

粉末X線回折法による化学分析

名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター

井田 隆

3. 粉末X線回折装置

3.7 シリコン・ストリップ検出器

X線回折を含む放射線計測の広い分野で、半導体検出器の利用は、標準的なことになりつつある。特にブラッグ・ブレンターノ型の光学系に基づく粉末X線回折測定ではシリコン (Si) ストリップ検出器の利用が効果的である。

Si ストリップ検出器は、幅 50~70 μm 、長さ 10~20 mm の細長い Si フォトダイオードをストライプ状に配列させた構造を持つ。[Fig. 3.7.1](#) に検出素子構成の模式図を示す。N型半導体領域にプラス、P型半導体領域にマイナスの電圧（逆バイアス）をかけることにより、キャリア（荷電担体）の枯渇した空乏層が形成され、ここにX線が照射した場合に発生する電子・空孔の移動により生じる光電流をパルス信号として検出する。

空乏層中に発生したキャリアは[Fig. 3.7.1](#)中に赤線で描かれているように移動して、原則的には、すべていずれかの電極で捕捉される。 Al 電極やP+ストリップには有限の幅があり全体として縞（ストライプ）状の構造を持つが、その見た目とは異なり、素子全体がストリップの「間隔」と等しい幅を持った短冊状の検出ストリップにより隙間なく埋めつくされているものとみなして良い。

個々のストリップ素子のそれぞれに集積化された増幅回路（アンプリファイア amplifier）、波形整形回路（シェイパー shaper）、ディスクリミネータ、計数回路が接続され、ストリップ素子のそれぞれが、「受光スリットとシンチレーション検出器を組み合わせた検出システム」と同等の機能を持つ。シンチレーション検出器と比較して信号伝送経路を短くできるので、システムとしての応答性は向上し、数え落としの影響も軽減されることが期待できる。ただし、前節に記したように計数システムの数え落とし特性はバイアス電圧、ディスクリミネータあるいはPHAの設定によって変化するので、定量的な回折強度評価が必要であれば、本来なら検出システムの数え落とし特性の評価実験が必要になるはずである。

