

## 技術紹介

## 分析電子顕微鏡用の小型希釈冷凍機

## A Compact Dilution Refrigerator for an Analytical Electron Microscope

伊藤 琢司\*  
ITO Takuji

山中 良浩\*  
YAMANAKA Yoshihiro

## 1. はじめに

先端材料開発の分野では、微量に添加した元素がどこにどのように存在するかを調べるため、ナノ領域を約 10 eV のエネルギー分解能で特性 X 線分光分析ができる分析電子顕微鏡が求められている。しかし、既存の半導体型検出器ではエネルギー分解能が約 100eV でありその要求に応えられなくなっている。

超伝導遷移端温度計 (Transition Edge Sensor, 以下 TES) は、0.1 K の極低温状態に冷却することで 10 eV 以下のエネルギー分解能を得られるため、半導体型検出器に代わる検出器として注目され実用化に向けた研究が進められている<sup>1)</sup>。

当社はいち早く TES 冷却用に低振動型の無冷媒分離型希釈冷凍機 (以下 Split-e-Dilution<sup>TM</sup>) の開発に着手し、小型化を図ることで走査透過型電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscope, 以下 STEM) へ搭載可能とした<sup>2)</sup>。その後、日本科学技術振興機構 (JST) からの委託研究として物質・材料研究機構、日立ハイテクサイエンス、宇宙航空研究開発機構、九州大学等と共に開発を進め、図 1 に示す TES-STEM 分析システムを完成させた。このシステ

ムは X 線分光で約 10 eV のエネルギー分解能と 10 nm の空間分解能を持ち、2 次元元素マッピングが可能な世界初の装置である。

STEM で使用する冷凍機は温度安定性に加え、機械的振動の影響を極限まで落とす必要がある。そのため、STEM との接続方法には工夫が必要であった。本稿では改良した接続方法と、その振動評価の結果を紹介する。

## 2. STEM との接続方法

Split-e-Dilution<sup>TM</sup> は振動源である GM 冷凍機 (GM: Gifford McMahon cryocooler) を収めた GM Cryocooler Unit と希釈冷凍機本体 (以下 DR Unit) を別の真空断熱容器に設置し各容器を Flexible Hose で繋ぐことで、TES を内蔵した DR Unit 及び STEM を振動源から遠ざける構造としている<sup>2)</sup>。

今回 DR Unit と STEM との接続方法について改良を行った。

## 2.1 接続方法についての検討経緯

初期設計では DR Unit を STEM へ直に接続する構造としていたため、DR Unit から STEM への防振対策は十分ではなかった。また STEM は防振ダンパーを介して床に設置されており宙に浮いた状態であるため、構造上 DR Unit を直に支えることは困難であった。そこで 2014 年の試作では床に固定した独立架台 (DR Unit 架台) を新たに設け、そこに DR Unit を設置した上で STEM と柔軟な金属ベローズを用いて接続した<sup>2)</sup>。しかし、装置稼働時に金属ベローズ内部を真空にすると外気圧によって軸方向に縮む負荷が掛かり、その力によって STEM が DR Unit 側に引き寄せられ傾き観察に支障が生じた。その対策として金属ベローズに加えて DR unit 架台から STEM に向かって設けた補強とゲルシートによって傾きを抑えつつ振動を和らげる構造としたが、十分な防振効果は得られていなかった。

