

技術紹介

走査透過型電子顕微鏡搭載用の小型無冷媒希釈冷凍機

A Compact Dry ^3He - ^4He Dilution Refrigerator for Scanning Transmission Electron Microscope伊藤 琢 司*
ITO Takuji山中 良 浩*
YAMANAKA Yoshihiro

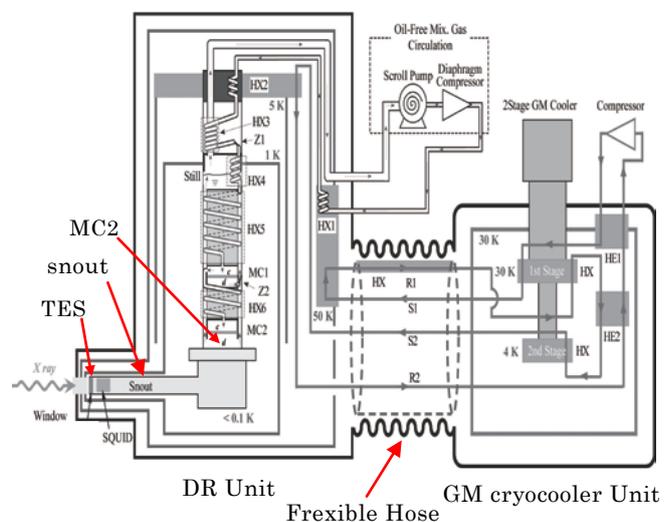
1. はじめに

超伝導遷移端温度計(TES: Transition Edge Sensor) は微細なエネルギー量を測定できるマイクロカロリメータであり X 線の検出器として有用である。TES は 100mK の極低温で使用することで高いエネルギー分解能と高い検出効率を両立できるため、新たな X 線分光分析器への応用が期待されている。その例として TES と電子顕微鏡を組み合わせ、ナノ領域での X 線分光分析を行うシステムがあり、材料開発分野他でニーズがある。希釈冷凍機(DR: dilution refrigerator) は 100mK 以下の温度域を生成できるため TES の冷却手段に適している。当社は TES と電子顕微鏡を組み合わせた X 線分光分析システムを対象に DR の開発を行ってきた。このシステムでは電子顕微鏡に DR を搭載することが必須条件であり、開発する上での重要な点は DR の小型化と低振動・低騒音化である。2005 年に分離冷媒型希釈冷凍機(s-DR: s-Dilution[®])、2008 年には冷却に液体ヘリウムを必要としない無冷媒分離型希釈冷凍機(S-e-DR: Split-e-Dilution[®])のプロトタイプを製作し TES が安定動作したことを確認している¹⁾。今回 S-e-DR をプロトタイプよりさらに小型かつ低重心に改良し、それを走査透過型電子顕微鏡(STEM :Scanning Transmission Electron Microscope)へ搭載し新たに TES-STEM 分析システムを構築したので紹介する。

2. 構造

S-e-DR は機械式冷凍機(GM: Gifford McMahon cryocooler)を用いた無冷媒希釈冷凍機である。S-e-DR の特徴は振動源である GM 冷凍機を DR 本体から分離することで TES と電子顕微鏡の性能に悪影響を及ぼす振動を低減している事である。図1に S-e-DR のシステムフローを示す²⁾。構造は DR 本体(DR Unit) と GM 本体(GM Cryocooler Unit)を別々の真空断熱容器に設置し、容器間はフレキシブルホース(Flexible

Hose)を介して接続している。フレキシブルホースの中にはヘリウムガスの循環ラインを設け、GM で冷却されたヘリウムガスを DR Unit の 2ヶ所の熱交換器へ循環させることで 50K と 5K の温度域を生成している。これは DR Unit の予備冷却を担っており、DR Unit の ^3He - ^4He 循環ガスはその後の凝縮、希釈冷凍法によって 100mK 以下の温度域を連続して生成する。TES をできる限り電子顕微鏡内部の X 線源に近づけるためスノウト(snout)と呼ばれる延長具を用いている。snout は先端部に TES が設置され、根元部は DR unit の最冷却部に取付けられる。効率よく TES を冷却できるように snout は熱伝導の良い無酸素銅で製作した。snout は最長で 350mm までを製作した。図 2 に今回開発した DR Unit (左)とプロトタイプ(右)の外観写真を示す。プロトタイプ(右)の DR unit の内部は室温から最冷却部まで 1 本の細長い筒状で構成されているが、今回の改良型はそれを折り返す様な構造にすることで全高を低くすることができた。さらに Flexible Hose の接続位置を低く配置することで、DR Unit の重心位置を低くした。低重心化により、荷重移動量を低減でき、DR Unit を電子顕微鏡に設置した場合の姿勢をより安定することができた。

