

放射線工学部会セッション

超伝導検出器の最新情報

The latest development of superconducting detector

(1) 超伝導トンネル接合放射線検出器を用いた材料分析

(1) Material analysis by superconducting tunnel junction X-ray detectors

*浮辺 雅宏¹, 志岐 成友¹, 全 伸幸¹, 藤井 剛¹, 大久保 雅隆¹, 北島 義典²¹産業技術総合研究所, ²高エネルギー加速器研究機構

1. はじめに

超伝導トンネル接合(STJ)X線検出器は、非常に薄い(~1nm)絶縁物からなるトンネル層を2枚の超伝導層で挟んだ構造を持つデバイスである。我々は、絶縁層としてアルミニウム酸化膜(AiOx)、超伝導層としてアルミニウム・ニオブ(Nb/Al)の多層膜を用いている。超伝導体は、バンドギャップがミリ eV オーダーで、半導体のバンドギャップ (eV オーダー) に比べ極めて小さいため、超伝導体を検出媒体として用いる STJ X線検出器は、理論的には半導体検出器に比べ 20~30 倍という非常に高いエネルギー分解能が期待できる。事実、当グループでは 4.1 eV@400 eV という半導体検出器の 10 倍以上のエネルギー分解能を実現している。しかし STJ は、その高エネルギー分解能の維持のため、単一素子では高々 100 μm 角程度の有感面積しか得る事が出来ず、その実用化に際し障害となっていたため、アレイ化による有感面積の拡大が試みられてきた。当グループでは、これまでに世界最大規模の 512 素子 Nb/Al STJ アレイ X線検出器を開発し、~5mm²の有感面積を実現した。

一方、近年研究が進められている次世代機能性材料 (GaN、SiC 等の省エネルギー半導体や軽量合金、耐熱鋼等の構造材料等) の性能向上には、材料中のホウ素(B)、炭素(C)、酸素(O)、窒素(N)等の軽元素ドーパント周辺の原子スケールの局所構造や、軽元素ドーパント自体の材料中での偏在状況をナノスケールで詳細に分析する必要がある。一般的にそのような目的には、励起されたドーパントからの蛍光 X線を利用するが、軽元素の場合、放出される蛍光 X線は、ほぼそのエネルギーが 1keV 以下の軟 X線となり、既存のシリコンドリフト検出器 (SDD) ではエネルギー分解能の点で、結晶分光器を用いる波長分散分光法では検出感度の点で不十分なため、これまで軽元素ドーパントについて十分な知見を得ることが出来なかった。そこで、SDD に対して約 10 倍のエネルギー分解能と、結晶分光器に対して数百倍の検出効率を同時に実現する STJ アレイ X線検出器を活用し、軽元素ドーパントについての未活用情報取得を可能とするため、当グループでは 100 素子からなる STJ アレイ X線検出器 (有感面積: 1mm²) を用いて、以下の 2 種類の先端計測機器を整備した。

- 1) 超伝導蛍光収量 X線吸収微細構造分析装置(SC-XAFS)
- 2) 超伝導蛍光 X線検出器付走査型電子顕微鏡(SC-SEM)

両装置は文部科学省「ナノテクノロジープラットフォーム」(<http://nanonet.mext.go.jp/>)のもと既に共用装置として公開され、実材料の分析に使用されている。次章では、これら各先端計測機器の概要及び測定例について説明する。

2. STJ アレイ X線検出器を用いた先端計測機器

2-1. 超伝導蛍光収量 X線吸収微細構造分析装置(SC-XAFS)

本分析装置では、材料中の対象元素周辺の原子スケールの局所構造を調べるため蛍光収量 X線吸収微細構造分析(FY-XAFS)を行う。FY-XAFS では、対象元素からの蛍光 X線の発生量増大のため、試料に照射する X線を高強度にする必要があるため、一般的に放射光施設において行われる。本装置も、高エネルギー加速器研究機構・放射光科学研究施設 (KEK・PF) のビームライン (BL) に接続して使用される。(図.1)。現在使用できるビームラインは BL-11A, BL-11B, BL-16A で、70 - 5000 eV の範囲が測定できる。これま

で、SC-XAFSにより n-SiC の N ドーパント ($4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) の X 線吸収端近傍構造 (XANES) 測定に世界で初めて成功した。500 度で N をイオン注入した 4H-SiC 基板とその後熱処理した基板で実際に得られた XANES スペクトル (図.2) と原子構造を元に第 1 原理計算により得られるスペクトルを比較することにより、SiC へのドーピングでは、イオン注入直後から殆どの N が C サイトを置換していることが判明し、アニールにより N の格子位置置換が進むのではなく、アニールによる n-SiC

