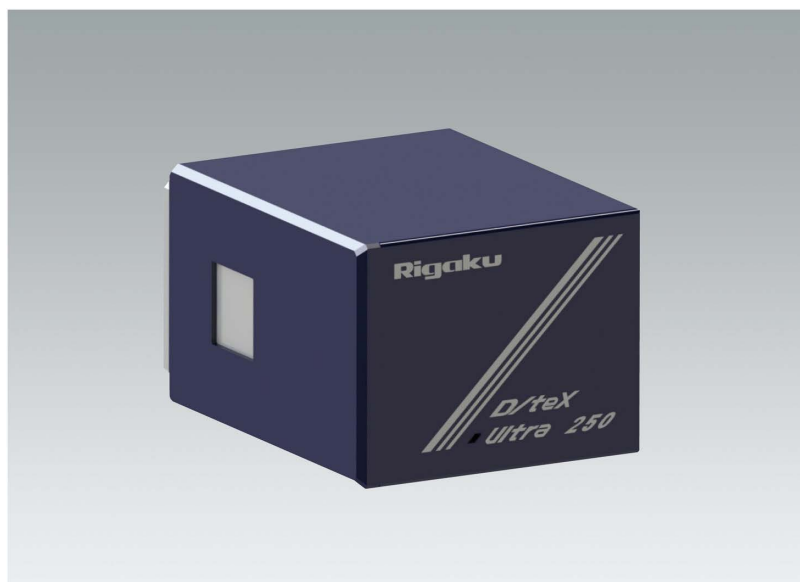


高速1次元検出器 D/teX Ultra 250



1. はじめに

X線回折法では、測定目的に合わせて様々な検出器が用いられています。近年では、従来から用いられている0次元検出器（シンチレーションカウンタ等）の他に、最新の半導体技術により、多数の検出素子を1つに実装させた1次元検出器の利用も増えています。この半導体1次元検出器では、多素子による高強度、検出素子幅100ミクロン以下による高分解能、半導体

方式による高P/B（ピーク／バックグラウンド）比測定が可能です。

今回で紹介する高速1次元検出器D/teX Ultra 250は、従来の高速1次元検出器に大幅な改良を加え、飛躍的に性能を向上させた新型検出器です。シンチレーションカウンタ（SC）と比較して、約150倍の極めて高強度な測定データを得ることができる上（図1）、さらなる微量成分の検出、微小領域の測定他に、多点測

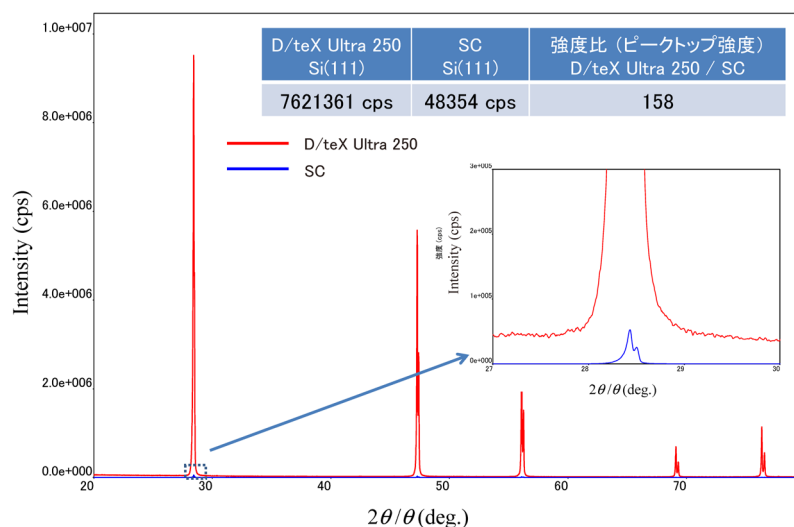


図1. D/teX Ultra 250とシンチレーションカウンタ（SC）の回折強度の比較（試料：Si粉末）。

定, in-situ (その場) 測定, 逆格子マップ測定等の高速化も可能となり, 研究開発や品質管理等の様々な分野で威力を発揮します。

2. 製品の特長

2.1. 高強度・高分解能測定

高速1次元検出器を利用した集中法測定では, 検出素子の有感面積に比例してX線回折強度が増加します。新型検出器D/teX Ultra 250は, 高速1次元検出器としては業界最大の 384 mm^2 (幅 19.2 mm ×高さ 20.0 mm)の大面积を実現し, 従来器のD/teX Ultraに比較して1.5倍の高強度測定が可能です (図2(a), (b))。ただし, 走査方向に対する検出幅の拡大は, 分解能の低下を引き起こします。そこでD/teX Ultra 250では, 1検出素子の幅を75ミクロンに高分解能化 (従来機D/teX Ultraは, 100ミクロン), さらに256chの多チャンネル化 (同128ch) によって分解能の低下を抑えつつも大面积化を実現しました。

