高分解能半導体検出器を使用した非分散形 ケイ光 X 線分析計について†

大浦政弘, 平田治義, 金森誠行

(株)堀場製作所, 京都市南区吉祥院宮の東町 2 番地

1971年 4 月30日受理

1. はじめに

以前からケイ光 X 線分析計で放射性同位元素を励起用線源に使用し分散系を使用しないで検出器の入射エネルギーによる出力差を利用して元素のケイ光 X 線を分けて測定する試みが多くなされていた。検出器としては NaI(Tl) シンチレーション検出器, 比例計数管が使用されていたが近年シリコンおよびゲルマニウム検出器が開発されて, エネルギー分解能のよさ, 高感度, 出力エネルギーの直線性など検出器としてすぐれた特性を有していることがわかって以来, これらの検出器をケイ光 X 線分析計用の検出器に適用する試みも, 二, 三なされている^{1)~3)}。

著者らは半導体検出器を使用した高分解能 X 線測定系を試作し最もエネルギー分解能の良くなる条件を求めた。この結果 Si(Li) 検出系で上記分解能を得た。この測定系により二, 三の試料に対する測定を行なった。

2. 装置の製作

2.1 雑音の要因

全系のエネルギー分解能はほとんど検出器の特性とプリアンプ入力段の雑音によって決定されると考えられる。検出器とプリアンプの回路構成を Fig. 1 に示す。雑音発生源の等価回路を Fig. 2 に示す。

これらの要素から全体の等価雑音電荷(rms 電子数)

Fig. 1 Block diagram of detector and pre-amplifier.

Fig. 2 Noise sources in detector and pre-amplifier.

はつぎのように表わされる⁴⁾。

$$(ENC)^2_{total} = 1.39 \times 10^5 \frac{T \cdot C_{in}^2}{g_m} \left(1 + \frac{1}{3} \frac{C_{gs}^2}{C_{in}^2} \right) \frac{1}{\tau} + \left\{ 1.16 \times 10^{19} (I_o^2 + I_D^2)^{1/2} + 1.98 \times 10^{15} \frac{T}{R_f} \right\} \tau + 1.44 \times 10^{25} C_{in}^2 \quad (1)$$

ただし, C_{in} : 全入力容量(F)

C_{gs} : FET ゲートソース間の容量(F)

g_m : FET の相互コンダクタンス(Ω^{-1})

I_o : FET のゲートソース間もれ電流(A)

I_D : 検出器のもれ電流(A)

R_f : フィードバック抵抗(Ω)

T : FET 温度($^{\circ}K$)

全系の分解能を向上させるためには FET の選択, 検出器の特性などを中心としてつぎの諸条件を実現する必要がある。FET として g_m 大, C_{gs} 小, I_o 小のものを選択する。入力部の構造に留意して C_{in} を小さくする。検出器の容量を減らして I_D を小さくする。 R_f は I_o および I_D の項に見合った大きさを選ぶ。

† Non-Dispersive X-Ray Fluorescence Analysis Using a High Resolution Semiconductor Detector, Masahiro OURA, Haruyoshi HIRATA and Shigeyuki KANAMORI: HORIBA, Ltd., Miyano Higashi, Kissyoin, Minami-ku, Kyoto, Japan.

T はFETの S/N が最大になるような条件に選ぶ。

2.2 Si(Li)検出器

素材として $\rho=400\Omega\text{cm}$, $\tau=700\mu\text{sec}$, $\text{EPD}=0\sim 1000/\text{cm}^2$ のSi P形単結晶を用いた。(111)面を切断し約6mm厚のペレットを作りLiの拡散およびドリフトを行なった結果、補償領域4mmのp-i-nダイオードを得た。これをさらに表面障壁形にして検出器を完成し、つぎの特性を得た。

有効厚: 3 mm, 有効面積: 10mm^2 ,

静電容量: 0.5 pF(1000V), もれ電流: $I_D=4\times 10^{-12}\text{A}$ (1000V, 77°K)