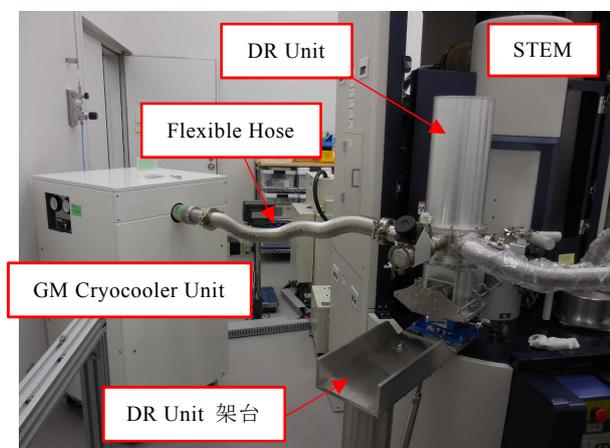


図 1 TES-STEM 分析システム

\* 開発本部 つくば研究所 超低温技術部

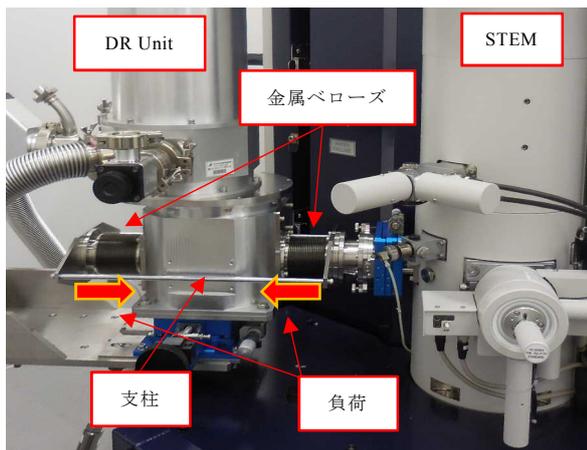


図 2 改良した接続方法

### 2.2 今回改良した接続方法

今回改良を施した DR Unit と STEM の接続方法を図 2 に示す。特徴は同じ断面積をもつ 2 つの金属ベローズを設置したことにある。1 つは従来どおり DR Unit と STEM を接続するのに用いるが、もう 1 つは DR Unit から STEM とは反対方向に設け、2 つの金属ベローズの片端フランジ同士を支柱で繋ぐ構造とした。2 つの金属ベローズの内部は同じ真空空間となっており、断面積が等しい 2 つの金属ベローズに発生する収縮負荷は等量となる。発生した負荷は片端フランジを介して支柱に働くが、等量の負荷が逆方向に働いてお互いを打ち消すこととなり、片端フランジの位置は常に一定に保たれる。これにより、金属ベローズに発生する収縮負荷は DR Unit と STEM の間には働かなくなり、両者を適切な距離に保ちながら柔軟な金属ベローズのみで接続することが可能となった。

### 3. 振動測定

今回改良した接続方法の効果を確認するため、GM Cryocooler Unit, DR Unit, STEM, 床の 4 箇所を振動測定を実施した。測定機器は昭和測器製の高精度振動計 MODEL-2403 を用いた。図 3 に Split-e-Dilution™ 稼働時の測定結果を示す。グラフは縦軸に鉛直方向の変位量、横軸に時間を示す。図中に“←”を示すグラフは上から順に 4 μm, 2 μm, -2 μm オフセットさせて表示している。最大同時測定点数が 3 箇所のため、床については他とは別タイミングで計測した結果を示す。振動源である GM Cryocooler Unit は 1 秒ごとに最大変位が ±2.8 μm の鋭いピークが見られ、その間にも多数のピークが見られた。DR Unit ではピークが見られるものの変位量は設置環境である床とほぼ等しい値まで低減している。STEM では

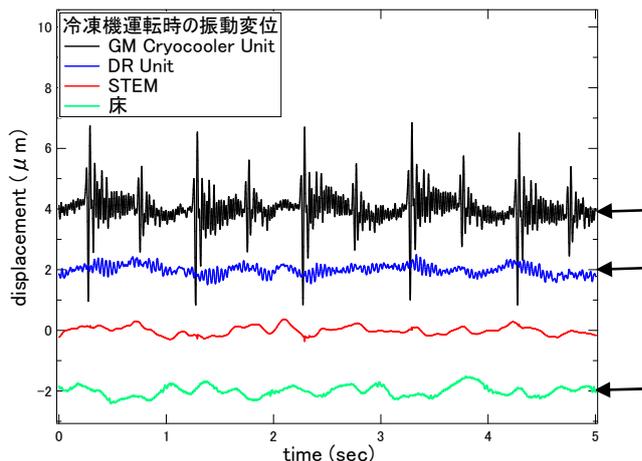


図 3 振動測定結果

鋭いピークも見られず、床とほぼ等しいレベルとなった。

### 4. まとめ

DR Unit と STEM の接続方法について改良を行い、Split-e-Dilution™ 稼働時の振動測定を行った。稼働による STEM への振動の影響は少なく、床とほぼ同じレベルまで低減することが確認できた。現在 TES-STEM 分析システムの性能評価と運用が始まり、Split-e-Dilution™ 稼働時において STEM の観察に支障が無いことを確認している。

今後、GM Cryocooler Unit から DR Unit への振動伝搬を更に低減する改良を行い、2019 年の Split-e-Dilution™ 販売開始に向けて準備を進めている。

本内容は JST 先端計測分析技術・機器開発プログラム「超伝導検出器を用いた分析電子顕微鏡の開発」の一部として実施されたものである。

#### 参考文献

- 1) Toru Hara, Keiichi Tanaka, Keisuke Maehata, Kazuhisa Mitsuda, Noriko Y. Yamasaki, Mitsuaki Ohsaki, Katsuaki Watanabe, Xiuzhen Yu, Takuji Ito and Yoshihiro Yamanaka. Microcalorimeter-type energy dispersive X-ray spectrometer for a transmission electron microscope. *Journal of Electron Microscopy*,:1-8(2009)
- 2) 伊藤琢司, 山中良浩. 走査透過型電子顕微鏡搭載用の小型希釈冷凍機. 大陽日酸技報 No.33(2014) 25-26