

X線

1 はじめに

X線は1895年末にレントゲンによって発見されたが、その透過力の高さから、医療や非破壊分析に、また波長が原子の大きさに近く電子との相互作用が強いことから、物質の構造解析に広く利用されている。X線の波長の定義は幅広く、一部 γ 線と重なる領域もあるが、本稿では主に物質の構造解析に使用される0.3~3 nm (エネルギー範囲：4~40 keV)の領域のX線検出技術について述べる。

X線検出器は、X線を直接電気信号として検出するか、蛍光体等を利用していったん光に変換してから検出を行うかで、直接型・間接型に、また、信号を蓄積した後で読み出しを行うか、一つ一つのX線を光子として計数するかで、蓄積型・光子検出型に分類される。これらの基準以外にも幾つかの категорияが存在するが、ここでは位置分解能を基準として、ポイント型、1次元、2次元検出器(画像検出)の三つに分けて論じる。

2 ポイント型検出器

プロポーショナル検出器やシンチレーション検出器等の位置分解能をもたない検出器を0次元検出器と呼んでいるケースも見かけるが、英語ではpoint detectorであるので、ここではポイント型検出器と呼ぶ。電離箱(ionization chamber, IC)と比例計数管(proportional counter, PC)は、ガスの電離作用を利用する検出器で、歴史的にも古く原理が簡単で制作が容易なことから、現在でも広い分野で使用されている。X線がガス中を通過すると、X線はガス分子に吸収されイオン対を生成する。ガス中に電界を印加すると電流が流れ、この電流値を計測することで、照射されたX線の強度がわかる。これが電離箱の原理である。電離箱は、非常に強度の強いX線も数え落とすことなく計数できるので、放射光施設などの大強度X線を利用する施設で広く使われている。ガス中に作られたイオン対の電荷を増幅して、パルスとして取り出し計数するのが比例計数管である。比例計数管は、ガス増幅によって出力パルスを大きくしているので、電離箱では計測の難しい弱いX線の計測に優れている。これらガス検出器は、計測するX線のエネルギーによって計数効率が大きく変わってくるので、使用するガスの種類やセルの長さ、圧力に注意する必要がある。

X線によって引き起こされる物質の閃光(scintilla-

tion)を利用して、X線を検出するのがシンチレーション検出器である。閃光を発する物質は、気体、液体、固体を問わず数多く存在するが、微量のヨウ化タリウムを添加したヨウ化ナトリウム{NaI(Tl)}結晶は、最も広く使われているシンチレーターの一つである。閃光は、非常に微弱な光であるので、光電子増倍管(photomultiplier)と組み合わせて電子増幅し、得られる電気パルスの波高を分析してエネルギー弁別を行いX線を計数する。

半導体ダイオード検出器、あるいは単に固体検出器(solid state detector, SSD)は、固体中の電離作用を利用したX線検出器である。固体の密度は、ガスの密度と比べて約1000倍と大きいので、ガス検出器よりも小さな容積で同等の検出効率を得ることが可能である。固体検出器の検出原理は、ガス検出器のそれに似ているが、X線がガスを電離するのに必要なエネルギーが~30 eVであるのに対し、固体中で電子正孔対を作るのに必要なエネルギーは、シリコンあるいはゲルマニウムで約3 eV程度と一桁小さい。このため、同じエネルギーのX線に対し、ガス検出器と比べて10倍の電荷キャリアを得ることができる。これにより、出力パルスの統計揺らぎが小さくなり、高いエネルギー分解能が得られるので、X線のスペクトル分析に広く使われている。構造として一般には、高純度のシリコンやゲルマニウム半導体をp型あるいはn型に加工して使用する。ゲルマニウムは、漏れ電流が大きいので、液体窒素等で冷却して使用するが、シリコンは、室温での動作が可能である。蛍光X線分析では、シリコンにリチウムをドーピングして、液体窒素で冷却をするタイプのもので広く使われているが、近年、電子冷却で高いエネルギー分解能を得ることができるシリコンドリフト検出器(silicon drift detector, SDD)も普及してきている。

3 1次元検出器

X線回折、特に粉末X線回折においては、一次元の回折強度を精度良く計測することが肝要である。通常は、ポイント型の検出器を回折面に沿って走査することで測定を行うが、試料の相変化等の動的研究を行う場合、位置敏感型検出器(position sensitive detector, PSD)を用いて、ある範囲の回折強度を同時に測定することができる。PSDとしては、位置敏感型比例計数管(position sensitive proportional counter, 以下PSPC)が広く用いられている。PSPCは、プロポーショナル検出器の陽極線の両端に増幅器を設け、入射したX線が