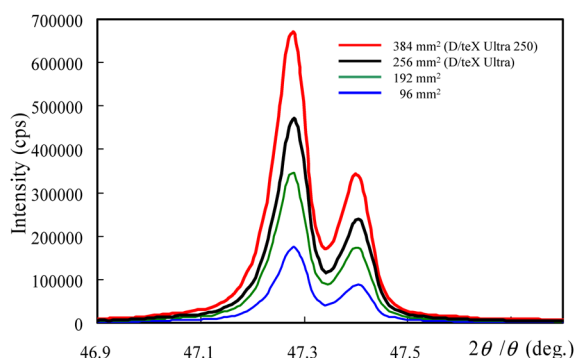


図2(a). 有感面積が異なる高速1次元検出器によるSi粉末(220)反射の測定結果。

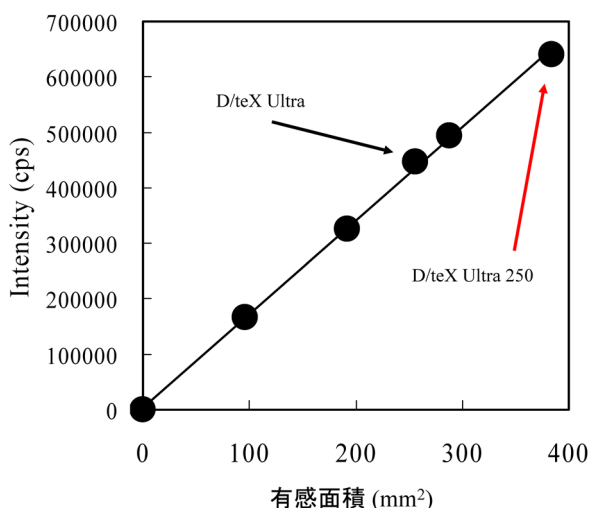


図2(b). 有感面積と回折強度の関係 (ピークトップ強度)。

2.2. 蛍光X線低減モード

D/teX Ultra 250にはエネルギー分別機能があり, 特定エネルギー範囲のみを選択的に取り込むことが可能です。この機能を用いれば, 試料から発生する蛍光X線を効率的に除去できます。例えば, X線回折法で一般的に使用されている銅管球を用いて吸収係数の高い鉄系試料を測定する場合, 入射X線である $\text{CuK}\alpha$ 線によって試料中のFe原子が強く励起されることから, 極めて高いFeK蛍光X線がバックグラウンドとして観測されます。しかし, D/teX Ultra 250では, $\text{CuK}\alpha$ 線のみを選択的に計数することが可能なため, バックグラウンドを抑えたP/B比の高い測定データが得られます (図3(a), (b))。加えて, オプションで専用モノクロメータも用意されており, さらなるP/B比の改善も可能です。

2.3. 高計数率

D/teX Ultra 250には, リガク独自の計数回路をカスタムチップ化したASIC (Application Specific Integrated Circuit) が搭載されています。このASICは, 他に類

