

超伝導検出器を用いた X線吸収分光ステーションの高感度化 Development of Soft X-ray Spectrometer using Superconducting Detector

志岐成友^{1*}、全伸幸¹、藤井剛¹、浮辺雅宏¹、松林信行¹、小池正記¹、
北島義典²、大久保雅隆¹

¹産業技術総合研究所, 〒305-8568 つくば市梅園 1-1-1

²KEK, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

Shigetomo Shiki¹, Nobuyuki Zen¹, Go Fujii¹, Masahiro Ukibe¹, Nobuyuki Matsubayashi¹,
Masaki Koike¹, Kitajima Yoshinori², Masataka Ohkubo¹

¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, 305-
8568, Japan

²KEK, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

1 はじめに

蛍光収量法による X線吸収分光は微量元素の局所構造を探ることができる数少ない分析手法である。特に軟 X線領域は多種多様な元素の吸収端があるため重要であり、近年盛んに研究が行われている。

超伝導トンネル接合 (STJ; superconducting tunnel junction) 検出器は、10 eV 前後の優れたエネルギー分解能と高い光子計数率を有するため、半導体検出器で分離分析できない元素の組み合わせに対しても、STJ 検出器を用いると微量元素の吸収端スペクトルが測定できると期待される。我々は 100 素子 STJ アレイ検出器を用いた軟 X線領域の蛍光収量法による XAFS 測定ステーションを開発し、エネルギー分解能 10-20 eV、有感面積 1mm²、計数率 500 kcps を実現し、SiC 中の窒素ドーパントの分析を可能にした^[1]。しかし、1 keV 以上のエネルギー領域では、次の理由から STJ 検出器の適用が困難であった。STJ 検出器は Nb-Al / AlO_x / Al-Nb の多層薄膜を Si 基板上に積層し、微細加工したものである。X線吸収体は Nb 薄膜であるが、厚さが 300 nm と薄くエネルギーが 1 keV を超えると急激に吸収率が低下する。更に、基板に近い側の Nb 電極でも X線が吸収され、パルス波高が異なるため、単色光に対してスペクトルにダブルピークが生じるため分解能が劣化する。

軟 X線全域において単一ピークの理想的な応答関数を得るには、厚い X線吸収体が必要である。仮に現在使用している STJ 検出器の Nb 吸収体を厚くして対応するとすると、5.9 keV で 99 %以上の吸収率を得るには、厚さを 25 μm 以上にする必要がある。このような厚い Nb を用いて微細加工により STJ 検出器を製作することは現在の技術では難しい。厚い吸収体を有する超伝導検出器として、基板を X線吸収体とし、基板上に多数の超伝導トンネル接合検出器を配置して直列に接続した、超伝導直列接合検出器が知られている^[2]。5.9 keV で 70 eV のエネルギー分解能が得られている。しかし読み出しノイズが 36

eV と高く、軟 X線では高い分解能が得られていない。

超伝導直列接合検出器の読み出しノイズを改善することを目標として、吸収体に基板を用い、STJ の周囲の Si 基板に深溝加工を施した、シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器を試作した。本稿では BL-11B で実施した試験の結果を報告する。

2 試作

厚さ 400 μm の Si 基板上に 100 μm 角の Nb/Al-STJ を 100 素子作製し、Si 基板に深さ 350 μm の深溝を形成して STJ 直下に 100 μm 角の吸収体を作成した (図 1)。この構造により、有効面積は 1 mm²、検出効率は 8.5 keV 以下で 99% 以上である。STJ の製作は産業技術総合研究所の CRAVITY で行い、Si 基板の加工は NIMS 微細加工プラットフォームに依頼した。

試作した検出器は STJ の典型的な電流電圧特性を示し、サブギャップ電流は 100 素子中 97 素子において 100 nA 程度である。5.9 keV Mn-K α 線に対するエネルギー分解能は 150 eV FWHM で、典型的な半導体検出器より若干悪い。読み出しノイズは 20 eV で、軟 X線全域をカバーするのに十分な値である。

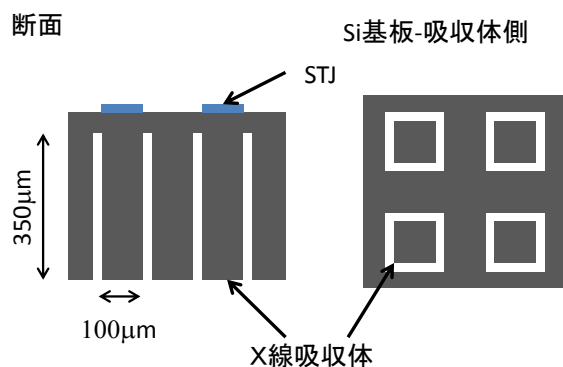


図 1. シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器の模式図

3 実験

試作した検出器を BL-11B に設置し、軟 X 線検出および XAFS 測定の実験を行った。分光結晶は Si(111) を利用した。ビームラインから入射した X 線を試料に照射し、試料から放射された蛍光 X 線を試作した検出器を用いて測定した検出器は ^3He クライオスタットを用いて 0.3 K に冷却した。検出器の応答は電荷有感型増幅器を用いて増幅し、デジタルマルチチャンネルアナライザーを用いて波高スペクトルを記録した。吸収端スペクトル測定は次のように行った。STARS を介して分光結晶を制御し、一定のエネルギーの X 線を入射させ、各入射エネルギーに於いて試作した STJ 検出器を用いてスペクトルを記録した。各特性 X 線エネルギーの範囲を積算し、部分蛍光収量を求めた。

