

SEM/STEM における波長分散型 X 線分光分析とマッピング

物質・材料研究機構量子ドットセンター 田中美代子

物質・材料研究機構ナノ計測センター 竹口雅樹

物質・材料研究機構国際ナノテクノロジーネットワーク拠点 古屋一夫

SEM に透過電子検出器及び波長分散型の X 線分光装置(WDS)を装着し、薄膜試料の局所分析とマッピングを行った。エネルギー分解能・軽元素分析能の高い WDS であるが、装置が大きくまた振動・ノイズを発生するため、これまで(S)TEM での応用例は少なく、特にマッピング例はなかった。本研究では、マルチキャピラリ X 線レンズと平板結晶を組み合わせた、コンパクトな単純 $\theta-2\theta$ スキャン機構を用いることでこれを達成した。

Fig. 1 は、h-BN TEM 試料から得られた B-K の X 線スペクトルである。エネルギー分解能は半値幅(図中矢印)で 5.8 eV であり、湾曲結晶に近い値が得られている。また検出感度は 1800 pm と計算された⁽¹⁾。Fig. 2 は、Si 薄膜試料上にスパッタ蒸着した Mo 粒子の明視野 STEM 像とその X 線スペクトルである。Mo 粒子(矢印)のサイズは直径 8-40 nm であり強度は弱い、Mo-L _{α} (2293 eV) のピークは明確に検出された。

Fig. 3 は、Si と W を貼り合わせ金薄に固定して薄片化した試料の SEM/STEM 像および X 線マッピング像である。各々 W-M _{α} (1775 eV), Si-K _{α} (1740 eV), Au-M _{α} (2123 eV) で 64 × 64 ピクセルで測定を行った。W と Si が明瞭に区別されており、また薄膜部分からも信号が得られている。約 1 μm の空間分解能が実現できた⁽²⁾。

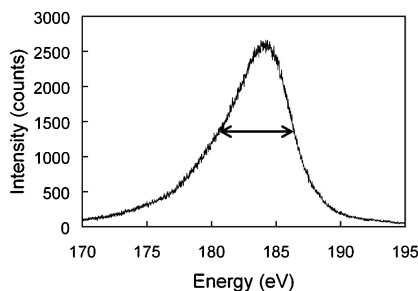


Fig. 1 h-BN TEM 試料から得られた B-K X 線スペクトル。

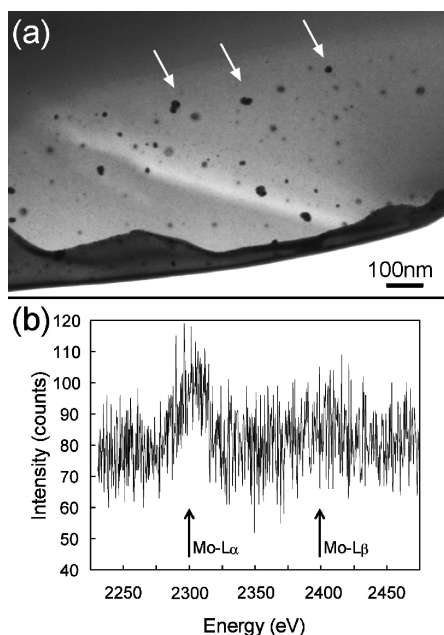


Fig. 2 (a) Si TEM 薄膜上 Mo ナノ粒子と (b) その X 線スペクトル。

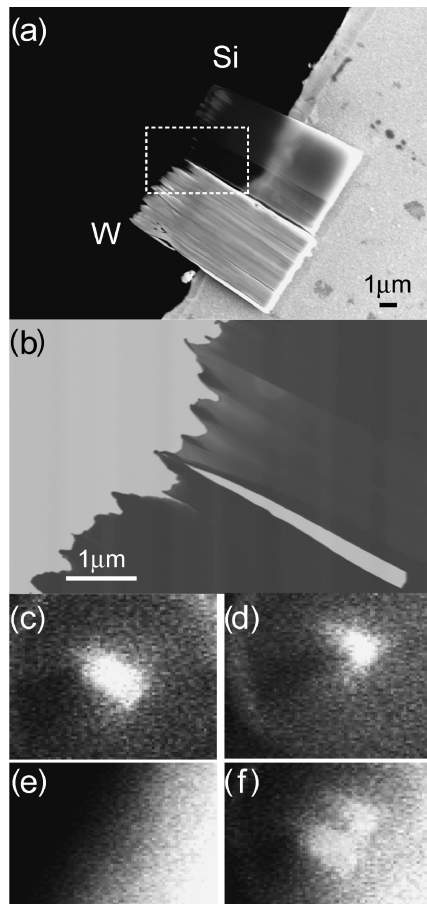


Fig. 3 Si/W 薄膜試料の像および元素マッピング像。(a) SEM 像, (b) 明視野 STEM 像((a)の点線領域), (c)-(f) W, Si, Au, 及びその重ね合わせ像((a)と同視野)。

文 献

- (1) M. Tanaka, M. Takeguchi and K. Furuya: Surf. Interface Anal., **40**(2008), 1684.
- (2) M. Tanaka, M. Takeguchi and K. Furuya: Ultramicroscopy, **108**(2008), 1427.

(2009年7月27日受理)

Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy and Mapping for SEM/STEM; Miyoko Tanaka, Masaki Takeguchi, Kazuo Furuya (National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: wavelength dispersive X-ray spectroscopy(WDS), scanning transmission electron microscopy(STEM), light element analysis, elemental mapping

TEM specimen preparation: Powder on the Cu microgrid/Ar ion milling(GATAN PIPS)/FIB(JEM-9310FIB)

Analyzing crystals: PbST/ADP

S(T)EM utilized: JEM-7000F with a BF detector (15-30 kV)