

修士論文

検出効率の飛躍的向上を目指したマッシュルーム型  
吸収体 TES 型 X 線マイクロカロリメータの開発

東京大学大学院 理学系研究科 物理学専攻  
宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所 満田研究室

永吉 賢一郎

指導教官: 満田 和久

平成 25 年 1 月



# 概要

銀河団の高温ガスや中高温銀河間物質といった広がった天体を数 100 km/s の精度で分光するためには、非分散型で数 eV のエネルギー分解能を持つ X 線マイクロカロリメータが必須である。我々が研究開発を行っている遷移端温度計 (TES; Transition edge sensor) 型マイクロカロリメータは、エネルギー分解能の向上というステージから、多素子化という次のステージへ移行している。しかし、X 線を受け止める吸収体は小さく、10 mm 角に 256 素子を並べたカロリメータアレイの受光面積は、わずか 4 mm<sup>2</sup> に留まる。これは開口率が 6 % 程度しかないことを意味しており、X 線天文衛星に搭載する検出器として充分であるとは言えない。吸収体の大型化は必須であるが、吸収体を大きくすると熱容量が大きくなり、エネルギー分解能追求の点で不利である。また、吸収体を大きくすると吸収体内部での熱拡散課程がばらつくことでパルスがばらつき、エネルギー分解能を劣化させる問題もある。

開口率を飛躍的に向上させることができる方法として、マッシュルーム型吸収体がある。マッシュルーム型吸収体とは、TES と一部で接続し (stem)、TES より大きな面積 (top) を持つ吸収体である。このような構造の吸収体は製作が難しく、まだ自立した吸収体は製作できていない。

本修士論文では、次世代 X 線天文衛星への TES 型 X 線マイクロカロリメータ搭載を目指した、高検出効率と高分解能を両立するマッシュルーム型吸収体 TES 型 X 線マイクロカロリメータの開発を行った。従来の問題点を克服すべく、吸収体支持構造の導入と電析銅による吸収体を提案し、X 線天文衛星へのステップとして透過型電子顕微鏡 (TEM) への応用を視野にいたした素子を設計、製作した。

まず、吸収体への要求を整理し、エネルギー分解能や熱拡散に関する定量的な計算を行うことで、電析銅マッシュルーム型が成り立つことを示した。次に、TEM に応用可能なマッシュルーム型吸収体素子という要求から、素子デザインを一から設計し、プロセスフローを構築した。設計した素子を実際に試作し、製作プロセスを検証を検証した結果、stem パターンがうまく形成できないという問題が明らかになった。この結果に対し、冷却試験と SEM、EDS を用いた素子の断面観察を行い素子構造を検証した。stem パターンの形成不良が SiO<sub>2</sub> と Au の密着性が悪いことが原因であることを特定したが、冷却によってメンブレンが破れてしまうという新たな問題が明らかとなった。これは吸収体の熱収縮による応力が原因だと考えられる。以上の問題を解決する方法として、SiO<sub>2</sub> の密着性を改善するために Ti を成膜、吸収体と支持構造の一部分離による応力緩和を提案し、条件出しを行った。条件出し結果をもとに、top、stem 形状共にマッシュルーム型吸収体が完全に形成された TES カロリメータを製作することができ、最終的に素子を完成させた。



# 目次

第 1 章	X 線天文と分光観測	6
1.1	X 線分光による宇宙の進化の解明	6
1.1.1	Missing baryon 問題	7
1.2	次世代の X 線分光器に要求される性能	8
1.2.1	DIOS ミッション	10
1.2.2	X 線マイクロカロリメータ	11
1.3	TES 型 X 線マイクロカロリメータの地上応用	12
1.4	本修士論文の目的	14
第 2 章	X 線マイクロカロリメータの原理	16
2.1	X 線マイクロカロリメータとは	16
2.1.1	吸収体	17
2.1.2	温度計	17
2.2	遷移端温度計 (TES: Transition edge sensor)	18
2.3	電熱フィードバック (ETF: Electro-thermal feedback)	18
2.3.1	電熱フィードバックのもとでの温度変化に対する応答	19
2.3.2	電熱フィードバックの一般論と電流応答性	21
2.4	固有ノイズ	23
2.5	最適フィルタとエネルギー分解能	27
2.6	吸収体と TES が有限の熱伝導度でつながれている場合	29
2.6.1	温度変化を表す方程式	29
2.6.2	X 線入射後の波形	30
2.6.3	周波数応答を用いた定式化	31
第 3 章	マッシュルーム型吸収体開発の現状	33
3.1	吸収体に求められる性能	33
3.1.1	受光面積と画素数	33
3.1.2	開口率	33
3.1.3	マッシュルーム型吸収体開発の必要性	33

3.2	X線吸収体として検討すべき物性	34
3.2.1	吸収体としてみた場合の絶縁体、半導体、金属の違い	34
3.2.2	熱容量	35
3.2.3	熱伝導	35
3.2.4	結晶構造と熱伝導	37
3.2.5	薄膜の内部応力	37
3.3	吸収体の成膜方法	37
3.3.1	真空蒸着法 (vacuum evaporation)	37
3.3.2	スパッタ法 (sputtering)	37
3.3.3	電析法 (electrodeposition)	38
3.4	我々のグループの型吸収体開発現状	38
3.4.1	ビスマス (蒸着) を用いた吸収体	38
3.4.2	金 (蒸着) を用いた吸収体	38
3.5	NASA / GSFC	39
第4章	マッシュルーム型電析銅吸収体カロリメータの設計	40
4.1	設計目標	40
4.2	マッシュルーム型吸収体の形成方法	41
4.3	電析銅を用いた吸収体の検討	42
4.3.1	電析銅を検討した経緯	42
4.3.2	X線吸収効率と吸収体の厚さ	42
4.3.3	エネルギー分解能と吸収体のサイズ	43
4.4	熱化、熱拡散過程の検討	45
4.4.1	電析銅の RRR 再測定	45
4.4.2	吸収体内での熱化、熱拡散	46
4.4.3	吸収体支持構造が熱拡散過程に与える影響	47
4.5	電析銅吸収体の考察とまとめ	48
4.6	素子デザイン	49
4.6.1	製作プロセスフロー	50
第5章	製作プロセスの検証	52
5.1	使用ウェハ	53
5.2	フォトリソグラフィー	53
5.2.1	基板洗浄	53
5.2.2	フォトリソグラフィー条件	53
5.3	アライメントマーク形成	54
5.4	Ti/Au の成膜と TES パターニング	55
5.5	Al 成膜、配線パターニング	56

5.6	吸収体支持構造の形成	57
5.7	電析による銅の成膜と吸収体パターンニング	58
5.8	銅マスクを用いた DRIE によるメンブレン化	59
5.8.1	銅メタルマスクパターン形成	59
5.8.2	DRIE によるメンブレン形成	59
5.9	素子のチップ化、完成	62
5.10	考察とまとめ	62
第 6 章	素子構造の評価	64
6.1	冷却試験	64
6.1.1	セットアップ	64
6.1.2	冷却試験結果	64
6.2	内部構造の分析	65
6.2.1	Au と SiO <sub>2</sub> の密着性	67
6.2.2	電析銅の結晶構造	67
6.3	メンブレンが破れたことに対する考察	69
第 7 章	マッシュルーム型吸収体カロリメータの製作	71
7.1	stem パターン形成の条件出し	71
7.2	三層 TES の超伝導転移温度条件出し	72
7.3	メンブレンが破れることへの対策	73
7.3.1	吸収体と吸収体支持構造の分離	73
7.3.2	Ti エッチング後の吸収体	74
7.4	条件出しまとめ	75
7.5	マッシュルーム型吸収体カロリメータの製作	75
7.5.1	シード層 Ti のオーバエッチングにおける問題点	76
7.6	製作まとめ	77
第 8 章	冷却試験	79
8.1	TEM 用スノートの組み上げ	79
8.2	冷却試験	80
8.2.1	冷凍機	80
8.2.2	冷却試験概要	81
8.2.3	冷却試験結果と考察	82
第 9 章	まとめと今後	85
付録 A	冷凍機	86
A.1	液体ヘリウムデユワー	86

目次	5
A.2 住友重機械工業株式会社製断熱消磁冷凍機 (SHI-ADR) . . . . .	87
A.3 希積冷凍機 . . . . .	87
参考文献	89

## 第 1 章

# X 線天文と分光観測

### 1.1 X 線分光による宇宙の進化の解明

天体物理学は様々な天体の起源と進化を物理法則を使って明らかにする天文学、物理学の一分野である。20 世紀に入って人類は、宇宙は決して定常的なものではなく、およそ 137 億年前にビッグバン (big bang) と呼ばれる大爆発によって始まったこと、その後も進化を続け、現在の複雑な階層構造を持った宇宙に至っていることを知るようになった。それではビッグバンの後、いつ頃、どのようにして星が生まれ、銀河が形成され、銀河団のような巨大な構造が作られたのだろうか。宇宙は今後どのようになっていくのだろうか。

恒星は人の一生と同じように、ライフサイクルを持っている。すなわち星間物質の重力収縮によって原始星が生まれ、原始星がさらに重力収縮を続けることでやがて中心部で核融合反応が起こり、主系列星となる。核融合反応のための燃料を使い果たすと、あるものは周辺部が惑星状星雲として星間空間に還元されて白色矮星が残り、あるものは超新星爆発を起こして自分自身を吹き飛ばし、中性子星やブラックホールを残す。銀河とは恒星の集まりであり、無数の恒星が、あるいは独立に、あるいは影響し合ってサイクルを繰り返している。長期的に見ると、恒星によって作られた重元素を含んだ星間物質 (ISM; Interstellar medium) が、銀河風 (galactic wind) という形で銀河系外に放出される。銀河はさらに銀河団という集団を形成している。銀河団の重力ポテンシャルは実は電磁波では見ることのできない暗黒物質 (dark matter) によって作られており、銀河はそのポテンシャルに束縛されている。また、銀河団内の空間は銀河団の重力ポテンシャルに束縛された 1 億度程度の高温ガスで満たされており、その総質量は個々の銀河の質量和よりも大きい。このような高温ガス内にも重元素が存在しており、個々の恒星で作られ、銀河風として放出された星間物質が大きく寄与している。銀河団同士もまた衝突合体を繰り返しており、より大きな銀河団へと成長している。ビッグバン直後の宇宙は極めて一様であり、現在の宇宙に見られるような構造は、その後の進化の過程で互いに密接に関係しながら作られたものである。従って、宇宙の進化を理解するためには、各種の天体の進化とお互いの関連を観測的に見究めていくことが重要である。

近年になって観測技術が飛躍的に進歩し、光・赤外線では、地球大気の影響を受けないハッブル宇宙望遠鏡 (Hubble Space Telescope) や、すばる望遠鏡をはじめとする 8 ~ 10 m クラスの望遠鏡が、電波では「はるか」衛星を使ったスペース VLBI が実現され、人類はこれらの諸問題に対して観測的な回答を得はじめようとしている。X 線においても、1999 年に NASA の Chandra 衛星、2000 年には ESA の XMM-Newton 衛星が軌道に投入、さらに 2005 年にはすざく衛星が投入され、結像性能や有効面積において過去の衛星をはるかに上回る性能を達成している。

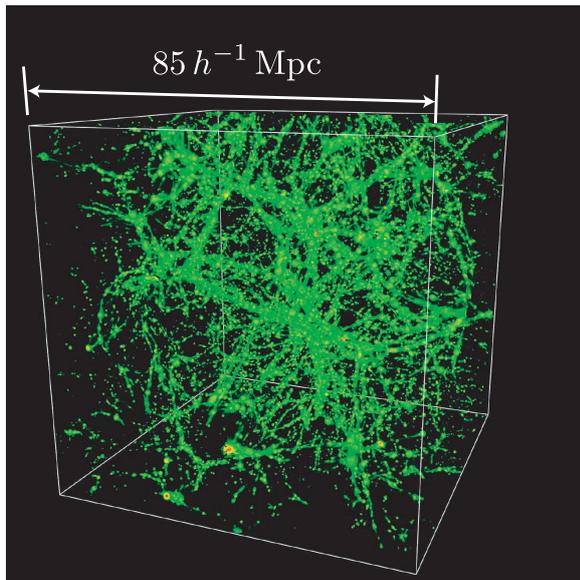


図 1.1 宇宙流体シミュレーションに基づく中高温銀河間物質の空間分布 [5]

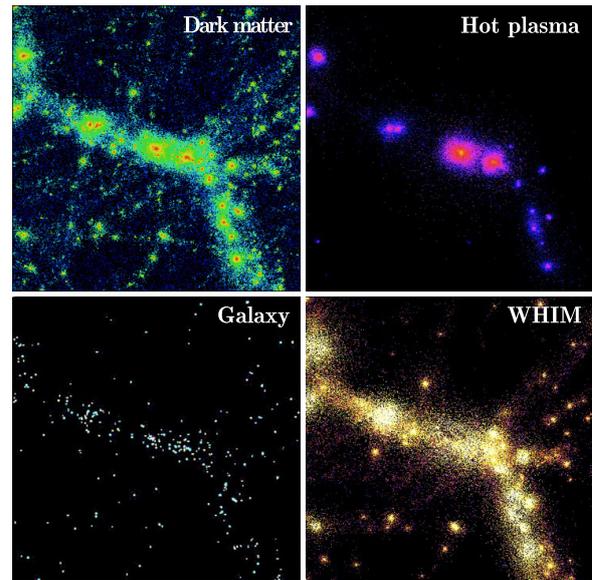


図 1.2 流体シミュレーションによる銀河団周辺の物質分布 (左上: ダークマター、右上: 温度 1000 万 K 以上の高温プラズマ、左下: 銀河 (星)、右下: 温度 10 万–1000 万 K の WHIM)[18]

X線は高エネルギー電子によるシンクロトロン放射や逆コンプトン散乱によって、あるいは高温物質からの熱制動放射や黒体放射によって生み出される。従って、宇宙における高エネルギー現象をとらえるのにもっとも適した電磁波である。また、エネルギー 100 eV から 10 keV の間には、炭素、窒素、酸素、ネオン、マグネシウム、シリコン、イオウ、アルゴン、カルシウム、鉄等の、宇宙に存在する主要な重元素の K 輝線、K 吸収端が存在することから、これらの重元素の量や物理状態を知る上でも X 線による観測が有効である。さらに、これらの輝線のエネルギーシフト、あるいは幅は、これらの元素を含むガスの運動状態を知る上で有効である。従って、X 線による分光観測は宇宙の進化を解明する上での重要な手段の一つであるといえる。

### 1.1.1 Missing baryon 問題

現在では宇宙に存在する全バリオン量は  $\Lambda$ CDM モデルのもとで詳細に求められている。NASA の WMAP (Wilkinson Microwave Anisotropy Probe) での宇宙マイクロ波背景放射観測をはじめとした様々な観測によると、現在の宇宙の構成の約 4% がバリオンである。我々は星や銀河、銀河団ガスなどになって存在するバリオンを様々な波長で観測してきた。しかし、現在存在しているバリオンのうち観測にかかるほど高密度で高温のもの、バリオン総量のわずか 10% 程度でしかない。他の波長域での観測を合わせても半分程度が直接観測されていないのである。現在の宇宙に存在するバリオンの半分が未だ検出されていない問題を missing baryon 問題といい、これらのバリオンを総じて dark baryon ないしは missing baryon と呼ぶ。

Missing baryon は [4, 5] の宇宙流体シミュレーションによって、密度が小さい領域については銀河団同士をフィラメント状につなぐ  $10^5$ – $10^7$  K 程度のガスとなって分布していることが示唆された (図 1.1)。この希薄なガスを総じて

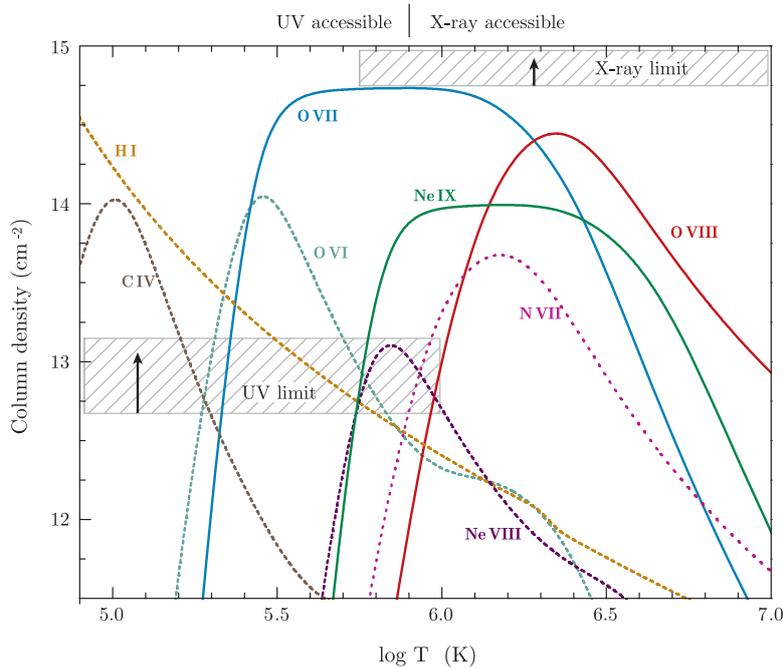


図 1.3 柱密度で表した原子の電離状態の密度分布 (ガスの柱密度を  $10^{19} \text{ cm}^{-2}$ 、金属量を  $0.1 Z_{\odot}$  と仮定)[3]

中高温銀河間物質 (WHIM; Warm-hot intergalactic medium) という。WHIM は他の温度帯のガスよりも最もダークマターの分布をトレースしていることが [18] のシミュレーションによって示されており、WHIM を広視野で観測することがダークマターの構造を解明することにつながるのである (図 1.2)。

$10^5$ – $10^7$  K のガスは図 1.3 のように、電離酸素の組成比が最も大きく、これらの輝線吸収線が卓越する。そのため UV や X 線領域での WHIM 探索が行われてきた。しかし UV による OVI Ly $\alpha$  の吸収線観測では WHIM の背景にブレーザーなどの点光源が必要であり、観測位置が点光源の位置のみに制限されてしまう。一方、OVII、OVIII の輝線吸収線を X 線で直接観測することができれば WHIM の空間分布を明らかにすることができる。現在の X 線検出器では WHIM を観測するに十分なエネルギー分解能と視野を備えていない。そのため missing baryon 問題解決のためには次世代の X 線望遠鏡とよりよい検出器が求められている。

## 1.2 次世代の X 線分光器に要求される性能

次に、次世代検出器に必要なエネルギー分解能と撮像能力について考える。例えば銀河団の高温ガスの熱運動の速度は数 100 km/s から 1000 km/s である。乱流や銀河団の合体による高温ガスの内部運動の速度も同程度であると考えられ、これらの内部構造を知るためには 100 km/s の速度が分離できるエネルギー分解能が必要十分である。

また、精密なプラズマ診断を行なうためには、各輝線の微細構造を十分に分離できる分解能が必要である。微細構造が分離できない場合、プラズマの状態によって輝線構造の中心エネルギーが変わってしまうため、統計に関わらずエネルギーの決定精度が制限されてしまう。従って微細構造の分離は不可欠である。

例えば、宇宙にもっとも多く存在する元素の 1 つで X 線分光でもっとも興味のある鉄の K $\alpha$  線について考える。へ

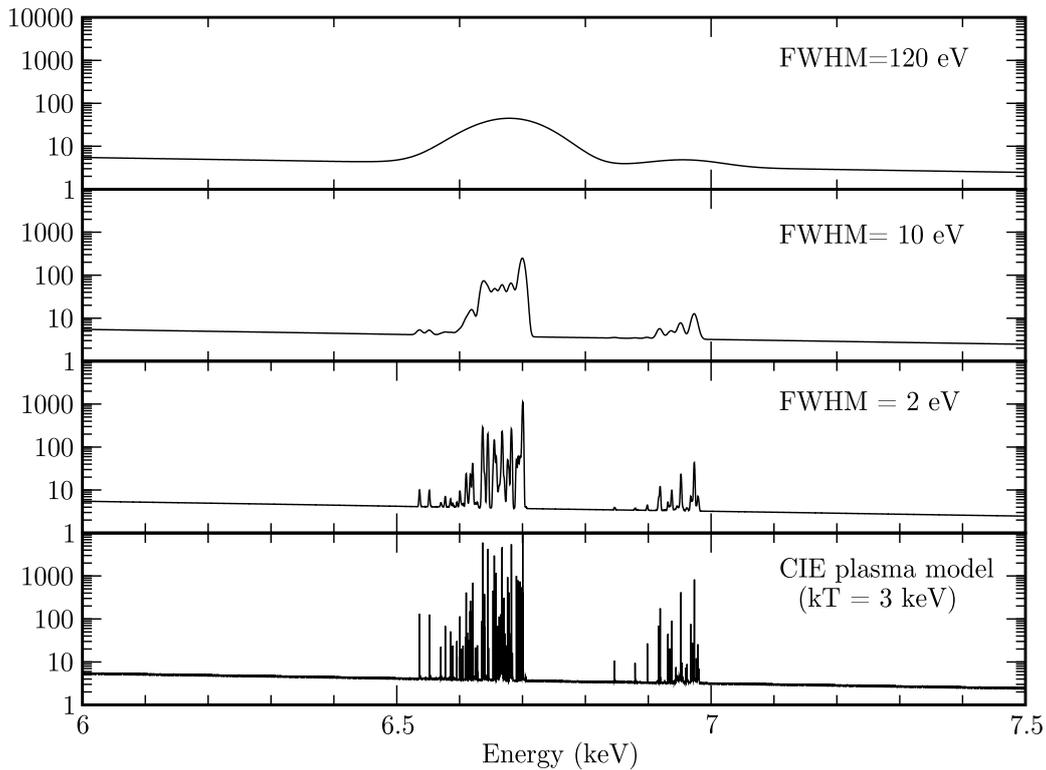


図 1.4  $\Delta E_{\text{FWHM}} = 120 \text{ eV}$ 、 $10 \text{ eV}$ 、 $2 \text{ eV}$  の X 線検出器で温度 3000 万 K の電離平衡高温プラズマを観測したときに予想される鉄 K 輝線付近のスペクトル

リウム様に電離された鉄の  $K\alpha$  線のエネルギーは  $6.7 \text{ keV}$  であるが、この鉄イオンが一階励起された状態は LS カップリングによって、 $1s2s \ ^1S_0$ 、 $1s2s \ ^3S_1$ 、 $1s2p \ ^1P_1$ 、 $1s2p \ ^3P$  の 4 つの状態に分裂する。このうち  $1s2p \ ^1P_1 \rightarrow 1s^2 \ ^1S_0$  は双極子遷移によって  $6698 \text{ eV}$  の共鳴 X 線を放射する [11]。一方、 $1s2s \ ^3S_1 \rightarrow 1s^2 \ ^1S_0$  と  $1s2p \ ^3P \rightarrow 1s^2 \ ^1S_0$  は双極子遷移が禁止されており、プラズマの物理状態によって  $6637 \text{ eV}$  の禁制線と  $6673 \text{ eV}$  の intercombination 線として観測される。さらに、これらの輝線の近くにはリチウム様イオンやベリリウム様イオンから出る衛星線が現れる。したがってこれらの微細構造を分離するためには、 $\Delta E < 10 \text{ eV}$  のエネルギー分解能が必要である。X 線 CCD カメラなどの半導体検出器では原理的にこれよりも 1 桁以上悪く、この条件を満たせない。図 1.4 は、温度  $kT = 3 \text{ keV}$  の光学的に薄いプラズマから放射される鉄 K 輝線を、エネルギー分解能が  $120 \text{ eV}$ 、 $10 \text{ eV}$ 、 $2 \text{ eV}$  の検出器で観測した場合に得られるスペクトル (シミュレーション) である。エネルギー分解能が  $120 \text{ eV}$  の検出器 (X 線 CCD カメラ) では、微細構造を分離できていない。それに対して、分解能  $10 \text{ eV}$  の検出器では共鳴線を分離でき、さらに  $2 \text{ eV}$  の検出器では複雑な微細構造をしっかりと分離できているのがわかる。

$100 \text{ km/s}$  の運動によって起こるドップラーシフトは、 $6.7 \text{ keV}$  の鉄輝線に対して  $2.2 \text{ eV}$  である。これは運動の状態によって、エネルギーのシフトもしくは輝線の広がりとして検出される。したがって、天体の運動を正確に知るためには、エネルギー分解能  $\sim$  数  $\text{eV}$  が必要となる。

撮像能力としては、角度分解能 30 秒程度は欲しい。そこで 1 ピクセルの大きさを  $20'' \times 20''$  とし、受光面積

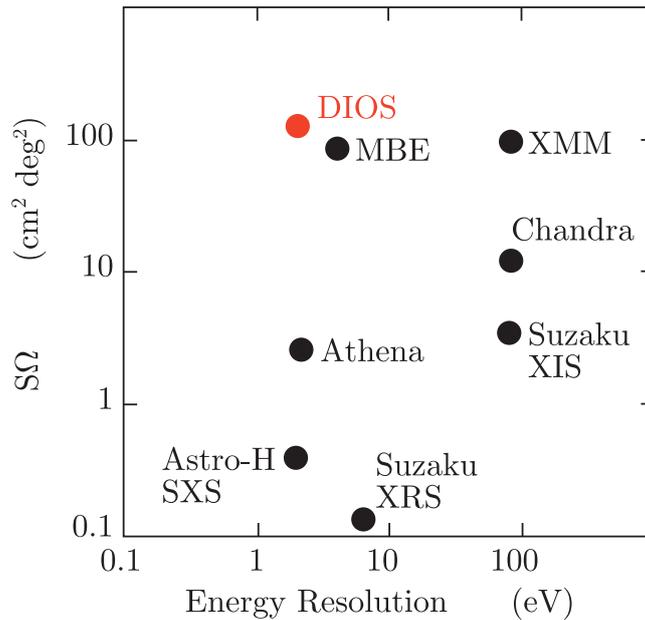


図 1.5 DIOS の視野 × 面積とエネルギー分解能の他衛星との比較

を  $10' \times 10'$  とすると、ピクセル数は  $30 \times 30$  になる。望遠鏡の焦点距離を 8 m とすると、1 ピクセルの大きさは  $0.78 \text{ mm} \times 0.78 \text{ mm}$ 、全体では  $23 \text{ mm} \times 23 \text{ mm}$  になり、CCD チップ 1 枚分に相当する。角度分解能としては X 線 CCD カメラより 1/30 程度悪いが、撮像検出器として CCD カメラを併用することを考えれば妥当な大きさである。

まとめると、次世代 X 線検出器に求められる性能は、6 keV の X 線に対して 1–2 eV (FWHM) のエネルギー分解能 ( $E/\Delta E \sim 3000\text{--}6000$ ) を有し、 $30 \times 30$  ピクセルで  $2 \text{ cm} \times 2 \text{ cm}$  程度の面積をカバーすることである。

### 1.2.1 DIOS ミッション

WHIM 検出に向け、我々は軟 X 線精密分光ミッション DIOS (Diffuse intergalactic Oxygen surveyor) を進めている ([13] 他)。DIOS ミッションは、宇宙に広がる電離した銀河間物質からの酸素輝線検出を通じて missing baryon の存在とその物理的諸性質を探ることを主たる目的としたものである。酸素輝線—OVII (561 eV, 568 eV, 574 eV)、OVIII (653 eV)—を精密 X 線分光することで赤方偏移  $0 < z < 0.3$  の範囲の  $10^5\text{--}10^7 \text{ K}$  の WHIM を直接検出する。これによって可視光での銀河の赤方偏移サーベイ、X 線の銀河団観測と相補的な新しい宇宙の窓が開かれることが期待できる。それと同時に、OVII と OVIII の輝線吸収線強度比、輝線の微細構造と輝線幅から、銀河間物質の化学汚染の歴史、ガスの加熱機構、ガスの運動状態等も明らかにする。宇宙の構造形成により一部の物質は銀河や星へとフィードバックし、その一方で余剰なエネルギーは物質と共に銀河空間に放出されたはずである。WHIM はこれらの構造をトレースしている。DIOS はこれを明らかにし宇宙の構造形成史にも迫る。

[18] のシミュレーション結果から、輝線に対する感度として約  $10^{11} \text{ erg}^{-1} \text{ cm}^{-2} \text{ ster}^{-1}$  があれば、全バリオンの 20–30% が検出できると言われている。ここから観測時間として 1 Msec 程度を仮定すれば、WHIM 検出のために検出器に要求される性能は  $S\Omega \sim 100 \text{ cm}^2 \text{ deg}^2$  となる。図 1.5 は DIOS の視野 × 面積とエネルギー分解能を他の衛星

と比較したものである。DIOS 衛星の特徴としては、小型衛星なので望遠鏡の面積から決まる S/N 比を稼ぐ事が出来ず、点源に対しては Athena 衛星等に一桁以上劣ることになる。しかし DIOS は視野 × 面積が非常に大きく、またエネルギー分解能にも優れているため、空間的に広がった輝線に対する検出感度はすぐ衛星の 40 倍以上を持つ事ができる。このように、DIOS は大きく広がった天体に対する X 線分光に特化した観測装置である。DIOS に搭載する検出器として以下に示す TES 型マイクロカロリメータを極低温下 (50 mK) で用いる必要がある。さらに望遠鏡との兼ね合いから決まる有効面積を広げるために、カロリメータを 10 mm 角に 20 × 20 素子ほど敷き詰める必要がある。すなわち、1 素子あたりに要求される面積は 500 μm 角である。現在、宇宙研や首都大をはじめとした我々の研究グループではカロリメータ素子のアレイ化と吸収体面積向上に向けた研究がなされている。

### 1.2.2 X線マイクロカロリメータ

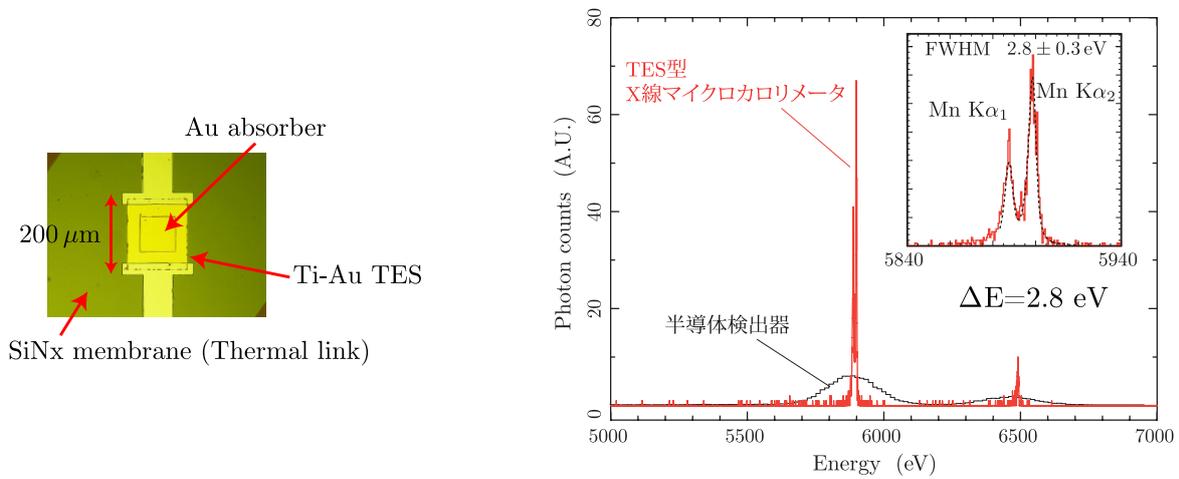


図 1.6 我々のグループが開発した TES 型マイクロカロリメータ (左) と達成したエネルギー分解能 (右)[1]

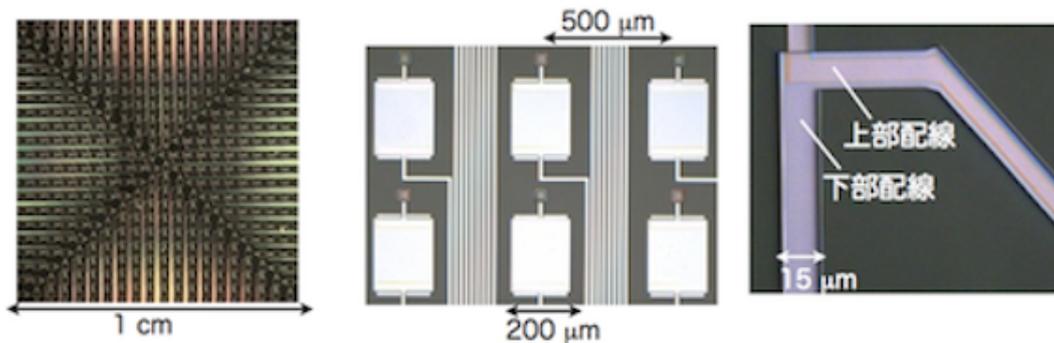


図 1.7 開発中の積層配線技術を用いた 20 × 20 アレイ。

半導体検出器はエネルギー分解能の点で性能不足であり、分散型分光器は広がった天体の観測には向かず、また低いエネルギー領域でしか十分なエネルギー分解能を達成できない。現時点では、鉄の K $\alpha$  線領域に対して十分なエネ

ルギー分解能を持つ検出器は、X線マイクロカロリメータにおいて他に存在しない。X線マイクロカロリメータは、入射エネルギーを素子の温度上昇として測る検出器であり、極低温 ( $\sim 100\text{mK}$ ) において高いエネルギー分解能を達成できる。超伝導トンネル接合 (STJ) 検出器も低温で動作する検出器として開発が進められている。STJ は X線マイクロカロリメータに比べ高速応答であるため、高い計数率で用いることができる。しかし、高エネルギー分解能との両立が難しく、 $1\text{keV}$  程度以下の X線の分光には有効であるが、それ以上のエネルギーの X線には向いていない。X線天文学で重要な輝線の多くは  $1\text{keV}$  以上にあるので、STJ は X線天文学用の検出器としては不向きである。

