

電子顕微鏡用 TES デバイス開発とその応用 (招待講演)

田中啓一^{1a}、林佑²、前久景星²、村松はるか²、山崎典子²、満田和久²、原徹³

Development of TES device for electron microscope and application of STEM-TES (Invited)

Keiichi TANAKA^{1a}), Tasuku HAYASHI², Keisei MAEHISA², Haruka MURAMATSU²,
Noriko Y. YAMASAKI², Kazuhisa MITSUDA², Toru HARA³

^{1a}) 株式会社日立ハイテクサイエンス

Core Technology Development Division, Hitachi High-Tech Science Corp., 36-1, Takenoshita, Oyama-cho, Suntogun, Shizuoka 410-1393, Japan

² 宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所

Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency, 3-1-1 Yoshinodai, Sagami-hara, Kanagawa 252-5210, Japan

³ 物質・材料研究機構

National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305-0047, Japan

^a) E-mail: keiichi.tanaka.sf@hitachi-hightech.com

従来の半導体 X 線検出器より 1 桁以上エネルギー分解能が高い電子顕微鏡に搭載する X 線分析システムを実現するため、キーパーツである TES デバイス開発を進めている。特に TES デバイスの良品・不良品を判断するための基準が必要であり、電子顕微鏡を利用したデバイスの不良解析が特に重要である。今回はこの不良解析に関する研究内容と、NIMS で構築中である走査透過電子顕微鏡 (STEM) に搭載した TES システムを用いたアプリケーションについて報告する。

キーワード 電子顕微鏡, X 線分析, 断面観察, 微小・微量

1. はじめに

Transition Edge Sensor (TES)型 X 線検出器は、高エネルギー分解能を有するエネルギー分散型の X 線検出器である。エネルギー分散型のメリットは広エネルギー帯の X 線を同時に取得するため、分析対象を構成する全元素情報を把握できる点である。X 線検出器のエネルギー分解能が向上すると、メインピークとマイナーピークの弁別が明瞭に出来るため従来の半導体検出器では取得困難であった微量の元素情報の取得が可能となる。TES 型 X 線検出器のキーパーツは“TES デバイス”であり、JAXA では一連の TES プロセスを行うことが可能である。TES デバイスの評価は、超伝導転移温度 (Tc) や超伝導転移温度幅 (ΔT) の低温評価によって行われる。しかし TES デバイスの良・不良を判断するにあたり、都度低温評価を実施することは時間的にも大変であり、低温評価前に室温でプレ評価する仕組みが必要である。我々は事前評価として電子顕微鏡 (S/TEM, SEM) を用いた評価を開始したので、その結果について報告する。また NIMS に設置された STEM-TES システムを用いたアプリケーションデータにより、TES 分析の優位性についても報告する。

観察で用いた TES デバイス (温度計:(Au(90nm)/Ti(40nm)) は同一ロットで作製しているが設計通りの転移温度が得られた素子(200 mK 前後)、及びイレギュラーな転移温度が得られた素子 (400 mK) 素子とした。

2. TES デバイスの電子顕微鏡観察・分析

Scanning Electron Microscope (SEM)は低倍 (数十倍) ~ 高倍 (数十万倍) までマルチスケールで観察することが可能である。SEM 像(X5 k)で TES デバイスの表面を観察すると温度計部に比べ、吸収体表面には凹凸が多数観察された。より詳細な観察を行うため倍率を X50 k とした。温度計部表面は緻密な膜で覆われているが、吸収体部表面は突起物が見られた (場所によっては穴も観察される)。この突起サイズは数百 nm~1 μ m 程度であり、元素分析の結果は吸収体と同じ Au であった。また吸収体部表面は数十 nm~200 nm の粒子で覆われている。温度計・吸収体の表面は 200 mK, 400 mK 素子で違いは見られなかった。

次に温度計 (Au/Ti 膜厚) や Au/Ti 間の混晶具合を確認するため、吸収体下部の一部を薄片化し、Scanning/ Transmission electron Microscope (S/TEM)によって観察を

