

シームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-400 ER



1. はじめに

シームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-400 ER* (XSPA: X-ray Seamless Pixel Array, ER: Energy Resolution) は、従来よりもエネルギー分解能を高めた次世代の2次元半導体検出器です。その高いエネルギー分解能によって試料由来の蛍光X線の影響を低減し、低バックグラウンド(BG)の回折パターンを取得することが可能となります。また検出面全体に65,536個のピクセルが配列されており、0次元・1次元パターン測定に加えて、2次元パターン測定を用いることでデバイ-シェラー環を観測することができ、試料の配向状態や粗大粒子の影響を確認することができます。更にピクセルサイズは75 μm \times 75 μm のため、高い空間分解能を実現しています。これらの特長を活かすことにより、鉄鋼材料や電池材料のような遷移金属元素を有するBGが高い試料に対して、微量結晶相の定量分析・格子定数の精密解析・2次元応力解析等の分析精度向上に貢献できます。

*シームレスピクセル検出器：一般的なハイブリッドピクセル検出器は、読出しASIC (Application Specific Integrated Circuit) をタイル状に並べていることから、IC境界のピクセル形状が周囲と異なりIC境界の補正が必要となりますが、測定条件によっては補正しきれず周囲と異なる強度を示すことがあります。一方、本シームレスピクセル検出器は、すべてのピクセル形状が同一であるため、IC境界の補正が不要となり、一様な画像を取得することができます。

2. 同一検出器での多次元測定

XSPA-400 ERは、2次元検出器としての機能だけではなく0次元・1次元検出器としても利用することが可能です。0次元測定を利用した光学系調整から1次元パターン測定・2次元パターン測定を1台の検出器で実現します。

3. 低バックグラウンド測定

XSPA-400 ERは、非常に高いエネルギー分解能を実現しているため、X線源によって励起された試料からの蛍光X線の影響を受けづらく、パターン中のBGの上昇を抑えることができます。CuK α に対する各検出器のエネルギー分解能としてのエネルギー分布(正規分布として計算)を図1に示しました。従来の検出器と比較してXSPA-400 ERのエネルギー分布の幅は非常に狭くCu-K α エネルギーとMn, Fe, Co, Ni等の遷移金属元素から発生する蛍光X線のエネルギーを弁別することが可能です。それにより、蛍光X線によるBG上昇を抑えることができ、低BGのX線回折パターンを取得することができます。

実際にXSPA-400 ERを用いてクロムモリブデン鋼試料の測定を行った結果を図2に示します。従来型検出器よりもBGを抑えることが出来ているためP/B比とS/N比が向上し、微小なピークが見易くなっていることが分かります。

さらに、図3に示す通り、2次元検出器モードでも低いBGで測定可能なためデバイ-シェラー環も明瞭に観測可能です。高速in-situ測定や2次元情報を用いた応力・極点測定への貢献が期待されます。