半導体温度計から、エネルギー分解能のさらなる改善と大フォーマット化に向けて、超伝導遷移端型温度計 (TES) を用いた新しいマイクロカロリメータが開発が進められている。TES 型マイクロカロリメータの読み出し系としては超伝導量子干渉素子 (SQUID) を用いる。すでに我々のグループ (宇宙科学研究所と首都大学東京のグループ) の開発した単ピクセル素子で、 $5.9\text{keV}$  の X線に対して  $2.8\text{eV}$  のエネルギー分解能が得られている (図 1.6)[1]。また、行きと帰りの配線を重ねることで省スペース化を実現する積層配線を開発中であり、DIOS の要求である  $20 \times 20$  の素子を  $10\text{mm}$  角に並べることも技術的なめどが立ちつつある (図 1.7) [14]。

このように、エネルギー分解能とアレイ化については要求される性能を達成しつつある。しかし、我々が開発してきたカロリメータの X線吸収体は TES よりも小さく、このような素子をアレイ化しても、検出器として重要な開口率<sup>\*1</sup>を向上させることはできない。例えば図 1.6 の吸収体は  $120\mu\text{m}$  角しかなく、単純に計算すれば DIOS が要求する開口率のわずか 6% しか満たしていない。TES カロリメータを X線天文衛星に搭載するためには、TES よりも広い面積を持つ吸収体を開発することが必須である。吸収体と TES は接続されていて (この部分を stem と定義する)、かつ TES より広い面積を持つ (この部分を top と定義する)、張り出した構造の吸収体を”マッシュルーム型”吸収体と呼ぶ。マッシュルーム型吸収体は検出器の開口率を飛躍的に向上させることが可能だが、吸収体のサイズが大きくなると素子の熱容量が大きくなるため、エネルギー分解能追求には不利である。また、面積が広いと吸収体内部での熱拡散過程がばらつきやすくなり、それはパルスのばらつきとなってエネルギー分解能を劣化させる原因になる。そして何よりも、マッシュルーム型という特殊な形状を形成、かつ均一に作り込むのは非常に難しく、我々のグループでは断続的に 10 年近く研究を続けているが、未だ製作に成功していない [17, 20]。

### 1.3 TES 型 X線マイクロカロリメータの地上応用

サブナノメートルスケールという高い空間分解能で対象物を直接観察が可能な透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope; TEM) は、ナノテクノロジー、材料工学、またバイオテクノロジーなどといった幅広い分野で重要な研究ツールである。TEM を用いた組成分析ではエネルギー分散型 X線分光 (EDS; Energy Dispersive x-ray Spectroscopy) の手法が一般的である。従来の半導体検出器 (SSD; Solid State Detector) を用いた EDS 分析では検出器のエネルギー分解能が低く ( $\sim 100\text{eV}$ )、異なる元素からの近接した X線ピークを分離できず、高精度な分析を行うことが困難である。例えば、表 1.1 に挙げるような X線ピークの組では、エネルギー分解能  $130\text{eV}$  程度の SSD ではピークを分離することが出来ない。

<sup>\*1</sup> 本修士論文では開口率と X線検出効率、検出効率を区別して書くことにしているのでここで定義する。開口率は、検出器面において X線受光面積 (各ピクセルの吸収体の面積  $\times$  ピクセル数) が占める割合である。X線検出効率は、あるエネルギーの X線が吸収体に入射したとき、その X線が吸収体で止まる確率である。単に検出効率と書いた場合は (本修士論文のタイトルなど)、開口率と X線検出効率を掛けたものを指し、検出器に降り注ぐ X線に対して検出器全体で感知する X線の割合という意味で用いている。

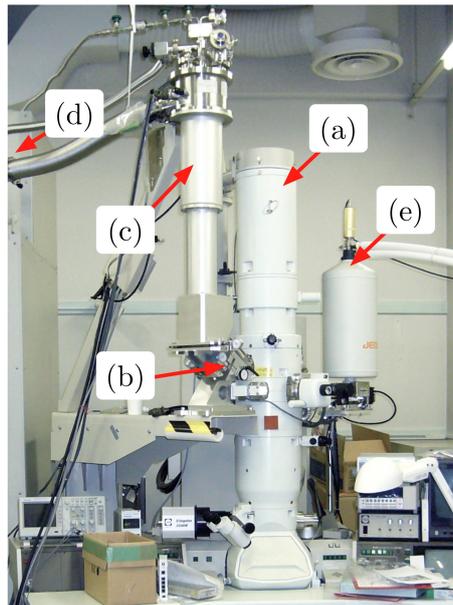


図 1.8 TEM-EDS 分析装置: (a) 透過型電子顕微鏡、(b)TES 型マイクロカロリメータ (内部)、(c) 希釈冷凍機、(d) 機械式冷凍機と防音室、(e) 半導体検出器による EDS 分析装置

表 1.1 半導体検出器 (SSD) では分離できない X 線ピークの組 [7]

ピーク 1		ピーク 2		エネルギー差 (eV)
特性 X 線	エネルギー (eV)	特性 X 線	エネルギー (eV)	
Ti $K\beta_1$	4932	V $K\alpha_1$	4952	20
V $K\beta_1$	5427	Cr $K\alpha_1$	5415	12
Cr $K\beta_1$	5947	Mn $K\alpha_1$	5899	48
Mn $K\beta_1$	6490	Fe $K\alpha_1$	6404	86
Fe $K\beta_1$	7058	Co $K\alpha_1$	6930	128
S $K\alpha_1$	2308	Mo $L\alpha_1$	2293	15
S $K\alpha_1$	2308	Pb $M\alpha_1$	2346	38
Si $K\alpha_1$	1740	W $M\alpha_1$	1775	35
Si $K\alpha_1$	1740	Ta $M\alpha_1$	1710	30
N $K\alpha_1$	392	C $K\alpha_1$	277	115
N $K\alpha_1$	392	Ti $L\alpha_1$	452	60
O $K\alpha_1$	525	Cr $L\alpha_1$	573	48
O $K\alpha_1$	525	V $L\alpha_1$	511	14

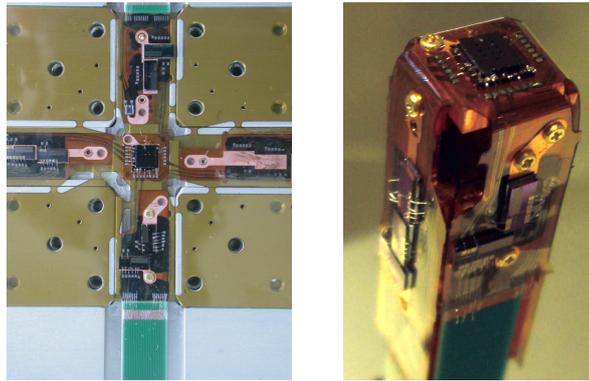


図 1.9 フレキシブル基板上の超伝導配線: (左) TES と SQUID のマウント、(右) プローブへのマウント

そこで物質・材料研究機構 (NIMS)、宇宙科学研究所 (ISAS/JAXA)、九州大学、日本電子株式会社 (JEOL)、エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 (SIINT) は、文部科学省のリーディングプロジェクト「次世代の電子顕微鏡要素技術開発」として共同研究グループを立ち上げ、従来の半導体 X 線検出器よりも 1 桁以上エネルギー分解能に優れた TES 型マイクロカロリメータを搭載する EDS 分析装置の研究開発を行い、これまでに EDS 分析装置としては例のないエネルギー分解能 10 eV を目指した。結果、平成 21 年には単素子駆動ながら世界最高のエネルギー分解能である 7.8 eV (FWHM, @1.7 keV) を達成した [7]。図 1.8 に開発した TEM-EDS 分析装置を示す。冷凍機は希釈冷凍機と無冷媒型の機械式冷凍機を併用し、音と振動が大きい機械式冷凍機は防音装置内に設置され、希釈冷凍機は TEM の鏡筒に沿って設置されている。TES 型マイクロカロリメータは、希釈冷凍機の先端から伸びる、無酸素銅の細長い角柱状 (1 cm × 1 cm × 10 cm) プローブの先端に取り付けられており、100 mK 以下まで冷却される。

現在は、多素子での駆動と、受光面積の向上によってカウントレートを増やし、リアルタイムでの分析を可能にする研究が続けられており、本修士論文で製作するカロリメータ素子も、TEM への応用を視野にいたしたものとなっている。

## 1.4 本修士論文の目的

X 線検出器の検出効率と高エネルギー分解能の両立は X 線天文学のみならず、X 線検出器を応用する物質分析などの全ての分野において発展の要である。我々の研究グループでは、X 線マイクロカロリメータの開発に取り組みこれら分野の育成を目指してきた。エネルギー分解能については世界と肩を並べられるほどの結果を出しつつあり、アレイ化についても技術的なめどは立ちつつある。一方で、広い受光面積を持つマッシュルーム型吸収体による高開口率の獲得、ひいては検出効率の大幅な増大はまだなされていない。これは、吸収体を大型化すれば分解能との両立が難しくなること、またそれ以前にマッシュルーム型構造を形成するのは非常に難しいことに起因する。

本修士論文では、次世代 X 線天文衛星への TES 型 X 線マイクロカロリメータ搭載を目指した、高検出効率と高分解能を両立するマッシュルーム型吸収体 TES 型 X 線マイクロカロリメータの設計と製作について述べる。私は吸収体支持構造の導入と電析銅による吸収体を提案し、マッシュルーム型吸収体の開発を行った。まず、吸収体への要求を整理し、定量的な計算を行うことで、電析銅マッシュルーム型吸収体が成り立つことを示し、TEM に応用可能な

マッシュルーム型吸収体 TES カロリメータ<sup>\*2</sup>を一から設計した (4章)。次に、設計した素子を実際に試作し、製作プロセスを検証した。stem パターンがうまく形成できないという致命的な問題が浮き彫りとなった (5章)。試作した素子に対して、冷却試験と SEM、EDS を用いた素子の断面観察を行い、素子構造を検証した。stem パターンの形成不良が SiO<sub>2</sub> と Au の密着性が悪いことが原因であることを特定し、冷却によってメンブレンが破れてしまうという新たな問題を明らかにした。これは吸収体の熱収縮による応力が原因だと考えられる (6章) 1.1。これらの問題点を解決する方法として、SiO<sub>2</sub> の密着性を改善するために Ti を成膜、吸収体と支持構造の一部分離による応力緩和を提案し、条件出しを行った。密着性は改善し、熱応力対策も製作プロセスに組み込むことが可能となった。最終製作では top、stem 形状共にマッシュルーム型吸収体が完全に形成された TES カロリメータを製作することができた (7章)。製作した素子を TEM 用セットアップとして組み上げ、4K までであるが冷却試験を実施、メンブレンが破れていないことを確認した (8章)。以上より、我々のグループで初めてマッシュルーム型 TES カロリメータの製作に成功したと言える。最後に本修士論文のまとめと今後を記す (9章)。

---

<sup>\*2</sup> マッシュルーム型吸収体 TES 型 X 線マイクロカロリメータは長いので、本修士論文では TES 型 X 線マイクロカロリメータを TES カロリメータ、特にマッシュルーム型を意識した場合マッシュルーム型 TES カロリメータなど適宜言い換えるが、いずれも同じものをさす。

## 第2章

# X線マイクロカロリメータの原理

### 2.1 X線マイクロカロリメータとは

X線マイクロカロリメータは、入射したX線光子1個1個のエネルギーを、素子の温度上昇により測定する検出器である。そのため、極低温（ $\sim 0.1\text{K}$ ）で高いエネルギー分解能を達成することができる。

X線マイクロカロリメータは、図2.1に示すような吸収体、ピクセル、温度計、サーマルリンク、熱浴から成る。吸収体に入射したX線光子は光電効果によって吸収され、そのエネルギーが熱に変わる。入射エネルギー  $E$  に対する素子の温度変化は、カロリメータピクセルの熱容量を  $C$  として、

$$\Delta T = \frac{E}{C} \quad (2.1)$$

と書ける。この微小な温度変化を、温度計の抵抗値の変化として測定する。カロリメータピクセルは、熱浴と弱いサーマルリンクによってつながっているため、吸収体で生じた熱はサーマルリンクを通して熱浴に逃げて行き、ゆっくりと元の定常状態に戻る。これは、

$$C \frac{d\Delta T}{dt} = -G\Delta T \quad (2.2)$$

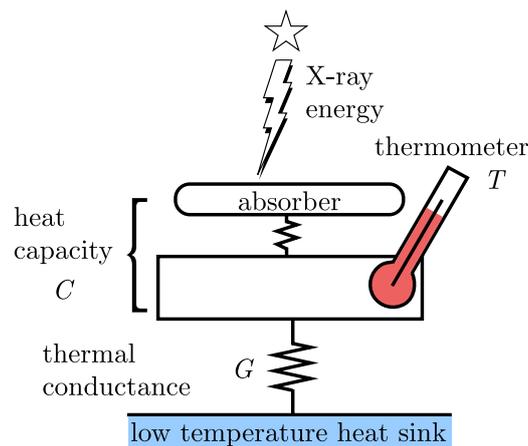


図 2.1 X線マイクロカロリメータの構造

のように表される。ただし、 $G$  はサーマルリンクの熱伝導度である。したがって、素子の温度上昇は時定数

$$\tau_0 = \frac{C}{G} \quad (2.3)$$

で指数関数的に減衰していく。

X線マイクロカロリメータのエネルギー分解能は素子の熱揺らぎによって制限される。カロリメータピクセル中のフォノン数は  $N \sim CT/k_B T = C/k_B$  と書けるので、素子の熱揺らぎは、

$$\Delta U \sim \sqrt{N} k_B T = \sqrt{k_B T^2 C}. \quad (2.4)$$

となる。2.5節で導くように、より一般的には、X線マイクロカロリメータの intrinsic なエネルギー分解能は、

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = 2.35\xi\sqrt{k_B T^2 C} \quad (2.5)$$

と書ける [12]。ただし、 $\xi$  は温度計の感度や動作条件などによって決まるパラメータである。熱容量の温度依存性を考慮すると、エネルギー分解能は温度に強く依存し、極低温 ( $\sim 0.1$  K) で非常に高いエネルギー分解能が達成されることわかる。

### 2.1.1 吸収体

X線光子は光電効果によって吸収体に吸収される。エネルギー分解能を向上させるには、2.5式からわかるように熱容量  $C$  を小さく、つまり、吸収体を小さくすればよい。一方、検出効率を高くするためには、吸収体は大きい方がよい。吸収体の大きさはこれらのトレードオフで決まる。

これとは別に、吸収体を選ぶ際に考慮しなければならない性質として、熱化 (thermalization)、熱拡散 (diffusion) の早さがある。熱化、熱拡散が遅いと熱が逃げてしまい、エネルギー分解能が悪くなる。また吸収位置により熱化、熱拡散過程がばらついてしまうと、イベントごとの波形のばらつきが生じ、S/N比とは別にエネルギー分解能を悪化させてしまう。熱化、熱拡散過程を一様にするには、TES にエネルギーが移動する前に吸収体内で熱化、熱拡散が一様に起こる必要がある。

このように、吸収体として用いる物質は高い吸収効率、小さい熱容量、熱化、熱拡散の早さ、という条件を同時に満たすものが適している。

### 2.1.2 温度計

温度計は、半導体や金属の抵抗値が温度に依存して変化することを利用したものである。温度計の感度  $\alpha$  (無次元) を、

$$\alpha \equiv \frac{d \log R}{d \log T} = \frac{T}{R} \frac{dR}{dT} \quad (2.6)$$

と定義する。ただし、 $T$  は温度計の温度、 $R$  はその抵抗値である。

温度計の感度  $\alpha$  を大きくすれば、カロリメータのエネルギー分解能を改善することができる。半導体温度計を用いた XRS では  $|\alpha| \sim 6$  であるが、次に述べる超伝導遷移端を利用した温度計 TES を用いれば、感度  $\alpha$  を非常に大きくすることができる。

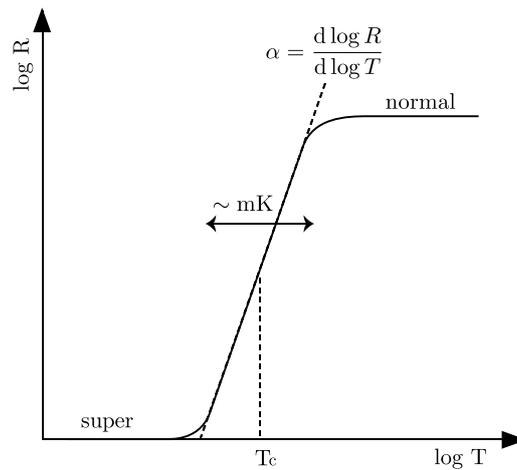


図 2.2 超伝導遷移端

## 2.2 遷移端温度計 (TES: Transition edge sensor)

遷移端温度計 (Transition Edge Sensor) とは、超伝導-常伝導遷移端の急激な抵抗変化を利用した温度計である。超伝導遷移は典型的には数 mK という非常に狭い温度範囲で起こり (図 2.2)、(2.6) 式で定義される温度計の感度  $\alpha$  は 1000 にも達する。そのため、TES を用いたカロリメータは従来の半導体温度計のカロリメータに比べ、原理的には 1 桁以上もエネルギー分解能を改善することが可能である。それゆえ、TES カロリメータでは吸収体の熱容量の大きさに対するマージンが大きくなり、熱化の早い常伝導金属を使用したり、大きな吸収体を用いて受光面積を増やすといったことも可能になる。

TES を用いる場合、カロリメータの動作温度は TES の遷移温度に保たなければならない。そのため、動作温度は TES の遷移温度によって決まってしまう。しかし、TES を二層薄膜にすることで近接効果 (proximity effect) によって臨界温度をコントロールすることが可能である。近接効果とは、超伝導体に常伝導体を接触させるとクーパ対が常伝導体に漏れ出し、膜厚の比に依存して超伝導体の臨界温度が下がる効果である。

## 2.3 電熱フィードバック (ETF: Electro-thermal feedback)

TES は温度計として非常に高い感度を持っているが、感度を持つ温度域が非常に狭い ( $\sim$  mK) ため、動作点を吸収端中に保つ必要がある。これは TES を定電圧バイアスで動作させ、強いフィードバックをかけることで実現する。これを電熱フィードバック (ETF: Electro-Thermal Feedback) と呼ぶ [9]。

この節では電熱フィードバック中でのカロリメータの動作について述べる。

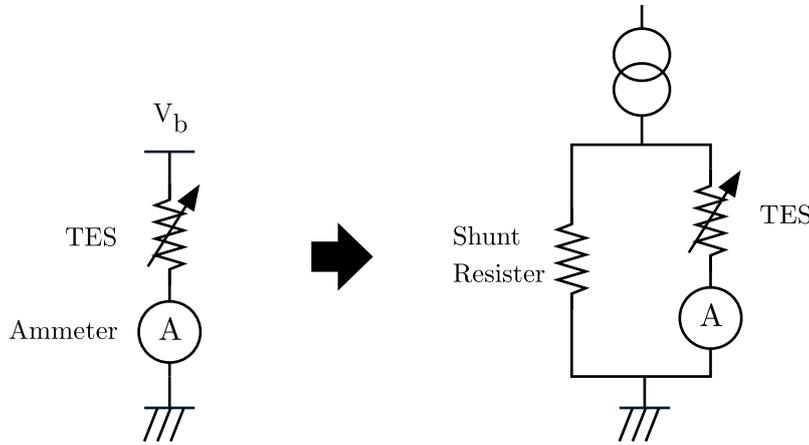


図 2.3 (左) 定電圧バイアス、(右) シャント抵抗を使って疑似的に作る定電圧バイアス

### 2.3.1 電熱フィードバックのもとでの温度変化に対する応答

図 2.3 左に示すような定電圧バイアスで TES を動作させた場合を考える。熱入力によって温度が上昇すると、TES の抵抗値は急激に増加する。定電圧なので電流は減少し、ジュール発熱も減少する。このように、熱入力を打ち消す方向にジュール発熱量が急激に変化して負のフィードバックが働くので、素子の温度も安定に保たれる。実際には室温からの配線抵抗があるため、TES と並列にシャント抵抗をつないで疑似的に定電圧バイアスを実現する (図 2.3 右)。以下では理想的な定電圧バイアスで動作しているものとする。

熱伝導度は

$$G \equiv dP/dT \tag{2.7}$$

で定義される。一般的に熱伝導度は温度依存性を持ち、

$$G = G_0 T^{n-1} \tag{2.8}$$

と温度に対するべき  $n$  を用いて表される。電子が熱伝導度を担う場合  $n = 2$ 、格子振動が熱伝導度を担う場合  $n = 4$  となる。熱浴と TES との間の熱伝導度を考える。一般に  $T \gg T_{\text{bath}}$  であるので、熱浴との熱伝導度による熱の流れは

$$P = \int_{T_{\text{bath}}}^T G dT = \frac{G_0}{n} (T^n - T_{\text{bath}}^n) \tag{2.9}$$

と (2.7) 式を積分して計算できる。

平衡状態では、TES の温度を  $T_0$  として、TES におけるジュール発熱  $P_b \equiv V_b^2/R_0$  とカロリメータピクセルから熱浴へ流れる熱量とがつり合っているので、

$$P_b = \frac{G_0}{n} (T_0^n - T_{\text{bath}}^n) \tag{2.10}$$

と書ける。ただし、 $V_b$  はバイアス電圧、 $G_0$  は  $G = G_0 T^{n-1}$  を満たす定数 ( $G$  は熱伝導度)、 $R_0$  は動作点での TES の抵抗値、 $T_{\text{bath}}$  は熱浴の温度である。

微小な温度上昇  $\Delta T \equiv T - T_0$  によって素子の温度が  $T$  になった場合、内部エネルギーの変化は熱の収支に等しいので、

$$C \frac{dT}{dt} = \frac{V_b^2}{R(T)} - \frac{G_0}{n} (T^n - T_{\text{bath}}^n) \quad (2.11)$$

が成り立つ。温度上昇  $\Delta T$  は 1 次の近似で、

$$C \frac{d\Delta T}{dt} \simeq -\frac{V_b^2}{R_0^2} \Delta R - G_0 T^{n-1} \Delta T \quad (2.12)$$

$$= \frac{P_b \alpha}{T} \Delta T - G \Delta T \quad (2.13)$$

となる。最後の項の  $G$  は TES の温度  $T$  での熱伝導度  $G(T)$  を表す。以後単に  $G$  と書いた場合は TES の温度  $T$  での熱伝導度を表すこととする。(2.12) 式の解は、

$$\Delta T = \Delta T_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (2.14)$$

と書ける。ただし、

$$\tau_{\text{eff}} \equiv \frac{C/G}{1 + \frac{P_b \alpha}{GT}} \quad (2.15)$$

$$= \frac{\tau_0}{1 + \frac{P_b \alpha}{GT}} \quad (2.16)$$

は有効時定数である。(2.10) 式、(2.16) 式より、 $\tau_{\text{eff}}$  は

$$\tau_{\text{eff}} = \frac{\tau_0}{1 + \frac{\alpha}{n} \left(1 - \left(\frac{T_{\text{bath}}}{T}\right)^n\right)} \quad (2.17)$$

のように書ける。さらに、熱浴の温度が TES の温度よりも十分に低い場合 ( $T_{\text{bath}}^n \ll T^n$ ) は、

$$\tau_{\text{eff}} = \frac{\tau_0}{1 + \frac{\alpha}{n}} \quad (2.18)$$

$$\approx \frac{n}{\alpha} \tau_0 \quad (2.19)$$

と近似できる。ただし、(2.19) 式は  $\alpha/n \gg 1$  の場合である。このように、 $\alpha$  が大きい場合は、電熱フィードバックによって応答速度が非常に速くなるのがわかる。また、X線のエネルギーは電流値の変化として読み出され、

$$\Delta I = \frac{V_b}{R(T_0 + \Delta T)} - \frac{V_b}{R(T_0)} \quad (2.20)$$

$$\simeq -\frac{\Delta R}{R} I \quad (2.21)$$

$$\simeq -\alpha \frac{E}{CT} I \quad (2.22)$$

となる。

### 2.3.2 電熱フィードバックの一般論と電流応答性

定電圧バイアスで動作するカロリメータに、時間に依存する微小なパワー  $\delta P e^{i\omega t}$  が入射したときの応答について考える。系の応答は線型であり、入射  $\delta P e^{i\omega t}$  に対する温度変化は  $\delta T e^{i\omega t}$  で表されるとする。フィードバックがかかっていないときは、

$$P_{\text{bgd}} + \delta P e^{i\omega t} = \bar{G}(T - T_{\text{bath}}) + G\delta T e^{i\omega t} + i\omega C\delta T e^{i\omega t} \quad (2.23)$$

が成り立つ。ただし、 $P_{\text{bgd}}$  はバックグラウンドパワー、 $\bar{G}$  は平均の熱伝導度である。定常状態では、

$$P_{\text{bgd}} = \bar{G}(T - T_{\text{bath}}) \quad (2.24)$$

である。(2.23) 式と (2.24) 式から、 $\delta T$  は  $\delta P$  を用いて

$$\delta T = \frac{1}{G} \frac{1}{1 + i\omega\tau_0} \delta P \quad (2.25)$$

と表される。ここで、 $\tau_0 \equiv C/G$  は系の固有時定数である。

電熱フィードバックがかかった状態では、エネルギー保存の式は、

$$P_{\text{bgd}} + \delta P e^{i\omega t} + P_{\text{b}} + \delta P_{\text{b}} e^{i\omega t} = \bar{G}(T - T_{\text{bath}}) + G\delta T e^{i\omega t} + i\omega C\delta T e^{i\omega t} \quad (2.26)$$

となる。また、定電圧バイアスでは以下の関係が成り立つ。

$$\delta P_{\text{b}} e^{i\omega t} = \frac{dP_{\text{b}}}{dI} \delta I e^{i\omega t} = V_{\text{b}} \delta I e^{i\omega t} \quad (2.27)$$

$$\delta I e^{i\omega t} = \frac{dI}{dR} \delta R e^{i\omega t} = \frac{d}{dR} \left( \frac{V_{\text{b}}}{R} \right) \delta R e^{i\omega t} = -\frac{V_{\text{b}}}{R^2} \delta R e^{i\omega t} \quad (2.28)$$

$$\delta R e^{i\omega t} = \frac{dR}{dT} \delta T e^{i\omega t} = \alpha \frac{R}{T} \delta T e^{i\omega t} \quad (2.29)$$

これらを使うと (2.26) 式は、

$$P_{\text{bgd}} + \delta P e^{i\omega t} + \frac{V_{\text{b}}^2}{R} - \frac{V_{\text{b}}^2}{R^2} \frac{dR}{dT} \delta T e^{i\omega t} = \bar{G}(T - T_{\text{bath}}) + G\delta T e^{i\omega t} + i\omega C\delta T e^{i\omega t} \quad (2.30)$$

と書き換えられる。(2.30) 式の解は、

$$\delta T e^{i\omega t} = \frac{1}{\alpha \frac{P_{\text{b}}}{T} + G + i\omega C} \delta P e^{i\omega t} \quad (2.31)$$

$$= \frac{1}{G} \frac{1}{1 + \frac{\alpha P_{\text{b}}}{GT}} \frac{1}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \delta P e^{i\omega t} \quad (2.32)$$

ここで、

$$\tau_{\text{eff}} \equiv \frac{1}{1 + \frac{\alpha P_{\text{b}}}{GT}} \frac{C}{G} \quad (2.33)$$

は、電熱フィードバックがかかった状態での実効的な時定数である。

図2.4 電熱フィードバックのダイアグラム

一般的なフィードバックの理論に当てはめると、電熱フィードバックの系は図2.4のように表すことができる。フィードバック量  $b$  と系のループゲイン  $\mathcal{L}(\omega)$  はそれぞれ

$$b = -V_b \quad (2.34)$$

$$\mathcal{L}(\omega) = \frac{1}{G(1+i\omega\tau_0)} \times \alpha \frac{R}{T} \times \left(-\frac{I}{R}\right) \times (-V_b) = \frac{\alpha P_b}{GT} \frac{1}{1+i\omega\tau_0} \equiv \frac{\mathcal{L}_0}{1+i\omega\tau_0} \quad (2.35)$$

と書ける。ただし、

$$\mathcal{L}_0 \equiv \frac{\alpha P_b}{GT} \quad (2.36)$$

は、周波数0でのループゲインである。ループを閉じた場合の伝達関数

$$S_I(\omega) \equiv \frac{\delta I}{\delta P} \quad (2.37)$$

は  $\mathcal{L}(\omega)$  を使って、

$$S_I(\omega) = \frac{1}{b} \frac{\mathcal{L}(\omega)}{1+\mathcal{L}(\omega)} \quad (2.38)$$

$$= -\frac{1}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1 + i\omega\tau_0} \quad (2.39)$$

$$= -\frac{1}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \frac{1}{1+i\omega\tau_{\text{eff}}} \quad (2.40)$$

と書ける (付録 C 参照)。ただし、

$$\tau_{\text{eff}} \equiv \frac{\tau}{\mathcal{L}_0 + 1} \quad (2.41)$$

である。ループゲインが十分に大きい場合 ( $\mathcal{L}_0 \gg 1$ ) は、

$$S_I(\omega) = -\frac{1}{V_b} \frac{1}{1+i\omega\tau_{\text{eff}}} \quad (2.42)$$

となる。さらに  $\omega \ll 1/\tau_{\text{eff}}$  を満たす周波数範囲では、

$$S_I = -\frac{1}{V_b} \quad (2.43)$$

と表され、電圧  $V_b$  の逆数になる。 $S_I(\omega)$  のことを特に電流応答性 (current responsivity) と呼ぶことがある。

入力  $P(t) = E\delta(t)$  に対する応答は、以下のように計算される。角周波数空間 ( $-\infty < \omega < +\infty$ ) での入力は、

$$P(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} E\delta(t)e^{i\omega t} dt \quad (2.44)$$

$$= \frac{E}{2\pi} \quad (2.45)$$

であるので、出力はそれに電流応答性をかけて、

$$I(\omega) = S_I(\omega)P(\omega) \quad (2.46)$$

$$= -\frac{E}{2\pi V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \frac{1}{1+i\omega\tau_{\text{eff}}} \quad (2.47)$$

と表される。これを逆フーリエ変換して時間軸に戻すと

$$I(t) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\omega) e^{-i\omega t} d\omega \quad (2.48)$$

$$= -\frac{1}{2\pi} \frac{E}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^{-i\omega t}}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} d\omega \quad (2.49)$$

$$= -\frac{E}{V_b\tau_{\text{eff}}} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (2.50)$$

$$= -\frac{\alpha E}{CT} I_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (2.51)$$

なり、(2.22) 式と一致する。ただし、 $I_0$  は平衡状態で TES を流れる電流である。一方、入力  $P(t) = E\delta(t)$  による温度上昇は周波数空間で

$$\Delta T(\omega) = \frac{1}{G(1 + i\omega\tau_0)} \frac{1}{1 + \mathcal{L}(\omega)} P(\omega) \quad (2.52)$$

$$= \frac{1}{2\pi} \frac{E}{G} \frac{1}{1 + \mathcal{L}_0} \frac{1}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \quad (2.53)$$

と書けるので、時間軸に直すと

$$\Delta T(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \Delta T(\omega) e^{-i\omega t} d\omega \quad (2.54)$$

$$= \frac{1}{2\pi} \frac{E}{G} \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^{-i\omega t}}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} d\omega \quad (2.55)$$

$$= \frac{E}{G\tau_{\text{eff}}} \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (2.56)$$

$$= \frac{E}{C} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (2.57)$$

である。

ループゲイン  $\mathcal{L}_0$  が一定とみなせる時、(2.50) 式より

$$\int V_b I(t) dt = -\frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} E \quad (2.58)$$

したがって、X線入射に伴うジュール発熱の積分量は入射エネルギー  $E$  に比例する。入射エネルギーのうち  $\mathcal{L}_0/(\mathcal{L}_0 + 1)$  はジュール発熱の変化で補償され、 $1/(\mathcal{L}_0 + 1)$  が熱浴に逃げていくことになる。特に  $\mathcal{L}_0 \gg 1$  の場合は X線入射に伴うジュール発熱の変化の積分量は入射エネルギーに一致する。

## 2.4 固有ノイズ

エネルギー分解能を見積もるためにはノイズレベルを評価しなければならない。ノイズには、バックグラウンドの放射、熱浴の温度揺らぎ、外部磁場、 $1/f$  ノイズ、rf ノイズなど様々な起源のものが存在する。その中でも、ジョンソンノイズとフォノンノイズは X線マイクロカロリメータを使う限り避けることができず、原理的なエネルギー分解能はこれらで制限される。また、前置アンプなどの読み出し系ノイズも大きく寄与することが多い。ここではジョンソン

ノイズとフォノンノイズについて述べ、読み出し系のノイズについては??節で述べる。なお、ここでは理想的な定電圧バイアスの場合を定式化する。付録??で行う補正を反映させるには、フィードバック量  $b$ 、ループゲイン  $\mathcal{L}_0$  を補正すればよい。

図2.5 ノイズの寄与も含めた電熱フィードバックのダイアグラム

マイクロカロリメータには2種類の固有ノイズ源がある。1つは、温度計の抵抗で発生するジョンソンノイズ、もう1つは熱浴との熱伝導度が有限であるために発生する熱揺らぎ(フォノンノイズ)である。図2.5は、これらのノイズの寄与も含めた電熱フィードバックのダイアグラムである。フォノンノイズは熱起源であるので、信号と同じ部分に入力される。これに対して、ジョンソンノイズはカロリメータの抵抗に起因するため、フォノンノイズとは伝達の仕方が異なる。微小な熱揺らぎ  $\delta P_{\text{ph}}$  がもたらす電流の揺らぎは、

$$\delta I_{\text{ph}} = -\frac{1}{V_b} \frac{\mathcal{L}(\omega)}{1 + \mathcal{L}(\omega)} \delta P_{\text{ph}} \quad (2.59)$$

$$= S_I \delta P_{\text{ph}} \quad (2.60)$$

である。これより、フォノンノイズの電流密度は、

$$\delta I_{\text{ph}}^2 = |S_I|^2 \delta P_{\text{ph}}^2 \quad (2.61)$$

$$= \frac{1}{V_b^2} \left( \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \delta P_{\text{ph}}^2 \quad (2.62)$$