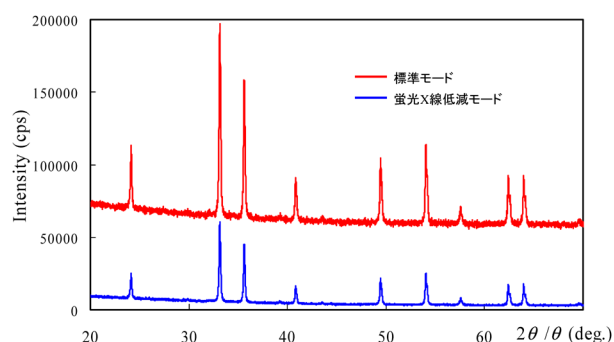


図3(a). D/teX Ultra 250の蛍光X線低減モードの効果 (試料: 酸化鉄粉末, 銅管球にて測定)。

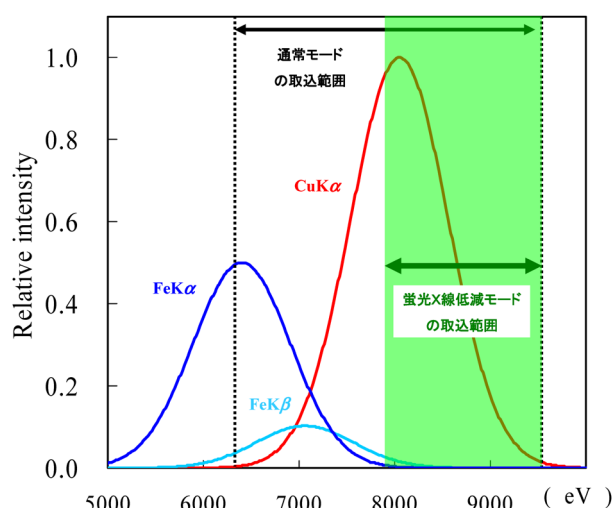


図3(b). D/teX Ultra 250から得られるX線エネルギースペクトル。

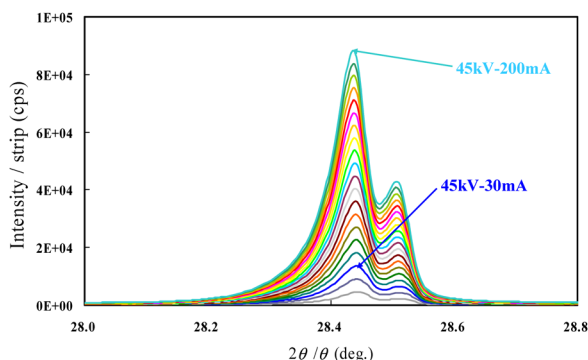


図4(a). Si粉末(111)反射の高速集中法測定結果。
強度軸は、1 stripあたりに換算。
管電圧45 kV、管電流10～200 mAにて測定。

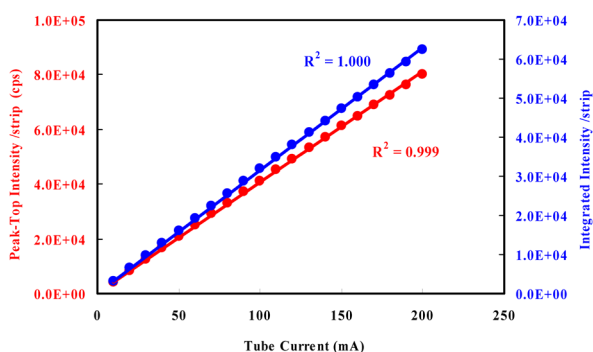


図4(b). D/teX Ultra 250の計数直線性測定結果。
強度軸は、1 stripあたりに換算。
Si粉末(111)反射を管電圧45 kV、管電流10～200 mAにて測定。

を見ない高速性を持っていることから、256チャンネルで構成される検出素子の各々が 10^6 cpsの高計数直線性を有しています(検出器全体では、 2.5×10^8 cps以上)。従って、高出力のロータ型X線発生装置による測定や高強度の回折線が観測される単結晶試料等でも計数直線性が保証された測定が可能です(図4(a), (b))。

2.4. アプリケーション例

2.4.1. 微量試料の高速測定

回折強度が微弱となる数%以下の微量成分の検出は極めて困難です。しかし、D/teX Ultra 250を用いた高速集中法測定では、検出限界を大幅に改善することが可能です。解析例として、 Al_2O_3 中の微量 SiO_2 を測定した結果を図5に示します。1試料あたり、約6分間の短時間測定でありながら、極めて微量な SiO_2 濃度0.1, 0.03, 0.01 mass%に調整した試料の(101)反射が明確に観測されています。また、リートベルト法による定量分析を実施したところ、解析で得られた値は調整値と極めて良い一致が得られました。本例の如く、高回折強度で観測される主成分と微小回折強度を呈する極微量成分が混在する系であっても、計数直線性に優れたD/teX Ultra 250であれば、正確な定量分析が可能です。

2.4.2. 複数試料の高速測定(多点高速測定)

D/teX Ultra 250による高速集中法測定では、極めて短時間での測定が可能であり、オートサンプルチェンジャーやXYステージを用いた無人多点測定に最適です。さらに、統合粉末X線解析ソフトウェアPDXL2を組み合わせることで、測定から解析までの自動化も可能です。解析例として、固溶によって組成比の異なるZeolite-LTA試料を1試料あたり約1分間で測定した結果を図6に示します。また、図にはPDXL2を用いてそれぞれの格子定数を自動解析にて算出した結果も

