

# 分析型電子顕微鏡用ポリキャピラリーX線集光レンズに関する研究

高野, 彬

<https://doi.org/10.15017/1807017>

---

出版情報：九州大学, 2016, 博士（工学）, 課程博士  
バージョン：  
権利関係：全文ファイル公表済

氏 名 : 高野 彬

論 文 名 : 分析型電子顕微鏡用ポリキャピラリーX線集光レンズに関する研究

区 分 : 甲

## 論 文 内 容 の 要 旨

分析型走査透過型電子顕微鏡 (STEM) では、サブナノメートルスケールの高い空間分解能での直接観察が可能であり、同時に、電子ビームが照射された極微領域から放射される特性 X 線をエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) で観測することにより、元素組成が分析できる。一般的な X 線検出器として使用される、半導体検出器 (SSD) のエネルギー分解能 (半値全幅で 120 eV 程度) で元素組成分析の精度が制限されるため、近年、優れたエネルギー分解能を有する X 線検出器である超伝導相転移端温度計 (TES) を利用したマイクロカロリメータ (TES 検出器) が注目されている。過去に開発された TES 検出器を搭載した透過型電子顕微鏡では、半値全幅で 7.6 eV という SSD に比べて一桁以上優れたエネルギー分解能が達成されたが、計数率が 100 カウント毎秒 (cps) 程度と低いため実用的ではなく高計数率化が要求されていた。現在、5000 cps より高い計数率で、半値全幅で 10 eV より優れたエネルギー分解能を実現するために、STEM に搭載する TES 検出器 EDS システムの開発が進められている。この EDS システムでは、TES 検出器を鏡筒の外に取り付けるため、ポリキャピラリーX線集光レンズを使用して、試料から放射される X 線を TES 検出器へと集光する。しかし、専用のポリキャピラリーX線集光レンズを製作するための設計手法は確立されておらず、ポリキャピラリーX線集光レンズの X 線伝送特性を高精度で再現するシミュレーションモデルの構築が必要とされた。

本研究では、ポリキャピラリーX線集光レンズの設計手法を確立するために、始めに、ポリキャピラリーX線集光レンズの X 線伝送特性の測定法を開発し、測定結果を再現するシミュレーションモデルを構築した。次に、構築したシミュレーションモデルを用いて設計した、ポリキャピラリーX線集光レンズの X 線伝送特性を測定し、設計手法の有効性を示した。

以下に本論文の構成を示す。

第 1 章では、本研究の背景と目的について述べた。

第 2 章では、ポリキャピラリーX線集光レンズの X 線集光原理及び X 線集光特性について述べた。

第 3 章では、本研究で開発したポリキャピラリーX線集光レンズの X 線伝送特性測定法について述べた。X 線検出器に SSD を使用して、ポリキャピラリーX線集光レンズを取り付けたときと取り外したときそれぞれの場合で測定したエネルギースペクトルを比較することで、ポリキャピラリーX線集光レンズの利得をエネルギーの関数として評価した。また、SSD を入射 X 線に対して垂直な方向に動かしながら測定したエネルギースペクトルを解析し、出射側焦点に伝送される X 線の空間分布から焦点サイズを求めた。ポリキャピラリーX線集光レンズの利得測定値はエネルギーが 2.0 keV と 4.5 keV の X 線に対して 500 倍以上であり、集光サイズ測定値はエネルギーが 5 keV 以下の X 線に対して強度分布の半値全幅で 0.25 mm であった。これらの測定値は、ポリキャピラリーX線集光レンズの設計仕様値を満足しており、開発した測定法の有効性を示した。

第4章では、X線伝送特性の測定結果を再現するシミュレーションモデルの構築とポリキャピラリーX線集光レンズの設計について述べた。シミュレーションモデルでは、与えられた形状のポリキャピラリー内面で繰り返されるX線の反射と吸収それぞれの過程を計算する。計算に必要なキャピラリー壁面の強度減弱パラメータ及び個々のキャピラリーの穴径は、X線伝送特性の測定結果を再現するように調整した。構築したシミュレーションモデルを用いて、64ピクセルTES検出器の検出面積に適応した集光サイズを条件として、エネルギーが1.5 keV及び8.0 keVのX線に対して、出射側焦点における強度利得が、それぞれ600及び150となるポリキャピラリーX線集光レンズを設計した。設計に基づいて製作したポリキャピラリーX線集光レンズの利得と集光サイズが設計値と良く一致することを本研究で開発した測定法によるX線伝送特性測定で確認し、構築したシミュレーションモデルを使用した設計手法の有効性を示した。

第5章では、STEMに搭載したTES検出器EDSシステムに、第4章で述べたポリキャピラリーX線集光レンズを組み込んで実施した動作試験について述べた。動作試験では、製作したポリキャピラリーX線集光レンズを使用することで、計数率が目標値の2倍となる11500 cpsを達成した。また、200 cpsの計数率では、Si K $\alpha$ 線(1.74 keV)に対するエネルギー分解能が半値全幅で8.48 eVであったが、5000 cpsを超える計数率では、エネルギー分解能が著しく劣化することを動作実験により示し、TES検出器の構造と配置に関する改善点を明確にした。

第6章では、本論文のまとめと今後の課題、展望について述べた。