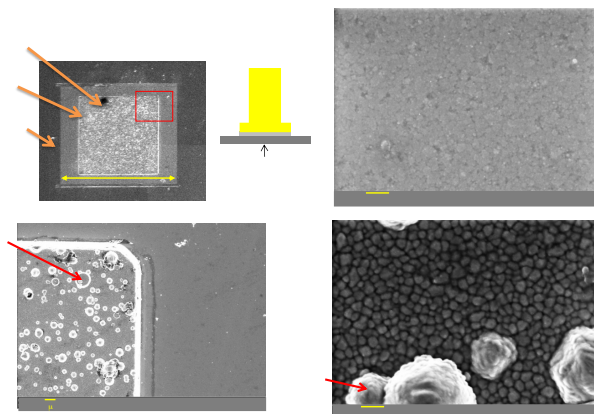


図1: TES デバイスの全体、温度計・吸収体部の SEM 像

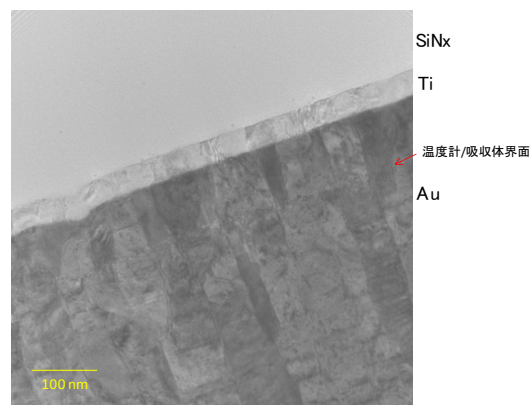
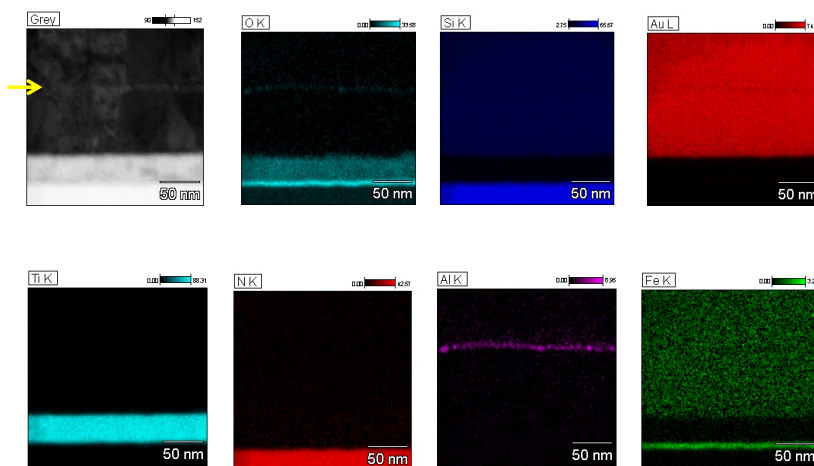


図2: メンブレン(SiNx)、温度計、吸収体の TEM 像



Au(吸収体/Au(温度計)間: Al₂O₃、TiとSiNx間: Fe₂O₃

図3: メンブレン、温度計(Au/Ti)、吸収体 (Au) の EDS マップ像。黄色矢印が温度計と吸収体の界面。

行った。メンブレンを構成する SiNx、温度計となる Ti、及び温度計と吸収体の Au が観察された。Ti 膜厚はほぼ設計通り 40 nm 弱であった。温度計の Au と吸収体の Au の界面は連続しており、良好な結晶成長が得られている。また温度計 (Ti) と温度計 (Au) の界面も特に混晶はみられず、良好な界面であった。Au/Ti 界面の元素分析も行ったが、混晶がなかった (図3)。ただし想定外の結果として、SiNx 上に酸化鉄層、Au (温度計) と Au(吸収体) 間に酸化アルミ層が存在することが元素分析により明らかになった。酸化鉄の発生原因はまだわかっていないが、Ti 膜には存在せず SiNx 上に存在することを確認した。また酸化アルミの発生源として吸収体の Au を成膜する EB 蒸着に使われるルツボが考えられる。これらの現象は 400 mK 素子、200 mK 素子共に見られたため、転移温度が異なる原因ではない。今後は温度計のエッジ部等、引き続き調査を進めていく予定である。

3. アプリケーション

STEM-TES によりガラス粒子中の微量元素[1]や微粒子 (粒子サイズ: 20 nm 程度) 内の点分析を行い、半導体検出器で得られないスペクトル取得を実現した。

4. まとめ

TES デバイスの良否判定基準を作成するため電子顕微鏡にて観察・分析を実施した。室温の評価ツールとして電子顕微鏡は大変有効であり、今後も引き続き活用をする。

5. 文献

[1]Toshihiro Kogure, Noriko yamaguchi, Hiroyo Segawa, Hiroki Mukai, Kotone Akiyama-Hasegawa, Masanori Mitome, Toru Hara, and Tsuyoshi Yaita, "Constituent elements and their distribution in the radioactive Cd-bearing silicate glass microparticles released from Fukushima nuclear plant" Microscopy, 2016, 65, p451-459.