

超伝導検出器を用いた 軟 X 線領域の X 線吸収スペクトル測定

SATテクノロジー・ショーケース2013

■ はじめに

X線吸収分光法は特定の元素の価数や結合状態を調べる手法である。X線構造解析が苦手とするような結晶構造が乱れている系にも適用できるので、化合物半導体や触媒・磁性体など、様々な材料の分析に必要とされている。特に、3keV以下の軟X線領域は、あらゆる元素の吸収端があるため重要であるが、母材中の微量元素からの特性X線を分離して捉えることが困難であった。

X線検出器に超伝導検出器を用いることにより、既存の装置では分析が不可能であった、軽元素や遷移金属をドーピングした材料のX線吸収スペクトルの計測を実現した。これにより、パワーエレクトロニクス用半導体や触媒などグリーンエレクトロニクスデバイスのナノ微細構造解析が可能となり、次世代デバイス開発を加速できると期待される。

■ 研究内容

1. 超伝導検出器を備えたX線吸収分光装置

軟X線領域で高いエネルギー分解能(元素選択性)と高感度を同時に実現するため、100画素の軟X線用超伝導検出器を搭載したX線吸収分光ステーションを開発し、高エネルギー加速器機構フotonファクトリー(KEK-PF)で運用している。

超伝導検出器は液体ヘリウムフリーの機械式冷凍機を用いて自動的に300mKに冷却される。検出器の有感面積は1mm²で超伝導検出器を備えた分析機器として世界最大規模である。検出器は試料までおよそ20mmの距離に設置できるため高い感度が得られる。エネルギー分解能は最良の素子で10eV、平均14eV(全半値幅)で、軽元素の

K線を完全に分離して微量成分を検出できる(図1)。

2. 微量軽元素の分析例

一例として化合物半導体SiCに窒素をドーピングした試料の窒素吸収端スペクトルを紹介する。SiCはワイドギャップの化合物半導体で、パワーエレクトロニクス材料として最も実用化に近い。SiCに窒素をドーピングするとn型半導体となるが、イオン注入では活性化率が低く、窒素がSiとCのどちらのサイトに入っているかが問題となっていた。窒素吸収端スペクトルの測定は、主成分である炭素の蛍光X線が強いため、従来は不可能と考えられていた。

我々は超伝導検出器を用いることによりC-K α とN-K α を分離して捉え(図1)、C-K α のバックグラウンドを除いた窒素吸収端スペクトルを初めて測定した(図2)。吸収端スペクトルと第一原理計算(FEFF)の結果を比較すると、窒素は注入時からCサイトに入っていると考えられる¹。

■ 関連情報等(特許関係、施設)

本研究で開発した装置は産総研微細構造解析プラットフォーム^{2,3}で公開されており、KEK-PFのBL-11AおよびBL-16Aで運用されている。

1. M. Ohkubo *et. al*, *Sci. Rep.* 2, 831 (2012).

2. <https://nanonet.go.jp/> ナノテクノロジープラットフォーム

3. <http://unit.aist.go.jp/riif/ja/nanotech/> 産業技術総合研究所 微細構造解析プラットフォーム (AIST-PF)

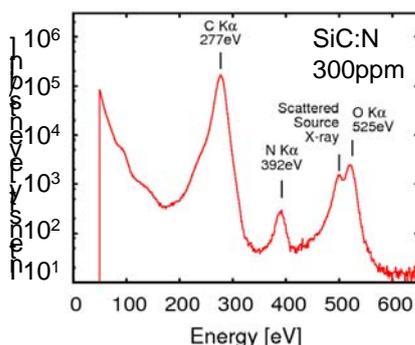


図1. 超伝導検出器を用いて測定した蛍光 X 線スペクトル。

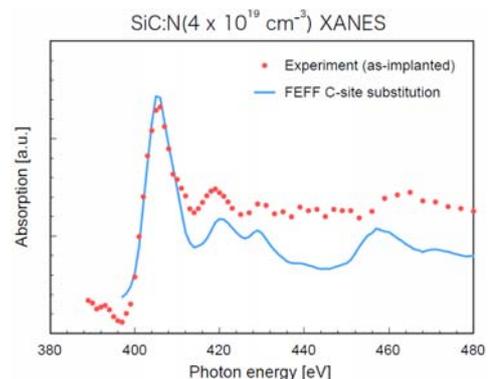


図2. 微量軽元素の吸収端スペクトルの測定例。

代表発表者 志岐 成友 (しき しげとも)
所属 (独)産業技術総合研究所
計測フロンティア研究部門

問合せ先 〒305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-1
TEL: 029-861-3414 FAX: 029-861-5881
s-shiki@aist.go.jp

■キーワード: (1) X線吸収分光法
(2) 超伝導検出器
(3) 微量軽元素