

マイクロカロリメータ EDS-TEM による高エネルギー分解能材料分析

物質・材料研究機構 ナノ計測センター 原 徹
 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 田中啓一
 九州大学大学院工学研究院 前畑京介
 宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究本部 満田和久 山崎典子
 日本電子株式会社 大崎光明 大田繁正

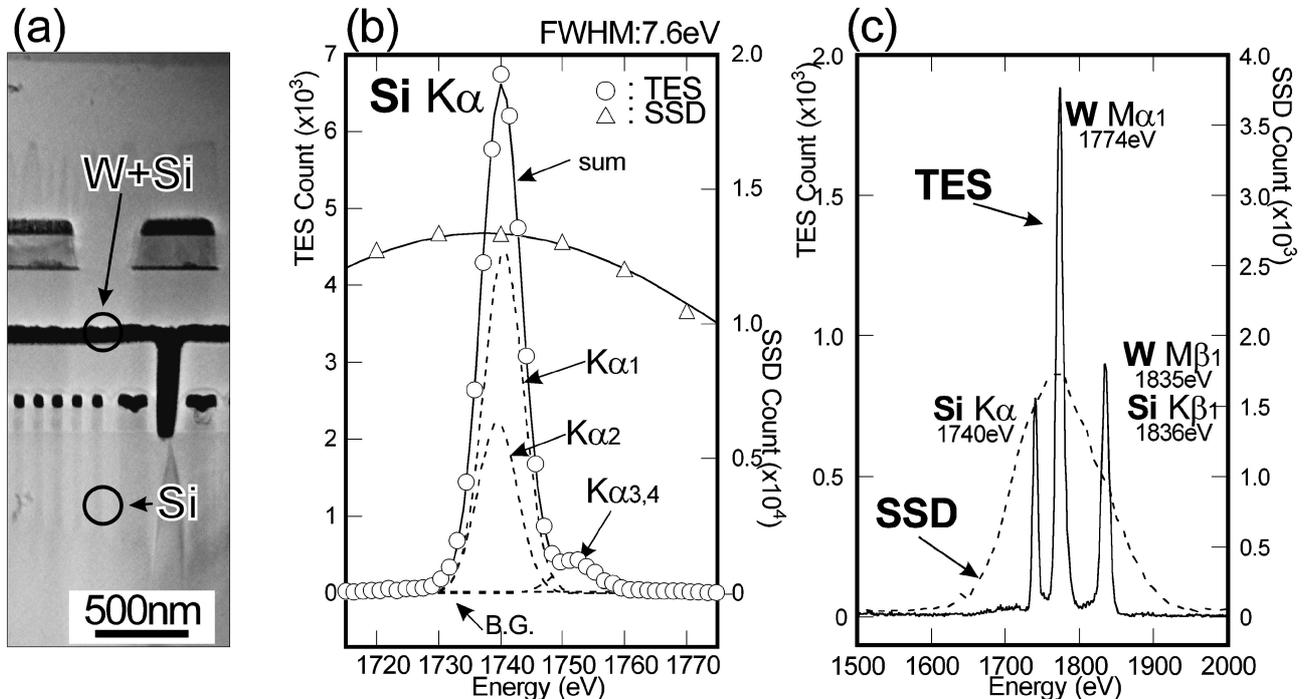


Fig. 1 (a) 測定に用いた半導体デバイス (b) 図(a)中の[Si]部分から取得したシリコンのスペクトルのKα線部分. “○”はマイクロカロリメータ, “△”はSSDによる測定結果. (c) 図(a)中の[W+Si]部分から得られたスペクトル. 実線がTES, 破線がSSDによるもの.

透過型電子顕微鏡(TEM)で高いエネルギー分解能のX線分析を実現する目的で, 超伝導遷移端センサ(TES)型マイクロカロリメータEDSによる分析システムを開発した. エネルギー分解能10 eVで0-10 keV以上の広いエネルギー範囲を一度に測定できることを目標として製作し, X線スペクトルを取得し動作を実証した.

このTES検出器⁽¹⁾は超伝導体の遷移端付近の急激な抵抗変化を温度計として利用する. エネルギー分解能は動作温度が低いほど向上するため, 100 mK程度の極低温で動作させる. 我々はTEMに搭載可能な冷凍機を製作するなどの開発によりTEMでのスペクトル取得に成功した⁽²⁾.

Figure 1は, この検出器の高いエネルギー分解能を示すものである. 試料は含有元素の種類と存在位置が既知の半導体材料である. Fig. 1(a)中の[Si]部分から得たシリコンのKα線を(b)に示す. 図中○がTES型マイクロカロリメータによる測定値, △がSi(Li)半導体検出器(SSD)によるものである. TESではSiのKα_{1,2}の他, Kα_{3,4}によるサテライトも判別で

きている. プロファイルフィッティングの結果, エネルギー分解能を表すピーク半値幅は7.6 eVであり, SSD(130 eV at MnKα)より一桁以上高い値を達成した. Fig. 1(c)は[W+Si]部分から測定したものである. SSDでは完全に重なっているシリコンとタンゲステンからのピークが, TESではほぼ完全に分離できている.

ここで示した高エネルギー分解能TES検出器によれば, SSDでは分離不可能であった多くの元素ペアが検出可能となり, 未知試料での構成元素の特定に有望となる.

文 献

- (1) D. A. Wollman, K. D. Irwin, G. C. Hilton, L. L. Dulcie, D. E. Newbury and J. M. Martinis: J. Microsc., **188**(1997), 196-223.
- (2) T. Hara, K. Tanaka, K. Maehata, K. Mitsuda, N. Y. Yamasaki, M. Ohsaki, K. Watanabe, X. Yu, T. Ito and Y. Yamanaka: J. Electron Microscopy, accepted.
(2009年7月28日受理)

Microcalorimeter-type EDS-TEM for High-energy-resolution X-ray Analysis; Toru Hara*, Keiichi Tanaka**, Keisuke Maehata***, Kazuhisa Mitsuda****, Noriko Y. Yamasaki, Mitsuaki Ohsaki*****, Shigemasa Ohta*****(*National Institute for Materials Science, Tsukuba. **SII NanoTechnology Inc. Oyama. ***Kyushu University, Applied Quantum Physics and Nuclear Engineering, Fukuoka. ****Japan Aerospace Exploration Agency, Institute of Space and Astronautical Science, Sagami-hara. *****JEOL Ltd., Tokyo)

Keywords: microcalorimeter, transition-edge-densor, EDS, energy resolution, TEM

TEM utilized: JEOL JEM-2010 (200 kV) TEM observation condition: BF and EDS