

微量元素の蛍光X線マッピング精度向上に関する研究

あいち産業科学技術総合センター
 福岡 修, 杉山 信之, 榎原 啓介

緒言

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 μm 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tron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tron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tron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。

実験内容

①マッピング分析用試料の作製





スパッタ装置 (サンユー電子製SC-701)

レーザーカッターで作製した紙製マスク

蒸着後の写真

- ・Siウェハーパー上にWを蒸着
- ・成膜時間は3s~5min
- ・X線反射率測定で膜厚を確認

②ラボ機とシンクロtronを利用してマッピング分析

	ラボ機 ブルカー製M4 TORNADO PLUS	シンクロtron ビームラインBL5S1
写真		
光源(フラックス)	白色 (Rh光源)	(分光器を用いて)単色化
光源(輝度)	不明	$1 \times 10^{10} \sim 10^{11}$ photons/sec
検出器	SDD 120mm ²	SDD 350mm ²
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 μm (Mo測定時)	20 μm (公称)
測定条件	管電圧: 30kV、管電流400 μA マッピングステップ: 30 μm 1ステップ1s積算	励起エネルギー: 条件振り マッピングステップ: 30 μm 1ステップ1s積算

結果と考察

①点分析の比較

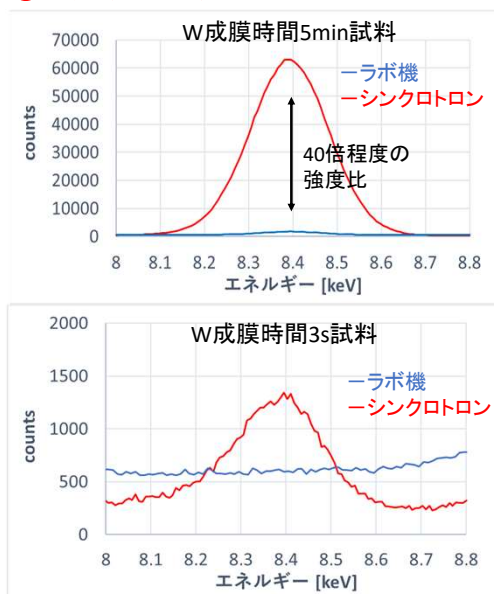


Fig.1 各成膜時間の試料で得られたW L α 線スペクトル

②マッピング分析の比較(励起エネルギーの最適化含む)

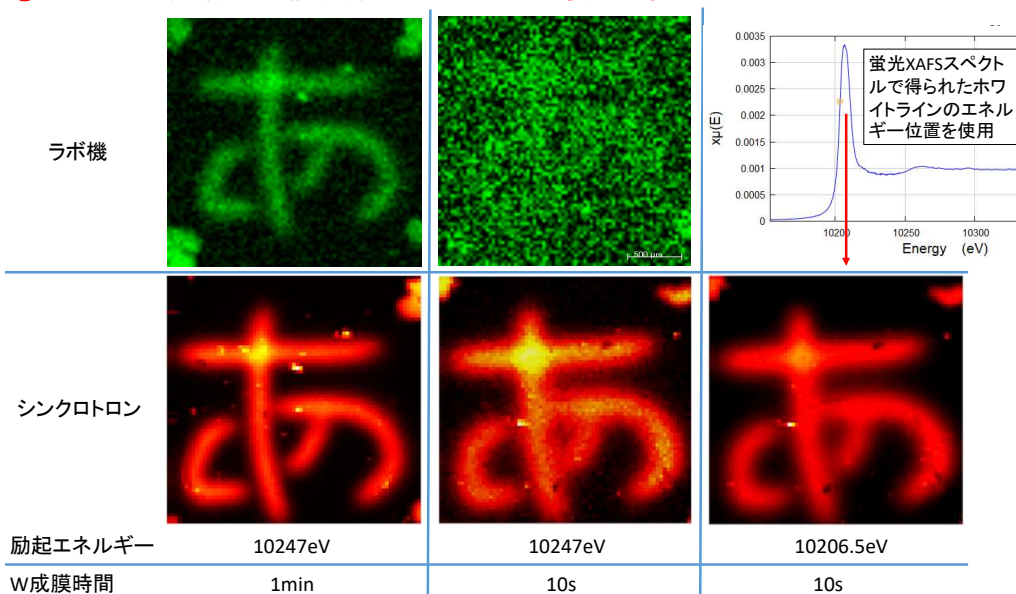


Fig.2 各条件で得られたW L α 線のマッピング像

結論

- ・点分析の結果、シンクロtron光を用いた蛍光X線の検出感度としてはラボ機に対して数十倍程度であることが分かった。
- ・マッピング分析の結果、ラボ機ではノイズに埋もれた像がシンクロtronでは明瞭に確認することができた。
- ・蛍光XAFSスペクトルで得られたホワイトラインのエネルギー位置で励起することにより、さらに明瞭なマッピング像が得られた。