となる。[10]によると、フォノンノイズのパワースペクトル密度は  $0 \leq f < \infty$  空間で

$$\delta P_n^2 = 4k_B G T^2 \frac{\int_{T_{\text{bath}}}^T \left( \frac{t\kappa(t)}{T\kappa(T)} \right)^2 dt}{\int_{T_{\text{bath}}}^T \left( \frac{\kappa(t)}{\kappa(T)} \right) dt} \quad (2.63)$$

$$\equiv 4k_B G T^2 \Gamma \quad (2.64)$$

と表される。ただし、 $\kappa(T)$  はサーマルリンクを構成する物質の熱伝導率である。 $\theta \equiv T_{\text{bath}}/T$  とし、 $\kappa(T)$  は  $\kappa(T) = \kappa(T_{\text{bath}})\theta^{-(n-1)}$  と表されると仮定すると、 $\Gamma$  は、

$$\Gamma = \frac{n}{2n+1} \frac{1 - \theta^{(2n+1)}}{1 - \theta^n} \quad (2.65)$$

となる。(2.64) 式を (2.62) 式に代入すると、フォノンノイズの電流密度は、

$$\delta I_{\text{ph}}^2 = 4k_B G T^2 \Gamma |S_I|^2 \quad (2.66)$$

$$= \frac{4k_B G T^2 \Gamma}{b^2} \left( \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.67)$$

$$= \frac{4k_B G T^2 \Gamma}{V_b^2} \left( \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.68)$$

と表される。

一方、ジョンソンノイズ  $\delta V_J$  による電流の揺らぎ  $\delta I_J^0$  は、

$$\delta I_J^0 = \frac{\delta V_J}{R} \quad (2.69)$$

であり、この揺らぎが系に入力されると、出力の揺らぎは、

$$\delta I_J = \frac{1}{1 + \mathcal{L}(\omega)} \delta I_J^0 \quad (2.70)$$

$$= \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} + \frac{i\omega\tau_{\text{eff}}}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \frac{\delta V_J}{R} \quad (2.71)$$

$$= \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \frac{1 + i\omega\tau_0}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \frac{\delta V_J}{R} \quad (2.72)$$

となる。ジョンソンノイズの電圧密度は  $0 \leq f < \infty$  空間では  $\delta V_J^2 = 4k_B T R$  と与えられるので、出力電流密度は

$$\delta I_J^2 = \frac{4k_B T}{R} \left( \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \left| \frac{1 + i\omega\tau_0}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \right|^2 \quad (2.73)$$

$$= \frac{4k_B T}{R} \left( \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1 + \omega^2\tau_0^2}{1 + \omega^2\tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.74)$$

$$= \begin{cases} \frac{4k_B T}{R} \left( \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 & \text{if } \omega \ll \tau_0^{-1} \\ \frac{4k_B T}{R} & \text{if } \omega \gg \tau_{\text{eff}}^{-1} \end{cases} \quad (2.75)$$

となる。これより、 $\omega \ll \tau_0^{-1}$  の周波数範囲では、ジョンソンノイズは電熱フィードバックによって抑制され、 $\omega \gg \tau_{\text{eff}}^{-1}$  の周波数範囲では元の値に戻ることがわかる。

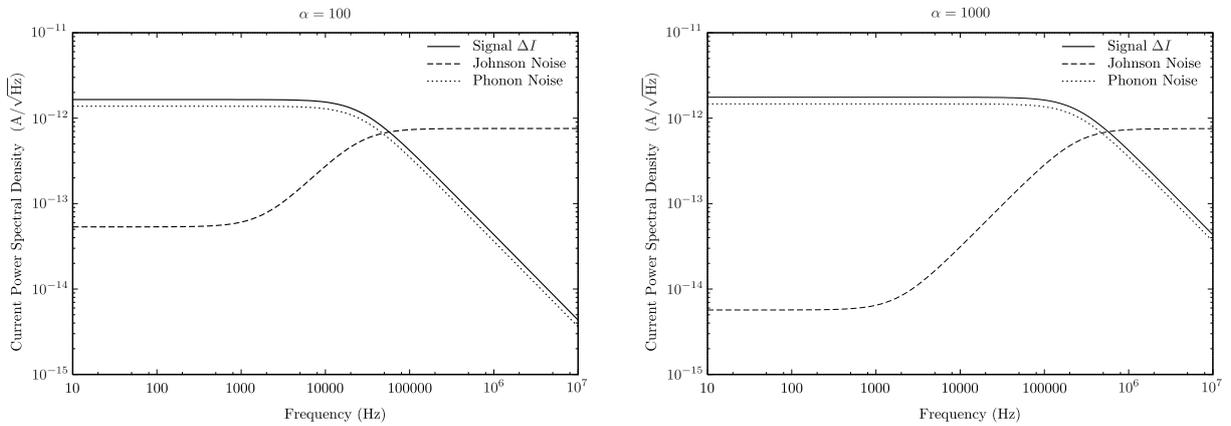


図 2.6 ノイズ電流密度。左は  $\alpha = 100$ 、右は  $\alpha = 1000$  の場合。実線が信号、破線がジョンソンノイズ、点線がフォノンノイズを表す。低い周波数では電熱フィードバックによってジョンソンノイズが抑制される。

これら全ての電流密度は自乗和によって与えられ、 $0 \leq f < \infty$  空間で

$$\delta I^2 = \delta I_J^2 + \delta I_{\text{ph}}^2 \quad (2.76)$$

$$= \frac{4k_B T}{R} \left( \frac{1}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1 + \omega^2 \tau_0^2}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} + 4k_B G T^2 \Gamma \frac{1}{V_b^2} \left( \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \right)^2 \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.77)$$

$$= \frac{4k_B T}{R} \frac{1 + \Gamma \alpha \mathcal{L}_0}{(\mathcal{L}_0 + 1)^2 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.78)$$

となる。これは、強い電熱フィードバックの極限では、

$$\delta I^2 = \frac{4k_B T}{R} \frac{n/2 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2}{1 + \omega^2 \tau_{\text{eff}}^2} \quad (2.79)$$

となる。図 2.6 にノイズ電流密度と信号の周波数特性を示す。フォノンノイズとジョンソンノイズの関係を見るために両者の比をとると、

$$\frac{\delta I_{\text{ph}}^2}{\delta I_J^2} = \frac{\alpha \mathcal{L}_0 \Gamma}{1 + \omega^2 \tau_0^2} \quad (2.80)$$

したがって、低い周波数ではジョンソンノイズが抑制され、フォノンノイズが $\alpha \mathcal{L}_0 \Gamma$ 倍大きい。が、 $\omega > \tau_0^{-1}$ ではジョンソンノイズの寄与が大きくなりはじめ、 $\omega \gg \tau_{\text{eff}}^{-1}$ ではジョンソンノイズが支配的になる。一方、パルスとフォノンノイズの比は

$$\frac{\delta P_{\text{signal}}^2}{\delta P_n} = \frac{2E^2}{4k_B G T^2 \Gamma} \quad (2.81)$$

となり、周波数に依存しない。これは両者がまったく同じ周波数依存性を持つためである。

(2.40) 式と (2.75) 式より、ジョンソンノイズは電流応答性  $S_I$  を用いて

$$\delta I_J^2 = \frac{4k_B T}{R} \frac{b^2 (1 + \omega^2 \tau_0^2)}{\mathcal{L}_0^2} |S_I|^2 \quad (2.82)$$

とかける。(2.67) 式と (2.75) 式から、固有ノイズは

$$\delta I^2 = \frac{4k_B T}{R} \frac{1 + \omega^2 \tau_0^2}{\mathcal{L}_0^2} b^2 |S_I|^2 + 4k_B G T^2 \Gamma |S_I|^2 \quad (2.83)$$

となる。雑音等価パワー (noise equivalent power)  $\text{NEP}(f)$  は、信号のパワーと  $\text{NEP}(f)$  の比が S/N 比となる値として定義され、

$$\text{NEP}(f)^2 = \left| \frac{\delta I}{S_I} \right|^2 \quad (2.84)$$

と計算される。固有ノイズに対する  $\text{NEP}(f)$  は

$$\text{NEP}(f)^2 = \left| \frac{\delta I}{S_I} \right|^2 \quad (2.85)$$

$$= \frac{4k_B T}{R} \frac{b^2}{\mathcal{L}_0^2} \left( 1 + (2\pi f)^2 \tau_0^2 + \frac{\mathcal{L}_0^2}{b^2} R G T^2 \Gamma \right) \quad (2.86)$$

$$= 4k_B T P_b \left( \frac{1 + (2\pi f)^2 \tau_0^2}{\mathcal{L}_0^2} + \frac{\alpha \Gamma}{\mathcal{L}_0} \right) \quad (2.87)$$

となる。

## 2.5 最適フィルタとエネルギー分解能

X線マイクロカロリメータは、原理的には非常に高いエネルギー分解能を達成することができる。しかし、実際にはパルス波形がノイズによって変形されるため単純にパルスのピーク値を取っただけではよい分解能が得られない。そこで、一般的には最適フィルタ処理を行うことにより、その誤差を小さくできると考えられている。最適フィルタ処理ではすべてのX線パルスが相似系であることを仮定して以下のようにエネルギーを決定する。

測定により得られたパルスを  $D(t)$  とし、周波数空間では

$$D(f) = A \times M(f) + N(f) \quad (2.88)$$

のように表されるとする。ただし、 $M(f)$  と  $N(f)$  はそれぞれ理想的なパルス (電流応答性  $S_I$  と同等のもので、ここではモデルパルスと呼ぶ) とノイズのスペクトルであり、 $A$  は振幅を表す。相似系を仮定しているので、パルスは  $A \times M(f)$  と書ける。実際に得られたパルスとモデルパルスの差が小さくなるように、振幅  $A$  の値を最小自乗法によって決定する。実際に得られたパルスとモデルパルスの差を、

$$\chi^2 \equiv \int \frac{|D(f) - A \times M(f)|^2}{|N(f)|^2} \quad (2.89)$$

と定義すると、 $\chi^2$  を最小にする  $A$  は、

$$A = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} \frac{DM^* + D^*M}{2|N|^2} df}{\int_{-\infty}^{\infty} \frac{|M|^2}{|N|^2} df} \quad (2.90)$$

で与えられる。 $D(f)$  と  $M(f)$  は実関数のフーリエ成分であるから、 $D(-f) = D(f)^*$ 、 $M(-f) = M(f)^*$  を満たす。したがって、

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{D(f)M(f)^*}{2|N|^2} df = - \int_{\infty}^{-\infty} \frac{D(-f)M(-f)^*}{2|N|^2} df = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{M(f)D(f)^*}{2|N|^2} df \quad (2.91)$$

が成り立つので、 $A$  は

$$A = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} \frac{DM^*}{|N|^2} df}{\int_{-\infty}^{\infty} \frac{|M|^2}{|N|^2} df} \quad (2.92)$$

あるいは

$$A = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} \frac{D}{M} \left| \frac{M}{N} \right|^2 df}{\int_{-\infty}^{\infty} \left| \frac{M}{N} \right|^2 df} \quad (2.93)$$

となる。(2.93) 式から、 $A$  は S/N 比  $[M(f)/N(f)]^2$  を重みとした場合の  $D(f)/M(f)$  の平均値になっていることがわかる。(2.93) 式はさらに

$$A = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} D(t) \mathcal{F}^{-1} \left( \frac{M(f)}{|N(f)|^2} \right) dt}{\int_{-\infty}^{\infty} \left| \frac{M}{N} \right|^2 df} \quad (2.94)$$

と変形できる。ただし、 $\mathcal{F}^{-1}$  は逆フーリエ変換を表し、 $T(t) \equiv \mathcal{F}^{-1} \left( \frac{M(f)}{|N(f)|^2} \right)$  を最適フィルタのテンプレートと呼ぶことにする。したがって、テンプレートを用いるとパルスハイト  $H$  は

$$H = N \int_{-\infty}^{\infty} D(t) T(t) dt \quad (2.95)$$

あるいは離散的なデータ点に対して

$$H = N \sum_i D_i(t) T_i(t) \quad (2.96)$$

となる。ただし、 $N$  は最適な規格化定数、 $D_i(t)$  と  $T_i(t)$  はそれぞれデジタイズされたパルスデータとテンプレートである。最適フィルターテンプレートを作成するためのモデルパルスとしては、実際に得られた X 線パルスの平均 (平均パルスと呼ぶ) を用いればよい\*1。

最適フィルタ処理を施した場合のエネルギー分解能の限界 ( $1\sigma$  エラー) は (2.89) 式の  $\chi^2$  が最適値より 1 だけ増える  $A$  の変化分で計算でき、これは雑音等価パワー NEP( $f$ ) を用いて

$$\Delta E_{\text{rms}} = \left( \int_0^{\infty} \frac{4df}{\text{NEP}^2(f)} \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.97)$$

と表される [12]。固有ノイズによるエネルギー分解能を計算する。(2.87) 式を (2.97) 式に代入するとエネルギー分解能は

$$\Delta E_{\text{rms}} = \left( \int_0^{\infty} \frac{4df}{\frac{4k_B T}{R} \frac{b^2}{\mathcal{L}_0^2} \left( (1 + (2\pi f)^2 \tau_0^2) + \frac{\mathcal{L}_0^2}{b^2} RGT\Gamma \right)} \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.98)$$

$$= \sqrt{\frac{4k_B T}{R} \frac{b^2}{\mathcal{L}_0^2} \tau_0 \sqrt{1 + \frac{\mathcal{L}_0^2}{b^2} RGT\Gamma}} \quad (2.99)$$

$$= \sqrt{4k_B T^2 C \frac{b^2}{RGT\mathcal{L}_0^2} \sqrt{1 + \frac{\mathcal{L}_0^2}{b^2} RGT\Gamma}} \quad (2.100)$$

となる。 $\xi$  を

$$\xi \equiv 2 \sqrt{\frac{b^2}{RGT\mathcal{L}_0^2} \sqrt{1 + \frac{\Gamma}{b^2} \frac{\mathcal{L}_0^2}{RGT\mathcal{L}_0^2}}} \quad (2.101)$$

\*1 平均パルスを  $M(f)$  として (2.94) 式を計算すると、 $D(f) = M(f)$  の時に  $A = 1$  となる。また、responsivity を  $M(f)$  として (2.94) 式を計算すると、 $D(f) = M(f)$  の時に  $A =$  入射エネルギーとなる。

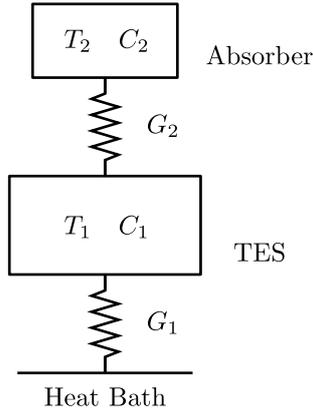


図 2.7 TES と吸収体の間に有限の熱伝導度が存在する場合のモデル

と定義すると、エネルギー分解能は半値全幅 (FWHM) で

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = 2.35\xi\sqrt{k_{\text{B}}T^2C} \quad (2.102)$$

となる。(2.101) 式に (2.34) 式と (2.36) 式を代入すると、

$$\xi = 2\sqrt{\frac{1}{\alpha\mathcal{L}_0}\sqrt{1 + \alpha\mathcal{L}_0\Gamma}} \quad (2.103)$$

のように書ける。 $T_{\text{bath}} \ll T$  の場合は、 $\Gamma \sim 1/2$ 、 $P_{\text{b}} \sim GT/n$ 、 $\mathcal{L}_0 \sim \alpha/n$  であり、 $\xi \simeq 2\sqrt{\sqrt{n/2}/\alpha}$  となる。 $\alpha$  が大きい場合は、固有ノイズによるエネルギー分解能は  $\alpha^{-1/2}$  に比例して良くなることがわかる。例えば、 $\alpha \sim 1000$  では  $\xi$  が 0.1 以下にもなる。

実際は読み出し系ノイズ、熱浴の温度揺らぎ、これらとは別の原因不明なノイズなどによりエネルギー分解能が制限されることがあり、一般的にはエネルギー分解能は (2.102) 式とは異なる依存性を持つ。また、パルス波形がイベントごとにはばらつく場合には、S/N 比から計算されるエネルギー分解能より実際のエネルギー分解能は悪化する。

## 2.6 吸収体と TES が有限の熱伝導度でつながれている場合

吸収体と TES の間の熱伝導度が有限の場合を考える。この場合、TES と吸収体は図 2.7 のようなモデルで表される。このような場合、吸収体で吸収されたエネルギーが TES に伝わるまでに有限の時間がかかり、それまでの時間は TES と吸収体に温度差が生じる。また、TES と吸収体の熱伝導度  $G_2$  に伴い?? に示す熱揺らぎノイズが発生する。

### 2.6.1 温度変化を表す方程式

この系での熱の流れを表す微分方程式は、

$$\frac{d\Delta T_2}{dt} = -\frac{G_2}{C_2}(\Delta T_2 - \Delta T) \quad (2.104)$$

$$\frac{d\Delta T_1}{dt} = -\frac{G_1}{C_1}\Delta T_1 + \frac{G_2}{C_1}(\Delta T_2 - \Delta T_1) - \frac{P_{\text{b}}\alpha}{C_1T_1}\Delta T_1 \quad (2.105)$$

のようになる。ただし、 $G_1$  は TES と熱浴間の熱伝導度、 $G_2$  は TES と吸収体間の熱伝導度、 $C_1$ 、 $T_1$  は TES の熱容量と温度、 $C_2$ 、 $T_2$  は吸収体の熱容量と温度である。ここで、式 (2.105) の最後の項は電熱フィードバックによるジュール発熱の変化を表す。これらの式を変形すると、

$$\frac{d}{dt}(\Delta T_2 - \Delta T_1) = -\left(\frac{G_2}{C_2} + \frac{G_2}{C_1}\right)(\Delta T_2 - \Delta T_1) + \frac{G_1}{C_1}(1 + \mathcal{L}_0)\Delta T \quad (2.106)$$

$$\frac{d}{dt}\left(\Delta T_1 + \frac{C_2}{C_1}\Delta T_2\right) = -\frac{G_1}{C_1}\Delta T_1 \quad (2.107)$$

となる。ここで、系全体の温度が変化する時間に比べて、 $\Delta T_2$  は短い時間で  $\Delta T_1$  に一致すると仮定する。すなわち  $G_2 \gg G_1(1 + \mathcal{L}_0)$  が成り立つとする。すると、式 (2.106) の右辺第二項は無視することができ、

$$\frac{d}{dt}(\Delta T_2 - \Delta T_1) = -\left(\frac{G_2}{C_2} + \frac{G_2}{C_1}\right)(\Delta T_2 - \Delta T_1) \quad (2.108)$$

となる。この式は簡単に解くことができ、

$$\Delta T_2 - \Delta T_1 \propto \exp\left[-\left(\frac{G_2}{C_{\text{int}}}\right)t\right] \quad (2.109)$$

となる。ここで、 $C_{\text{int}}$  は

$$\frac{1}{C_{\text{int}}} \equiv \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} \quad (2.110)$$

で定義した。したがって時定数  $\tau_2$  は

$$\tau_2 = \frac{C_{\text{int}}}{G_2} = \frac{CC_2}{(C + C_2)G_2} \quad (2.111)$$

となる。 $\tau_2$  経過後は  $\Delta T_2 \rightarrow \Delta T_1$  となるので、式 (2.107) より

$$\left(1 + \frac{C_2}{C_1}\right) \frac{d}{dt}\Delta T_1 = -\frac{G_1}{C_1}(1 + \mathcal{L}_0)\Delta T_1 \quad (2.112)$$

$$\frac{d}{dt}\Delta T_1 = -\frac{G_1}{C_1 + C_2}(1 + \mathcal{L}_0)\Delta T_1 \quad (2.113)$$

$$\Delta T_1 \propto \exp\left(-\frac{G_1}{C_1 + C_2}(1 + \mathcal{L}_0)t\right) \quad (2.114)$$

と計算できる。したがって時定数  $\tau_1$  は

$$\tau_1 = \frac{C_1 + C_2}{G} \frac{1}{1 + \mathcal{L}_0} \quad (2.115)$$

となる。以上より、TES と吸収体の温度は時定数  $\tau_2 = C_{\text{int}}/G_2$  の後に一致し、その後は時定数  $\tau_1 = \frac{C+C_2}{G(1+\mathcal{L}_0)}$  で定常状態の温度に戻っていくことになる。この  $\tau_1$  はカロリメータの有効時定数に対応する。

## 2.6.2 X線入射後の波形

X線が吸収体で吸収された場合、TES で吸収された場合の温度変化をそれぞれ考える。温度変化は出力電流の変化に対応するのでこれは出力波形を考える相当する。

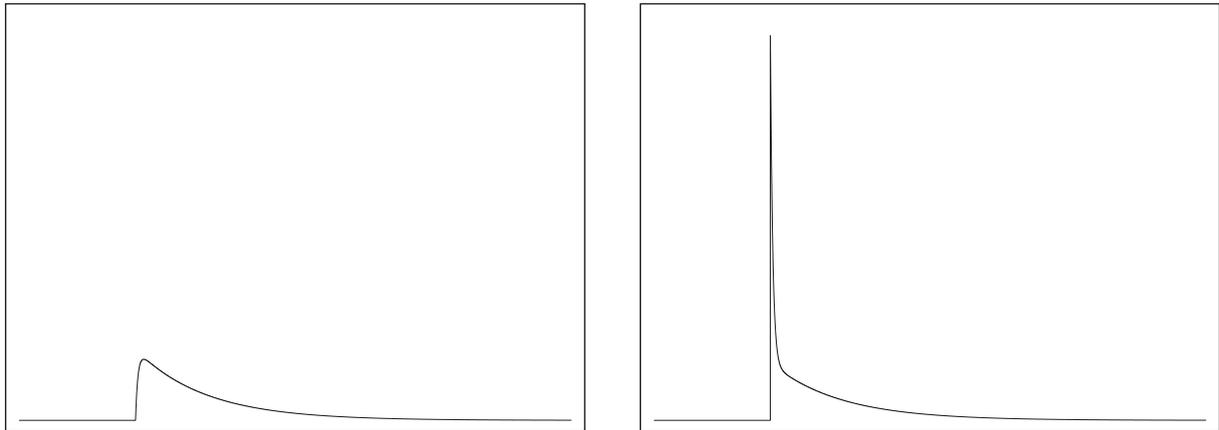


図 2.8 モデルから計算される TES の温度。横軸は時間。吸収体に X 線が入射した場合 (左) と、TES に X 線が入射した場合 (右)。

X 線が吸収体に入射すると、吸収体の温度は  $\Delta T_2 = E/C_2$  だけ上昇する。その熱は、時定数  $\tau_2$  で吸収体から TES に流入する。その後、時定数  $\tau_1$  で TES、吸収体の温度は定常状態の温度に戻る。このことから、TES の温度は、まず時定数  $\tau_2$  の指数関数で立ち上がり、時定数  $\tau_1$  で定常状態に戻る。そこで、TES の温度は

$$\Delta T_1 \propto \left( \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) - \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right) \quad (2.116)$$

となる。

一方、X 線が TES に入射した場合、TES の温度がまず  $\Delta T_1 = E/C_1$  だけ上昇する。その熱は時定数  $\tau_2$  で吸収体に移動し、TES と吸収体の温度が等しくなった後に時定数  $\tau_1$  で両者の温度は定常状態の温度に戻る。そこで、TES の温度はまず時定数  $\tau_2$  で減衰し、吸収体と温度が等しくなった後に時定数  $\tau_1$  で減衰すると考えられる。TES の温度は

$$\Delta T_1 \propto \left( \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right) \quad (2.117)$$

となる。

次に微分方程式を数値的に解いた。  $C_2/C_1 = 4$ 、  $\tau_1/\tau_2 = 20$  としたときの、吸収体に X 線が入射した場合 ( $t = 0$  で  $\Delta T_1 = 0$ 、  $\Delta T_2 = E/C_2$ ) の TES の温度変化を図 2.8 左に、TES に入射した場合 ( $t = 0$  で  $\Delta T_1 = E/C_1$ 、  $\Delta T_2 = 0$ ) を図 2.8 右に示す。この波形は上の考察とよくあっている。

### 2.6.3 周波数応答を用いた定式化

次に、TES の周波数応答を用いて、吸収体に X 線が入射した際の波形を考える。

§ ??では、TES への熱入力が入射 X 線エネルギー  $E$  がデルタ関数的に入射するとして  $P(t) = E\delta(t)$  とした。吸収体と TES との間に有限の熱伝導度が存在する場合には、熱入力は

$$P(t) = \frac{E}{\tau_2} \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \quad (t \geq 0) \quad (2.118)$$

だと考えればよい。ただし、吸収体に X 線が入射した時刻を  $t = 0$  とする。

§ ?? と同様に計算を行なうと、周波数空間での熱入力  $P(\omega)$  は、

$$P(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\infty} \frac{E}{\tau_2} \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) e^{-i\omega t} dt = \frac{E}{2\pi} \frac{1}{1 + i\omega\tau_2} \quad (2.119)$$

となり、周波数空間での出力電流  $I(\omega)$  は、

$$I(\omega) = P(\omega)S_I(\omega) \quad (2.120)$$

$$= -\frac{E}{2\pi} \frac{1}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \frac{1}{1 + i\omega\tau_2} \frac{1}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} \quad (2.121)$$

と表される。これを逆フーリエ変換をして実空間に戻すと、

$$I(t) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\omega) e^{i\omega t} d\omega \quad (2.122)$$

$$= -\frac{E}{2\pi} \frac{1}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{1 + i\omega\tau_2} \frac{1}{1 + i\omega\tau_{\text{eff}}} e^{i\omega t} d\omega \quad (2.123)$$

$$= \frac{E}{V_b} \frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} \frac{1}{\tau_{\text{eff}} - \tau_2} \left( \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) - \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right) \quad (2.124)$$

と表させる。これは、時刻  $t = 0$  では最大値をとらず、

$$t_{\text{peak}} = \ln \frac{\tau_{\text{eff}}}{\tau_2} \left( \frac{1}{\tau_2} - \frac{1}{\tau_{\text{eff}}} \right)^{-1} \quad (2.125)$$

となる  $t_{\text{peak}}$  で最大値をとる。また、式 (2.124) を積分すると

$$\int V_b I(t) dt = -\frac{\mathcal{L}_0}{\mathcal{L}_0 + 1} E \quad (2.126)$$

となり、式 (2.58) と同様  $\mathcal{L}_0 \gg 1$  では X 線のエネルギーに一致することがわかる。

## 第3章

# マッシュルーム型吸収体開発の現状

本章では、吸収体に求められる性能と、吸収体として検討すべき物性についてまとめ、マッシュルーム型吸収体開発の現状を報告する。

### 3.1 吸収体に求められる性能

#### 3.1.1 受光面積と画素数

2014年打ち上げ予定の Astro-H 衛星に搭載される SXS (Soft X-ray Spectrometer) では、一画素の大きさが  $640\ \mu\text{m}$  (画素間の隙間を含む) 角で  $6 \times 6$ 、検出器全体の大きさ (受光面積) は  $3.8\ \text{mm}$  角 (視野  $2.9' \times 2.9'$ ) である。この大きさは特に広がった天体の観測においては必ずしも充分なものではなく、次世代 X 線天文衛星では  $10\ \text{mm}$  角程度のカロリメータ検出器が必要とされている。

一素子の大きさを大きくすれば素子数をそれほど増やさずに大面積を達成できるが、望遠鏡の角度分解能から決まる大きさよりも大きくすると画質が劣化してしまう。また、何よりも素子が大きくなるにつれて熱容量が増大しエネルギー分解能の劣化を招くので、一素子の大きさをあまり大きくすることができない。DIOS では口径  $60\ \text{cm}$ 、焦点距離  $70\ \text{cm}$ 、角度分解能  $30$  秒程度の 4 回反射望遠鏡を搭載する予定であり、望遠鏡の角度分解能から決まる吸収体のサイズは  $500\ \mu\text{m}$  角である。

#### 3.1.2 開口率

天文学への応用でもう一つ重要なのが開口率である。天体からやってくる X 線光子の数は極めて少なく、それを効率良く検出するためには高い開口率が必要である。しかしながら基板上では各素子への配線等や、素子を基板から熱的に切り離すための構造等にも場所が必要である。これらは単にデッドスペースとなるばかりでなく、X 線が当たることによって偽イベントとなる可能性もある。

#### 3.1.3 マッシュルーム型吸収体開発の必要性

開口率を向上させるには多素子化が有効だが、読み出し系等の問題もあり、次世代の X 線天文衛星として計画中の DIOS でも  $20 \times 20$  程度が実現可能の限界である。素子数をそこまで増やせないとする、次は素子を大型化するこ

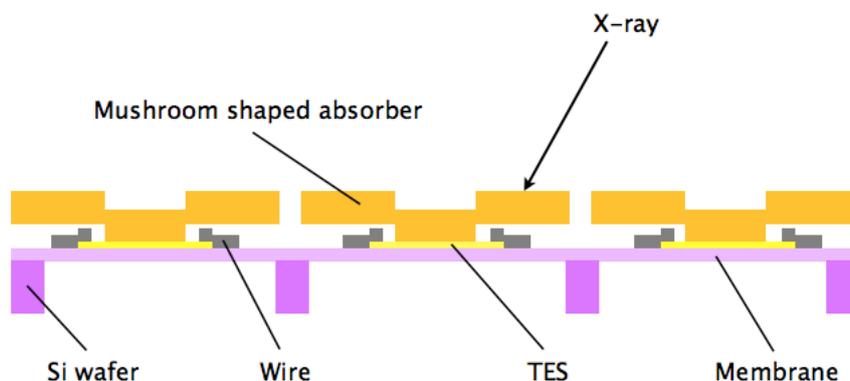


図 3.1 マッシュルーム型吸収体の断面模式図

とが考えられるが、素子の熱容量が増大すると熱揺らぎで決まる原理的なエネルギー分解能は劣化し、極端な大型化も望めない。また、素子面積が大きくなると吸収体内部での熱拡散過程がばらつき、それはパルスのばらつきとなってエネルギー分解能を劣化させる原因になる。

できるだけ素子密集し、検出器上の無駄なスペースを少なくする検出器デザインやその製作法はもちろん重要であるが、素子の配線スペースや、素子を熱浴から切り離す構造のためにどうしても必要なスペースがあることから、根本的な解決にはならない。例えば、我々のグループでは行きと帰りの配線を重ね、デットスペースを少なくする積層配線技術を開発中であるが、ほとんど限界までスペースを削ったとしても、素子間は  $500\ \mu\text{m}$  ほど残る。また、吸収体を TES 全体を覆うように成膜してしまうと、TES は超伝導にならない。したがって、吸収体は図 3.1 のような、マッシュルーム形状にする必要がある。

## 3.2 X線吸収体として検討すべき物性

### 3.2.1 吸収体としてみた場合の絶縁体、半導体、金属の違い

マッシュルーム型吸収体として用いる物質は X 線素子能力が高く、比熱が小さく、熱化、熱拡散が速いという条件を同時に満たすものが適している。以下に物質の種類に応じた特徴をあげる。

- 絶縁体と半導体

一般的に絶縁体と半導体は、バンドギャップの不純物順位に電子が捕捉されて準安定な状態を作ってしまう。そのため、熱化が不完全であったりばらつくことが多い。

- 常伝導金属

常伝導金属は X 線のエネルギー伝導電子の電子-電子相互作用によって熱化されるため、熱化が非常に速く、経験的に ns のオーダーである。また、熱拡散も伝導電子が担うため非常に速い。そのため、熱化、熱拡散という点においては有利である。しかし、電子比熱が大きいため高いエネルギー分解能を得るには吸収体のサイ

ズに限られる。

- 超伝導体

超伝導体は超伝導転移温度よりも十分低温では電子比熱が指数関数的に小さくなる。そこで、原子番号の大きくデバイ温度が高い超伝導体を用いれば、比熱を抑えつつ高いエネルギー検出効率を達成できる。しかし、超伝導遷移温度よりも十分な低温では準粒子の寿命が長くなり、一般的に熱化が非常に遅くなる。準粒子の寿命は格子の一様性にも依存する。

- 半金属

ビスマスなどの半金属は、電子比熱が小さいため熱容量を抑えつつ吸収体のサイズを大きくすることができる。一方、熱化が比較的速いことでも知られている。

これらの特徴を考慮して、吸収体としてはスズ、ビスマス、金、銅、水銀テルル（ギャップエネルギーの小さい化合物半導体）などが用いられている。Astro-H 衛星に搭載される SXS では吸収体として化合物半導体である水銀テルル (HgTe) を使用している。これに対して、更なる大フォーマットの TES 型 X 線マイクロカロリメータアレイ用吸収体としては、半金属のビスマスが非常に期待されている物質である。

### 3.2.2 熱容量

TES カロリメータの場合は、TES 温度計のダイナミックレンジから熱容量  $C$  に制限がつく。条件として最大エネルギーを 10 keV、TES 温度計の抵抗感度  $\alpha = 50$ 、熱伝導率  $\kappa \propto T^{n-1}$  の温度依存性のべき  $n = 3$  を想定すると、TES カロリメータの熱容量の最小値は、

$$C_{\min} = \frac{\alpha E_{\max}}{T_c} = 0.80 \text{ pJ/K} \left( \frac{\alpha}{50} \right) \left( \frac{E_{\max}}{10 \text{ keV}} \right) \left( \frac{T_c}{0.1 \text{ K}} \right)^{-1} \quad (3.1)$$

である。このときの熱力学的なエネルギー分解能のリミットは、

$$\Delta E_{\text{FWHM}, \min} = 2.355 \sqrt{4\sqrt{n/2} k_B T_c E_{\max}} = 1.4 \text{ eV} \left( \frac{n}{3} \right)^{1/2} \left( \frac{E_{\max}}{10 \text{ keV}} \right)^{1/2} \left( \frac{T_c}{0.1 \text{ K}} \right)^{1/2} \quad (3.2)$$