4 結果と議論

ソーダガラスに X 線を照射したときの蛍光 X 線スペクトルを図 2 に示す(入射光 2.2 keV)。BL-11A に於いて従来型の STJ 検出器を用いて測定した蛍光 X

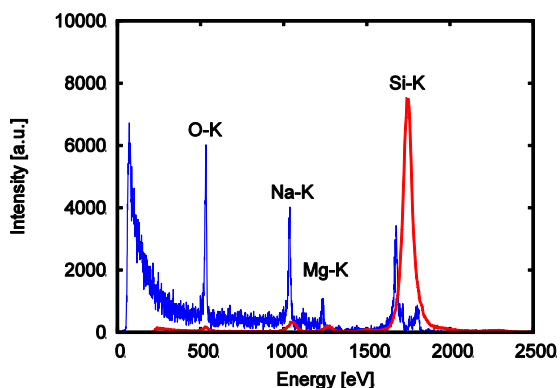


図 2. シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器で測定した入射光 2.2 keV におけるソーダガラスの蛍光 X 線スペクトル(赤)。従来型 STJ 検出器で測定した入射光 1.9 keV におけるソーダガラスの蛍光 X 線スペクトル (青)。

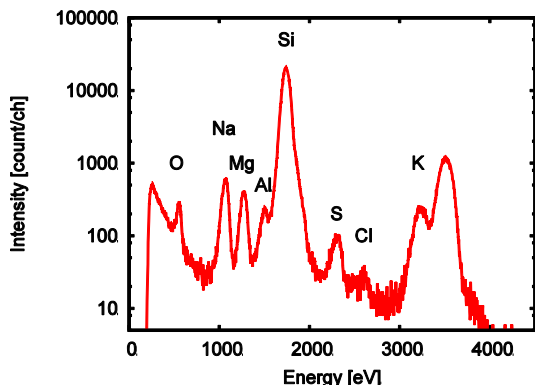


図 3. シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器で測定したソーダガラスの蛍光 X 線スペクトル(赤)。入射光エネルギーは 3.6 keV。

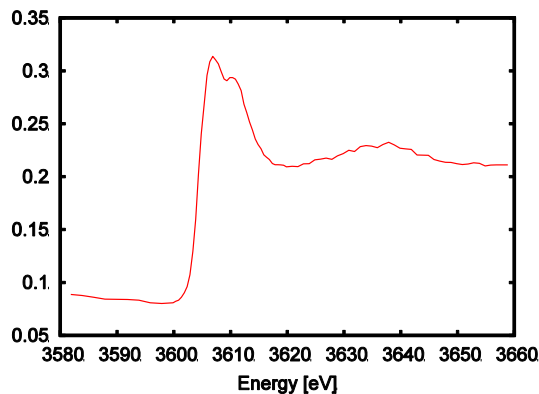


図 4. 部分蛍光収量法によるソーダガラスのカリウム K 吸収端スペクトル。

線スペクトルと比べると、Si-K の相対的な強度が強い。これはシリコンピクセル吸収体を用いたことにより高いエネルギーで X 線吸収効率が向上したことを示している。また従来型の STJ 検出器に見られたダブルピークや連続的な低エネルギー領域のバックグラウンド成分は、ほとんど見られない。このことから、より低バックグラウンドの計測が可能であると期待される。Si-K に対するエネルギー分解能は 100 素子アレイ全域で 60-80 eV FWHM である。この分解能は最良のシリコンドリフト検出器と同等である。

入射光エネルギーを 3.6 keV と高くしたときのソーダガラスの蛍光 X 線スペクトルを図 3 に示す。主成分元素の Si, O, Na だけでなく、Mg, Al, S, Cl, K が検出された。シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器が軟 X 線全域で微量軽元素の分析に利用できることが実証された。

微量成分の吸収端スペクトル測定の一例として、ソーダガラスに含まれるカリウムの部分蛍光収量法による吸収端スペクトルを示す(図 4)。2-4 keV のエネルギー領域は従来の STJ 検出器では測定できなかったが、シリコンピクセル吸収体を用いることにより測定できた。

5 まとめ

軟 X 線領域における蛍光収量法による X 線吸収分光の感度を向上させるため、シリコンピクセル吸収体を有する STJ 検出器を試作し、BL-11B において試験を行った。従来型の STJ 検出器に比べて高い感度とバックグラウンドイベントのない蛍光 X 線スペクトルが得られた。エネルギー分解能は Si-K 線 (1740 eV) に対して 60-80 eV である。蛍光 X 線スペクトル上での微量成分の検出、および、吸収端スペクトルの測定に成功した。エネルギー分解能はまだ不十分であり、検出器の試作と評価を継続する必要がある。

謝辞

本研究は所属グループ各位の協力の元で実施されました。高エネルギー加速器研究機構の永谷康子先生には BL-11B の機器の制御について情報提供とご助言をいただきました。厚く御礼申し上げます。本研究は科研費の支援のもとで実施されました。検出器の開発・評価に際し、産総研 CRAVITY, NIMS 微細加工プラットフォーム、産総研 NPF の支援を受けました。

参考文献

- [1] S. Shiki *et al.*, *J. Low Temp. Phys.* **176**, 604 (2014)
- [2] M. Kurakado *et al.*, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **621**, 431 (2010)

* s-shiki@aist.go.jp