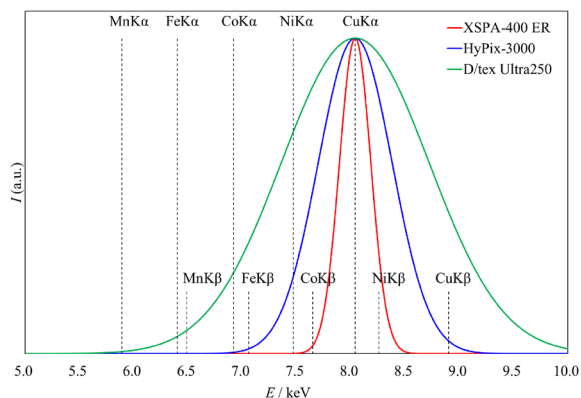


図1. 各検出器のCuKαに対するエネルギー分布と遷移金属元素由来の蛍光X線のエネルギー。

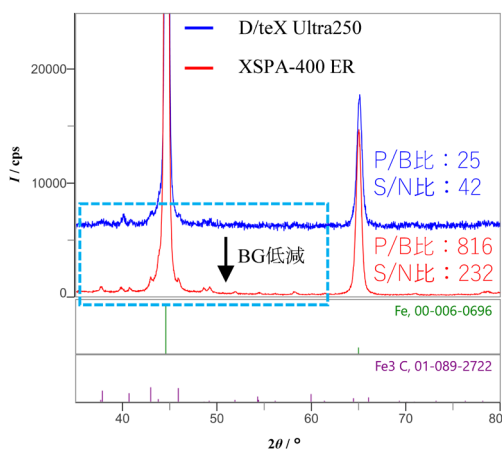


図2. 従来型検出器とXSPA-400 ERによるクロムモリブデン銅試料の測定結果。

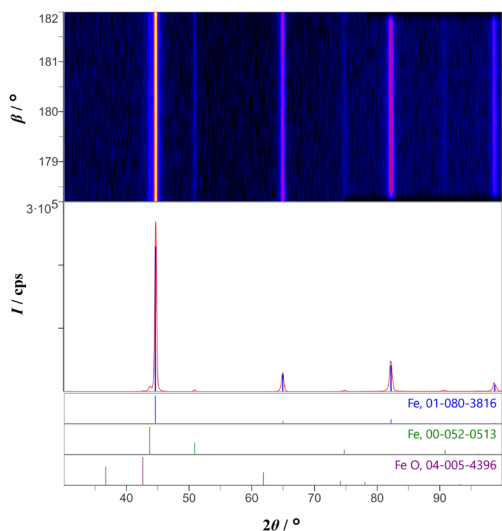


図3. XSPA-400 ERの2次元測定を使用した鉄鋼試料の測定結果。

4. 平面多層膜ミラー CBO-αとの組み合わせ

XSPA-400 ER単体の機能だけでも十分にBGを抑えることができますが、図1のCuKα分布を見ると、XSPA-400ERのCu-Kαのエネルギー分布に、CoKβ線とNiKβ線が重なっていることがわかります。これらのKβ成分の観測される強度はKα成分に対して約2割

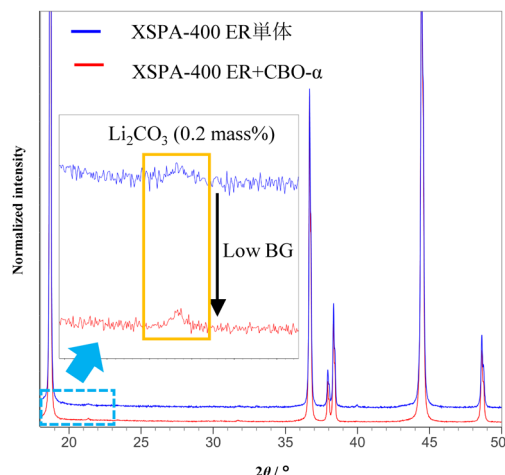


図4. XSPA-400 ERとCBO-αを併用したLi(Ni,Co,Mn)O₂試料の測定結果。

と低いですが、高いエネルギー分解能によって分離したとしても、僅かなエネルギーの重なりがあるためBG上昇に寄与し、例えばリチウムイオン電池の正極材料として有名なLi(Ni,Co,Mn)O₂等の測定の際に顕著に、その影響が現れます。その場合には、平面多層膜ミラーCBO-α⁽¹⁾と併用することで、更なるBG低減が可能となります。CBO-αは入射X線側に配置され、X線管球から放射される連続X線、特性X線の中からKα線成分にほぼ単色化出来る光学素子であり、集中法光学系での測定に利用できます。そのため、主な蛍光X線の励起源である連続X線が試料に照射されず、試料からの蛍光X線の発生を抑えることが出来ます。

リチウムイオン電池の正極材Li(Ni,Co,Mn)O₂に対してCBO-α有無で測定した結果を図4に示します。CBO-αをXSPA-400 ERと併用することで更なるBG低減を実現しており、0.2 mass%含まれるLi₂CO₃の回折ピークがより明瞭に観測できていることから、微量成分の検出やその定量精度の向上に貢献可能です。

5. 優れたKβ/Kα比

X線管球から放射される特性X線成分には、Kα線やKβ線等が存在しています。一般的にX線回折測定では、試料より回折されるKα線のみを解析に用いるため、Kβ線成分を除去しKα線に単色化する必要があります。例えば集中法光学系においては、金属フィルターや結晶モノクロメーターを使用する単色化法が一般的に用いられています。これらの方法は従来から適用されてきた方法ですが、Kβ線成分を除去する代わりにKα線成分の強度低下を避けることができません。XSPA-400 ERが有する高エネルギー分解能性能は、それ自身の性能で回折したKβ線の影響を低減することができます。それにより、従来の単色化法を用いることなく、目的に応じてフィルター・モノクロメーターレス測定を選択することができます。それにより、

K α 線による回折強度を余分に減衰することなく、高強度での測定を可能とします。

6. 高い計数率

一般的に検出器の原理上、エネルギー分解能を優先すると計数率が低くなりますが、ストリップ検出器より検出素子数が多いピクセル検出器を用いることで、高い計数率で測定可能になります。そのためピクセル検出器のXSPA-400 ERでは、高出力線源を用いた高強度測定やエピタキシャル薄膜など高強度検出が必要な試料の測定も実施可能です。図5に管電流を変えな