である。この式から、 $T_c < 150 \text{ mK}$  が必要であることもわかる。一方、例えば熱力学的なエネルギー分解能のリミットを 2 eV 以下にするには、

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = 2.355 \sqrt{4\sqrt{n/2} / \alpha k_B T_c^2 C} \quad (3.3)$$

から、熱容量の上限値は  $C_{\max} = 1.7 \text{ pJ/K}$  である。以上から、熱容量は  $\sim 1 \text{ pJ/K}$  の狭い範囲に限られる。

### 3.2.3 熱伝導

マイクロカロリメータの信号は exponential で decay する波形をもつ (式 2.14)。TES 型マイクロカロリメータは信号の立ち下りの時定数が  $\tau_{\text{eff}} \sim 100 \mu\text{sec}$  と非常に短く、応答が速いのが特徴である。一方で、信号の立ち上が

り速度は実際には有限であり、その時定数にばらつきがあるとエネルギー分解能は劣化する。式 (2.163) のように信号の立ち上がり、X線エネルギーの熱化やTESへの熱伝導の時定数で決まっている場合には、立ち上がり速度はX線が吸収された位置等に依存するため、ばらつきが発生する。この影響は、立ち上がりの時定数がパルスの立ち下りの時定数  $\tau_{eff} \sim 100 \mu\text{sec}$  に比べて、十分に短ければ無視出来る。立ち上がりの時定数を  $t_2$  とするとき、式 (2.163) に従うパルスのピーク値は理想的なパルスの  $\sim 1 - 5t_2/t_{eff}$  倍程度となる。パルス波高を決定する際にはフィルター処理によりパルス全体を使うため、ピークのばらつきがそのまま分解能にきくわけではないが、大雑把には分解能  $\Delta E/D \sim 1000$  を実現するには、 $t_2 < t_{eff}/1000$  程度が必要である。

一方、パルスの立ち上がり速度は信号の読み出し回路応答速度でも制限される。これはばらつきはないため、熱化や熱伝導で決まる立ち上がりが読み出し回路よりも速ければ、熱化や熱化や熱伝導によるばらつきの影響は無視できることになる。ただし、読み出し回路の応答が遅いと信号帯域幅が狭くなるので分解能は劣化する。このため、むやみに信号処理系を遅くすることはできず、熱化、熱伝導で決まる立ち上がり程度にするのが適当である。SQUIDを用いたTESマイクロカロリメータの信号処理の場合には、応答速度はSQUID入力コイルの  $L$  とTESの動作抵抗  $R$  で決まる時定数  $\tau_{LR} = L/R = 1.3 \mu\text{s} (L/40 \text{ nH}) (R/30 \text{ m}\Omega)^{-1}$  により原理的に制限される。

以上から、熱化や熱伝導で決まる信号の立ち上がり速度として  $\tau_{eff} \sim 100 \mu\text{sec}$  のTESカロリメータでは、 $0.1 \mu\text{s}$  に近い、速い立ち上がりが要求されることがわかる。

立ち上がりの速度を決める重要な要素の一つは、吸収体からTESへどのような形で熱が伝えられるかである。X線のエネルギーは、まずX線吸収体の電子系およびフォノン系に伝えられる。電子系とフォノン系に伝えられるエネルギーの比率は吸収体の種類に依存する。一方、TESは電子の温度を測定しているので、最終的にTESの電子系に熱を伝える必要がある。その間には、電子-電子、電子-フォノン、フォノン-フォノンの相互作用が介在する。

TESと異なる温度測定方式である半導体型のカロリメータ（例えばASTRO-H衛星のSXS）においては、電熱フィードバックが弱いことX線パルスの立ち上がりは遅く、数msecのオーダーである。また、信号処理系の速度は半導体温度計のインピーダンスと初段のJFETの入力容量で制限され、 $0.1 \text{ msec}$  のオーダーである。以上のことから、半導体型カロリメータは比較的遅い熱伝導を利用することが可能である。そこで、SXSでは電子比熱が小さいために低温での比熱が小さく、かつX線吸収効率の高い水銀テルル（半導体の一種）を吸収体として用いている。この場合は、X線あエネルギーは一次電子  $\rightarrow$  吸収体内のフォノン系  $\rightarrow$  温度計のフォノン系  $\rightarrow$  温度計の電子系の順に伝えられる。このとき、熱伝導を主に制限しているのはフォノン-フォノンの熱伝導における界面のカピッツァ抵抗であり、 $\tau_{fall} \sim 5 \text{ msec}$ 、 $\tau_{rise} \sim 100 \mu\text{sec}$  程度が得られている。

これに対して、TES型マイクロカロリメータでは応答を速くするためX線のエネルギーを一次電子  $\rightarrow$  吸収体内の電子系  $\rightarrow$  温度計の電子系と伝えられるのが望ましい。このため、従来TESカロリメータのX線吸収体としては、電子系が比熱のほとんどを担う常伝導金属が用いられてきた。常伝導金属の比熱は大きい、それでもTESより吸収体の方が面積が小さい、小さな画素のカロリメータでは、熱容量を  $1 \text{ pJ}$  以下に抑えることが可能であった。しかし、マッシュルーム形状を持つ、TESに比べて大面積の吸収体になると比熱が問題になる。そこで次に注目されたのが半金属である。半金属は電子密度が非常に小さいため、金属に比べると電子比熱が小さい。しかし、電子はフォノンに比べて同程度の比熱を担っていると予想され、電子系から電子系への熱伝導が可能である。

なお、半導体をX線吸収体とする場合には、電子-ホール対の寿命にも注意が必要である。半導体の場合、X線エネルギーの一部は電子-ホール対を作るのに使われる。電子-ホール対の数は統計的に揺らぐため、電子-ホール対の寿命はパルスの立ち上がりより短い必要がある。もし電子-ホール対の寿命がパルス長  $\tau_{eff}$  よりも長い場合、カロリ

メータが測定する熱エネルギーの量が揺らぐことになり、エネルギー分解能は半導体検出器の Fano Factor で決まる値を超えられないことになってしまう。同様の現象は超伝導体を吸収体とした場合にもおきる。この場合は電子-ホール対の代わりに粒子-準粒子対が作られる。

### 3.2.4 結晶構造と熱伝導

吸収体は優れた熱伝導性を備えたものが望ましい。TES では電子の温度を測定するのでフォノン（格子振動）による熱の移動だけでなく、電子の熱輸送を考える必要がある。この点では金属は熱伝導に優れる。また一般に、単純な物質ほど熱伝導は優れている。

### 3.2.5 薄膜の内部応力

吸収体の製作過程においては、内部応力をコントロールすることも望まれる。膜形成時には基板は非熱平衡状態にあり、また無数の島状構造が合体を繰り返して成長するものであるため、真空中で作られる薄膜には内部応力が残留しやすい。一般に、蒸着で形成された膜は引張応力（膜が縮もうとする応力）が残留しやすく、スパッタでは圧縮応力（膜が伸びようとする応力）が残留することが多いが、成膜速度や基板温度を調整することで応力を緩和することは可能である。

## 3.3 吸収体の成膜方法

吸収体を成膜する方法としては、真空蒸着、スパッタ、電析等が考えられる。

### 3.3.1 真空蒸着法 (vacuum evaporation)

抵抗加熱方式の真空蒸着法は試料を入れたバケットに大電流を流し、そのジュール発熱により試料を蒸発させて上部に設置した基板に成膜する方法である。真空蒸着法は薄膜製作に最も広く用いられている方法であり、不純物が混入しにくい、膜厚の制御が容易などのメリットがある。一方、基板が加熱されるため、TES の二層薄膜界面の原子の移動 (migration) が起き、TES の超伝導転移特性に影響を及ぼす可能性がある。また、熱によってリフトオフ用のレジストが硬化し、成膜後にレジストがうまく剥離できないという問題も起こり得る。

### 3.3.2 スパッタ法 (sputtering)

固体のターゲットの表面に高エネルギーのプラズマ粒子を入射させると、その粒子の運動エネルギーを得て表面付近の原子分子間で衝突が起こる現象をスパッタ現象という。粒子の運動エネルギーが原子、分子の結合エネルギーよりも大きい場合、表面からターゲット物質が飛び出す。このとき蒸発した原子、分子を基板に成膜するのがスパッタ法である。

高真空（ $\sim 0.1$  Pa）の電極間にスパッタガスと呼ばれるガスを流し込むと、高エネルギーの宇宙線などにより電離されて一次電子が作られる。ターゲットを陰極として 100-1000 V 程度の高電圧を印加すると、電子は電場と逆方向に加速され、エネルギーを増しながら次々にガスを電離していく。このようにして、電極間にグロー放電によるプラ

ズマが形成される。DC スパッタリング装置では、このプラズマ中の陽イオンを陰極付近の陰極電位降下で加速させ、ターゲットに衝突させることによりスパッタリング現象を得ている。この現象で発生した粒子をスパッタ粒子という。スパッタガスには化学的に安定な Ar などが用いられる。

スパッタは他の成膜方法に比べて成膜速度が一定であり、膜厚の制御性に優れるためÅ レベルでの成膜制御が可能である。一方、スパッタ法は通常  $10^{-2} - 10^{-3}$  Pa の真空度で行うので、雰囲気中のスパッタガスが試料に取り込まれやすく、純粋な薄膜を得るのは困難だと言われている。

### 3.3.3 電析法 (electrodeposition)

試料を陽極にして電解溶液中の金属イオンを還元し、基板の陰極上に電着させる方法である。常温で成膜できること、大面積に厚い膜を容易に成膜できることが利点である。ただし、添加剤等の有機物や、気泡がグレインの境界に介在物として混入する可能性がある。

## 3.4 我々のグループの型吸収体開発現状

我々 (宇宙研、首都大、他) のグループでは約 10 年前からマッシュルーム型吸収体の製作に取り組んできた。ここでは特にビスマスと金で製作した吸収体の研究を取り上げる。

### 3.4.1 ビスマス (蒸着) を用いた吸収体

ビスマスは半金属の中で最も原子番号が大きく、3.2.1 節で述べたように大面積の吸収体開発に向けた物質であることから、マッシュルーム型吸収体実現の最有力候補であると考えられていた。我々のグループではビスマスの真空蒸着装置を設計するところから初め、ビスマス吸収体カロリメータに X 線を照射し、パルスを取得する段階まで進んだ。しかし、bulk のビスマスは通常の金属と同じように温度と抵抗値に正の相関があるのに対し、蒸着で成膜したビスマスは負の相関を示すなど、ビスマスの物性値をコントロールすることが難しかった。SEM による吸収体の断面観察では多くの空孔が見られ、均質な膜を成膜できないことから熱伝導も悪く、X 線入射位置によるパルスのばらつきや、TES に流れた熱が吸収体にもう一度吸収体にもどるといった現象のため、十分な性能を得ることができなかった。[17, 19]

### 3.4.2 金 (蒸着) を用いた吸収体

金を用いたマッシュルーム型吸収体開発で問題となったのは、top 構造のだけである。金は柔らかいので、stem 周辺のレジストをアセトンで溶解する際、に top 構造が下方に引かれてしまうためだと考えられている。金を厚く積むことである程度改善されたが、金は蒸着で成膜していたため、厚く製膜しようとするすると熱負荷がかかりやすく、レジストがきれいに抜けないという問題があった。[20]

### 3.5 NASA / GSFC

GSFC はマッシュルーム型吸収体製作の先駆けとなった機関である。蒸着で成膜したビスマスのマッシュルーム型吸収体は 4 eV のエネルギー分解能を持つ。ビスマス以外にも、電析による金の吸収体も開発しており、 $240\ \mu\text{m}$  角の吸収体では 2.7 eV という結果がでている。数百ピクセルを均一に作り込む技術も確立されており、観測目的に応じて様々なサイズの吸収体、デザインの素子開発を行っている。[2, 6]

## 第4章

# マッシュルーム型電析銅吸収体カロリメータの設計

吸収体には、高 X 線吸収効率、広い受光面積、高エネルギー分解能の 3 点を同時に達成することが求められる。実際にはそのような吸収体を設計するのは難しく、パラメータ間のトレードオフを考慮しながら、できるだけ要求性能に近いパラメータの組み合わせを探っていくことになる。そして最も重要なのが、実現可能な半導体プロセスと親和性があり、多素子を均一に作り込むことができるかという点である。本章では、まず今回の素子に要求される事項を整理する。次に、X 線検出効率とエネルギー分解能の観点から吸収体のサイズについて議論し、吸収体内での熱化、熱拡散課程を検討する。最後に、素子のデザインと製作プロセスフローの構築を行う。

### 4.1 設計目標

今回の素子製作では、素子の性能面における要求と、素子のアレイ化数や配置、チップのサイズといった、主にデザイン面における要求がある。これらをうまく組み合わせ、マッシュルーム型吸収体の性能を評価する素子でありながら、そのまま TEM に組み込むことができる素子を開発する。

性能面の要求として第一に、面積が TES よりも大きいマッシュルーム型吸収体を製作するものとする。天文衛星への TES カロリメータ搭載に向けて、マッシュルーム型吸収体の形成を達成することが本研究の要である。第二に、10 keV までの X 線に対して 50% 以上の X 線検出効率を達成できるものとする。第三に、エネルギー分解能は 10 eV 以下とする。第二、第三は TEM への応用を意識した要求である。TEM では、ほぼ全ての元素に対してリアルタイム分析を可能にすることが重要であり (1.3 節、特に表 1.1 参照)、X 線帯域と X 線検出効率、エネルギー分解能にこのような制限がつく。性能面については以上 3 点の要求を検討し、できるだけ要求を満たすような吸収体を設計することとする。

デザイン面の要求も、主に TEM への応用という目的からくるものであり、素子のチップサイズやピクセル数、ボンディングパッドの位置が決まっている。TEM の要求で一番厳しいのが、リアルタイム分析を可能にするために 3000 cps という高カウントレートに対応することである。TES カロリメータの応答速度を考えれば、1 素子では ~ 300 cps が限界であるから、まず 10 ピクセル程度のアレイ化が必要になる。10 ピクセルを同時に読み、1 ピクセルあたり 300 cps、システム全体で 3000 cps を処理する読み出し系の開発はすでに行われているが [15]、カウントレー

トを最大にするためには、全てのピクセルで均等にカウントレートを分配する必要がある。今回は各ピクセルのサイズを変えることでこの達成を試みる。試料から発生した特性 X 線はポリキャピラリーレンズを通過し、カロリメータを置く位置では  $\sim 1\text{mm}$  のスポット径に集光される予定である（キャピラリーの集光性能は  $\sim 0.5\text{mm}$  径だが、2 倍のマージンをとっている）。X 線のビームは中心ほどカウントレートが高く、外側にいくほどカウントレートが低くなる形状なので、10 ピクセルの配置は  $\sim 1\text{mm}$  のスポット径に収めつつ、中心は小さく、外側ほど大きなピクセルとすればよい。TES のサイズを 10 ピクセルで共通にするとすれば（TES のサイズが変わると TES の性能そのものが変わってしまう可能性があるため、1 チップ内で TES のサイズを共通にするというのは自然な発想である。）、吸収体のサイズを変化させなければならず、マッシュルーム型吸収体が必要となる。今回の素子製作のポイントは、宇宙用として高開口率を目指すためにマッシュルーム型吸収体形成したいという要求を、TEM におけるカウントレート最大化のための解決策として達成を試みている点である。1 チップ内で吸収体のサイズが違っているので、このチップを一度冷凍機に組み込んで測定し、分解能やパルスのばらつきを評価すれば、マッシュルーム型吸収体のサイズがどのように影響しているかを評価することができる。また、多素子を同時に動作させると素子間での熱的なクロストークが問題になる場合があり、速やかにチップ上の熱を均一化、排熱する必要があることが指摘されている [6]。そこで、今回は我々の製作してきた素子の中で初めてチップ底面とチップ上にヒートシンクを設けることとした。表 4.1 に設計目標をまとめる。

表 4.1 設計目標

目標	
性能面	マッシュルーム型 (TES 以上の面積) が形成できること X 線吸収効率 $\geq 10\text{keV}$ までで 50% 以上 エネルギー分解能 $\geq 10\text{eV}$ ヒートシンクの設置
デザイン面	アレイ化数は 10 素子程度 X 線ビーム形状に合わせたピクセルの配置とサイズ

## 4.2 マッシュルーム型吸収体の形成方法

マッシュルーム型吸収体はその特殊な構造から、きちんと TES と密着し、かつ自立した形状を製作するのが困難であった。そこで、本研究では素子を自立させるというよりは、積極的に素子と基板の隙間を埋め、素子を支持することでマッシュルーム型を形成する方針をとる。このような構造だと、熱が支持構造の方にも流れてしまい、エネルギー分解能を劣化させる可能性があるが、これについては 4.4.3 節で検討する。

マッシュルーム型吸収体の top を支えるには、吸収体と基板の間の stem 周辺をスペーサーで埋めてしまえば良いが、スペーサーは吸収体が配線、TES とショートしないように絶縁体を用いなければならない。今回は使用できる装置の関係から、 $\text{SiO}_2$  をスパッタで成膜することにした。図 4.1 は吸収体支持構造を持ったマッシュルーム型吸収体の模式図である。TES と配線の厚みは合わせて  $320\text{nm}$  になる予定であり、 $\text{SiO}_2$  の厚さは  $1\mu\text{m}$  程度であれば充分だと考えられる。

また、 $\text{SiO}_2$  は素子基板のほぼ全面に成膜し、アルミ配線を保護する役割も持たせる。物理的な衝撃に対してはも

もちろん、様々なエッチャントや溶剤と反応しやすいアルミを酸化膜で保護しておくことは、歩留まり向上に非常に効果がある。

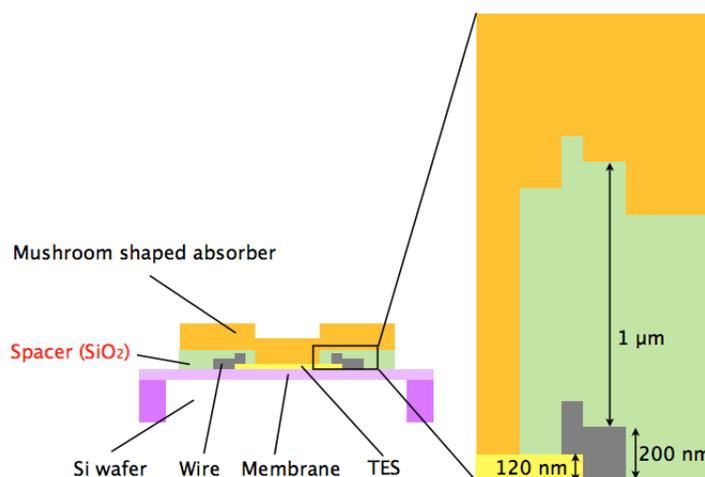


図 4.1 SiO<sub>2</sub> による吸収体支持構造の断面図

## 4.3 電析銅を用いた吸収体の検討

### 4.3.1 電析銅を検討した経緯

我々の研究室では TES カロリメータを透過型電子顕微鏡への応用するプロジェクトが進めているが、TES をマウントするプローブ上に施された三次元超伝導配線の超伝導転移を確認する試験の過程において、電析で成膜された銅のボンディングパッド（～10 μm 厚）の残留抵抗比（*RRR*; residual resistivity ratio）が約 7.6 と比較的高い値を持つことが示唆された。*RRR* は室温抵抗と液体ヘリウム温度での抵抗の比

$$RRR = \frac{R_{RT}}{R_{4.2K}} \quad (4.1)$$

として定義される。低温での電気抵抗が主に不純物や格子欠陥での散乱によることを利用し、4.1 式は不純物や格子欠陥の濃度を簡便に評価をしていることを表す。したがって、この値が大きいくほど不純物や格子欠陥が少ないよい膜であり、電気伝導性が高い、すなわち熱伝導も良い。

$RRR = 7.6$  は我々が蒸着やスパッタで成膜してきた銅や金に比べて 5 倍程度良い値であり、高い熱伝導が要求されるマッシュルーム型吸収体に応用できるのではないかと、というのが電析銅吸収体のアイデアである。

### 4.3.2 X 線吸収効率と吸収体の厚さ

Cu（原子番号 29）で 10 keV までの X 線に対して 50% 吸収効率を達成するにはどれくらいの厚さが必要なのかを見積もる。図 4.2（左）に Cu の線吸収係数を示す。ただし密度は  $8.94 \text{ g cm}^{-3}$  を仮定している。X 線吸収効率は Cu

の厚さを  $y_{\text{Cu}}$  として

$$\text{Absorptivity} = 100(1 - e^{-\mu y_{\text{Cu}}}) \% \quad (4.2)$$

と表される。4.2 式を  $\text{Si K}\alpha$ 、 $\text{Mn K}\alpha$ 、 $\text{Ni K}\alpha$ 、 $\text{Au L}\alpha$  に対して計算した結果を図 4.2 (右) に示す。Cu は 8.984 keV に吸収端を持つので、 $\text{Mn K}\alpha$  や  $\text{Ni K}\alpha$  よりも  $\text{Au L}\alpha$  の方が吸収されやすいという結果になっている。15  $\mu\text{m}$  程度の厚さがあれば 10 keV までの X 線に対して 50% 吸収効率を達成できるが、これはカロリメータの吸収体としてはかなり厚い。

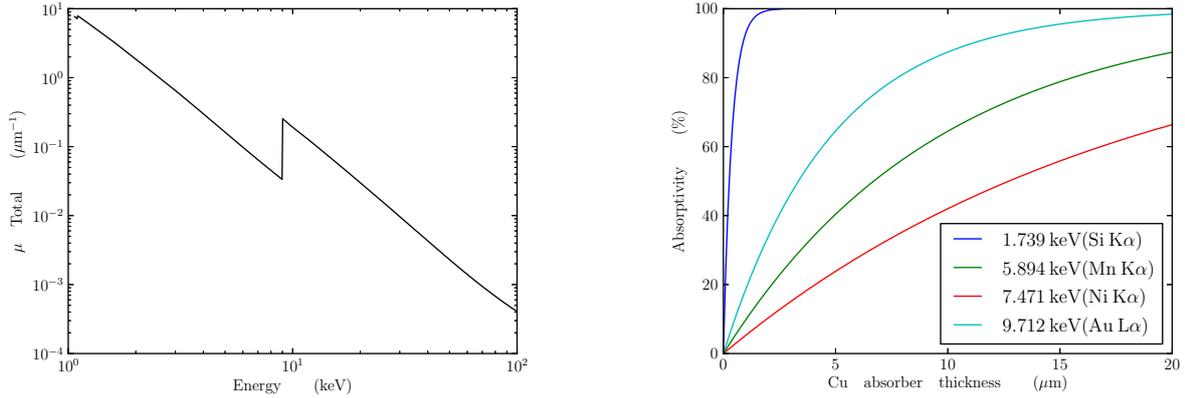


図 4.2 Cu の厚さと X 線吸収効率: (左) Cu の線吸収係数、(右) 各 X 線に対する吸収効率

### 4.3.3 エネルギー分解能と吸収体のサイズ

素子の熱揺らぎで決まるエネルギー分解能と熱容量の関係を議論する。TES の熱容量は  $C_{\text{TES}} = C_{\text{Ti}} + C_{\text{Au}}$  は Ti と Au の比熱の温度依存性を

$$c_{\text{Ti}} = 2.5T^3 + 9.7 \times 10T \text{ J K}^{-1} \text{ m}^{-3} \quad (4.3)$$

$$c_{\text{Au}} = 4.2 \times 10T^3 + 6.8 \times 10T \text{ J K}^{-1} \text{ m}^{-3} \quad (4.4)$$

と仮定すれば、面積を  $A \mu\text{m}^2$ 、厚みを  $y \mu\text{m}$ 、 $T = 0.1 \text{ K}$  として

$$C_{\text{Ti}} = 6.1 \times 10^{-15} \left( \frac{A}{4.0 \times 10^4 \mu\text{m}^2} \right) \left( \frac{y_{\text{Ti}}}{40 \text{ nm}} \right) \text{ J K}^{-1} \quad (4.5)$$

$$C_{\text{Au}} = 6.1 \times 10^{-15} \left( \frac{A}{4.0 \times 10^4 \mu\text{m}^2} \right) \left( \frac{y_{\text{Au}}}{80 \text{ nm}} \right) \text{ J K}^{-1} \quad (4.6)$$

$$C_{\text{TES}} = C_{\text{Ti}} + C_{\text{Au}} = 2.8 \times 10^{-14} \text{ J K}^{-1} \quad (4.7)$$

と求まる。吸収体の熱容量  $C_{\text{abs}}$  は

$$c_{\text{Cu}} = 6.8T^3 + 9.7 \times 10T \text{ J K}^{-1} \text{ m}^{-3} \quad (4.8)$$

より

$$C_{\text{abs}} = 3.9 \times 10^{-12} \left( \frac{A}{4.0 \times 10^4 \mu\text{m}^2} \right) \left( \frac{y_{\text{Cu}}}{10 \mu\text{m}} \right) \text{ J K}^{-1} \quad (4.9)$$

と書ける。吸収体の熱容量は TES の熱容量に比べて 100 倍程度大きく、常伝導金属を使用すると電子比熱が効いてしまい、エネルギー分解能の観点から吸収体のサイズに制限がついてしまうゆえんである。4.7 式と 4.9 式を用いて、吸収体を 200  $\mu\text{m}$  角、400  $\mu\text{m}$  角としたときの、吸収体の厚さとエネルギー分解能の関係を図 4.3 に示す。エネルギー分解能の計算に使用した式は [1] より

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = 2.35 \sqrt{\frac{4k_{\text{B}}T^2C}{\alpha} \sqrt{\frac{n}{2} (1 + 2\beta) (1 + M^2)}}, \quad \beta = 5 \times 10^{-5} \alpha^{2.1}, \quad M = 0.3\alpha^{0.5} \quad (4.10)$$

である。我々が製作してきた TES 動作時における典型的な温度計感度  $\alpha$  は  $\sim 50$  であるから、吸収体の面積が TES と同じ場合は吸収体の厚さが 15  $\mu\text{m}$  でもエネルギー分解能 5 eV を達成できる見込みがある一方、一辺が TES の倍の吸収体だと 10 eV を切れないことが分かる。

図 4.4 は、吸収体として良く用いられる金（原子番号 79）を用いた場合の計算結果である。X 線吸収効率 50% は 2.5  $\mu\text{m}$  程度の厚さで達成でき、このときの 400  $\mu\text{m}$  角吸収体のエネルギー分解能は  $\sim 4\text{eV}$  である。今後、電析で良質な Au を成膜する条件が確立できれば、吸収体は Au の方が良いだろう。

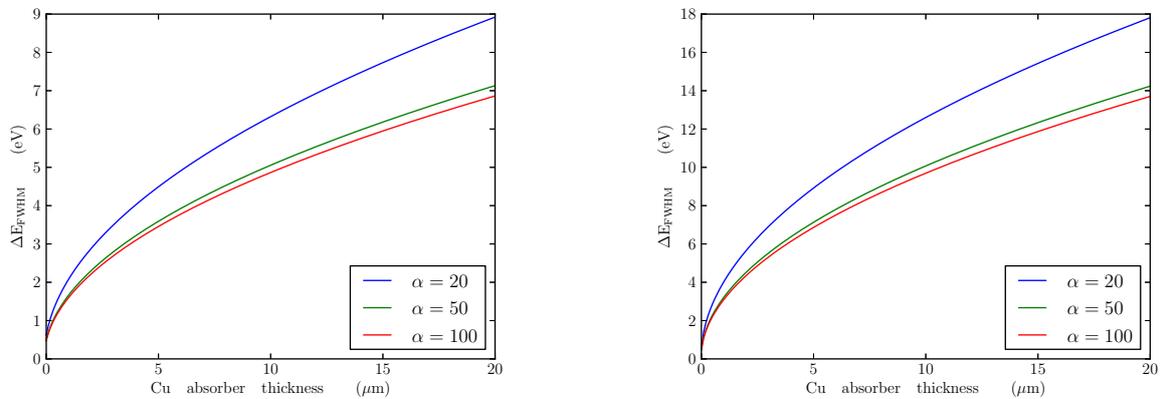


図 4.3 吸収体の厚さと素子の熱揺らぎから決まるエネルギー分解能: (右) 吸収体が 200  $\mu\text{m}$  角の場合、(左) 吸収体が 400  $\mu\text{m}$  角の場合

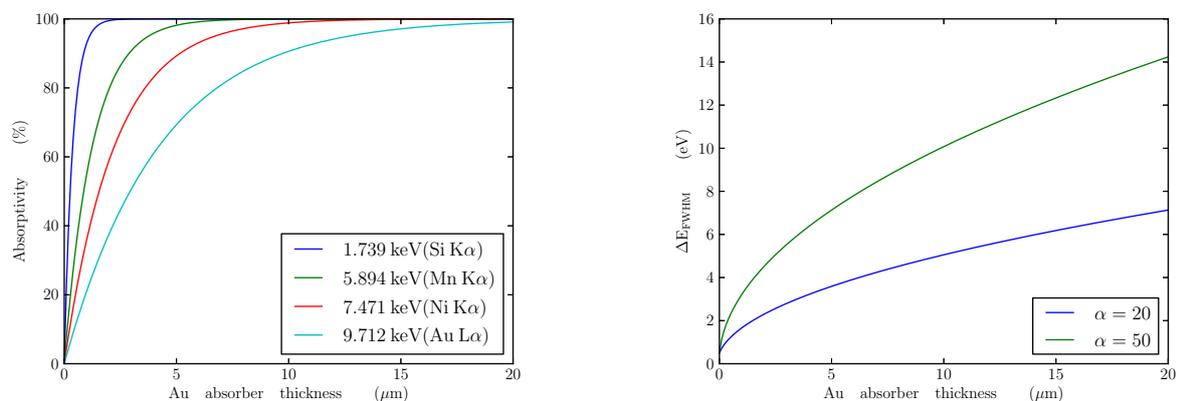


図 4.4 吸収体に Au を用いた場合 (左) 吸収体の厚みと各 X 線に対する吸収効率、(右) 吸収体が  $400 \mu\text{m}$  角の場合、吸収体の厚さに対するエネルギー分解能の変化

## 4.4 熱化、熱拡散過程の検討

本節では、電析銅の  $RRR$  を再評価し、吸収体内での熱化、熱拡散過程を議論する。特に、今回は吸収体支持構造に熱が流れていくことが懸念されるため、その影響についても検討した。

### 4.4.1 電析銅の $RRR$ 再測定

4.3.1 節で述べた電析銅パッドは形状が一定でなく、厚みや幅が半分程度になってしまっている部分もあり、正確な  $RRR$  の推定は難しい。また、この電析銅は株式会社ナウケミカルに依頼したものであったが、本研究ではプロセスの都合上、フォトプレジジョン株式会社に依頼することになる。そこでまず、新たにフォトプレジジョン株式会社に電析して頂いた銅の  $RRR$  を測定した。この電析は、通常の成膜レートに比べて比較的遅く堆積させている。詳しい成膜条件は 5.7 節に記す。

測定サンプルは、 $35 \text{ mm}$  角にダイシングした  $300 \mu\text{m}$  厚の bare Si 基板に銅が電析されたものを、長さ  $10 \text{ mm}$ 、幅  $0.3 \text{ mm}$  にパターンニングしたものである。厚みは ULVAC 社の触針式表面形状測定器 DEKTAK で数カ所測定したところ、 $10 \pm 0.5 \mu\text{m}$  であった。サンプルの常温抵抗は、bulk 銅の常温電気抵抗率  $\rho = 1.68 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$  を用いて

$$R_{\text{Cu,RT}} = \frac{\rho l}{A} = \frac{1.68 \times 10^{-8} \times 10 \times 10^{-3}}{10 \times 10^{-6} \times 0.3 \times 10^{-3}} \sim 56 \text{ m}\Omega \quad (4.11)$$

と見積もられる。

測定は宇宙研で液体ヘリウムデュワー (A.2) に液体ヘリウムを満たし、電析銅サンプルを直接つけて行った。数  $\text{m}\Omega$  という小さな抵抗値を測定するので、測定器には Linear Research 社の AC レジスタンスブリッジ LR-700 を使い、4 端子法で測定を行った。測定のセットアップを図 4.5 に示す。

測定結果を表 4.2 に示す。これから計算すると  $RRR = 11.3$  と求まる。したがって、今回電析で成膜した銅は、蒸

着で成膜した銅に比べて10倍近く優れた熱伝導を持っていることになる。

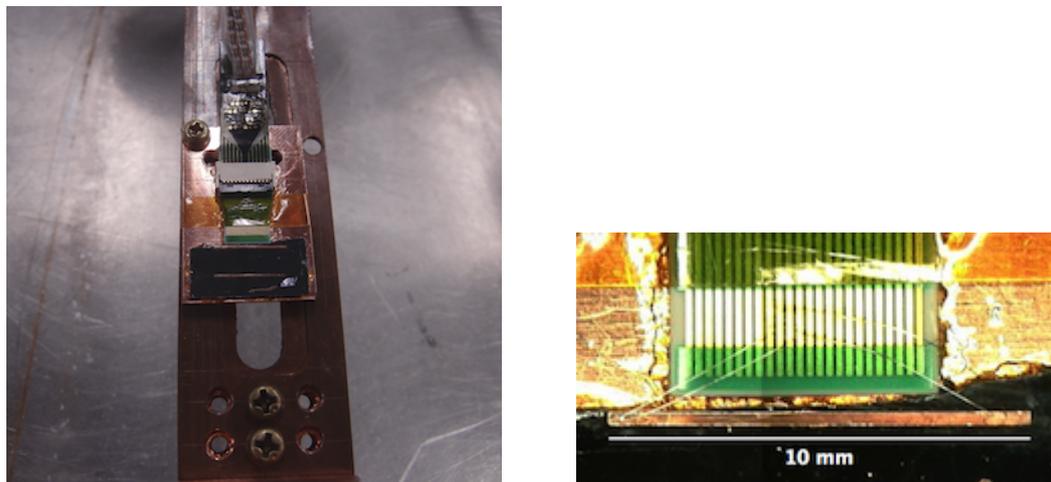


図 4.5 電析銅の RRR 測定セットアップ: (左) 測定用プローブにサンプルをマウントした様子、(右) 測定サンプルと 4 端子法のアルミボンディング部分の拡大写真