図1. Split-e-Dilution[®]のシステムフロー²⁾

* 開発・エンジニアリング 本部 つくば研究所 超低温技術部

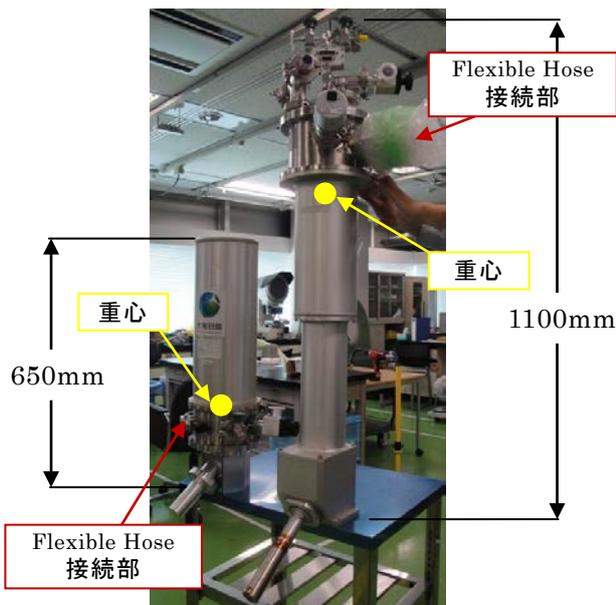


図2. DR Unit 改良型(左)とプロトタイプ(右)

3. 冷却試験

長さ160mmのsnout先端部に温度センサーと温度コントロール用のヒーターを取付け、改良型のS-e-DRで冷却試験を行った。図3に冷却試験結果を示す。snout先端部で到達温度は84mKであった。DR Unitの最冷却部である混合室(MC2)内部の温度は75mKであった。図4に100mKで温度コントロールした結果の拡大グラフを示す。温度コントロールはLakeShore製のコントローラ370型を用いP.I.D.制御でヒーター負荷をかけて行った。温度安定度は $\pm 20\mu\text{K}$ 以下であった。これらの試験結果はプロトタイプで得たTES安定動作時の評価結果と同等値であった。

4. STEM への搭載

S-e-DR を物質・材料研究機構(NIMS)が所有するSTEM に搭載した写真を図5に示す。DR Unit から電

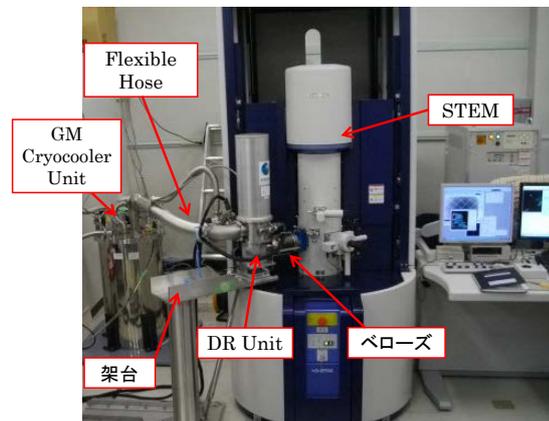


図5. Split-e-Dilution[®]をSTEMに搭載した写真

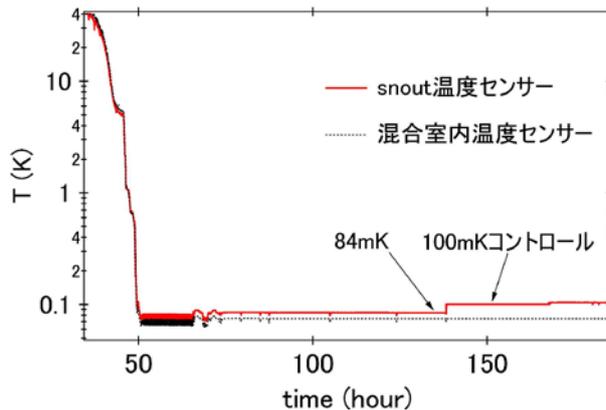


図3. 冷却試験結果

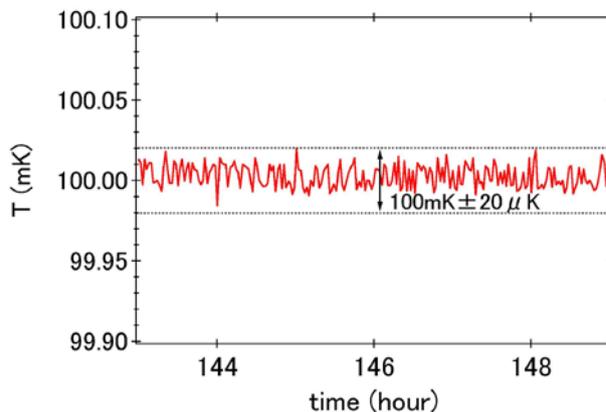


図4. snout先端部温度コントロール試験結果

子顕微鏡へ伝播する振動を極力抑えるため、DR Unit は独立した架台に設置しベローズを介して STEM と接続している。長さ 160mm の snout はベローズの内側に同軸上に伸びる構造である。

5. まとめ

小型・低重心に改良したS-e-DRを製作しTESの安定動作に必要な冷却試験結果を確認した。またS-e-DRをSTEMに搭載しTES-STEM分析システムを構築した。今後、振動・騒音の影響について、本分析システムの測定データを見ながら対応していくとともに、性能向上と実用化に向けてS-e-DRの開発を更に進める。

本開発の一部はJST先端計測分析技術・機器開発プログラム【要素技術】、【機器開発】として実施している。

参考文献

- 1) 山中良浩. 高分解能 X 線分析器用希釈冷凍機. 大陽日酸技報. 2009, 28, p. 58.
- 2) K. Maehata, N. Iyamoto, Y. Yamanaka, T. Ito, T. Hara, K. Mitsuda, N. Y. Yamasaki, K. Tanaka; Development of Compact Dry ³He-⁴He Dilution Refrigerator for Transition Edge Sensor Microcalorimeter X-ray Detector Operation on Electron Microscopes. J Supercond Nov Magn. 2014, 10.1007/s10948-014-2699-5