

実験技術

PIN フォトダイオードによる X 線強度の測定

張 小威¹, 杉山 弘¹, 依田 芳卓²¹KEK-PF*, ²Spring-8Measurement of X-ray Intensity Utilizing Photo-Cell
Mode of PIN Photo-DiodesZhang XIAOWEI¹, Hiroshi SUGIYAMA¹ and Yoshitaka YODA²¹KEK-PF, ²Spring-8

A method of measuring intense synchrotron radiation by photo-cell mode of PIN photo-diodes is described. Characteristics of spectral response, dynamic range and sensitivity of the PIN photo-diode are discussed.

1. はじめに

放射光の利用によって、X線の強さが劇的に増加している。それにも関わらず、研究者の観測したい信号の強さが光源の強さと反比例して弱くなっていく傾向にある。限られたマシンタイム内に放射光の利用実験をこなすために、迅速かつ簡単に広いダイナミックレンジ(6桁以上)にわたり、X線の散乱強度を測定する場面が多くなってきた。例えば、表面・界面の構造解析のために、回折プロファイルバルクのブラッグ反射とそれに比べて7桁程度弱い表面一原子層の反射強度を測らなければならない。X線フォトンカウンティングは、エネルギー分解能を有し、S/Nもよく、微弱な信号を捉えるのに適している計測手法として、長年にわたってX線の実験に広く使われてきた。このような検出器には比例計数管とシンチレーションカウンター等があげられる。しかしながら、ビーム強度が強かつパルス状の線源である放射光を用いた実験の時、幾つかの弱点を呈している。ひとつは広いレンジにわたって強度測定するとき、幾度も吸収板を入れたり外したりすることで、迅速に実験の測定を行うことができない。一つは、数え落としがあり、10万 cps 計数の時でさえ、補正を必要とする。実際に報告された例としては、2万 cps 程度のX線強度に対する補正は数%で、3万 cps を越えると、ピーク強度と積分反射強度共に一割程度の補正を必要とする¹⁾。また、強く、指向性のよい放射光のお陰

で、マルチビームや複数結晶を利用する実験が多くなってきた。そのため、結晶の隙間に入れるようなコンパクトな検出器の必要性も現れた。今まで我々は様々な種類のPIN検出器を部品から組立ててきたが、検出器メーカーの応用光研が放射光利用に向けてPIN検出器を製品化する運びとなったので、ここで実験技術として、従来のX線のフォトンカウンティングの弱点を補うことのできる、実験に使いやすいPINフォトダイオードX線検出器の原理、検出器の寸法、感度、ダイナミックレンジ、光電電流とビーム強度との換算関係とスペクトル特性等を紹介する。その主な内容がすでに96年の放射光学会で発表したものであることを断っておく。

2. PIN ダイオード検出器の利用および他の検出器との比較

フォトダイオードの動作原理は、ダイオードのPN結合部(空乏層)で光励起によって生成された電子とホールが障壁電位差で引き離され、起電力が生じる現象を利用する。光のエネルギー変換を担うこの空乏層の厚さをSSDのように逆バイアスをかけることで厚くすることができるが、PINダイオードのように、P型とN型半導体の間にイントリンシック半導体を挿入することで構造的に厚くすることもできる。その構造をFig. 1に示す。元々PINダイオードはダイオードの結合電気容量を減らし、素子の応

* 高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所 (KEK-PF) 〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
TEL: 0298-64-1171 FAX: 0298-64-2801 E-mail: zhang.xiaowei@kek.jp

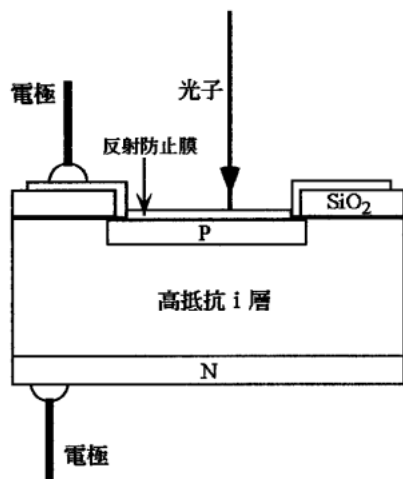


Figure 1. Structure of a PIN diode.

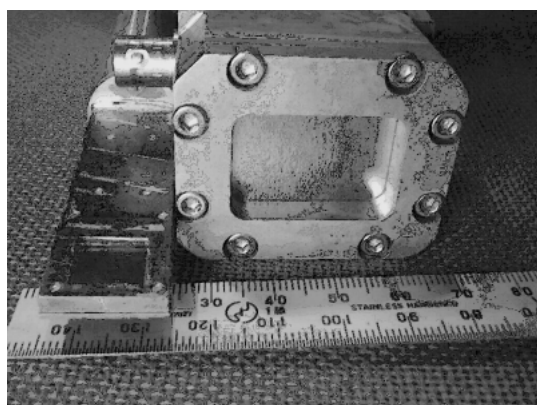


Figure 2. Photograph of PIN photodiode x-ray detectors. The left and the right are assembled from 10 mm and 28 mm square PIN diodes, respectively.