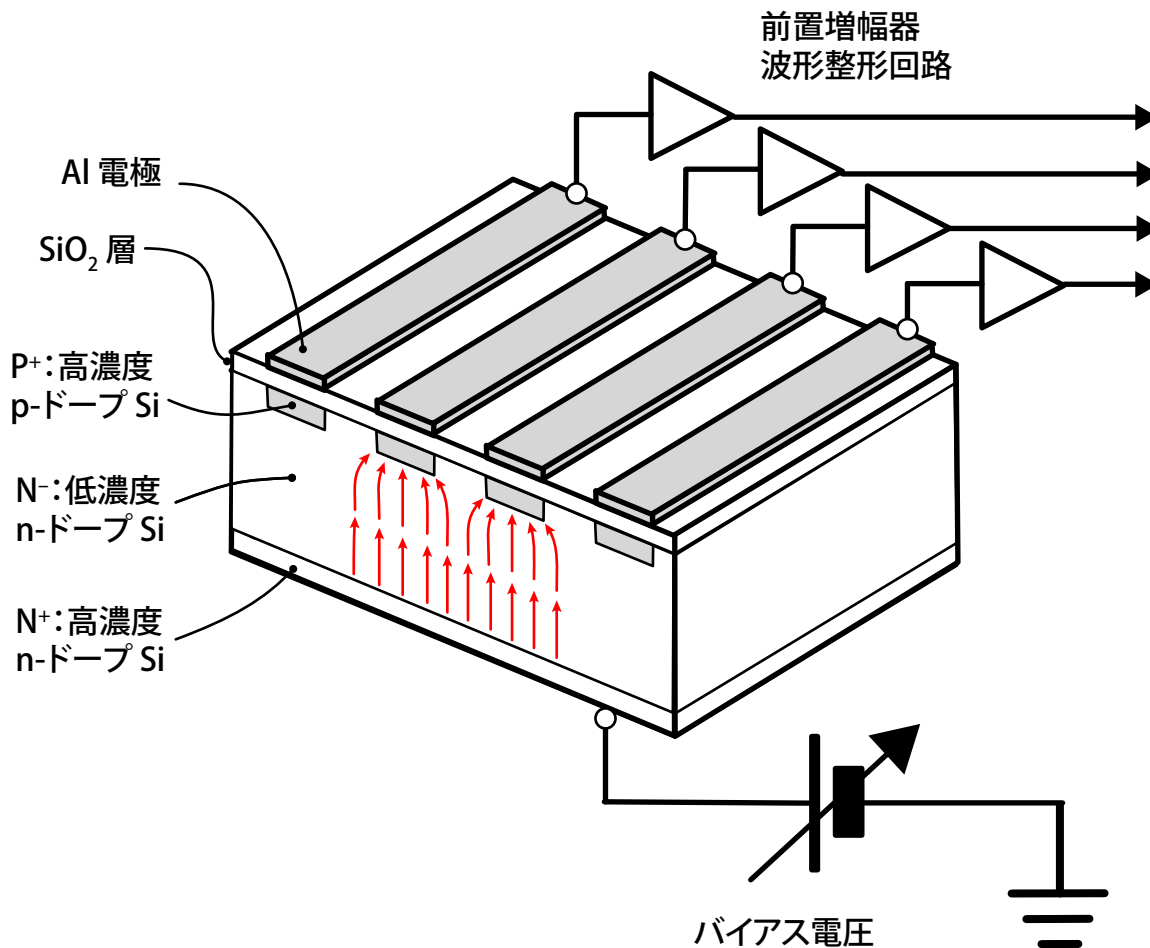


Fig. 3.7.1 シリコンストリップ検出器の構造

Si ストリップ検出器をブラッグ・ブレンターノ型粉末回折測定に用いる場合、中心のストリップが集光条件を満たすように配置される。このとき、中心から外れたストリップは集光条件を満たさないように思われるかもしれないが、検出器受光面のサイズが 10 mm 程度以内であれば、実際には集光条件からのずれの影響は小さい。

中心の検出ストリップが回折角 $2\Theta_0$ の角度にある場合に、 $-n, \dots, n$ 番目の位置にある検出ストリップの回折角 $2\Theta_j$ は、素子間隔 ΔS とゴニオメーター半径（ゴニオメーター軸と検出器までの距離） R との間に

$$R \tan 2\Theta_j = 2\Theta_0 + j\Delta S \quad (3.7.1)$$

の関係を持つ。ゴニオメーター半径が 240 mm、ストリップ間隔が 0.075 mm、ストリップ数が 127 本とすれば、検出器の有効サイズは 9.5 mm であり、中心の回折角から $\pm 1.13^\circ$ の範囲の回折角に相当するデータを同時に捕捉する。計算上は検出器の中心付近での回折角間隔が 0.017905° に対して両末端での回折角間隔は 0.017898° である。したがって、事実上 0.0179° 間隔の回折角に関する強度データを、同時に 127 組取得できると考えて良い。また、かりにゴニオメーターを 0.0179° 間隔でステップ駆動して、逐一強度データを記録する

ことにすれば、同じ回折角に相当する強度データを 127 重に取得できることになる。このことが、「シンチレーション検出器システムから Si ストリップ検出器システムに変更すれば感度が 100 倍以上になる」と言われることの合理的な根拠となる。

連続的に検出器角度を変化させながら、各ストリップが所定の回折角を横切る時に観測された強度を積算すれば、同じ回折角のデータをストリップの本数分繰り返し測定するのと同じことになる。このような走査方法が TDI (time delay integration ; 時間遅延積算) と称される場合がある。

また、粉末 X 線回折測定における Si ストリップ検出器利用には、単純に感度が 100 倍以上になるだけでなく、さらに好ましい効果がある。それは、回折に寄与する結晶粒の数をやはり 100 倍程度以上に増やせるとみなせることである。擬似 Bragg-Brentano 配置では、Si ストリップ検出器をストリップ間隔に相当する角度ステップで動かすのと同時に試料をその半分の角度ステップで動かすので、同じ回折角に相当する強度データのそれぞれは、試料の角度を少しずつ変えて測定したのと同じ意味を持つ。個々の結晶粒にとっては、回折強度に寄与できる確率が 100 倍以上に増えることとほぼ同等の効果がある。

従来の粉末 X 線回折測定で再現性の高い実験データを得るためには、回折条件を満たす十分な数の結晶粒を確保するために、試料を丁寧に細かく粉砕することが必要とされていた。Si ストリップ検出器を利用することにすれば、その試料調製に関わる労力と時間のコストのかなりの部分も節約できる。

Si ストリップ検出器の弱点の一つは、高エネルギー・短波長の X 線に対しては検出効率が極端に低下することである。例えば 0.32 mm 厚さの Si 素子の場合、Cu $K\alpha_1$ (K-L₃) 放射 (8.05 keV, 0.154 nm) の透過率は 1 % 程度であり、99% 程度の捕捉効率が期待できるが、Ag $K\alpha$ 放射 (22.16 keV, 0.056 nm) の透過率は 80 % に達し、最高でも 20 % 程度の捕捉率しか期待できない。高エネルギー (短波長) X 線源を利用する場合、感光層として X 線透過率の低いテルル化カドミウム CdTe (カドテレ) を用いるタイプの X 線検出器も市販されるようになっているので、場合によっては利用を検討すると良いであろう。