表 4.2 電析銅サンプルの抵抗値測定結果

測定温度 (K)	測定レンジ ( $\text{m}\Omega/\mu\text{V}$ )	測定電流 (mA)	抵抗値 ( $\text{m}\Omega$ )
300	200/60	0.3	$64.43 \pm 0.01$
300	200/20	0.1	$64.42 \pm 0.04$
4.2	20/60	3	$5.691 \pm 0.01$
4.2	20/20	1	$5.693 \pm 0.002$
(4.2 $\rightarrow$ ) 300	200/60	0.3	$63.80 \pm 0.02$
(4.2 $\rightarrow$ ) 300	200/20	0.1	$63.83 \pm 0.02$

#### 4.4.2 吸収体内での熱化、熱拡散

常伝導金属の場合、熱化は ns オーダーと非常に速く、一次電子の飛程 ( $0.1 \mu\text{m}$  以下) 程度の領域内で起こる。問題はその熱が吸収体内に広がっていく熱拡散過程であり、パルスの位置依存性による分解能の劣化を抑えるためには、パルスが立ち上がる前に充分速く熱が拡散しきっているのが望ましい。我々が金の吸収体を用いて開発してきた素子とその測定環境において、パルスの立ち上がり時定数は典型的に  $\sim 3 \mu\text{s}$  である。これは立ち下がり時定数である数  $100 \mu\text{s}$  に比べて非常に早く、パルスの立ち上がりは鋭い。一方、読み出し系側でパルスの立ち上がりを意図的になますことで、パルスのぼらつきによる分解能への効果を小さくする方法も報告されている [8]。熱拡散は早いにこしたことはないが、パルスをなます場合、一つの目安として TES の有効時定数  $\sim 100 \mu\text{s}$  の十分の一程度、 $\sim 10 \mu\text{s}$  より早ければ分解能  $10 \text{ eV}$  以下を目指す今回の素子としては十分であると考えられる。以下では、今回使用する電析銅を用いた場合の熱拡散課程を検討する。

ある長さスケール  $x$  を熱が拡散するのに必要な時間尺度  $\tau$  は、拡散方程式から

$$\tau = \frac{c}{\kappa} x^2 \quad (4.12)$$

と見積もることができる。ここで  $c$  および  $\kappa$  はそれぞれ比熱と熱伝導率である。Wiedermann-Franz 則より、熱伝導率  $\kappa$  は比抵抗  $\rho$  および温度  $T$ 、ローレンツ数  $L_n = 2.45 \times 10^{-8} \text{ W}\Omega\text{K}^{-2}$  を用いて 4.13 式のように関係づけられる。

$$\kappa = \frac{L_n T}{\rho} \quad (4.13)$$

100 mK での熱伝導率  $\kappa_{0.1\text{K}}$  は、 $\rho_{0.1\text{K}} \simeq \rho_{4\text{K}}$  を仮定すれば  $\kappa_{300\text{K}}$  と残留抵抗比  $RRR$  を用いて

$$\kappa_{0.1\text{K}} = \frac{0.1\text{K}}{4\text{K}} \kappa_{4\text{K}} = \frac{0.1\text{K}}{300\text{K}} \times RRR \times \kappa_{300\text{K}} \quad (4.14)$$

と書けるから、4.4.1 節で実測した  $RRR$  と、銅 (bulk) の常温での熱伝導率  $381 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  を用いれば、今回用いる電析銅の 100 mK における熱伝導率は  $1.4 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  と求まる。100 mK における比熱は 4.6 式より  $10.4 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$  であるから、4.12 式より熱拡散の時定数を見積もると、

$$\tau_{\text{abs}} = \frac{10.4 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}}{1.4 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}} (200 \mu\text{m})^2 = 0.3 \left( \frac{x}{200 \mu\text{m}} \right)^2 \mu\text{s} \quad (4.15)$$

となり、 $400 \mu\text{m}$  角の吸収体でも  $1.2 \mu\text{s}$  と吸収体内での熱拡散は十分早いと言える。熱が吸収体の厚き方向に拡散するタイムスケールは、例えば吸収体の厚みを  $10 \mu\text{m}$  として  $\sim 1 \text{ ns}$  であり、面方向の拡散に比べてほとんど無視できる。

パルスの立ちがり時定数は、吸収体と TES との密着性によっても左右される。ビスマスを用いた  $140 \mu\text{m}$  角の吸収体では TES との密着性が悪く、TES に熱が伝わるタイムスケールは  $\sim 70 \mu\text{s}$  と非常に遅かった [17]。しかし、今回用いる銅は上述の金と同じ常伝導金属で良く知られた物質であることから、密着性の問題は生じないと期待している。

#### 4.4.3 吸収体支持構造が熱拡散過程に与える影響

吸収体支持構造は、比較的良好に用いられる物質で熱伝導率が悪い絶縁体の  $\text{SiO}_2$  であるとはいえ、低温での機械的な特性が TES に何らかの影響を与える、または TES に熱が伝わる前に  $\text{SiO}_2$  を通して熱が散逸してしまうなど、様々な問題を引き起こす可能性がある。ここでは、特に熱の散逸について単純化した熱拡散モデルのもとでその影響を考える。仮定として、界面での熱抵抗は一切考えず、メンブレンは本来  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x = 0.5/0.5 \mu\text{m}$  厚で構成されるが、 $\text{SiN}_x$  の熱伝導率は  $\text{SiO}_2$  の熱伝導率と等しいとする。また、Cu の熱容量は  $\text{SiO}_2$  に比べて十分大きく、 $\text{SiO}_2$  の熱容量はほとんど無視できるとする。後述の素子設計より、吸収体の端と熱浴である Si 基板との距離は  $20 \mu\text{m}$  とした。熱拡散的に最も厳しい条件として、吸収体の端に X 線が入射して熱化したあと、その熱が拡散していく過程を設定し (図 4.6)、TES に流れる熱の量と、 $\text{SiO}_2$  に流れて散逸してしまう熱の量を比較する。計算に使用した物性値を表 4.3 にまとめる。

Cu から  $\text{SiO}_2$  に熱が流れていくタイムスケール  $\tau_{\text{SiO}_2}$  は、熱伝導度を  $G$ 、熱容量を  $C$ 、Cu と  $\text{SiO}_2$  の厚みを  $y_{\text{Cu}}$ 、 $y_{\text{SiO}_2}$ 、Cu の比熱を  $c_{\text{Cu}}$ 、 $\text{SiO}_2$  の熱伝導率を  $\kappa_{\text{SiO}_2}$  として

$$\tau_{\text{SiO}_2} = \frac{C}{G} = \frac{c_{\text{Cu}} A y_{\text{Cu}}}{\kappa_{\text{SiO}_2} A / y_{\text{SiO}_2}} = \frac{c_{\text{Cu}}}{\kappa_{\text{SiO}_2}} y_{\text{Cu}} y_{\text{SiO}_2} \quad (4.16)$$

と書ける。吸収体の一番端に X 線が入射し、吸収体中心方向に熱が拡散しながら stem に流れるような場合を考える（熱が吸収体内を面方向に流れていくタイムスケールと、熱が SiO<sub>2</sub> に伝わり、熱浴の基板側の方向流れていくタイムスケールの比は、

$$\frac{\tau_{\text{Cu}}}{\tau_{\text{SiO}_2}} = \frac{\kappa_{\text{SiO}_2}}{\kappa_{\text{Cu}} y_{\text{Cu}} y_{\text{SiO}_2}} x^2 \sim 0.1 \times 10^{-2} \left( \frac{10 \mu\text{m}}{y_{\text{Cu}}} \right) \left( \frac{21 \mu\text{m}}{y_{\text{SiO}_2}} \right) \left( \frac{x}{30 \mu\text{m}} \right)^2 \quad (4.17)$$

となる。30 μm という長さは吸収体が 200 μm 角の場合を表しており、SiO<sub>2</sub> に流れて散逸してしまう熱は ~0.1% である。すなわち、200 μm 角吸収体の場合 10 keV の X 線に対してメインピークよりも 10 eV パルスハイト低い成分が混ざることになり、分解能は半値幅で 5 eV 程度劣化する。400 μm 角の吸収体の場合は 2% の熱が散逸することになり、分解能は 10 keV の X 線に対して 100 eV の劣化と多大な影響を及ぼす。実際には界面での熱抵抗が必ず存在することや、熱伝導率は成膜条件によっても異なるため、ここで示した数値より遥かに小さい影響を予想しているが、実験により確かめる必要がある。

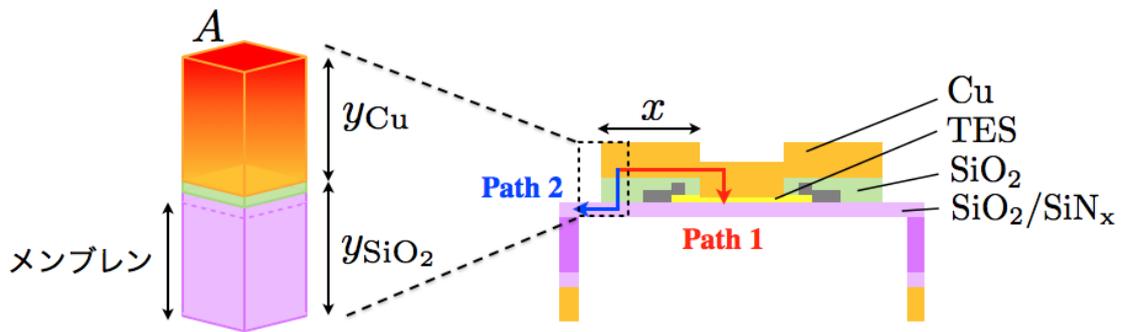


図 4.6 仮定している熱拡散過程の説明図

表 4.3 使用した Cu と SiO<sub>2</sub> の物性値 (100 mK) のまとめ。Cu の比熱は理科年表の bulk の値、SiO<sub>2</sub> の物性値は文献値 [21]

	Thermal Conductivity Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	Specific Heat Jm <sup>-3</sup> K <sup>-1</sup>
Cu	1.4	10.4
SiO <sub>2</sub>	3.5 × 10 <sup>-4</sup>	2.5 × 10 <sup>-1</sup>

## 4.5 電析銅吸収体の考察とまとめ

これまでの検証をまとめると、銅は X 線を止める能力が高くなく、比熱も大きいことから、10 keV までの X 線吸収効率 50% を維持しつつ吸収体を大きくするのは、エネルギー分解能の点でかなり厳しい。図 4.2 より、特に 6-8

keV あたりを止めるのが厳しいのがわかる。そこで、吸収体の厚みを  $10\ \mu\text{m}$  とし、6-8 keV の検出効率は 40% で妥協することにする。すると、 $400\ \mu\text{m}$  角の吸収体でも 10 eV を切れる計算であり、6 keV までの X 線吸収効率は 60% 程度とそこまで悪くない。

吸収体の面積の違いによるエネルギー分解能や、パルスのばらつき等が設計と一致するかを確かめるため、今回の素子製作では  $200\ \mu\text{m}$  角、 $280\ \mu\text{m}$  角、 $400\ \mu\text{m}$  角の、三種類の吸収体を製作することにする (TES は  $200\ \mu\text{m}$  角)。

## 4.6 素子デザイン

今回製作を検討している構造を図 4.7 に示す。 $\text{SiO}_2$  は、TES の中心の  $140\ \mu\text{m}$  角領域を残して吸収体のサイズ分の大きさにパターニングされる。この上に Cu を電析すれば自然と stem と top が形成される。 $\text{SiO}_2$  は配線を覆うが、それ以外の部分で膜領域から出ることはなく、吸収体と同じサイズに留めてある。これは、スパッタでは圧縮応力(伸びようとする力) 残りやすく、 $\text{SiO}_2$  の応力により膜が破壊される可能性をできるだけ小さくするためである。

各ピクセル間でカウントレートを均一にするという要求から、図 4.8 のようなピクセル配置を考案した。 $200\ \mu\text{m}$  角の吸収体を 4 つ中心に配置し、それ以上の面積のものを回りに配置してある。できるだけ密に素子を並べたいのだが、製作できるという条件を考えると、配線の太さとその最小間隔は  $10\ \mu\text{m}$ 、膜同士の間隔は  $40\ \mu\text{m}$  が限界である。表と裏のアライメント精度を考えると、膜のサイズは吸収体両側  $20\ \mu\text{m}$  は欲しい (図 4.8 はこれらの限界サイズで設計してある)。配線のパッドやヒートシンクの位置は、TEM 用スノートに合わせて設計してある。同じく TEM 用スノートにマウントすることから、チップサイズは  $5\ \text{mm}$  角となっている。

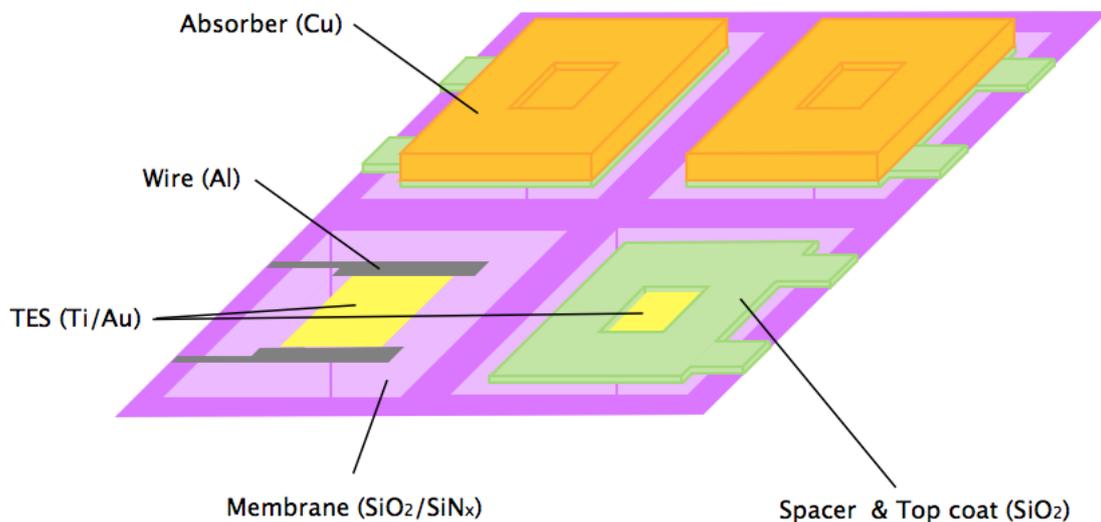


図 4.7 マッシュルーム型吸収体の構造模式図

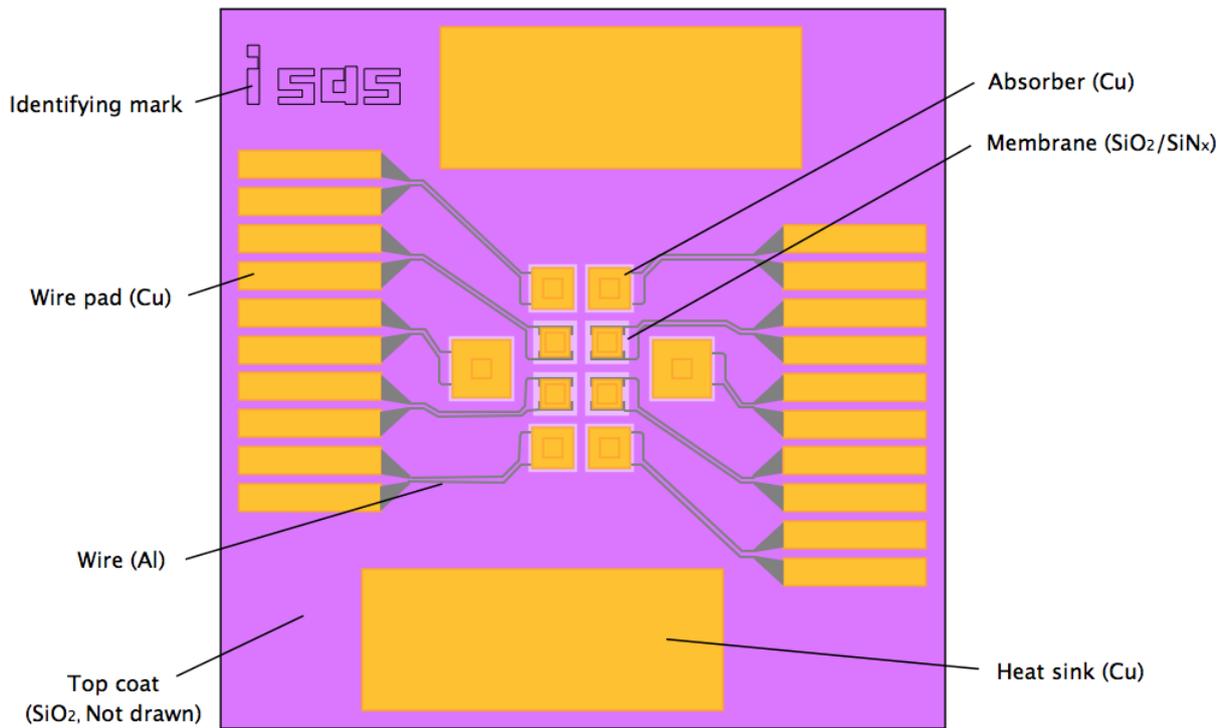


図 4.8 5 mm 角チップに収められた 10 ピクセル素子のデザイン

#### 4.6.1 製作プロセスフロー

本研究の素子製作は、素子デザインとフォトマスク製作、TES 形成、裏面ドライエッチングによるメンブレン化を宇宙研が、ファンドリーサービスとして、Cu 電析や吸収体等のパターンニングはフォトプレジジョン株式会社、SiO<sub>2</sub> 成膜手配から取り纏めを豊和産業株式会社に依頼した。製作プロセスは、エッチング耐性や形成したい構造の形状、厚みによって選択し、各プロセス間で矛盾がないように構築した。詳細は説明の関係上、次の章の各プロセスごとに記してある。構築したプロセスフローを表 4.4 にまとめる。

表 4.4 電析銅吸収体カロリメータのプロセスフロー

#	プロセス内容	形成方法	担当
1	4 inch ウェハ両面アライメントマーク	エッチング	宇宙研
2	裏面 Cu 電析 (10 $\mu\text{m}$ 厚), メタルマスクパターン形成	リフトオフ	フォトプレジジョン
3	Ti/Au 成膜 (40/80 nm 厚), TES パターニング	エッチング	宇宙研
4	TES 保護レジストパターン形成		フォトプレジジョン
5	配線用 Al 成膜 (200 nm 厚)		宇宙研
6	配線パターニング	エッチング+リフトオフ	フォトプレジジョン
7	SiO <sub>2</sub> (1 $\mu\text{m}$ 厚) 吸収体支持構造形成	リフトオフ	豊和産業
8	表面 Cu 電析 (10 $\mu\text{m}$ 厚), 吸収体パターニング	リフトオフ	フォトプレジジョン
9	裏面ドライエッチング, メンブレン構造形成	エッチング	宇宙研

## 第5章

# 製作プロセスの検証

本研究の素子製作では、銅の電析や  $\text{SiO}_2$  の成膜という今までにない技術を導入する。素子のデザインや製作プロセスフローは、エッチング耐性やパターニング手法を吟味し、各プロセス段階でのアライメント精度や、これまでの製作経験を充分考慮して決定した。しかし、実際に製作してみなければわからない不具合や、予想していなかった問題点が生じることは多々ある。そこで、本章では製作プロセスを最後まで通し、問題点を洗い出すことを目的とする。本章は、製作プロセス順に使用した装置や条件を詳しく説明し、プロセス結果を示す構成となっているが、説明の都合上、裏面の銅電析とメタルマスクパターン形成については、製作プロセスの最後である、DRIE によるメンブレン化の部分に記してある。製作の全体像を見通しやすくするため、おおまかな製作手順を断面模式図とともに図 5.1 にまとめておく。

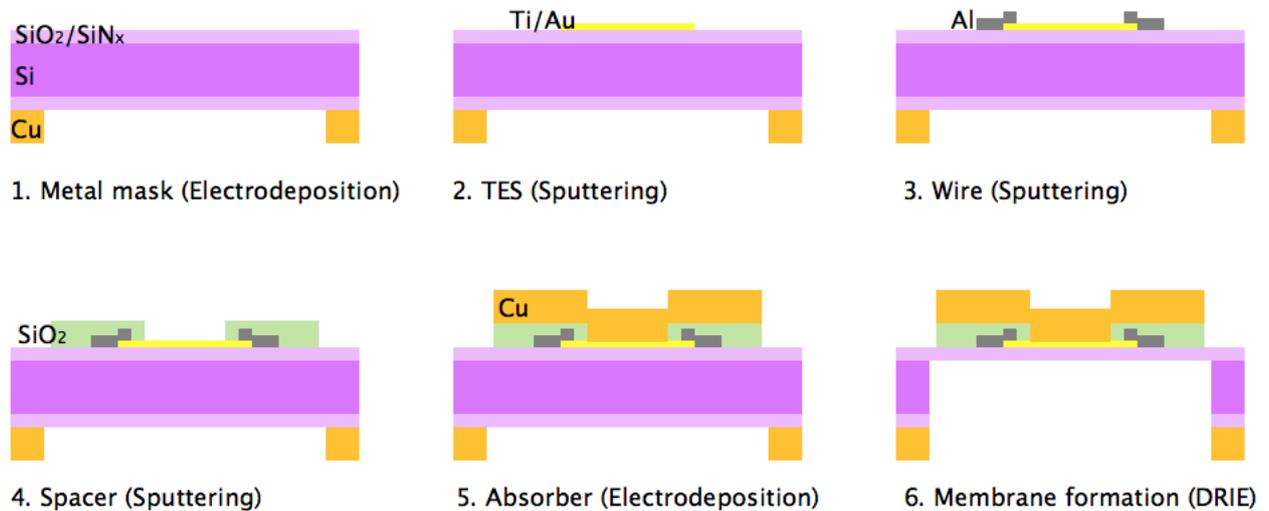


図 5.1 マッシュルーム型電析銅吸収体カロリメータの製作模式図（縦横比のスケールは誇張して描いてある）

## 5.1 使用ウェハ

製作には両面  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x = 0.5/0.5 \mu\text{m}$  膜付きの厚さ  $300 \mu\text{m}$  の 4 inch Si ウェハを使用した。酸化膜付き Si ウェハは株式会社松崎製作所製であり、窒化膜の成長はオランダの C2V 社に依頼した。カロリメータ素子は、最終的に熱浴 (Si 基板) と弱いサーマルリンクを形成する必要がある。これは素子製作の最終段階において、裏面から素子周辺の Si をエッチングし、窒化膜上に素子が形成されている構造にすることで達成されるが、今回は Si のエッチングをドライエッチングで行うため、ストッパーとして窒化膜と Si ウェハの間に酸化膜を成膜してある (5.8.2 節参照)。窒化膜は、低圧下において気相での化学反応による薄膜成長法、すなわち LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) を用いて成膜されている。このプロセスによる窒化膜の成長では、 $700 \sim 800 \text{ }^\circ\text{C}$  の温度でジクロロシランとアンモニアによる以下の反応が一般的に用いられ、膜の均一性が良いことが利点として挙げられる。化学反応式は以下である。



## 5.2 フトリソグラフィー

### 5.2.1 基板洗浄

ウェハはアセトン、IPA、純水の順に、各 3 分間超音波洗浄をしてから使用した。このウェハ洗浄法はこれから先の各プロセスの前に行っている。ただし、TES 成膜後は migration による Ti/Au 二層薄膜界面の合金化を懸念し、超音波洗浄器は使用していない。

### 5.2.2 フトリソグラフィー条件

本製作で使用したフトリソグラフィーの装置と溶剤をまとめておく。レジストの塗布には厚みを均一にするためスピンドクター (図 5.2 (左)) を用いた。また、基板は大気中の水分との反応により親水性となっているため、疎水性のフォトレジストとは密着性が悪くなる。そこでプライマー HMDS (ヘキサメチルジシラザン) をあらかじめウェハに塗布し、水酸基でキャッピングされていた Si のダングリングボンドを置換することでウェハ表面を親水性から疎水性に変える。式 5.2 の様に HMDS は水分と反応し、アンモニアが発生する。



レジストは R&H 社製のポジ型レジスト Shipley series S1818G を使用し、膜厚は我々の実験条件下において  $\sim 1.9 \mu\text{m}$  であった。レジスト塗布後はレジストの粘性を考慮してしばらく放置し、その後、レジストの硬化促進と残留溶剤の蒸発のため、ホットプレート (図 5.2 (中央)) によるプリベーク (露光、現像前のベーク) を行った。露光にはミカサ社製両面マスクアライナー MA-101 (紫外線露光) (図 5.2 (右)) を用い、現像には東京応化社製現像液 NMD3 を使用した。レジストの密着性向上のため、この後にポストベーク (現像後のベーク) を行うことがあるが、

基板に熱負荷がかかることを極力さけるため、本研究では行わない。表 5.1 に使用したリソグラフィー条件を示す\*1。

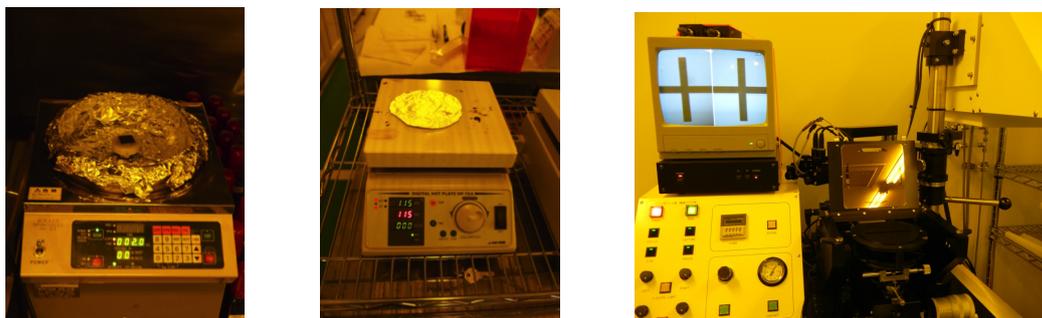


図 5.2 フォトリソグラフィーに用いた装置: (左) スピンコータ、(中央) ホットプレート、(右) マスクアライナーと紫外線露光装置

表 5.1 レジスト S1818G のリソグラフィー条件

	時間 [sec]	回転数 [rpm]	温度 [°C]
スピンコータ	0 → 5	0 → 500	room
	5 → 10	500	↑
	10 → 15	500 → 3000	↑
	15 → 45	3000	↑
	45 → 50	3000 → 0	↑
レジスト均一化待ち時間	120		room
ベーキング	150		100
露光	5		
現像	120		room

### 5.3 アライメントマーク形成

まず、4inch ウェハの状態のまま両面にアライメントマークを形成する。アライメントマークは十字のマークで、両面にプロセスを重ねていく段階で必要なものであるが、それ以外に基板の上下方向を明示する矢印マーク、素子をチップ化した後に素子の向きを定義する”isas” マーク、35mm 角基板にダイシングするためのガイド線もこの段階で形成される。素子はなるべく密に並べるように設計されているため、メンブレンのサイズは吸収体の面積に比べてあまり余裕がなく、表面と裏面のアライメントが数  $\mu\text{m}$  で一致している必要がある。このため、片面のアライメントマークを形成した後、もう一方の面に同じマークを形成するのに必要なアライメントマークの位置は、両面アライナー装置のカメラが動作する範囲内のできるだけ離れた位置にとり、アライメント精度の向上をはかった。

\*1 表 5.1 の値は典型値であり、現像時間は数分から数 10 分と開きがあった。あまりに現像できない場合は、露光時間を 7 秒程度に増やした。過度の露光になりやすく微細パターンニングの点では不利だが、今回のパターンニングは最小のもので  $40 \mu\text{m}$  であり、多少のパターン崩れ (角が若干丸くなる等) は問題ない。

アライメントマークはフォトリソグラフィーによる保護レジストパターニングと、RIE (Reactive Ion Etching) によるドライプロセスで形成される。本製作では住友精密工業製の誘導結合プラズマ (Inductively Coupled Plasma: ICP) 式 RIE 装置 (図 5.10) を使用し、10 分程度の短時間で窒化膜を除去した。基本的な反応機構は Si に準ずるので、詳細は 5.8.2 節で述べる。窒化膜のみ除去のためアライメントマークの深さは  $0.5 \mu\text{m}$  となるが、このアライメントマークは最初の裏面 Cu 電析と TES パターニングの時のみ必要であり (以降のアライメントマークはプロセスを進めていく度に最初のマークに上書きされるため)、TES の厚みと裏面 Ti/Cu シード層の厚みはそれぞれ  $\sim 100 \text{ nm}$  であるから、レジストパターニングの際にアライメントマークが見えないということはない。アライメントマーク形成後、AIST のダイシング装置を用いて  $35 \text{ mm}$  角  $\times 4$  にカットし、以降ではこの  $35 \text{ mm}$  角基板 4 枚でプロセスを進めていく。

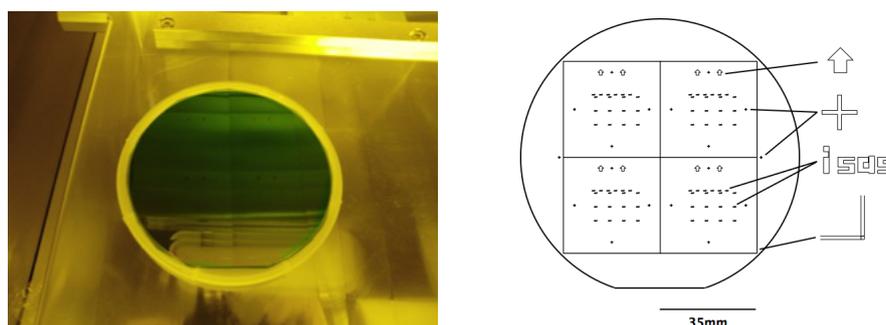


図 5.3 アライメントマークが形成された 4 inch ウェハ

## 5.4 Ti/Au の成膜と TES パターニング

次に TES となる Ti と Au の二層薄膜を首都大の DC マグネトロンスパッタリングにより成膜する (図 5.4)。背圧が  $10^{-8} \text{ Pa}$  に保たれた高真空スパッタチャンバ内で基板とターゲットを対向させ、Ar ガス中でターゲットに負の高電圧を印加してグロー放電を発生させる。その際、一部の Ar ガスが正イオンとなり、負電位のターゲットに衝突し原子を叩き出す。この叩き出された原子を基板に堆積させて薄膜にする手法をスパッタ法という。だが DC スパッタでは成膜した金属がガスと反応したり、ガスが膜内に閉じこめられる、試料も高温のプラズマにさらされ、損傷を受ける可能性があるという欠点も存在する。そこでマグネトロンスパッタを使用することで、ターゲット裏にセットされた磁石の磁場により、プラズマをターゲット付近に遮蔽することが可能となる。これにより試料付近にプラズマが発生せず、基板と成膜した金属へのダメージを軽減している。先述したように TES の転移温度は超伝導金属と常伝導金属の間で生じる近接効果を利用して制御しているため、まずゲッター効果により他の物質との密着性が良い Ti をスパッタし、その後 Au のスパッタを同一のチャンバ内で行う。Ti スパッタ後から基板搬送、Au スパッタまでにかかる時間は 120 – 180 秒程度である。

TES の加工はエッチングで行う。TES のエッチャントは、Ti は  $60^\circ\text{C}$  に加熱した過酸化水素水、Au には Aurun101 (ヨウ素系溶液、東京応化製) を用いた。Au のエッチングレートは  $500 \text{ nm}/\text{min}$ 、Ti のレートは  $3 \text{ nm}/\text{min}$  となっているが、常伝導金属のバンク構造による超過成分ノイズの除去を試みているため (Ti が Au に覆われていない”端”を作らないようにすることで、端を他の部分と同様な二層状態とし、薄膜内での超伝導遷移温度を一様にする目的が

ある。遷移温度が薄膜の端で他の場所より高くなっている場合、電氣的な超過ノイズが大きくなることが分かっている。)、Tiのエッチング時間は3時間と長めに設定し、サイドのオーバーエッチを十分に行う。各エッチングの反応は以下の通りである（ただし Au とヨウ素系溶液の反応は未だ説明されておらず、一例として次の式を挙げた）。

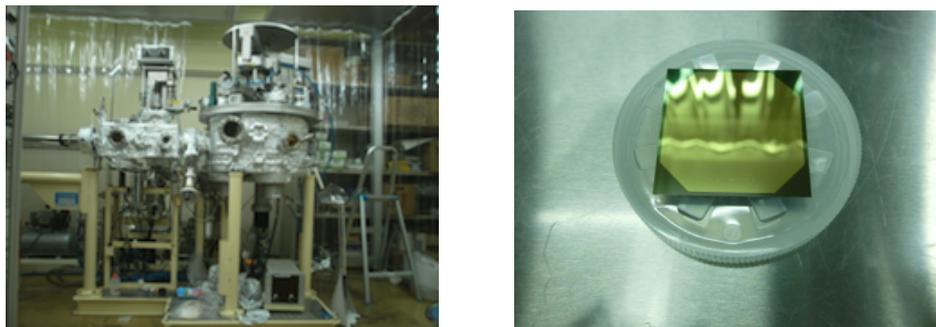
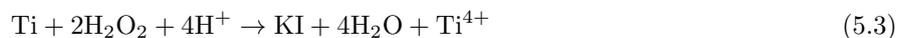