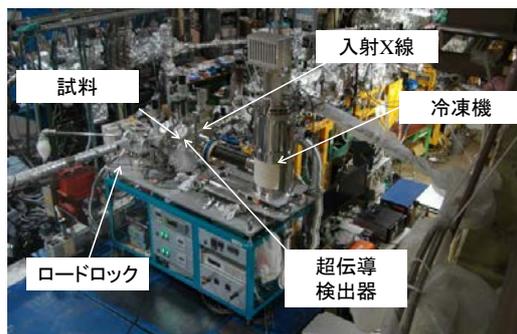


図.1 SC-XAFS 全体写真

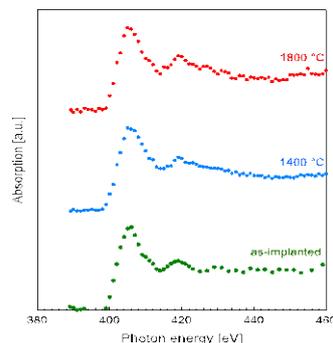


図.2 n-SiC 中の N の XANES スペクトル

の活性化は、むしろ欠陥回復が原因であることを示唆することとなった。

2-2. 超伝導蛍光 X 線検出器付走査型電子顕微鏡(SC-SEM)

本分析装置は、SDD 等の半導体検出器の代わりに STJ アレイ X 線検出器を用いた SEM-EDS 装置 (図.3) であり、材料中の微量元素の偏在状況を将来的にはナノスケールで分析するため開発した。ナノスケールの元素マッピングの為には、電子ビームの加速電圧を 1 keV 以下とし、蛍光 X 線の発生領域をナノスケールとする必要があるが、そのような条件下では、発生する蛍光 X 線のエネルギーも軟 X 線となるため、STJ アレイ X 線検出器の高エネルギー分解能が、元素同定に必要な蛍光 X 線弁別の実現には必須である。本装置の SEM は FE-SEM であり、加速電圧は 0.6 ~ 30keV、一般的な条件での解像度は 10nm 程度である。これまでに本分析装置で得られたデータを以下に示す。BN パウダーで得られた蛍光 X 線スペクトルを示す。(図.4) 本スペクトルでは B, C, N, O ピークが明瞭に分かれていることが分かる。次に、耐熱合金中に存在する粒子状析出物 (Inclusion) から得られた蛍光 X 線スペクトル (図.5) を示す。本スペクトルから半導体検出器では分離できない Cr と O の蛍光 X 線が分離出来ていることが分かる。また各 Inclusion で得られる各蛍光 X 線ピークの強度変化から、その中に存在する N, O の量が一定ではない事も分かった。



図.3 SC-SEM 全体写真

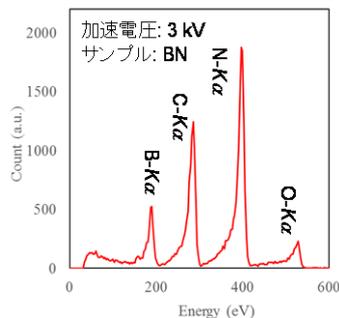


図.4 BN の蛍光 X 線スペクトル

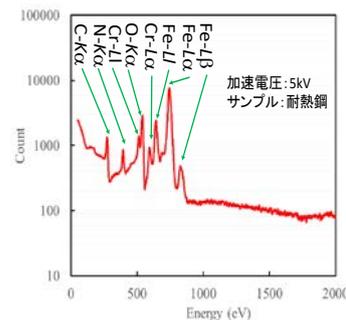


図.5 耐熱鋼の蛍光 X 線スペクトル

3. 今後の展開

今後は、STJ アレイ X 線検出器の更なる有感面積の拡大、エネルギー分解能の向上のため、アレイ数の増大及び、STJ 素子の層構造の改良に取り組み、SC-XAFS、SC-SEM の性能を向上させ、より多くの未活用情報の取得を可能にしたい。更に、SC-XAFS、SC-SEM に加えて現在構築を進めている、超伝導蛍光 X 線検出器付き粒子線励起 X 線分析装置 (SC-PIXE) を完成させ、微量軽元素の高感度分析を実現したい。

*Masahiro Ukibe¹, Shigetomo Shiki¹, Nobuyuki Zen¹, Go Fujii¹, Masataka Ohkubo¹, and Yoshinori Kitajima²

¹AIST, ²KEK.