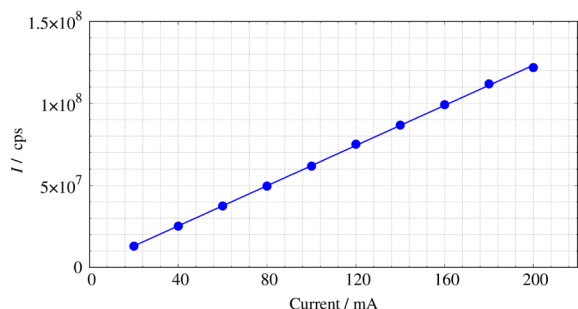


図5. Si基板の004回折ピークを用いたXSPA-400 ERの直線計数性。

がらSi基板の004回折ピーク強度を測定した結果を示します。高い計数率のため、回折強度は飽和することなく、良好な直線計数性を示していることが分かります。そのため、XSPA-400 ERは粉末試料から薄膜試料まで、幅広い試料に対応することが可能です。

7. 検出器の縦横配置の切り替え

XSPA-400 ERの検出面は、縦9.6 mm×横38.4 mmと長方形であり、目的に応じて縦配置・横配置の状態を切り替えることが出来ます。例えば図6に示した通り、2次元露光測定において2 θ 方向の範囲を広く測定したい場合は縦配置、 β 方向の範囲を広く測定したい場合は横配置にすることで実現可能です。1次元測定においては、縦配置にすることで広検出面積となり、高強度測定を行うことができます。反対に横配置にすると、縦配置と比べて検出面積が狭くなるものの、光学系の収差の影響(検出面が平坦な場合、X線の集光点は検出面の中心と一致しますが、検出面の端(2 θ 方向)に向かうに従って集光点と一致しなくなります。この現象はデフォーカスと呼ばれ、回折ピーク幅が広がります)を軽減させた回折ピーク幅の高分解能測定の実施が可能となります。

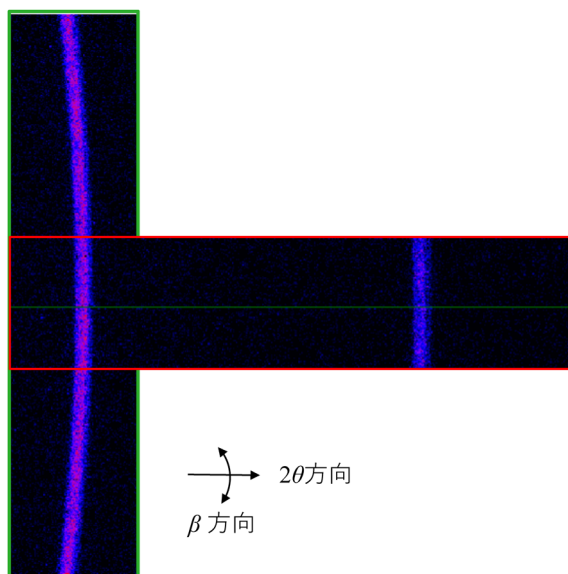


図6. 2次元露光測定における縦配置(赤枠)・横配置(緑枠)の比較。

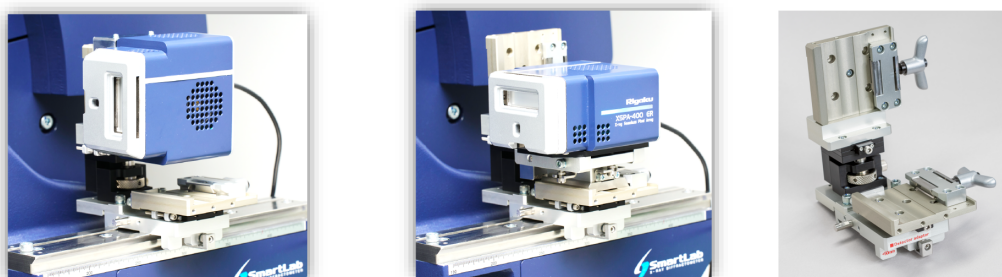


図7. 検出器縦横配置(左:縦配置, 中央:横配置)とその台座(右)。

また、新開発の検出器台座(図7)により、誰でも簡単に再現良く縦・横配置の切り替えを行うことができます。

参考文献

(1) 刑部剛：リガクジャーナル，47(2016)，No. 2，7-11.

8. 主な仕様

主な技術仕様	
検出方式	直接検出型フォトンカウンティング
検出素子	シリコン
ピクセルサイズ	75 μm \times 75 μm
ピクセル数	65,536 個
検出面積	9.6 mm \times 38.4 mm = 368.64 mm ²
計数率	$> 1 \times 10^5$ cps/pixel
対応波長	Cr, Co, Cu, Mo, Ag
検出効率 (CuK α)	99%
エネルギー 分解能 (CuK α)	340 eV (蛍光 X 線低減モード使用時)