図 5.4 Ti/Au の成膜: (左) 首都大の DC マグネトロンスパッタ装置、(右) 成膜直後の 35mm 角基板

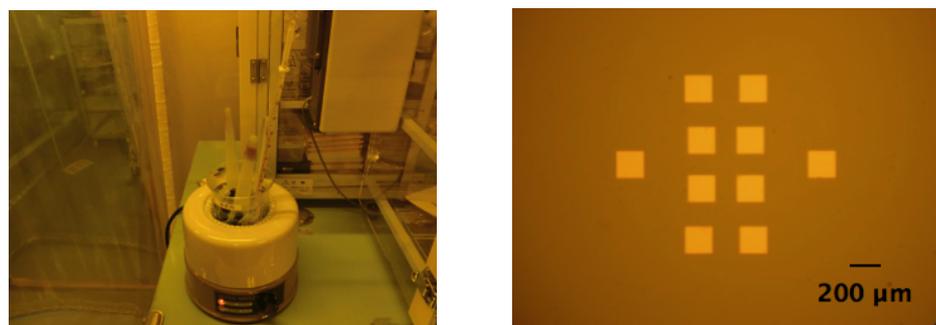


図 5.5 TES の形成: (左) 過酸化水素水を用いた Ti エッチングの様子、(右) パターニングした TES

## 5.5 Al 成膜、配線パターンニング

素子同士の間隔を詰めると当然配線は密集し、また配線 1 本あたりの太さを細くする必要がある。従来のリフトオフプロセスでは、形成したレジストの側面に回り込んだ Al によるバリが残ってしまい、密集化は困難である。そこで、今回は配線形成をエッチングとリフトオフの混合プロセスに変更した。まず、図 5.6 (中央) の様に、TES の配線がのる領域以外の部分を保護するレジストパターンを形成する。レジストの厚みは Al の厚みに比べて充分厚い  $3\mu\text{m}$  とした。次に、RF マグネトロンスパッタリング (CANON ANELVA 社製 L-210S-FH、図 5.6 (左)) によって Al を基板全体に成膜する。成膜前の逆スパッタは、レジストの熱による発泡現象を抑えるため、条件出しの結果 50 W

で1分間とした。印加電圧として13.56 MHzの高周波電源を用いるRF (Radio Frequency) スパッタでは、プラズマ中のイオンは重いため電圧の時間変化に不感となっており、電子のみが運動を制限される。このため、ターゲット表面が正電位のときは電子が引き寄せられるものの、負電位に転じてイオンは動けず、電子ばかりが集まることでターゲットは平均的に負電位となる。RF スパッタでは安定した高プラズマ出力を得られるため、速い成膜レートを実現することができ、我々の装置では1分間のスパッタで $\sim 200\text{nm}$ のAlが堆積する。Al成膜後、配線レジストパターンを形成、エッチングする(図5.6(右)、都合によりエッチャント名は伏せる)。最後に基板をアセトンにつけ、TES保護のレジストをリフトオフすることでAl配線が完成する。

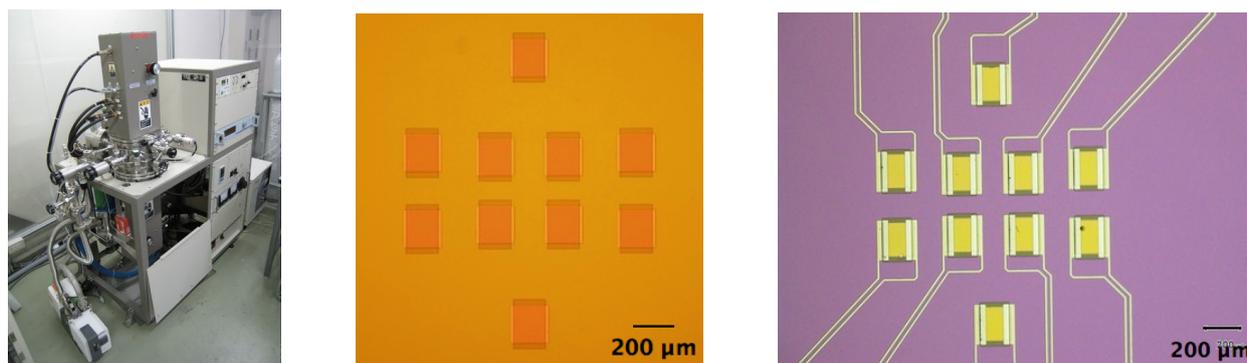


図5.6 Al配線の形成: (左) RF スパッタ装置、(中央) TES 保護のレジストカバーパターニング後。TES の両側は配線がのるスペースであるため(幅  $15\mu\text{m}$ )レジストがついていない。(右) Al スパッタ、エッチングによる配線パターニング後。このあと TES レジストカバーをリフトオフする。中央と右で全体的な色合いが違うのは使用した顕微鏡が違うためである。

## 5.6 吸収体支持構造の形成

吸収体の支持構造である  $\text{SiO}_2$  はスパッタで成膜する。 $\text{SiO}_2$  はフッ酸系でエッチングできるが、既に成膜されている TES の Ti や配線の Al へのダメージを考え、リフトオフでのパターニングとした。レジストの厚みは $\sim 3\mu\text{m}$ である。図5.7(左)に  $\text{SiO}_2$  成膜直後の様子を示す。マゼンダ、茶色、オレンジはいずれもレジストがのっている部分であるが、特に面積が大きい部分でレジストが発泡してしまっている。このような現象は基板に熱が加わってしまったときに良く起こり、スパッタ中の基板の冷却がうまくいっていない可能性がある。また、基板との密着性を充分にとるため、成膜前の逆スパッタは100 W、60 秒という条件で行われた。これによって基板への熱負荷大きくなってしまった可能性もある。

発泡してしまったレジストであっても、図5.7(右)の様にパターニング時にはきれいに除去できた。しかし、TES の上の stem になるべき正方形のパターンが崩れてしまった。今回は4枚の基板を同時並行で製作したが、いずれの基板でもほとんどの素子で stem パターンがきちんとした正方形になっておらず、一部または数カ所欠けてしまっていた。特に、TES に Al 配線がのっていない側でのパターン崩れが多いことから、Au と  $\text{SiO}_2$  の密着性が悪く、レジストリフトオフ時に  $\text{SiO}_2$  が引っ張られて剥離してしまったと考えられる。

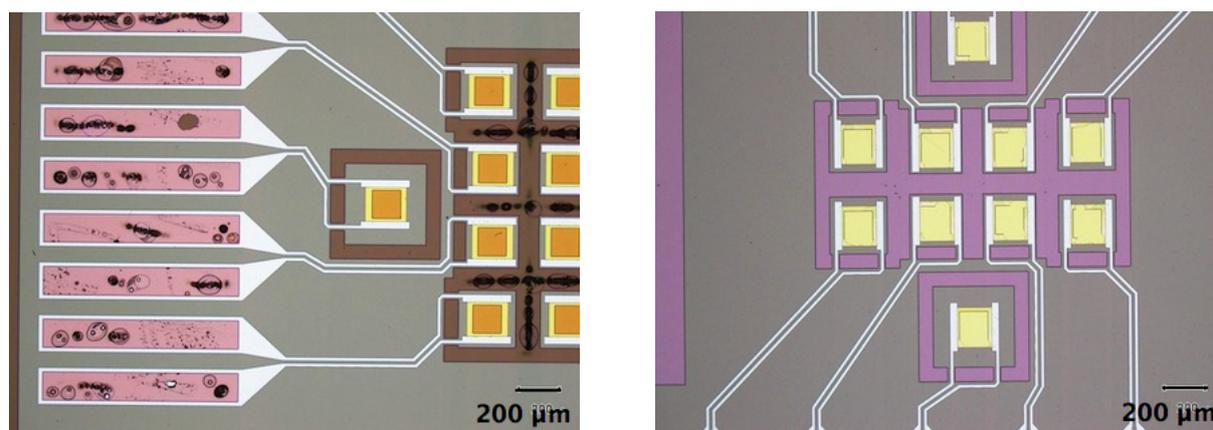


図 5.7 SiO<sub>2</sub> の成膜とパターニング: (左) 成膜後。TES 上のレジストは発泡していないものの、逆スパッタか熱接触の問題で基板に熱負荷がかかったと思われる。(右) パターニング後。stem となるべき TES 上の正方形パターンが崩れてしまった。

## 5.7 電析による銅の成膜と吸収体パターニング

吸収体は 10 μm と厚いため、リフトオフで形成する。SiO<sub>2</sub> の吸収体支持構造を形成後、電析のシード層として Ti と Cu をそれぞれスパッタ、蒸着で基板に成膜する。シード層の厚みは 100 nm である。その上に電析用の厚塗りレジストをコート、パターニングし、Cu を電析、リフトオフという手順である。

電析とはすなわち電解メッキのことで、カソードに被メッキ物をおいて直流電流を印加し、水溶液中の金属イオンをカソードで還元して堆積させる成膜法である。今回はメッキ浴に硫酸銅水溶液を用い、カソードはシード層を成膜したレジストパターン済み基板、アノードは Cu である。反応式を 5.5、5.6 式に示す。



膜厚は 10 μm を狙っており、0.2 A、0.6 V 条件下で 80 分間 Cu を堆積させた。これは比較的ゆっくり堆積させるレシピとなっている。ゆっくりと堆積させることで緻密な結晶構造となり、よい膜質の銅を成膜できることを期待している。実際の結晶構造は SEM で観察した断面図を 6.6 に示してある。電析に使用したメッキ浴と吸収体パターニング後の様子を図 5.8 に示す。

電析は容易に厚い膜を成膜できる一方、今回のような平面基板に成膜する場合には、電極に近い部分や基板の端の部分の方が中央に比べて厚く成膜されやすい。これは膜厚が電流密度に依存するからで、電流が集中するような尖った部分なども厚く成膜されやすい傾向がある。今回の成膜では、基板の真ん中近くにある吸収体（基板中心から 2 mm）は ~ 8.5 μm、基板上で一番端の吸収体（基板中心から約 13 mm）は ~ 10 μm とばらつきがみられた。ただし、10 素子チップ内における吸収体の配置は約 1.2 mm 角に収まっているため、チップ内でのばらつきは吸収体の厚みに対し

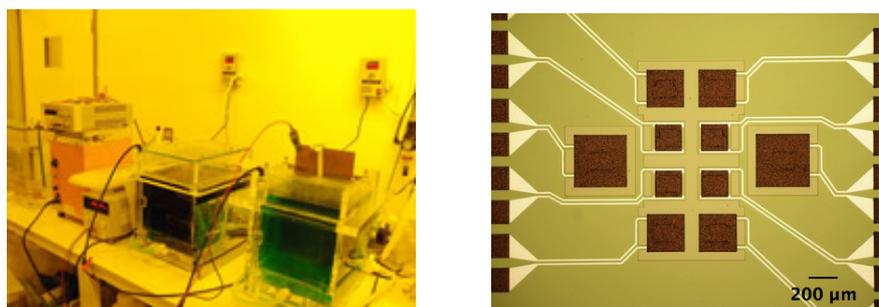


図 5.8 吸収体の電析とパターニング: (左) メッキ浴、(右) 成膜、パターニング後の吸収体

て数%程度である。吸収体のサイズと膜厚には特に相関が見られなかった。今後、より大フォーマットなカロリメータアレイを製作する場合には、膜厚の位置依存性を考慮する必要がある。具体的な解決方法としては、例えばもっと大きい基板やウェハで電析できるようにしたり、流す電流の最適値を条件出しすることが考えられる。

## 5.8 銅マスクを用いた DRIE によるメンブレン化

### 5.8.1 銅メタルマスクパターン形成

裏面に吸収体と同じ電析を用いて Cu を成膜する。成膜、パターニング後の基板を図 5.9 に示す。パターニングの結果は良好であった。図 5.9 (左) では四角の領域が多数形成されているが、これは素子を 35 mm 角基板から切り離し、チップ化するためのものである。線幅は  $50\ \mu\text{m}$  であり、メンブレン構造形成のために裏面を DRIE する際、この溝も掘られて素子がチップとして切り離される仕組みである。従って 1 枚の 35 mm 角基板から 4 素子のチップが 6 個、10 素子のチップが 12 個できることになる。

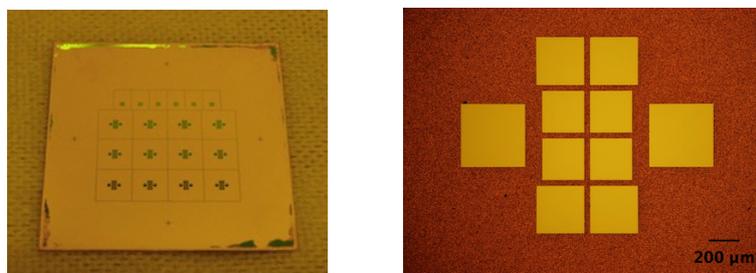


図 5.9 裏面の Cu 電析とパターニング結果: (左) パターニングした後の 35mm 角基板、(右) 10 素子パターニング部の拡大顕微鏡写真。黄色く見える部分がエッチングされ、メンブレンとなる。

### 5.8.2 DRIE によるメンブレン形成

メンブレン化のプロセスは D(Deep)-RIE を用い、反応部分における Si 側面の垂直性を保つ高アスペクトエッチングを行った。従来のプロセスではエッチングマスクとしてレジストを用いていたが、エッチングプロセスに耐えられ

ないという問題があった。レジストを厚く積む方法などが試されたが、レジストが変質してアセトン洗浄の段階できれいに除去できず（超音波洗浄機は用いることができない）、最悪の場合エッチングした部分に不溶レジストが入り込むなどの問題があった。そこで今回は裏面の銅をエッチングのメタルマスクとして用いることにした。裏面の銅は素子動作時に基板の熱を素早く均一化し、熱浴とのコンダクタンスをとる役割もある。

エッチングガスとして導入される  $\text{SF}_6$  はチャンバ内で高電圧、高周波数の変動磁場が印加されることで温度が  $10^4 \text{ K}$  にも至る ICP となり、ラジカル  $\text{F}^*$  を生成する。一方で基板は高周波電圧が印加された陰極にセットされるので、この電位差によってプラズマが加速され、サンプルと衝突する。F 原子の衝突によって基板表面でスパッタリングが起これ、Si 原子同士の結合手が  $\text{F}^*$  と反応する化学プロセスが同時進行するので、最終的に  $\text{SiF}_4$  となって気化する。ここでサイドエッチによる浸食を防ぐため、エッチングガス  $\text{SF}_6$  と Si 基板側面を抑制する保護用  $\text{C}_4\text{F}_8$  ポリマーを数秒単位で交互に供給しながら進めている。このような手法を bosch プロセスといい、高アスペクトの深堀りエッチングを可能にするプロセスだが、ガスの供給周期ごとに図 5.10 (右) に示した scallop と称される段差構造が生じる問題もあり、エッチングレシピの条件出しが不可欠である。

一般に  $\text{SF}_6$  と Si の反応速度は  $\text{Si} > \text{SiN}_x \gg \text{SiO}_2$  となっており、エッチングのストッパーとしては酸化膜が最適である (Si に比べて酸化膜は 50 ~ 200 倍の耐性がある)。今回はエッチングをしたい領域が基板内に分散しているため、どうしても場所ごとにエッチングレートの違いが生じる。したがって、ジャストエッチのタイミングは場所によって異なるが、酸化膜があることである程度オーバーエッチ気味にプロセスをかけることができ、エッチングレートの差を解消できる。エッチング時には基板を  $0^\circ\text{C}$  に冷却し、一度にエッチングする時間は 10 分以内にするなど、素子への熱ダメージを軽減するよう努めた。

エッチングに使用したレシピを表 5.2、5.3 に示す。このレシピは、我々の研究室で以前条件出しされたものである。TES-Highspeed レシピは非常に激しいエッチングレシピとなっており、Si であれば 1 サイクルで  $\sim 3.7 \mu\text{m}$  掘ることができる (今回の製作において 25 サイクルエッチング後、光学顕微鏡で深さを測定して割り出した実測値)。TES-Default レシピはより穏やかなエッチングプロセスとなっており、エッチングレートは  $\sim 0.2 \mu\text{m}$  (実測値) である。なるべく短い時間でかつきれいにジャストエッチングできるように、基本的には、 $280 \mu\text{m}$  程度までは Highspeed レシピで掘り、残りは Default レシピでジャストエッチングを目指す方針をとったが、決まったサイクル数はなく、プロセス中何度も基板を取り出して顕微鏡でエッチング具合を確認しながら行った。例えば、基板内でのエッチングレートの差が大きくなり始めた場合には、Default レシピを数分使用したり、いわゆるブラック Si (シリコンがエッチングされない領域。基板と台座の熱接触を保つように塗布したオイルが飛散したりすると、それがマスクになってしまう) が始まった場合には  $\text{O}_2$  アッシングをいれ、等方エッチングを数十秒かけることでブラック Si を除去したりといった具合である。

今回は裏面に成膜されている窒化膜と酸化膜もドライエッチングでエッチングしている。ジャストエッチングまでにかかるエッチング時間はおよそ 1 時間程度であるが、その半分以上の時間を酸化膜のエッチングに費やしている。酸化膜をエッチングするにはフッ酸系のエッチャントを使えばよいのだが、裏面銅のシード層である Ti が側面からアタックされるために使用できない。基板の熱接触を取っているとはいえ、TES への影響を考えると DRIE プロセスはなるべく短いにこしたことはないので、今回以降の製作では TES を成膜するより先にドライエッチングで窒化膜と酸化膜を除去してしまう方法を検討した。また、高さ数  $\mu\text{m}$  の粒状 Si (図 5.11 (左) のメンブレンには、黒い粒が見える) が最後に残ってしまった。これはエッチングの圧力等の条件を変えることで対処可能であると思われるが、条件出しには非常に時間がかかると思われるので、本修士論文では条件出しを行わず、今後の課題とした。素子動作

時に何らかの不具合が生じないとは言えないが、素子と基板を熱的に切り離すという目的は達成できている。



図 5.10 (左) 用いた DRIE 装置と DRIE のエッチング概略図

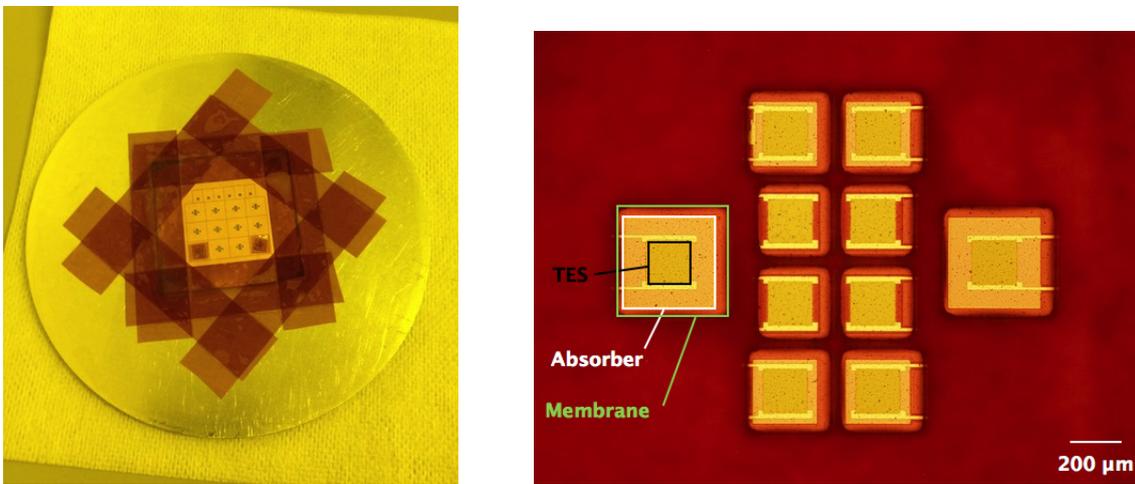


図 5.11 (右) 基板を台座にセットした様子。オイルが飛散することを防ぐため、カプトンテープで基板周辺を覆っている。基板上の 2 カ所のテープ部分はエッチングが他の領域より早く進んでしまった部分であり、エッチングが進行しないように一時的に保護している。(右) メンブレン化完了後の顕微鏡写真

表 5.2 TES-Highspeed レシピの 1 サイクル

	Gas	Power (W)	Time (s)	Flow rate (sccm)	Pressure (Pa)
Etching	SF <sub>6</sub>	2600	3.0	550.0	9.0
Etching (boost)	SF <sub>6</sub>	2600	6.4	550.0	18.0
Passivation	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub>	1000	3.0	400.0	8.0

表 5.3 TES-Default レシピの 1 サイクル

	Gas	Power (W)	Time (s)	Flow rate (sccm)	Pressure (Pa)
Etching	SF <sub>6</sub>	1700	3.0	420.0	4.0
Passivation	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub>	1000	2.5	200.0	2.0

## 5.9 素子のチップ化、完成

メンブレン化が終了すると同時に、素子をチップとして切り出すための溝も表面の SiO<sub>2</sub> までエッチングされている。ドライエッチングが終了したあとは、大量のアセトンにつけながら慎重に台座と基板を分離する。メンブレンに負荷をかけないように丁寧に基板を洗浄し、チップ同士を切り離したが、いくつかの素子のメンブレンは破れてしまった。図 5.12 に最終的に完成したチップの様子を示す。いくつかチップの銅が変色しているように見えるが、これは基板と台座の分離時に、アセトンに不溶な物質（オイルにプロセスガスがとけ込んだものと思われる）が膜状に張り付いてしまったからである。この基板以降では、基板を取り出す前に 1 分程度の O<sub>2</sub> アッシングをかけ、台座と基板の隙間から漏れだしたオイルを良くふきとってからアセトンにつけることで、このような汚れはなくなった。



図 5.12 切り離されたチップと基板

## 5.10 考察とまとめ

本章では実際に素子を製作し、製作プロセスの検証を行った。致命的な問題点は stem パターンが形成できないことであり、特に配線の Al がいない部分の TES 上でパターンが崩れていた。これはほとんど全ての素子で共通していることであり、SiO<sub>2</sub> と TES の Au の密着性が悪いためだと考えられる。stem パターンはリフトオフで形成されるが、密着性の悪い部分の SiO<sub>2</sub> は引っ張られて剥離してしまうのだろう。また、SiO<sub>2</sub> 成膜時にはレジストが発泡するほど基板に熱が加わっており、熱接触の改善や逆スパッタのパワーを抑えるなどの対策をとる必要がある。

一方で、電析銅のパターニングはマスク形状をよく再現し、吸収体以外のボンディングパッドや熱パス用のパッド

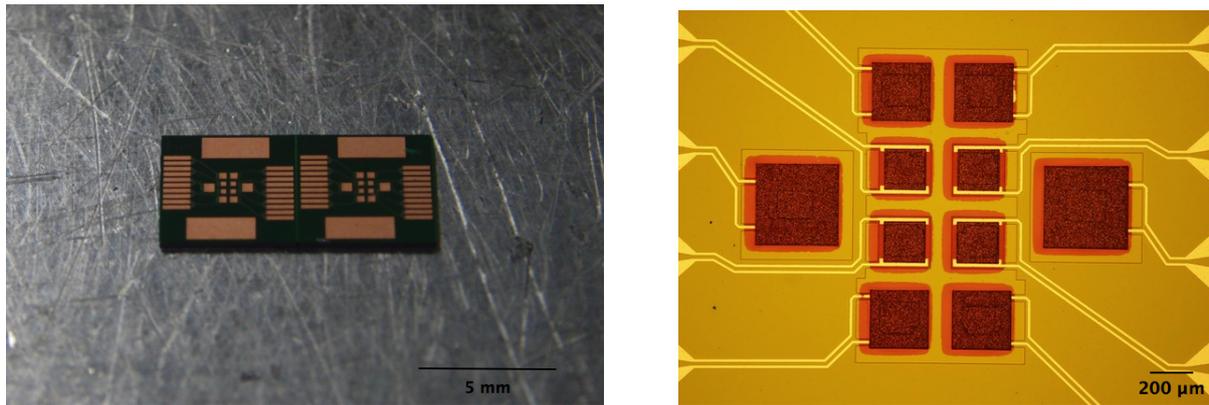


図 5.13 kakudai

もほぼ設計通りの形状であった。ただし、厚みは素子が基板上のどこに位置していたかによって変わり、中心と端の素子では $\sim 1.5 \mu\text{m}$  違う。しかし、1チップ内での吸収体の厚みのばらつきは、吸収体の厚みに対して数%であることから、今回はこれを問題としない。吸収体の面積の違いによる厚みの違いは顕著には見られなかった。

今回の素子は出来るだけ密に並べる必要があり、メンブレン同士の間隔は $40 \mu\text{m}$ であったが、形状を壊すことなくDRIEでエッチングすることができた。しかし、メンブレン上に数 $\mu\text{m}$ の粒状Siがエッチングされずに残ってしまうなど、レシピはまだ最適化されているとは言えない。DRIEのエッチングレートは、チャンバー内の汚れやその他ちょっとしたことで変わってしまうことがよくあり、正確な条件出しとレシピの確立は簡単ではない。今後は、まず圧力のみを調節することで穏やかなエッチングに調節し、きれいにジャストエッチングができるかを確認する方針である。

## 第6章

# 素子構造の評価

前章で製作した素子の構造を評価するため、冷却試験と、SEM や EDS を用いて素子の内部構造を観察した。

### 6.1 冷却試験

製作した素子がカロリメータとして動作するかを確認するため、首都大の希釈冷凍機に組み込み超伝導転移試験をおこなった。

#### 6.1.1 セットアップ

素子のマウントの様子を図 6.1 に示す。測定した素子は、左側のチップが  $200\mu\text{m}$  角吸収体の素子 (ID: ISAS.289.10F.a)、右側のチップが  $400\mu\text{m}$  角吸収体の素子 (ID: ISAS.287.10F.i) である。チップは  $2\text{mm}$  厚の無酸素銅にマウントされ、固定には M2.6 の黄銅ネジと銅製のスプリングワッシャーを用いた。スプリングワッシャーは、丁度チップ状の熱バス用パッド 2 カ所と接触するようになっている。冷凍機の配線は図 6.1 のチップの下のパッドまできており、このパッドとチップ状の素子配線パッドはアルミボンディングワイヤで接続されている。

#### 6.1.2 冷却試験結果

まず、 $400\mu\text{m}$  角吸収体素子についてだが、冷凍機予冷のための液体窒素導入後、配線の導通が切れてしまった。 $200\mu\text{m}$  角吸収体素子の方は問題なく測定できたものの、 $80\text{mK}$  までで超伝導転移することはなかった。測定終了後、素子をチェックすると、 $400\mu\text{m}$  角吸収体素子のメンブレンは破れてしまっていた。メンブレンが破れていた素子は他にもあり、2 チップ合計で  $400\mu\text{m}$  角吸収体素子が 4 分の 4、 $280\mu\text{m}$  角吸収体素子が 8 分の 3、 $200\mu\text{m}$  角吸収体素子が 8 分の 0 という結果であった。メンブレンが破れてしまった素子は全て導通がなかった。図 6.2 に、メンブレンが破れてしまった素子の位置をバツ印で示した。図 6.3、6.4 はその顕微鏡写真である。破れ方やその程度にはあまり一貫性がないが、吸収体の端というよりは Si 基板に近い側、または中間の位置で破れているものが多い。

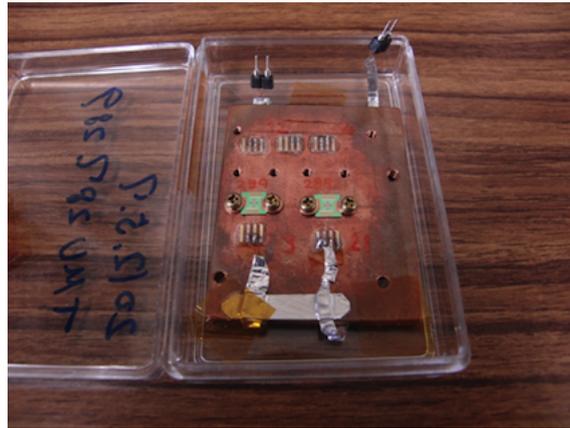


図 6.1 冷却試験の素子マウントの様子。アルミテープで覆われているのはニオブチタンの超伝導ツイスト配線で、上部に見えている端子以降の冷凍機内配線で4端子法になる。

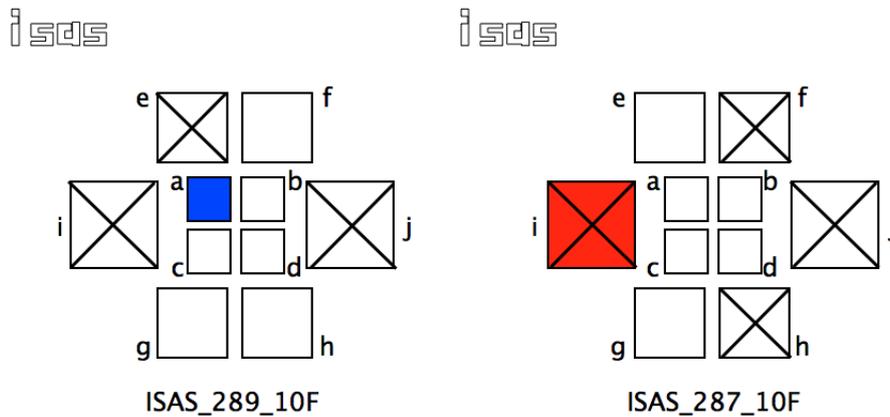


図 6.2 冷却試験後メンブレンが破れた素子の位置。青と赤はそれぞれ超伝導転移試験をした素子を示す。

## 6.2 内部構造の分析

マッシュルーム型吸収体の断面を観察し、元素分析を行うことで、素子の内部構造を調べた。分析は物質材料研究機構 (NIMS) で行われた。使用装置を簡単に説明する。

- FIB, SIM

FIB (集光イオンビーム, Focused Ion Beam) はイオンを電界で加速したビームを細く絞ったもので、スパッタリングにより試料を削る微細加工装置である。イオンビームは数 100 nm から数 nm まで絞ることができ、ナノオーダーの微細加工が可能である。今回は SEM の試料作成作製に用いた。また、イオンビームを試料に

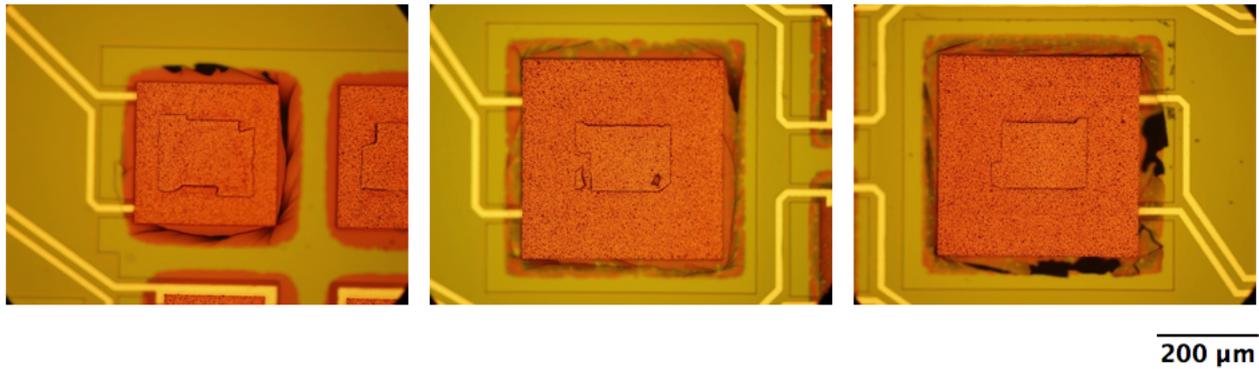


図 6.3 ISAS.289.10F の冷却試験後に破れたメンブレンの様子。素子 ID は左から e、i、j。

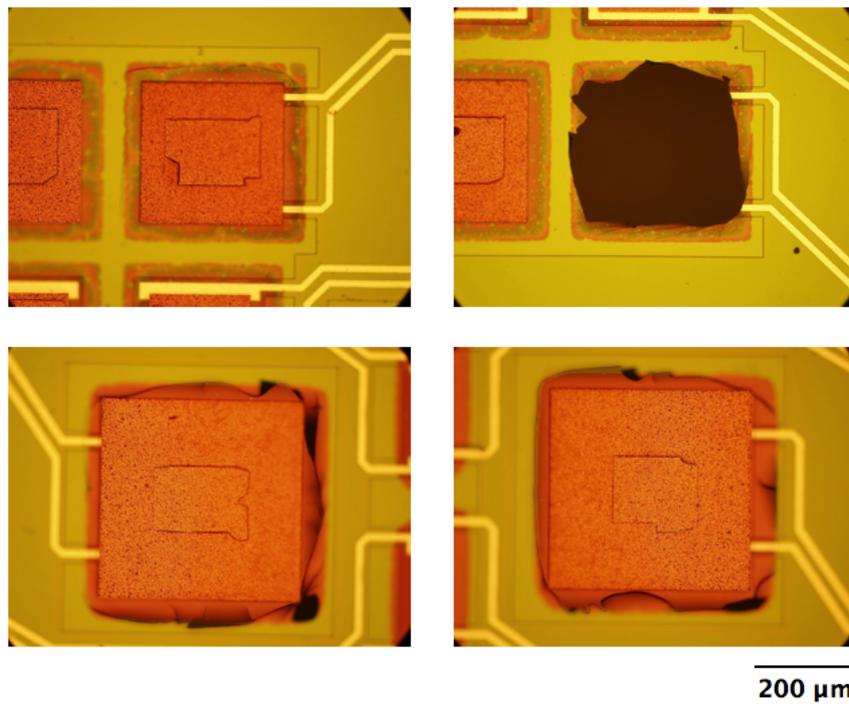


図 6.4 ISAS.287.10F の冷却試験後に破れたメンブレンの様子。素子 ID は左上 f、右上 h、左下 i、右下 j。

照射した際に飛び出てくる 2 次電子を測定することで、試料表面を観察することができる。このような顕微鏡を SIM（走査イオン顕微鏡, Scanning Ion Microscope）という。