2.3 プリアンプ

FETを支持したテフロン棒の一端を冷却棒にとりつけ、FETの発熱と冷却とを平衡させ、最大の S/N となる条件を見出した。冷却温度は動作状態でのFETチップの温度を測定し判定した。その条件で最も特性の良いFETを選んだ。おのおのの値はつぎのとおりであった。

g_m : 7 m Ω , C_{gs} : 3.4 pF, $I_0\approx 5\times 10^{-13}\text{A}$,

T : 120°K , R_f : $10^{10}\Omega$

フィードバック抵抗はガラスに封入されたカーボン皮膜高抵抗を使用した。また $C_{in}=5\text{pF}$ となるように配線を考慮した。

以上の値を(1)式に代入して $(ENC)_{total}$ の最小となる τ の値 $\tau\approx 4.4\mu\text{sec}$ を得た。なお、(1)式第3項は個々のFETについて $1/f$ 雑音係数の測定ができなかったため上記の値をそのまま使用した。

2.4 リニアアンプ

セミガウシアン整形により時定数 $4\mu\text{sec}$ にて整形した。

2.5 冷却槽

検出器およびプリアンプ初段を冷却するための冷却槽は入射窓に 50μ のBe板を用い、真空度 10^{-7}mmHg とした。リードの取り出し部分は7ピンハーメチックシールを用いた。

以上により総合分解能270 eV (6.4 keV に対して)を得た。

3. 結果とまとめ

3.1 結果

上記の装置によりつぎの分析を行なった。

3.1.1 CuSO_4 水溶液中のCuの検量線の測定

一次線源に ^{109}Cd 1 mCi を使用して CuSO_4 水溶液中のCuのKX線スペクトルを求めた。測定時間は各試料について30分で容器は底に 6μ マイラー膜を貼ったものを線源の上方約1.3cmの所に置いた。結果をFig. 3に示す。K α 線ピークの面積から検量線を作成したものをFig. 4に示す。

Fig. 3 K-X ray spectrum for various Cu concentrations in CuSO_4 solution.

3.1.2 イットリウム中の元素の分析

鉱石イットリウム中に含まれる元素の定性分析を行なった。線源は ^{57}Co 1 mCi, 測定時間は1時間を要した。試料は塊状のもので線源の上方約1.4cmの所に置いた。結果をFig. 5に示す。含有する元素として認められたものはFe, Y, La~Lu, Pb, Thの19種類である。

3.2 まとめ

3.2.1 270 eV 程度の分解能をもつ測定系による分析ではFig. 5に示したように一般の鉱石の定性分析はできる。しかしさらに定量分析の精度を上げるために

Fig. 4 The calibration curve for Cu K-X ray in CuSO_4 solution.

Fig. 5 Analysis of elements in yttrilite.

は150 eV 以上の分解能が必要である。

3・2・2 検出限界を上げるためには一次線源の強度を数10 mCi 程度にすることおよび励起線エネルギーをできる限り最適条件に選ぶことが必要である。

最後に本研究に対して有益なご助言を賜った京都大学化学研究所清水栄教授に感謝の意を表します。

文 献

- 1) Harry R. Bowman, et al.: Application High-Resolution Semiconductor Detector in X-Ray Emission Spectrography, UCRL-16485 (1965)
- 2) S. Kalbitzer, et al.: Ein γ -Spektrometer für den Röntgenbereich mit Halbleiterdetektoren und gekühlten Vorverstärker, 23 Bd., Heft 4, 253 (1967)
- 3) Harry R. Bowman, et al.: Rapid X-Ray Fluorescence Analysis of Archaeological Materials, UCRL-1768 (1967)
- 4) R. Benoit: Low Noise Electronics, in Semiconductor Detectors (North Holland Publishing Company, Amsterdam, 1968)