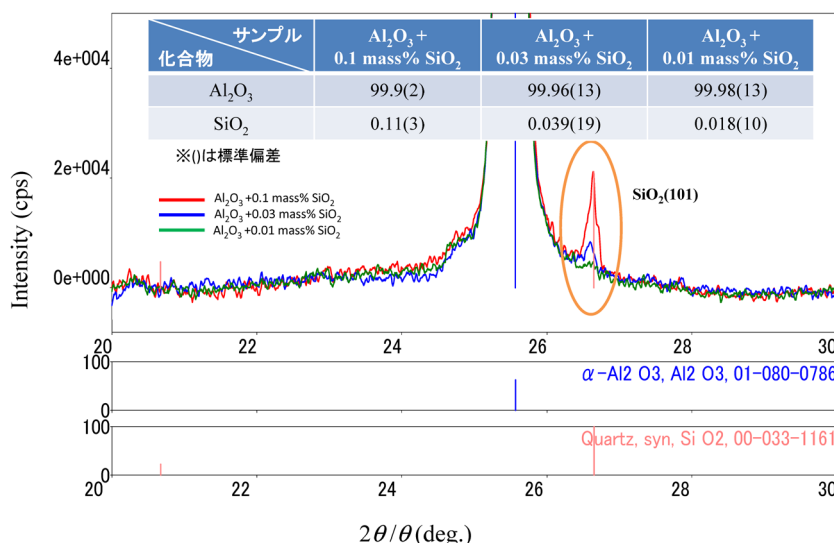


図5. 微量成分を含む試料のD/teX Ultra 250による高速集中法測定例。

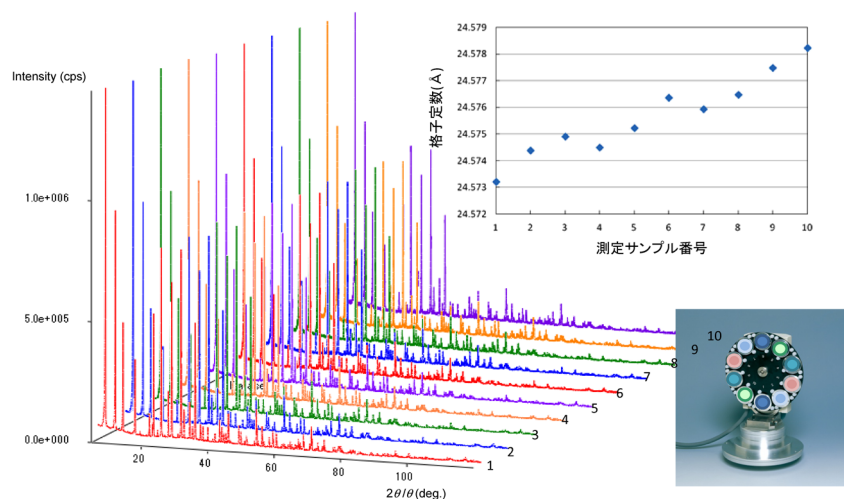


図6. 複数試料の高速集中法測定例（試料：Zeolite-LTA 粉末，測定時間は1分間/1試料）.

合わせて示します。多点測定から解析までも自動化することが可能なため，研究開発時のスクリーニングや品質管理等における作業効率が大幅に向上します。

2.4.3. 薄膜試料の高速逆格子マップ測定

従来，エピタキシャル膜の評価などに用いられる逆格子マップは，逆格子空間を0次元検出器であるシンチレーションカウンタでメッシュ状に測定していくことから，非常に長い測定時間を必要としました。D/teX Ultra 250を用いた逆格子マップ測定では，一度に数度分の回折角度 2θ の測定が可能となるため，大幅に測定時間を短縮することができます。図7にシンチレーションカウンタとD/teX Ultra 250で測定した逆格子マップを示します。同程度の測定範囲にかかわらず，約1/10の時間で測定できていることがわかります。

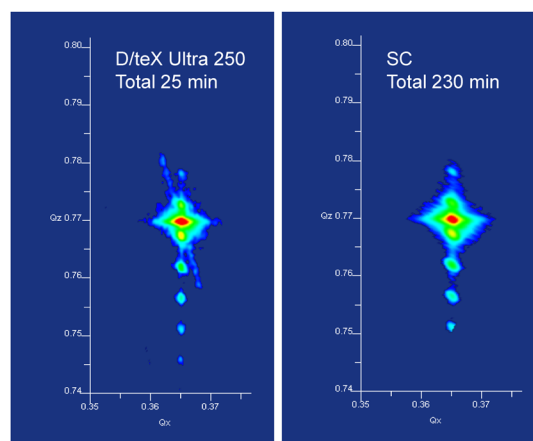


図7. 薄膜試料の高速逆格子マップ測定（試料：InGaN MQW）.