- SEM

SEM（走査型電子顕微鏡, Scannig Electron Microscope）は X 線より 2 桁以上波長の短い電子線を光源とし、

磁界型レンズを用いて結像する装置である。数10～数10万倍の拡大倍率が可能であり、立体的な像を観察できることが特徴である。

- EDS

SEM で用いる電子線は、試料の原子核の内殻電子を弾き出す。生じた空孔に外殻の電子が遷移する際に特性 X 線が生じるが、これをエネルギー分散型 X 線分光器 (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) 捉えることで試料の元素分析が可能になる。

### 6.2.1 Au と SiO<sub>2</sub> の密着性

まず、SiO<sub>2</sub> と TES の Au との密着性を確認した。200 μm 角の吸収体で、SiO<sub>2</sub> と Al と Au が存在する領域を FIB 加工し、SEM での断面観察と EDS 分析を行った (図 6.5)。結果、Au と SiO<sub>2</sub> の間に本来なら存在しないはずの炭素があることが分かった。これはおそらく stem パターン形成時にリフトオフされるレジストであるが、注目すべきはその形状である。図 6.5 (中央上) をみると分かるように、パターンニング時の残留レジストというよりは、レジストが隙間にしみ込んだような様子をしている。そして SiO<sub>2</sub> のパターンニング側面は順テーパーになっており、レジスト側には逆テーパーがついていたはずであるので、このようなレジストの残り方は考えにくい。したがって、リフトオフした時にアセトンに溶けたレジストが隙間にしみ込んだと考えるのが自然であり、これは SiO<sub>2</sub> と TES の Au の密着性が悪く、隙間ができてしまったと考えられる。

一方で、Al と SiO<sub>2</sub> はよく密着しているように見える。ただし、TES の上の Al は Au の上に成膜されているはずであるが、図 6.5 (右上) と EDS 分析の結果を見る限り、Al は TES の Ti の上の成膜されている。これは我々の TES 製作グループで過去に報告されており、Al 成膜時の逆スパッタで Au がエッチングされてしまっているようである。今回の逆スパッタ条件は 50 W、60 秒と、過去の逆スパッタ条件よりも弱めている (過去の逆スパッタ条件は 100 W で 60 秒程度。我々の Al スパッタ装置では以前からレジストの発泡が問題となっており、今回は条件出しの末 50 W、60 秒という条件を採用した経緯がある。)。推察だが、Al 成膜のパワーは 600 W なので、Al が TES に成膜される段階で Au を飛ばしている可能性もある。これは Au が Al との境界でふくれあがっているように見えることを説明するかもしれないが、現状ではわからない。なお、Al が直接 Ti に成膜されていることは、常伝導金属を挟まずに電流が流れる状態になっているということであり、ノイズ特性など素子の性能面においては好ましい。

### 6.2.2 電析銅の結晶構造

次に、吸収体の Cu の様子を観察した。図 6.6 には SEM での断面観察イメージである。吸収体内には不純物や空隙が見られず、1 μm スケールの粒子が密に詰まっているのがわかる。今回の電析銅膜は非常に良好な膜質であり、熱伝導がよいことが期待される。また、吸収体の Cu と TES の Au との間は Cu はシード層の Ti を介し、TES と密着しているように見える。これは冷却試験で吸収体の剥離がなかったことと一致する。

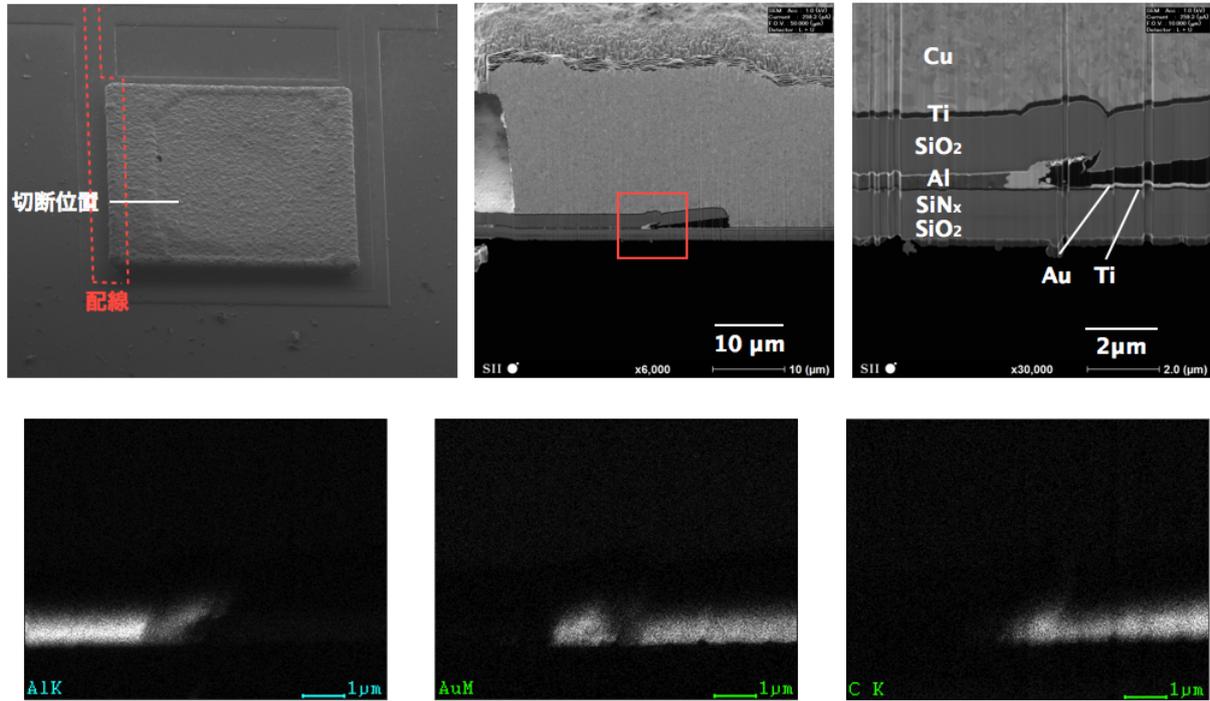


図 6.5 (左上) FIB による切断位置。イメージは SEM で取得したもので、試料は 45° 傾けてある。(中央上) (右上) SEM による断面イメージ。赤い四角の領域を拡大したのが右上のイメージ。(左下) (中央下) (右下) EDS 分析結果。イメージは左から Al、Au、C が検出された領域を示す。画像の領域は右上のイメージとほぼ同じ領域である。

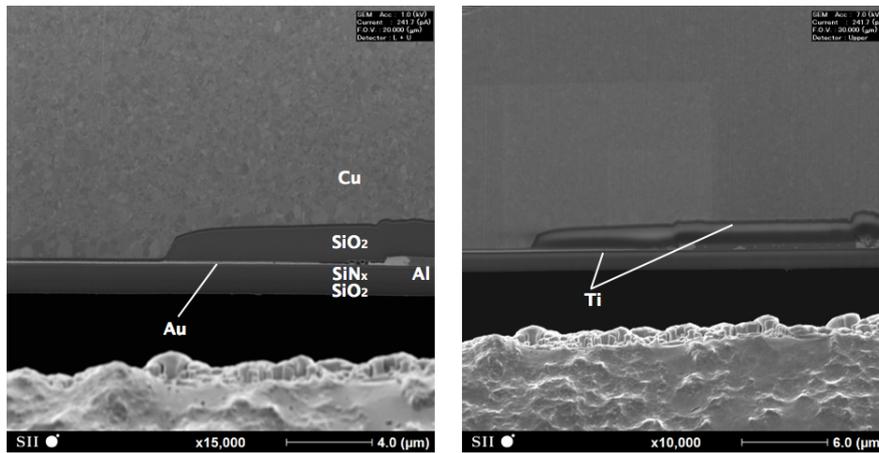


図 6.6 電析銅膜の SEM 断面図。この断面では SiO<sub>2</sub> と Au の間にレジストはない。左のイメージでは吸収体と TES の間に隙間があるように見えるが、ここには Ti が成膜されている。(左) 加速電圧 1 keV での SEM イメージ、(右) 加速電圧 7 keV での SEM イメージ

### 6.3 メンブレンが破れたことに対する考察

窒素温度で破れてしまったということ、吸収体とメンブレンが接しているような構造は今回が初めてということから、銅の熱収縮により応力が発生し、メンブレンが破れたのだと考えられる。以下では銅の熱収縮量とそれによって発生する応力を計算し、 $\text{SiO}_2$  の引張強度の文献値と比較する。計算する上での仮定として、吸収体とメンブレンが密着している、メンブレンは酸化膜と窒化膜で構成されているが、窒化膜の物性値は酸化膜のものと等しいとした。吸収体の端から基板まで（メンブレンの長さ）は設計値の  $20\ \mu\text{m}$  を適用する。この仮定のもとで吸収体の熱収縮がメンブレンに及ぼす応力は

$$N = \left( E_{\text{Cu}} \times \frac{A}{L} \right) \delta \quad (6.1)$$

$$P = \frac{N}{A} = \frac{E_{\text{SiO}_2}}{L} \delta \quad (6.2)$$

として計算できる。ただし  $N$  は力、 $E$  はヤング率、 $A$  はメンブレンの断面積、 $L$  はメンブレンの長さ、 $\delta$  は常温から  $77\text{K}$  までの熱収縮量、 $P$  は応力である。仮定した物性値 [21, 16] と計算結果を表 6.1 に示す。  $280\ \mu\text{m}$  角のメンブレンが全体の半分程度破れたことから、この辺りに応力限界があるとすると、実験結果と文献値は約 2.5 倍違うが、文献値の引張強度は bulk の値なので、薄膜ではもう少し値が小さくなるセンスでありこれは実験結果と矛盾しない。また、 $\text{SiO}_2$  のヤング率はバルクか CVD、スパッタなどの成膜方法によって数 MPa から  $\sim 70\ \text{MPa}$  までかなり開きがあり、これも熱収縮による応力で破れたという推定と矛盾しない。

もし熱収縮による応力がメンブレンが破れる主な理由だとすると、6.1 より応力を  $1.05\ \text{GPa}$  まで緩和することができればメンブレンは破れないといえる。応力を緩和するためには、 $L$  を大きく、すなわち吸収体とメンブレンが接している長さを短くできればよいことがわかる。

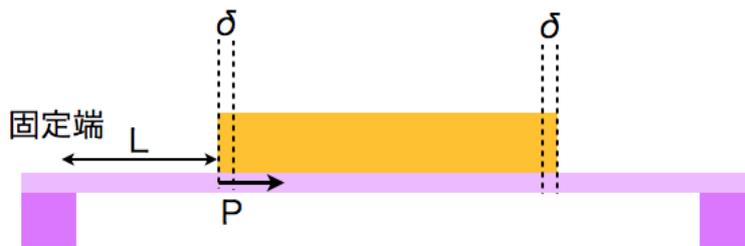


図 6.7 応力計算で仮定した構造図

表 6.1 応力計算に使用した物性値と計算結果。

	ヤング率 (Gpa)	熱収縮量 $\delta$ ( $\mu\text{m}$ )	応力 $P$ (GPa)	引張強度 (Gpa)
銅 (200 $\mu\text{m}$ 角、bulk)	110	0.3	1.05	
銅 (280 $\mu\text{m}$ 角、bulk)	↑	0.42	1.5	
銅 (400 $\mu\text{m}$ 角、bulk)	↑	0.6	2.1	
SiO <sub>2</sub> (bulk)	70 (CVD 成膜)	~ 0	~ 0	3.7

## 第7章

# マッシュルーム型吸収体カロリメータの製作

本章の内容は、前半と後半の2つに分かれている。前半は、前章で問題となった stem パターン形成が形成できない問題と、メンブレンが破れてしまうことへの対策として行った条件出しを記してある。後半は、条件出しをもとにしたマッシュルーム型吸収体素子の製作を記す。

### 7.1 stem パターン形成の条件出し

stem パターンが形成できない問題を解決するため、TES の Ti/Au 層の上にさらに薄い Ti を成膜し、SiO<sub>2</sub> との密着性を高めた基板で stem パターン形成の条件出しを行った。Ti が上面にむき出しになっている構造は、様々な物質を吸着しやすい Ti のゲッター効果を考えると好ましくない。近接効果以外に TES の転移温度を変化させたり、TES と吸収体の間の熱伝導が悪くなる可能性があるからである。そこで、三層目の Ti が TES へ及ぼす影響をできるだけ小さくするため、Ti は出来る限り薄く製膜することにした。

当初、三層目の Ti は Ti/Au TES を成膜したあとにスパッタ装置から取り出さず連続して成膜、パターンニングを試みていたが、我々の過酸化水素を用いる Ti エッチング方法（3時間の長時間エッチング、節）ではレジストが持たずに剥離してしまい、三層目の Ti は完全にエッチングされてしまった。そこで、Ti と Au を成膜したあと TES パターンニングをし、もう一度 Ti を成膜してパターンニングする方法をとった。なお、TES へのダメージを考えて、二回目の逆スパッタ時間は通常の TES 成膜時の 1/4 とした。この方法を用いた三層目の Ti のエッチング時間は数分であるが、Ti の膜厚が薄いためか全体の 30% 程度のレジストはエッチング中に剥離し、Ti は完全にエッチングされないまでも、膜厚にばらつきが出てしまった（膜厚は測定していないが、顕微鏡での観察では Ti の色に明らかな濃淡の違いがあった）。

このような状態の基板であったが、SiO<sub>2</sub> を成膜し、パターンニングをしたところ、ほとんど全ての素子で正方形の stem パターンを形成することができた。stem 部分の拡大写真を図 7.1（左）に示す。レジスト発泡の経験から、今回の基板では SiO<sub>2</sub> 逆スパッタのパワーを 50 W、120 秒に落としている。それにも関わらず stem パターンが形成できたのは、Ti によって SiO<sub>2</sub> の密着性が改善されたためと考えてよいだろう。Ti の正確な膜厚は測定できなかったが、最大でも ~ 10 nm 以下であった。スパッタレートを考えれば ~ 5 nm と思われる。Ti エッチング中にレジストが剥離してしまった素子では、数 nm 程度の厚みしかなかっただろう。

最後に、Ti エッチング中にレジストが剥離してしまう問題だが、三層目の Ti を 63 バッファードフッ酸でエッチン

グすると剥離はおきず、膜厚は一様であった (図 7.1 (右))。一般に、レジストはバッファードフッ酸に耐えるようである。エッチング時間は 10 秒程度であった。この程度の時間であれば、裏面 Cu のシード層の Ti (5.8.1 節参照)、TES の Ti はほとんどエッチングされない。

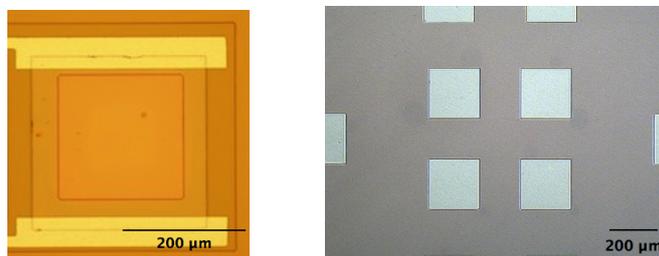


図 7.1 stem パターンの形成 (左) と、63 バッファードフッ酸を用いた三層目 Ti エッチング完了後顕微鏡写真 (右)

## 7.2 三層 TES の超伝導転移温度条件出し

三層目の Ti が成膜された TES では、TES の超伝導転移温度が変わる可能性がある。そこで、超伝導転移温度を  $\sim 100$  mK にコントロールするための条件出しを行った。この条件出しの前に、通常の Ti/Au TES の転移温度条件出しでは、Ti/Au = 40/130 nm で  $\sim 100$  mK という結果を得ている (測定は共同研究をしている九州大で行われた)。そこで、Ti/Au/Ti では近接効果により転移温度が上昇すると考え、Ti/Au = 40/130/5, 40/140/5 nm の 2 種類の膜厚比を測定をした。TES を成膜した基板は本番製作と同じ酸化膜、窒化膜付きの 20 mm 角基板を用いた。基板は Ti/Au を成膜した後、三層目の Ti は連続して成膜し、TES のパターンニング図を行わないベタ膜の状態である。測定は首都大の希釈冷凍機で行った。

測定結果を図 7.2 に示す。どちらも  $\sim 100$  mK で転移しているが、Au が厚い方が 10 mK 程度転移温度が低く、近接効果の影響をより強く受けているのが分かる。図 7.3 を見るとわかるように、三層目の Ti を成膜した基板は Ti/Au に比べてやや高い転移温度を示している。測定冷凍機が違うので、この転移温度の差について深く議論することはできないが、Ti が厚くなった分転移温度が上がるという予想には合っている。Au が厚い方の TES では 2 段転移と呼ばれる現象がおきている。これは、薄膜内の超伝導転移が一様に進んでいない場合に起こるとされるが、今回の基板でなぜこのような転移が見られたのかは定かではない。2 枚の基板は同時にスパッタ装置に組み込み、1 日間隔で成膜したので、成膜状況もほとんど変わらないと思われる。これについては今後検証していく必要がある。

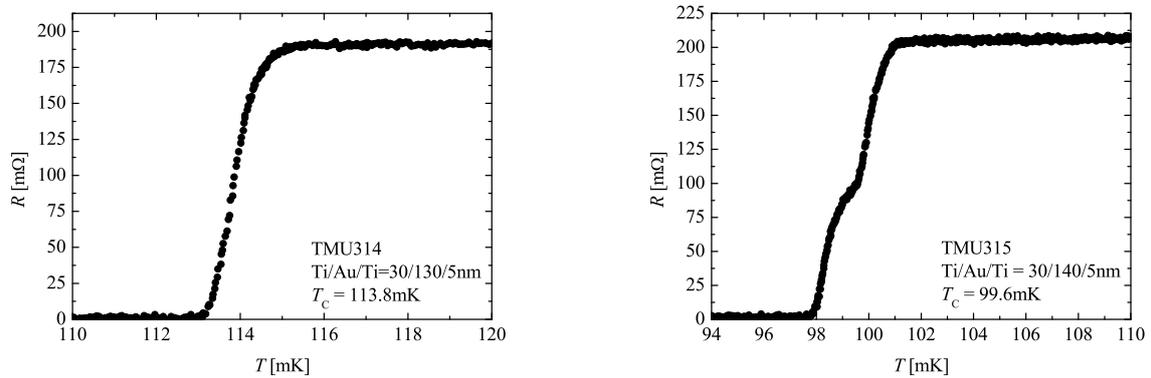


図 7.2 Ti/Au/Ti の RT 測定結果

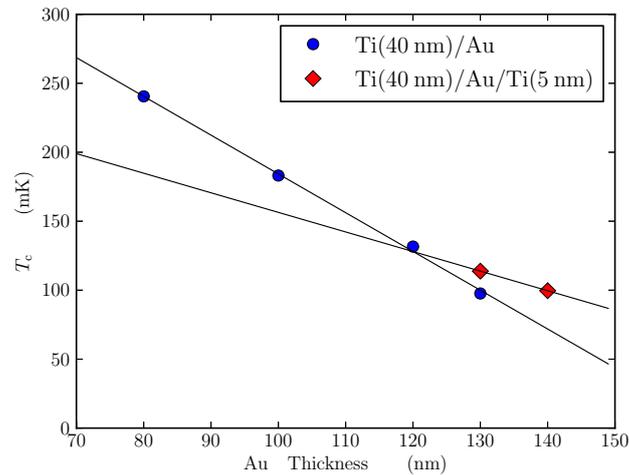


図 7.3 RT 測定の結果まとめ

## 7.3 メンブレンが破れることへの対策

### 7.3.1 吸収体と吸収体支持構造の分離

前章で議論したように、吸収体がメンブレンと接している面方向の長さを短くすれば、メンブレンが破れるのを防ぐことができる可能性がある。そこで、吸収体と  $\text{SiO}_2$  の間の Ti シード層をサイドからオーバーエッチングすることによって、吸収体と支持構造の分離が可能であるか試みた。吸収体と支持構造が分離できればメンブレンへの負荷が減るだけでなく、 $\text{SiO}_2$  に流れてしまう熱の割合が減らすことができる効果もある。

条件出しにはサファイア基板を用いた。サファイア基板は透明であり、裏面から Ti のエッチング具合を確認する

ことができるので、Tiのエッチングレートを見積もることができる。本番素子用のSi基板では、Tiエッチング中にメンブレンが破れる可能性を考慮し、裏面をDRIEでエッチングする前にTiのオーバーエッチすることになる。したがって、今回の条出しで求めたエッチング時間のみで、エッチングを管理する予定である。条件出しは、シード層の厚みが100 nmものと、400 nmのもので行った。TESはTi/Au/Tiとし、配線は省略した。

図7.4にエッチングの結果を示す。各素子の中央に見える灰色の部分はTESのTiで、シード層にTiは紫色の部分である。Tiがエッチングされた領域は黄色、またはマゼンダの部分である。シード層が100 nmの方はエッチングの進行具合が不均一な部分があり、エッチャントがしみ込んでいくのに十分なスペースがないと考えられる。一方で、シード層が400 nmの方はきれいにエッチングすすみ、シード層のTiがほとんどエッチングされているのがわかる、一番吸収体が大きい素子は240分エッチングしてもまだ $20\mu\text{m}$ 程度残っているが、中型の吸収体と同程度のサイズまでエッチングできており、メンブレン破れ対策としては有効だと思われる。

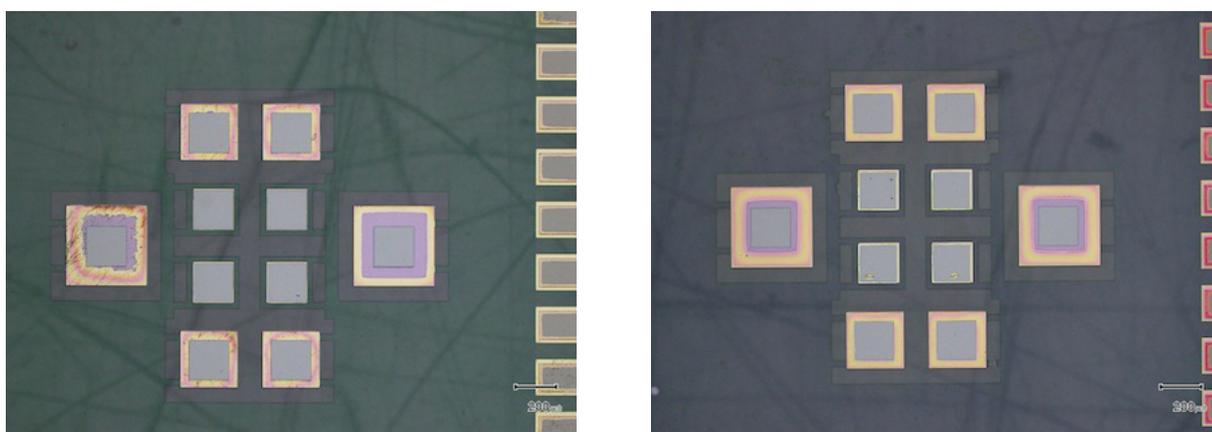


図7.4 シード層Tiのオーバーエッチング結果 (左) シード層100 nm、120 min、(右) シード層400 nm、240 min

### 7.3.2 Tiエッチング後の吸収体

Tiエッチングが完了した素子を、宇宙研のSEMで観察した(図7.5)。分かりにくいですが、特に $200\mu\text{m}$ 角以外の吸収体の下は影になっており、少なくとも外見上は吸収体の端部が基板に接触しているなどは見られない。しかし、図7.4では、Tiがエッチングされた部分が黄色とマゼンダになっており、干渉模様の様にも見える。エッチャントの張力により吸収体が下方に引かれ、 $\text{SiO}_2$ に接触している可能性があるが、エッチャントがきちんと洗い流せていない可能性や、Cuが変色している可能性もある。今後、FIB加工とSEMによる断面観察を行うことで、はっきりした結果を得たい。

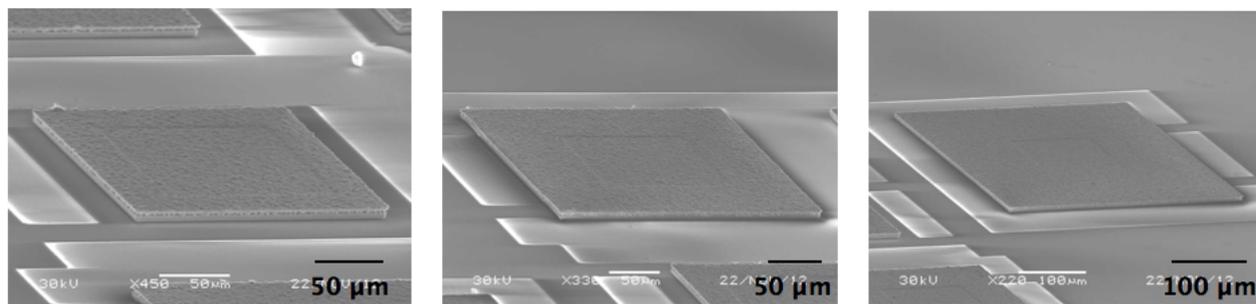


図 7.5 Ti オーバーエッチ後の吸収体の様子。試料は 71° 傾けている。左から 200  $\mu\text{m}$ 、280  $\mu\text{m}$ 、400  $\mu\text{m}$  素子。

## 7.4 条件出しまとめ

マッシュルーム型吸収体製作に関する条件出しをまとめる。まず、stem パターンの形成問題は、TES の上に  $\text{SiO}_2$  との密着性を高める Ti を成膜することで解決できる。一方で TES は三層構造となるが、超伝導転移温度を測定したところ、充分  $\sim 100 \text{ mK}$  に制御することが可能であることがわかった。メンブレンが破れることへの対策として、吸収体と  $\text{SiO}_2$  の間にあるシード層 Ti をエッチングし、吸収体が  $\text{SiO}_2$  をはさんでメンブレンと接する面積を小さくする方法が可能であることを示した。

## 7.5 マッシュルーム型吸収体カロリメータの製作

これまでに蓄積してきた条件出し結果を用い、マッシュルーム型吸収体カロリメータ素子を製作した。ただし、ここまでで記載していない条件出しや、条件出し時とは異なる点があるので、先に記しておく。

まず、使用ウェハだが、最初の製作プロセス評価の時と違い、 $\text{SiO}_2$  が  $0.5 \mu\text{m}$  厚くなった膜両面  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x = 1.0/0.5 \mu\text{m}$  膜付きのウェハを使用している。Si の厚みは変わらず  $300 \mu\text{m}$  である。次に、 $\text{SiO}_2$  リフトオフパターニング時のレジストは  $3 \mu\text{m}$  から  $7.5 \mu\text{m}$  に変更した。これは、この製作の前の製作基板で、24 時間以上アセトンにつけてもレジストが抜けにくいということがあったためであるが、なぜリフトオフできなかったのかは分からない。Ar プラズマ 300W で基板を 30-60 分程度たたくと、配線パッドのような面積が大きい部分のレジストは比較的簡単にとれたが、TES の上のレジストは全くとれなかった。サファイア基板ではリフトオフできていたので、密着性の良い Ti を TES の上に成膜したことによって、レジストが剥がれにくくなったという仮説は成り立たない。それぞれの基板で  $\text{SiO}_2$  の膜厚を測定したが、ほとんど変わらなかった。レジストの厚みが  $7.5 \mu\text{m}$  であれば、1 時間程度でリフトオフできたことから、 $\text{SiO}_2$  の膜質が成膜毎に一定ではなく、レジスト側面への  $\text{SiO}_2$  の回り込み具合が違うという可能性がある。

吸収体成膜のためのシード層 Ti は  $400 \text{ nm}$  とした。製作基板は 3 枚で、プロセスは順調に進んだが、シード層 Ti のオーバーエッチングで問題が発生した。

### 7.5.1 シード層 Ti のオーバエッチングにおける問題点

サファイア基板での条件出し同様に、まず2枚の基板で240分のエッチングを行った。エッチング後に素子の導通をチェックしたところ、1枚の基板ではほとんど全ての素子の導通がなく、もう1枚は半分程度の素子で導通があるが、その抵抗値はエッチング前の概ね2倍になっていた。原因を追求するため、ほとんど全ての素子で導通がなかった基板の裏面をDRIEでエッチングし、Tiのエッチング具合を確認した。結果は図7.6のように、TESの一層目のTiもエッチングされてしまっていた。配線は一見切れていないように見えるが、一層目のTiもエッチングされているということは、構造的にTESの上のアルミ配線もダメージを受けている可能性が高い。

シード層のエッチング具合を時間で管理するのがむずかしいため、残りの1枚の基板は先にDRIEをしてメンブレン化したあと、裏面から確認しながらTiのエッチングを行うことにした。DRIEエッチングが完了した時点で、素子として使えそうなチップは10素子のものが4つ、4素子のものが6つであったので、メンブレン化した後でTiがうまくオーバーエッチングできるかの試験は、残りのチップを使って行った。エッチング結果を図7.7に示す。エッチングレートは $\sim 0.33 \mu\text{m}/\text{min}$ であった。配線部分のTiは特にエッチングが進行しやすいことがわかる。エッチングは顕微鏡での確認と複数の素子の抵抗をチェックしながら進めたが、90分あたりで抵抗値が $\sim 5 \Omega$ 大きくなる傾向がみえた。120分では $10 - 15 \Omega$ 大きくなっていた。エッチングする前の抵抗は、配線の長さにもよるが $\sim 28 \Omega$ である。おそらく、配線パターン付近のTiエッチングがTESの上まで到達し、配線のAlもエッチングされかけていると考えられる。TESの上のTiがエッチングされてしまうと、吸収体との密着性が悪くなり、剥離してしまう危険性もある。以上の結果より、Tiのオーバーエッチングは60分が限界であると判断した。60分ではTiは $\sim 20 \mu\text{m}$ エッチングされる。6.3節の議論を適用すると、これは丁度1.05 GPaに対応しており、メンブレンは破れないと予想される。最終的に出来上がった素子の顕微鏡写真を図7.8に示す。

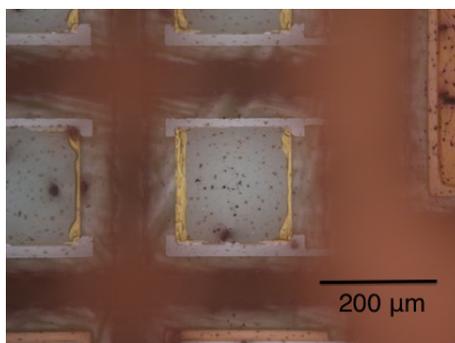


図 7.6 本番用基板での240分シード層Tiエッチングの結果

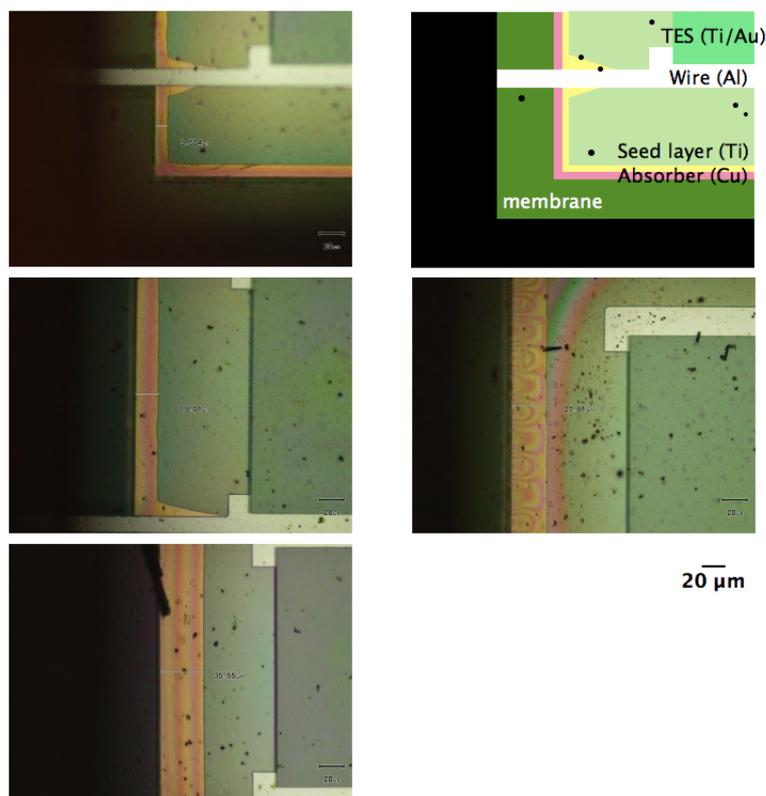


図 7.7 本番基板での Ti オーバーエッチの進行具合。(左上) 30 分、(左中央) 60 分、(右中央) 90 分、(左下) 120 分。

## 7.6 製作まとめ

Ti のオーバーエッチング具合が、本番基板とサファイア基板でこれほど違うことの原因はおそらく一つではない。本番基板の方が吸収体と  $\text{SiO}_2$  の密着性が悪かった、 $\text{SiO}_2$  にとって配線のような段差ができる部分は、Ti の成膜具合が他の部分と違う、などが考えられるが、原因を特定するには再現性の高い素子製作を確立する必要があり、現状では困難である。また、図 7.8 では stem の構造があまりはっきりしていないように見える。詳しい考察はできていないが、これが今回のオーバーエッチング具合と何か関係があるかも知れない。この基板を SEM、EDS で断面観察することで、密着性の問題が効いているのか、それ以外に原因が大きいのかを理解できる可能性があり、検証が急務である。

