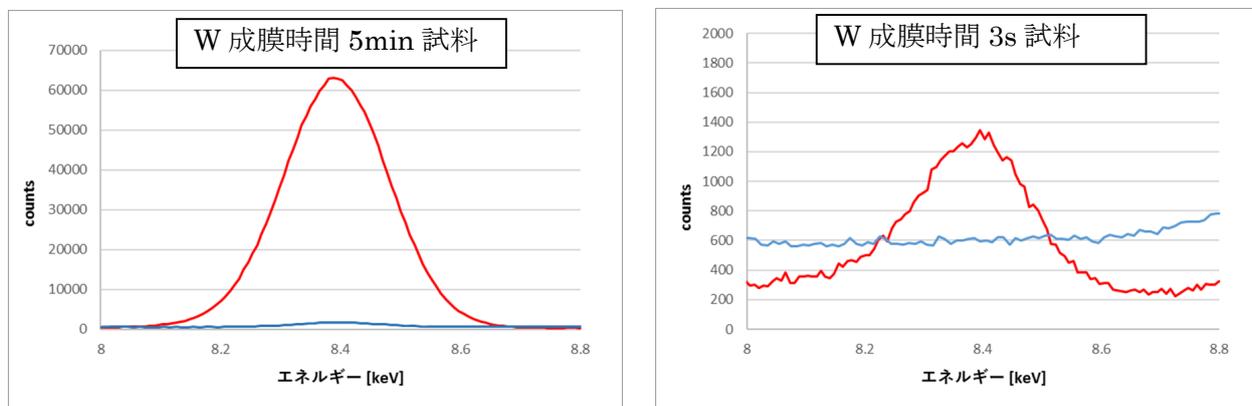


Fig.1 各成膜時間の試料で得られた W  $L\alpha$  線スペクトル (—ラボ機、—シンクロトロン)

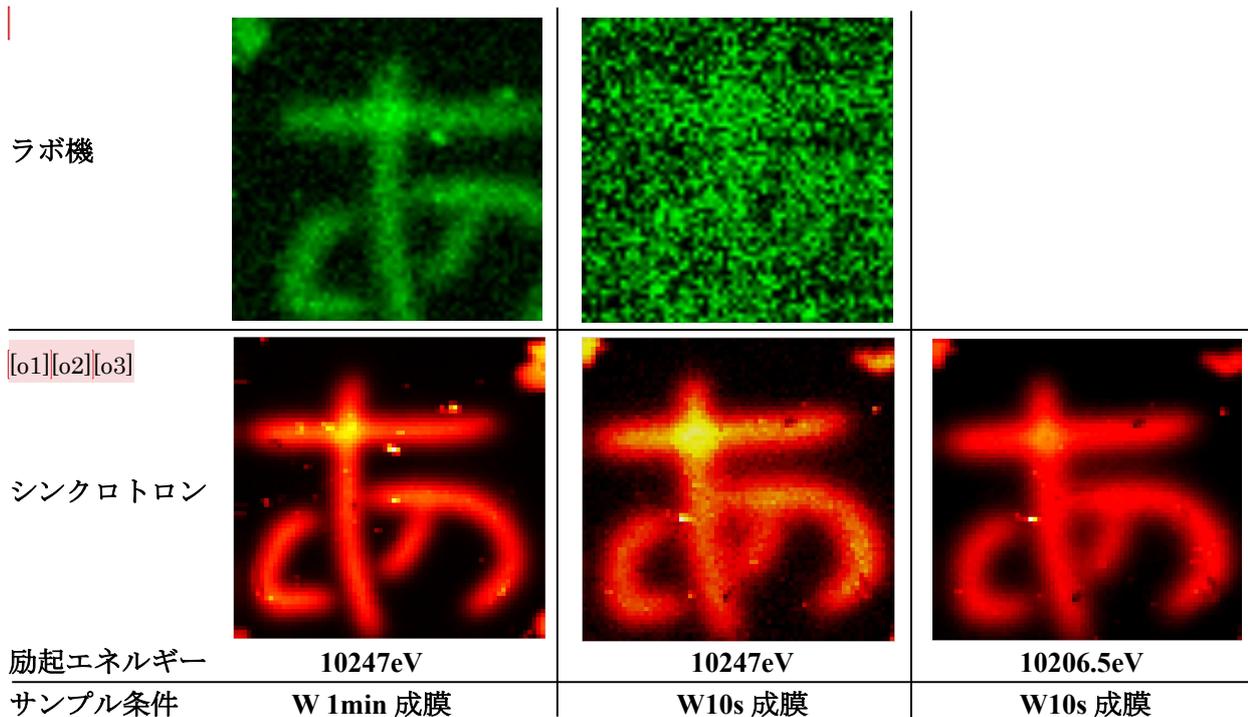


Fig.2 各条件で得られた W  $L\alpha$  線のマッピング像

## 5. 今後の課題

本研究にて単色化したシンクロトロン光の励起エネルギーを最適化することで、マッピングのSNを向上させることができたが、白色光を用いたラボ機でも同様な励起エネルギーの最適化ができないか検討を行う予定である。