作る電荷を分割増幅することで、陽極線のどこに電荷が入射したかという位置情報が分かるようにしたものである。一般的に、陽極線の長さは100~200 mmで、位置分解能は0.1~0.2 mm程度である。金属箔を陽極線の代わりに配し湾曲させることで、 2θ で120°の範囲を一度に測定できるようにした製品も市販されている。

近年、イオン注入法または光リソグラフィーにより、狭い間隔でストリップ電極をシリコンセンサー上に形成し、位置敏感型の検出器としたシリコンマイクロストリップ検出器 (silicon micro-strip detector, 以下 SSD) が粉末 X 線回折に用いられるようになった。SSD を利用することで、従来のポイント型検出器の走査と比べて、約 100 倍のスピードでデータ収集を行うことが可能となる。

4 2次元検出器

X 線の記録に写真フィルムを用いることは、レントゲンによる X 線の発見当時から行われていたが、現在でも重要な技術として残っている。ただ、写真フィルムによる X 線像の記録には、暗室での現像、定着作業が不可欠であるため、近年利用が減ってきている。更に、写真フィルムの X 線感度は直線的でなく、またフィルムに記録された像をコンピュータで解析するには、スキャナ等を使ってデジタルデータ化しなければならないため、後述するデジタル記録型の検出器への移行が進んでいる。

ある種の物質は、X 線を吸収してそのエネルギー準位を準安定的なレベルに引き上げ、熱や光等の外部刺激を受けることで、元のエネルギー準位に戻り、その際、発光することが知られている。外部刺激が熱の場合は熱ルミネセンス物質、光の場合には輝尽性発光体と呼ばれる。輝尽性発光体をフィルム状に整形し、X 線画像の記録に利用したものがイメージングプレート (IP) である。イメージングプレートは、レーザー光により X 線画像を読み出した後、強い蛍光灯に当てることで再利用が可能で、大面積の物を容易に作成することができるので、X 線による単結晶構造解析装置等で広く使われている。市販されているイメージングプレートを利用した 2 次元検出器の空間分解能は 50~200 μm 、ダイナミックレンジは 6 桁以上ある。

CCD (charge coupled device) は、可視光の 2 次元検出器として広く利用されているが、フィルターや保護膜を取り除いた裸の CCD は X 線にも感度がある。ただ、X 線を直接 CCD に照射すると、CCD 素子が放射線ダ

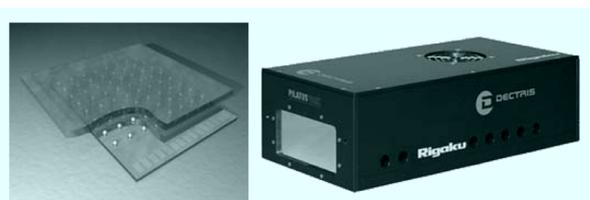


図1 Hybrid 検出器の検出部の構造 (左) と製品 (右)

メージを受けて壊れてしまうため、蛍光体を前面に置き、レンズあるいは光ファイバーで CCD 上に像を導くという手法がとられている。レンズ・カップリング型と比較して、ファイバー・カップリング型のほうが効率が良いため、市販の X 線検出用 CCD は、ほとんどがファイバー・カップリング型である。CCD は熱雑音を少なくするため、ペルチェ素子等で -50°C 以下に冷却される。CCD は、ダイナミックレンジが小さいという欠点があるが、データの読み出しにかかる時間が短いため、放射光施設等の非常に強力な X 線を利用する施設で広く利用されている。また、PSPC を 2 次元に拡張したガス検出器 (multi-wire proportional counter, MWPC) も、制作が容易であるため広く利用されている。

最近、最新の集積回路制作技術を利用して作られた hybrid 型ピクセル検出器の市販が開始された。hybrid 型ピクセル検出器は、基盤の目状に配列されたセンサーと最新の CMOS (complementary metal oxide semiconductor) 技術を使って設計された信号読みだし ASIC (application specific integrated circuit) が、直径十数 μm の金属球でつながれている構造を持っている (図 1)。個々の素子が、それぞれ単独のポイント型検出器として動作し、高い位置分解能と高計数、高ダイナミックレンジを実現している。図に示した検出器は、200 μm 以下の高い位置分解能と 200 万 cps 以上という高計数率を同時に達成している。hybrid 型ピクセル検出器は、次世代の X 線検出器として、様々な研究分野で、従来の検出器ではなし得なかった新しい成果を上げることが期待されている。

5 まとめ

ここまで述べてきたように、X 線検出器には様々な種類があり、それぞれに特徴があるので、測定の目的に応じて、最適な検出器を選択することが、良い研究成果を得るために重要である。

[株式会社 X 線研究所 田口武慶]