まだコントロールできていないプロセスがあるものの、素子は完成した。次章ではこの素子の冷却試験を行う。

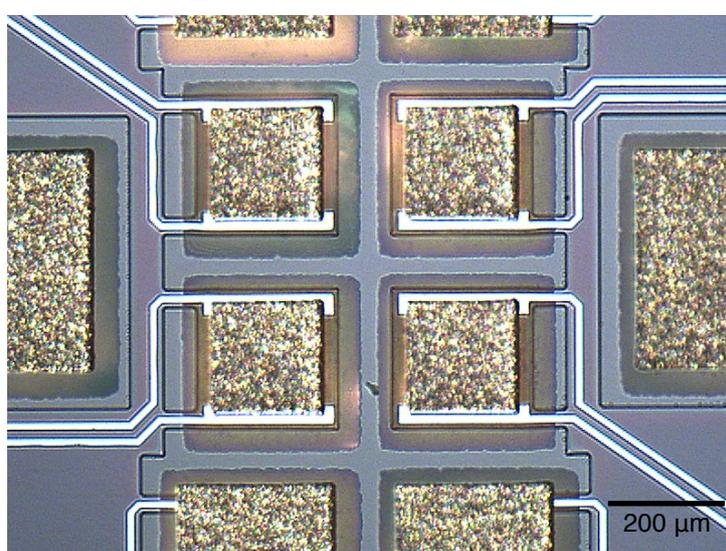


図 7.8 最終的に完成した素子。吸収体の周囲はメンブレン構造となっており、下が透けて見える。

## 第 8 章

# 冷却試験

前章で製作したマッシュルーム型吸収体素子の X 線照射試験を行うため、TEM のプローブに素子や SQUID をマウントし、冷凍機に組み込んだ。しかし、液体ヘリウムが調達出来なかったことや、冷凍機の不調により、機械式冷凍機の限界である  $\sim 4\text{K}$  まで冷までしか却することができなかった。したがって素子の超伝導転移確認や、X 線パルスの検出という試験はできなかったが、SQUID は動作させることができたので、TES に流す電流と SQUID の出力の関係から、 $400\ \mu\text{m}$  角の吸収体素子の導通を確認した。これはメンブレンが破れていないことを示唆する結果である。

### 8.1 TEM 用スノートの組み上げ

スノートは無酸素銅製で、 $9\text{mm} \times 9\text{mm} \times 10\text{cm}$  の角柱状をしており、冷凍機側のジグとは M2.6 のネジ 2 カ所で固定される。無酸素銅の表面にはポリミド絶縁層が成膜されており、TES がマウントされる面の 4 カ所のみ、熱パスとして金線がボンディングできるように、レーザー加工でポリミドを除去している。スノート側面からトップ面にかけては、三次元的に半田の超伝導配線がパターンニングされている。ボンディング用のパッドは銅である。

コネクタ、SQUID、温度計、スペーサー、TES 素子は、スノート表面にワニスで接着されている。10 素子同時動作では発熱が心配されるため、SQUID は我々の研究室で DIOS 用に開発された低発熱型 SQUID[15] を用いた。冷凍機の真空引きの際に圧力差でメンブレンが破れないよう、素子チップは 3 辺で接着し、気体の逃げ道を確保している。スペーサーは、スノートを磁気シールドに挿入する際に配線やボンディングを傷つけないためのものである。SQUID は、本研究室で DIOS 用に開発された低発熱型 SQUID である、ISAS-B20 と ISAS-C20 を用いた。

素子や SQUID、温度計、コネクタは、アルミボンディングワイヤで超伝導配線とつながっている。アルミボンディングワイヤの総数は 196 本である。チップ上のヒートシンクと、スノートのポリミド除去部分（スノートの無酸素銅が見えている部分）は、約 40 本の金線ボンディングでコンタクトとっている。通常、金線ボンディングは銅に付き辛いですが、試し打ちを繰り返して超音波のパワー等最適な条件を見いだした。ただし、きちんとした合金をつくらせているわけではないと推測されるので、熱サイクルで剥離してしまう可能性もあるが、ピンセットで少し触った程度では問題なかった。図 8.1 に組み上げ完了後のスノートを、図 8.2 に素子部分の拡大写真を示す。

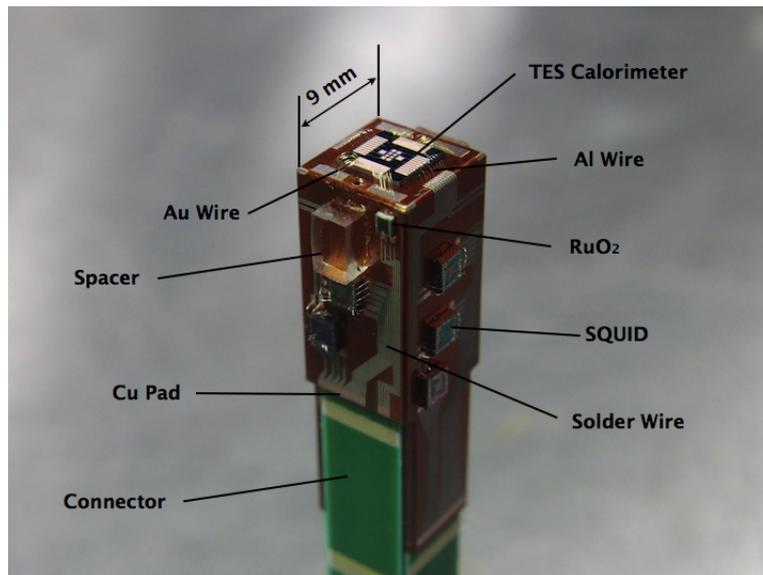


図 8.1 組み上げが完了後のスノート

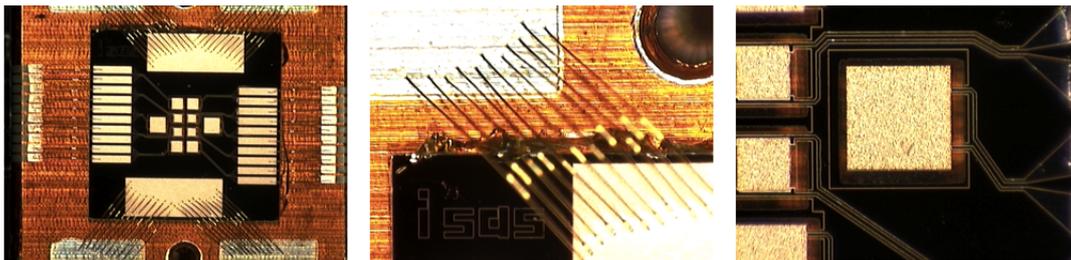


図 8.2 素子部分の顕微鏡写真（左）素子チップの全体像、（中央）金線ボンディング部分の拡大写真、（右）素子拡大写真。メンブレンを通して下のスノートの銅色が見えている。

## 8.2 冷却試験

### 8.2.1 冷凍機

本試験では宇宙科学研究所が所有する住友重機械工業株式会社製の断熱消磁冷凍機 (SHI-ADR)(A.2 節) を用いた。この冷凍機は極低温ステージの容量が大きく、TEM のプローブのような細長い形状の試料でも容易にマウントすることが出来る。マウントの様子を図 8.3 に示す。

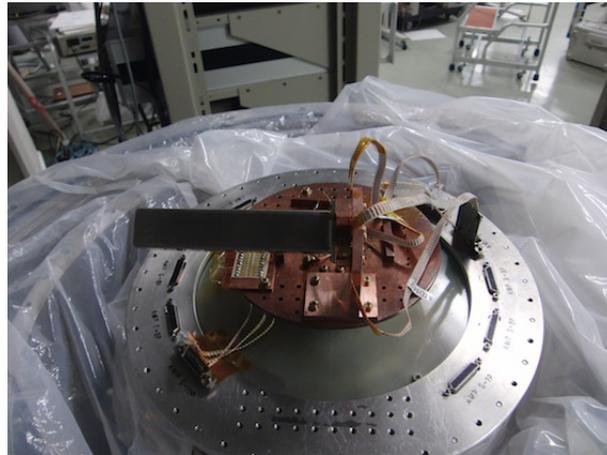


図 8.3 冷凍機にスノートをマウントした様子。磁気シールドが取り付けられている。

### 8.2.2 冷却試験概要

4.5Kにおいて、TESに流す電流とSQUIDの出力の関係から、素子に電流が流れている、すなわちメンブレンが破れていないかを検証する。

SQUIDを用いたカロリメータの読み出し系を図8.4に示す。SQUIDは外部磁束に対して周期的な応答をするため、動作点が少しずれただけでも増幅率が大きく変動してしまい、応答は非線形である。さらに大きな入力に対しては出力の折り返しが発生してしまう。そのため一般的にはフィードバックをかけて動作させる。これは、SQUIDを貫く磁束が一定に保たれるようにフィードバックをかけることから、磁束固定ループ (FLL: Flux-Locked Loop) と呼ばれる。SQUIDの出力は、フィードバック抵抗を介してSQUIDに磁氣的に結合されたフィードバックコイルに戻される。

このとき、フィードバック量  $b$  は

$$b = \frac{\Phi_{\text{FB}}}{V_{\text{out}}} = \frac{M_{\text{FB}}}{R_{\text{FB}}} \quad (8.1)$$

で与えられ、FLL回路のゲインは  $1/b = R_{\text{FB}}/M_{\text{FB}}$  となる。ただし、 $R_{\text{FB}}$  はフィードバック抵抗、 $M_{\text{FB}}$  はフィードバックコイルとSQUIDとの相互インダクタンスである。入力コイルを流れる電流  $I_{\text{in}}$  がSQUIDに作る磁束  $\Phi_{\text{in}}$  は、入力コイルとSQUIDの相互インダクタンスを  $M_{\text{in}}$  として

$$\Phi_{\text{in}} = M_{\text{in}} I_{\text{in}} \quad (8.2)$$

である。したがって、磁束固定ループを用いた場合の電流電圧変換係数  $\Xi$  は

$$\Xi = \frac{M_{\text{in}}}{M_{\text{FB}}} R_{\text{FB}} \quad (8.3)$$

で与えられる。出力  $V_{\text{out}}$  は、TESに流れる電流  $I_{\text{TES}}$  として

$$V_{\text{out}} = \Xi I_{\text{TES}} \quad (8.4)$$

と書ける。一方、カロリメータバイアス電流を  $I_{\text{bias}}$ 、シャント抵抗を流れる電流を  $I_s$ 、シャント抵抗を  $R_s$ 、TES の抵抗を  $R_{\text{TES}}$  とすると

$$I_{\text{bias}} = I_{\text{TES}} + I_s, \quad I_s R_s = I_{\text{TES}} R_{\text{TES}} \quad (8.5)$$

より、 $I_{\text{TES}}$  は

$$I_{\text{TES}} = \frac{R_s}{R_{\text{TES}} + R_s} I_{\text{bias}} \quad (8.6)$$

と書けるから、 $V_{\text{out}}$  は

$$V_{\text{out}} = \Xi \frac{R_s}{R_{\text{TES}} + R_s} I_{\text{bias}} \quad (8.7)$$

と表せる。したがって、バイアス電流を流したときに出力があり、バイアス電流と出力の関係が線形であれば素子の導通がある、すなわちメンブレンが破れていないと推察できる。

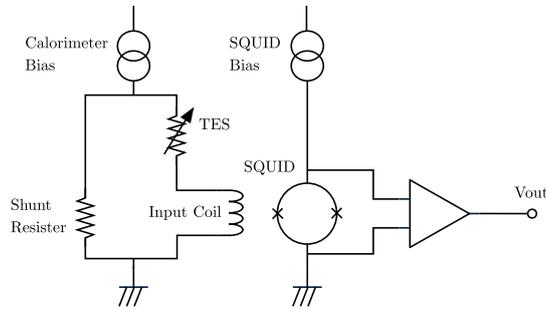


図 8.4 SQUID を用いたカロリメータの読み出し系

### 8.2.3 冷却試験結果と考察

冷凍機に組み込んだのは 10 素子のチップであるが、そのうち 1 素子は冷凍機を冷却する前にショートしている配線があることが判明した。40 K に到達した時点で配線抵抗をチェックしたが、さらに  $V_{\text{out}}$  配線が断線している素子とフィードバック配線が断線していた素子が 1 つずつあった。また、4.5K 到達後 SQUID の動作を確認したが、断線はないもののうまく動作しないものが 1 つあった。よって測定したのは 6 素子である。測定結果を図 8.5 に示す。バイアス電流と出力電圧の関係は線形であり、測定した素子は全て導通があるといえる。したがって一番大きい素子でもメンブレンはやぶれていないか、少なくとも一番最初の素子のメンブレンのようにはやぶれていないと推察される。また、この結果から  $R_{\text{TES}}$  を見積もった。電流電圧変換係数とシャント抵抗は既知で、それぞれ  $\Xi = 8.9 \times 10^3 \Omega$  (これは ISAS-B20 と ISAS-C20 でほとんど変わらない)、 $R_s = 20 \text{ m}\Omega$  を適用した。今回は 4.5K での測定であり、まだ素子の Al は超伝導転移していない。Al 配線は素子のサイズに比べて圧倒的に細く長いので、測定結果はほとんど Al 配線の抵抗だと考えてよい。Al 配線の抵抗率を  $2.7 \mu\Omega \text{ cm}$  とし、チップ上の Al 配線抵抗も見積った結果と、実測抵抗値を表 8.1 にまとめる。両者は比較的良好一致を示しており、理論値との差は配線抵抗のばらつきや、アルミボン

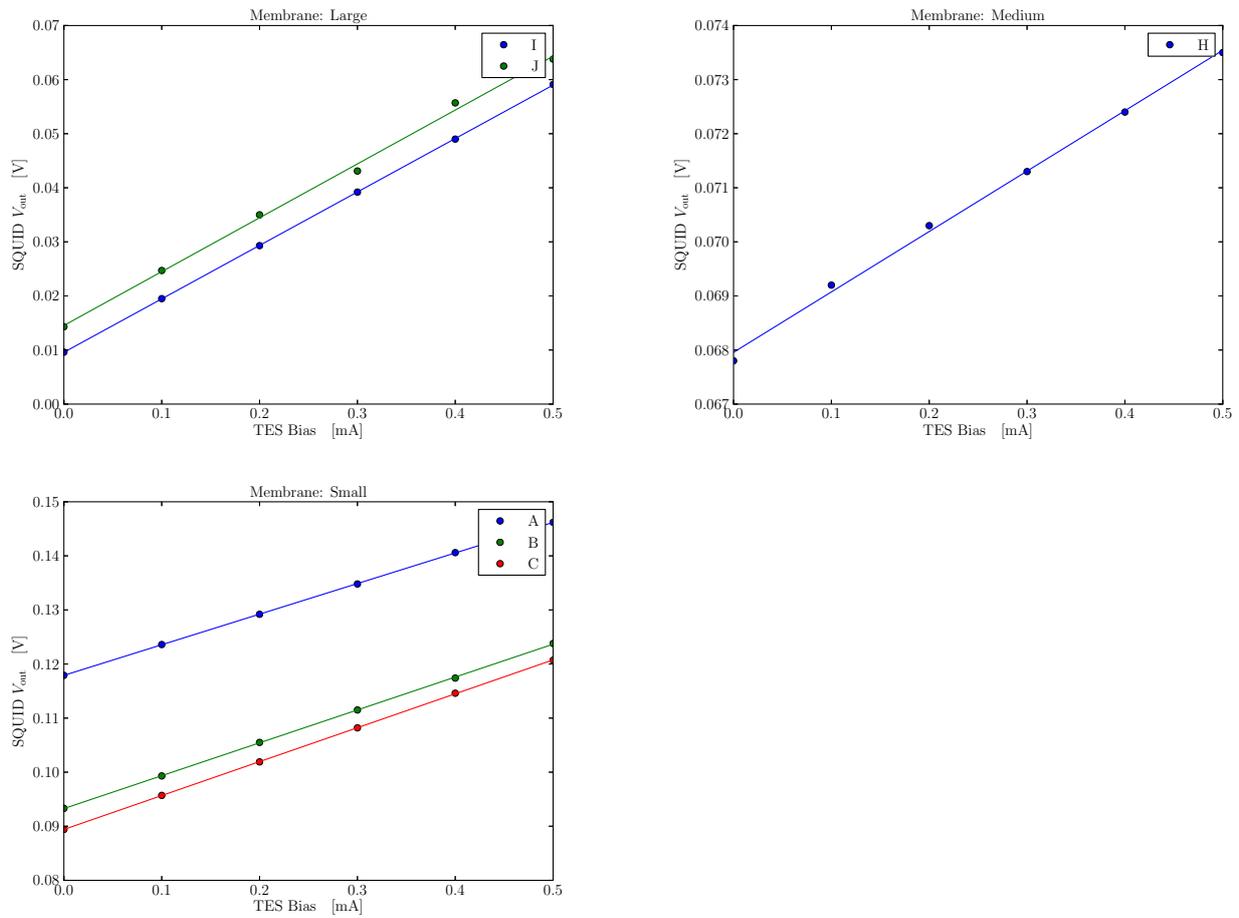


図 8.5 冷却試験結果まとめ: (左上) 400  $\mu\text{m}$  角の吸収体、(右上) 280  $\mu\text{m}$  角の吸収体、(左下) 200  $\mu\text{m}$  角の吸収体

ディングなどの抵抗で説明できる範囲であると考えられる。したがって、測定自体は大きく間違っていないと思われるが、素子 ID: h だけに高い抵抗値を示している。これについてはメンブレンの破れによるものかどうかは定かではない。

この冷却試験の結果をもって、測定可能なマッシュルーム型吸収体素子を、我々のグループで初めて製作に成功したといえる。

表 8.1 素子の抵抗理論値と実測値まとめ

チップ ID	素子 ID	吸収体のサイズ	Al 配線抵抗の理論値 ( $\Omega$ )	実測抵抗値 ( $\Omega$ )
ISAS_318_10J	a	200 $\mu\text{m}$ 角	2.61	3.28
	b	200 $\mu\text{m}$ 角	2.33	3.05
	c	200 $\mu\text{m}$ 角	2.33	2.96
	h	280 $\mu\text{m}$ 角	2.79	15.96
	i	400 $\mu\text{m}$ 角	1.24	1.79
	j	400 $\mu\text{m}$ 角	1.24	1.77

## 第9章

# まとめと今後

本修士論文では、開口率の飛躍的向上を目指し、吸収体支持構造と電析銅を用いたマッシュルーム型吸収体を一から設計、製作した。新たに設計した素子の問題は大きく分けて2つあり、stem パターンが形成できないこと、窒素温度でメンブレンが破れてしまうことであった。stem パターンが形成できない問題については、Au と SiO<sub>2</sub> の密着性が悪いことが原因であるとしてつきとめ、Au の上に Ti を成膜することで密着性の改善をはかった。メンブレンが破れてしまう問題に対しては、銅の面方向の熱収縮による応力が効いていると推定し、吸収体とメンブレンを構造的に切り離すことを検討した。具体的な手法は、吸収体と吸収体支持構造の間の、シード層 Ti をエッチングすることであり、シード層の厚みが 400 nm であれば、Ti をサイドからオーバーエッチングすることができることを示した。ただし、シード層のエッチング具合を制御する方法はまだ確立できていない。Ti のオーバーエッチングは 20 μm であったが、冷却試験をした結果メンブレンは破れておらず、銅の熱収縮がメンブレンが破れてしまう原因であると考えて矛盾しない結果を得た。この結果をもって、マッシュルーム型吸収体の製作に我々のグループでは初めて成功したといえる。Ti エッチングの制御も全くメドが立っていないわけではなく、例えば Ti のエッチングの進行を積極的に止めるような構造を追加するなど、考えられる手法は多くあり、これは今後の課題である。今回製作した素子は、TEM 用スノートにマウントし、冷凍機に組み込んである。今後は X 線照射試験を行ってパルスを取得し、パルスのばらつきやエネルギー分解能が設計通りであるかを確認する。同時に、高い RRR を持つ金を電析するための条件出しを行う予定である。今回の素子で得られた知見をもとに、より最適化された電析金吸収体を設計し、数 eV のエネルギー分解能と高い開口率を誇るマッシュルーム型吸収体素子を開発していきたい。

## 付録 A

# 冷凍機

本修士論文では 3 種類の冷凍機を扱った。各冷凍機の簡潔な説明を行う。

### A.1 液体ヘリウムデュワー

本研究で液体ヘリウム中へ直接試料を挿入し測定を行った際に用いた液体ヘリウムデュワーを図 A.1 に示す。このデュワーは約 1.4m の高さで最大およそ 40ℓ の液体ヘリウムを注入することが出来る。液面の高さは 40ℓ 注入時に

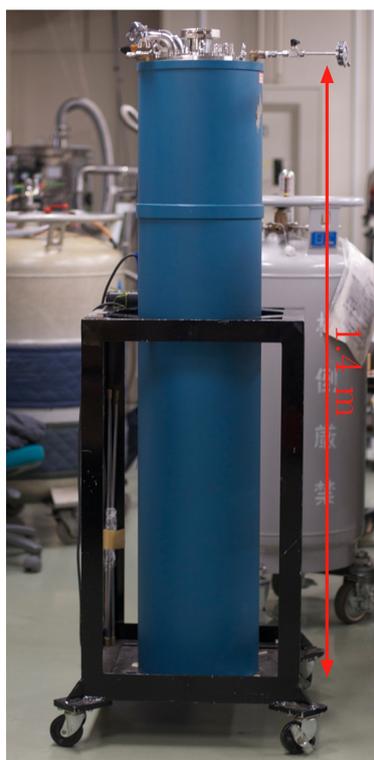


図 A.1 液体ヘリウムデュワー

70 cm 程度で、4 章で紹介した 4K プローブを用いれば液面高さ 10 cm 程度までの間で測定が可能である。デュワーヘプローブを挿入するだけで液体ヘリウム温度での測定が行えるので、測定サイクルは非常に早く、また一測定あたりの液体ヘリウムの消費量も後述の冷凍機と比較して最も少なく、大変経済的な冷凍機である。

## A.2 住友重機械工業株式会社製断熱消磁冷凍機 (SHI-ADR)

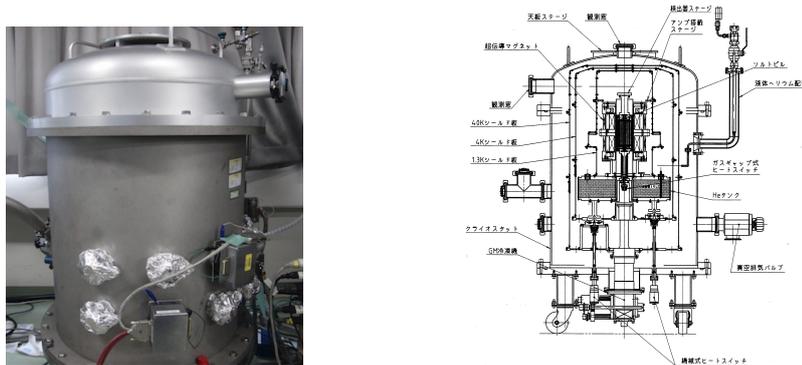


図 A.2 SHI-ADR の外観と設計図

本研究で用いた住友重機械工業株式会社製の断熱消磁冷凍機 (SHI-ADR) は、図 A.2 に示すように付属の Gifford-MacMahon 冷凍機 (GMR) によって約 40 K と約 4 K の熱浴を作り出すことができる。冷凍機外部 (300 K) と 40 K 熱浴の間は断熱真空状態にしてある。また、ヘリウムタンクへの液体ヘリウム注入とその減圧によって約 1.3 K の熱浴を作り出すことができる。ヘリウムタンクには最大 10 l の液体ヘリウムを注入することができる。常磁性体のカプセルがついた極低温ステージは冷凍機の最深部にあり、1.3 K 熱浴とガスギャップ式のヒートスイッチを介して熱接触することで約 1.3 K になる。その後、励磁と断熱消磁によって極低温ステージを 100 mK 以下にする。常磁性体にはクロムカリウムミョウバン (CPA) を用いる。超伝導電磁石は常磁性体のカプセルを囲むように取り付けられており、ここに 8 A の電流を流すことで常磁性体に約 2 T の磁場を作り出す。最低到達温度は約 40 mK である。

この冷凍機は予冷から本冷却まで 1 週間程度かかり、測定までの待機時間が長い。しかし一旦 4 K まで冷却されると、極低温での保持時間が 100 mK で 12 時間程度と非常に長い。また極低温ステージが先に挙げた冷凍機と比べ大変大きいので、8 章 TES をマウントした細長い形状のプローブでも容易にとりつけることが可能である。

## A.3 希釈冷凍機

この冷凍機は、首都大理学部物理学宇宙実験研究室の OXFORD 社製 Kelvinox25 希釈冷凍機である。高さ 124 cm、直径 39.4 cm の円柱形をしており、冷却は液体  $^3\text{He}$  と液体  $^4\text{He}$  との混合希釈によってなされる。最低到達温度は  $\sim 50$  mK であり、液体 He を 50 l 使用することにより約 50 時間連続で循環運転が可能である。IVC の内部は  $\sim 10^{-5}$  Torr まで真空引きされ、素子はこの中に組み込まれる。素子をマウントするホルダは、最低温度となる E/P (Experimental Plate) に台座として渡した真鍮の板にねじ止めされる。E/P の温度揺らぎが素子に直接伝わるのを防ぐため、台座には熱伝導度が銅より悪い真鍮を用いている。M/C (Mixing Chamber) と 1K pot、E/P には  $\text{RuO}_2$

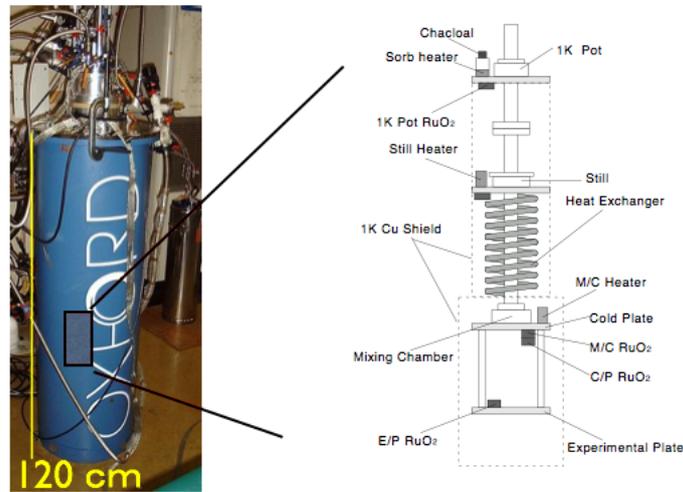


図 A.3 首都大の希釈冷凍機

温度計が取り付けられており、Picowatto 社の AVS47/TS-530 を用いて E/P の温度を制御することができる。温度制御は M/C のヒーターに流す電流を制御することで行っており、 $\sim 0.1$  mK の精度を得ることができる。

## 参考文献

- [1] H Akamatsu, Y Abe, K Ishikawa, Y Ishisaki, Y Ezoe, T Ohashi, Y Takei, N Y Yamasaki, K Mitsuda, and R Maeda. Impedance measurement and excess-noise behavior of a Ti/Au bilayer TES calorimeter. In *THE THIRTEENTH INTERNATIONAL WORKSHOP ON LOW TEMPERATURE DETECTORS-LTD13. AIP Conference Proceedings*, pages 195–198. Department of Physics, Tokyo Metropolitan University, 1-1 Minami-Osawa, Hachioji, Tokyo 192-0397, Japan, 2009.
- [2] S. R. Bandler, R. P. Brekosky, a. D. Brown, J. a. Chervenak, E. Figueroa-Feliciano, F. M. Finkbeiner, N. Iyomoto, R. L. Kelley, C. a. Kilbourne, F. S. Porter, J. Sadleir, and S. J. Smith. Performance of TES X-ray Microcalorimeters with a Novel Absorber Design. *Journal of Low Temperature Physics*, 151(1-2):400–405, January 2008.
- [3] Joel N Bregman. The Search for the Missing Baryons at Low Redshift. *Annual Review of Astronomy & Astrophysics*, 45(1):221–259, 2007.
- [4] Renyue Cen and Jeremiah P Ostriker. Where Are the Baryons? *The Astrophysical Journal*, 514(1):1–6, 1999.
- [5] Renyue Cen and Jeremiah P Ostriker. Where Are the Baryons? II. Feedback Effects. *The Astrophysical Journal*, 650(2):560–572, 2006.
- [6] M. E. Eckart, J. S. Adams, C. N. Bailey, S. R. Bandler, S. E. Busch, J. a. Chervenak, F. M. Finkbeiner, R. L. Kelley, C. a. Kilbourne, F. S. Porter, J.-P. Porst, J. E. Sadleir, and S. J. Smith. Kilopixel X-ray Microcalorimeter Arrays for Astrophysics: Device Performance and Uniformity. *Journal of Low Temperature Physics*, 167(5-6):732–740, January 2012.
- [7] T Hara, K Tanaka, K Maehata, K Mitsuda, N Y Yamasaki, M Ohsaki, K Watanabe, X Yu, T Ito, and Y Yamanaka. Microcalorimeter-type energy dispersive X-ray spectrometer for a transmission electron microscope. *Journal of Electron Microscopy*, 59(1):17–26, 2010.
- [8] K D Irwin and G C Hilton. Transition-Edge Sensors. 152:63–152, 2005.
- [9] Kent D Irwin. *Phonon-mediated particle detection using superconducting tungsten transition-edge sensors*. PhD thesis, Stanford University, 1995.
- [10] John C Mather. Bolometer noise: nonequilibrium theory. *Applied Optics*, 21(6):1125–1129, 1982.
- [11] R Mewe, E H B M Gronenschild, and G H J van den Oord. Calculated X-radiation from optically thin plasmas. V. *Astronomy and Astrophysics Supplement Series (ISSN 0365-0138)*, 62:197–254, 1985.
- [12] S H Moseley, J C Mather, and D McCammon. Thermal detectors as x-ray spectrometers. *Journal of*

- Applied Physics*, 56(5):1257–1262, 1984.
- [13] T Ohashi, M Ishida, S Sasaki, Y Ishisaki, K Mitsuda, N Y Yamasaki, R Fujimoto, Y Takei, Y Tawara, A Furuzawa, Y Suto, Y Yoshikawa, H Kawayara, N Kawai, T G Tsuru, K Matsushita, and T Kitayama. DIOS: the diffuse intergalactic oxygen surveyor. *Space Telescopes and Instrumentation II: Ultraviolet to Gamma Ray*. Edited by Turner, 6266:12, 2006.
- [14] S Oishi, Y Ishisaki, Y Ezoe, Y Abe, Y Enokijima, R Hosoya, T Ohashi, K Mitsuda, T Morooka, and K Tanaka. Development of Superconducting Multilayer Wiring for Large Arrays of TES X-Ray Microcalorimeters. *Journal of Low Temperature Physics*, 2012.
- [15] Sakai. K. X線マイクロカロリメータ大規模アレイ実現に向けた SQUID および信号処理系の開発. PhD thesis, University of Tokyo., 2012.
- [16] Justin R. Serrano, Qinqin Xu, and David G. Cahill. Stress-induced wrinkling of sputtered SiO<sub>2</sub> films on polymethylmethacrylate. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 24(2):324, 2006.
- [17] K Yoshida. ビスマス吸収体を用いた TES 型 X 線マイクロカロリメータの製作と性能評価. PhD thesis, University of Tokyo, 2005.
- [18] Kohji Yoshikawa, Klaus Dolag, Yasushi Suto, Shin Sasaki, Noriko Y Yamasaki, Takaya Ohashi, Kazuhisa Mitsuda, Yuzuru Tawara, Ryuichi Fujimoto, Tae Furusho, Akihiro Furuzawa, Manabu Ishida, Yoshitaka Ishisaki, and Yoh Takei. Locating the Warm–Hot Intergalactic Medium in the Simulated Local Universe. *Publications of the Astronomical Society of Japan*, 56:939–957, 2004.
- [19] Tomotaka Yoshino. 超伝導遷移端型 X 線マイクロカロリメータの熱数学モデルの構築と設計の最適化. Master’s thesis, University of Tokyo, 2005.
- [20] Hiroshi Yoshitake. TES 型 X 線マイクロカロリメータのアレイ化と分光性能向上に関する研究. Master’s thesis, University of Tokyo, 2009.
- [21] RC Zeller and RO Pohl. Thermal Conductivity and Specific Heat of Non Crystalline Solid. *Physical Review B*, 1971.



## 謝辞

これを書いているのは2月、修士論文の発表も終わり一段落した頃ですが、本研究に費やした2年間は、多くの方々のご指導とご協力があった初めて成り立つものであったと今改めて実感しています。拙い文章ではありますが、感謝の気持ちを述べさせていただきます。

指導教官である満田和久先生は、本研究全般において常に的確なアドバイスと、実験結果の解釈の仕方や研究の進め方を示してくださいました。山崎典子先生は、質問に何うといつも丁寧に対応していただき、解決しなければならない問題や論点を明確にしてくださいました。竹井洋さんは実験についての鋭い指摘はもちろん、正直言って愚痴に近い内容の話をしてもしも親身に聞いてくださいました。

素子製作は、フォトプレジジョン株式会社の石井隆弘さん、志摩秀紀さん、豊和産業株式会社の末永敦士さんのご協力がなければできませんでした。私が半導体プロセスについてまだほとんど知らないときから最後の素子製作まで何度も議論していただき、製作の条件出しにも多くの時間を費やしていただきました。また、貴社の優れたリソグラフィ技術は私が素子製作をする上での目標となっています。この2年間、大変多くのことを学ばせていただきました。

製作で行き詰まったとき、宇宙研の三田信さんはよく相談に応じてくださいました。半導体プロセスの奥深さも同時に教えていただき、数時間に及ぶ議論にも快く応じてくださいました。最初に私に素子製作を教えてくださったのは、首都大学を卒業された大石詩穂子さんです。時には遅い時間まで丁寧に指導していただき、大変参考になる詳しく記された製作ノートを残してくださいました。

研究室のメンバーである、関谷典央さん、酒井和広さん、山本亮さん、菊地貴大さん、卒業生の三石郁之さん、吉武宏さんは、研究生活をユーモアたっぷりのとても楽しいものへと変えてくださいました。満田研究室秘書の横山章子さんは常に斜め上に行くセンスの持ち主で、すばらしい業務連絡をくださいました。おいしい紅茶もありがとうございます。この研究室で研究することができて本当に幸せです。満田・山崎研は素晴らしい研究室です。

ご指導、ご協力頂いた皆様、本当にありがとうございます。そしてこれからもよろしくお願い致します。最後に、これまで好きなように研究分野に進ませてくれた両親に感謝し、皆様への心からの感謝の気持ちを込めて、この文を終わりにします。