答の高速性を図るために発明されたものであるが、X線検出器として使うとき、X線に対する吸収率をあげることに役に立っている。詳細は参考文献^{2,3)}を参照いただきたい。

PINダイオードは浜松フォトニクス製で、有感層の厚さは $500\ \mu\text{m}$ 、受光面積 $28 \times 28\ \text{mm}^2$ のもの、及び有感層 $100\ \mu\text{m}$ 、受光面積 $10 \times 10\ \text{mm}^2$ のものを組み立てた。検出器の写真をFig. 2に示す。有効面積 $28\ \text{mm}$ 四方の素子は使いやすい反面、ノイズレベルがわりと高く、価格も14万円くらいと高い。10 mm四方の素子はノイズが面積に比例して低くなり、価格も数千円と安くなる。我々は $28 \times 28\ \text{mm}^2$ の素子を標準型にして、有感層の有効厚みを更に厚くするために、検出器に組み立てるときに入射窓に対して45度と成すようにダイオードを固定した。実験の便利さを図り、検出器の外寸をよく使われる応用光研製シンチレーションカウンタ SP-10と同じくした。小さいPINダイオードの外寸は、チャンネルカットのような結晶の隙

間に入れることのできるように素子の部分を小さく薄く設計し、ボディの部分を $\phi 20$ のロッド状に設計した。

フォトダイオードのセンサー応用回路が2種類あり、逆バイアスかける使い方とゼロバイアスの光電池の使い方がある。広いダイナミックレンジで利用したい時、光電池のように接続するとよい。この光電電流は広いレンジにわたり正確に入射光の強度に比例することが知られている。測定されている電流 i は、第一次近似として、素子の空乏層がX線に対する吸収率と1光子による電子・ホール対の生成数 (E/W) に比例して、式(1)で与えられる。

$$i = 1.6 \times 10^{-19} \times N \times A \times E/W \quad (1)$$

式の中の係数は電子の素電荷量、 N は光強度 cps、 A はダイオードの空乏層が E エネルギーの光子に対する吸収の割合で、 E はeVで測れる光子のエネルギー、 W は空乏層内で1電子とホール対形成するのに必要なエネルギー(室温シリコンの場合 $3.7\ \text{eV}$)である。

1 X線光子により空乏層で2千個の光電子が毎秒発生すると、電流に換算すると約 $0.3\ \text{fA}$ になる。毎秒千個のX線光子がダイオードに飛び込むと、光電電流は約 $0.3\ \text{pA}$ にもなり、それが測定回路全体のノイズレベルより高いときに検出される。シンチレーションカウンターで約3000 cpsピーク強度の結晶の反射強度曲線の測定例をFig. 3に示す。その時のX線波長は $0.86\ \text{\AA}$ である。小さいPINダイオードとケスレーの486ピコアンメーターと専用ケーブルを用いて、1秒間の積算した電荷を計測したものを同じくFig. 3に示す。

X線検出器の感度の議論は結局のところ、1X線光子の検出ができるかどうかになり、フォトンカウンティングの計測の方が、明らかに連続光電電流モードに勝る。しかし、実験結果のFig. 3を見る限り、両者はほぼ同じ反射プロファイルを与えることがよくわかる。PINダイオード対NaIシンチレーションカウンターの線形性はFig. 4に示したように、数十cps台の検出感度があることがわかる。むろん、このときは電流モードというより、積算した電荷を測っているという表現が正しい。

PINダイオードのダイナミックレンジに関して、多くの文献には6桁以上と書かれているが、何処まで線形性が保たれているかについて、我々に関心を持っていたので、実際に測ることにした。発生装置の直接X線ではあるが、スリットサイズを変えて、数桁にわたってスリットサイズと光電電流の線形性を調べ、線形性を有することを確認できた。線量の低いときの線形性は既に十分にわかっていたが、mAから μA までの線形性が確認できたことで、PINダイオードのX線強度の応答は少なくともsub-pAからmAまでの10桁にわたる線形性があることが言える。原理的に半導体の性質が破壊されるまで、光電電流が光量に性格に比例関係にある。

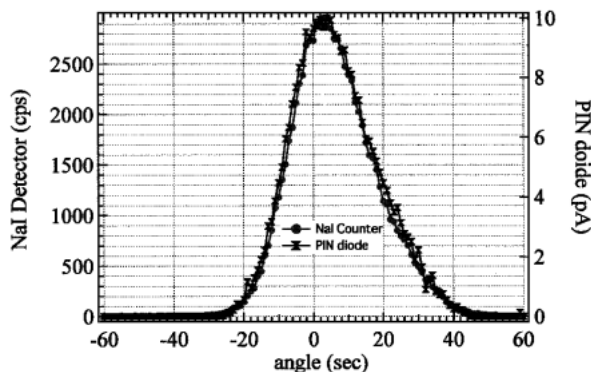


Figure 3. Diffraction rocking curve measured by a NaI (TI) scintillation detector and a 10 mm square PIN photodiode.

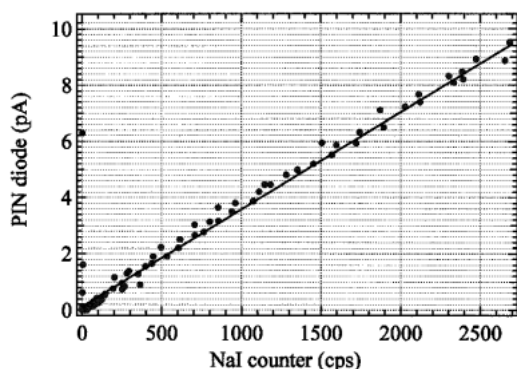


Figure 4. Intensity of x-ray diffraction measured by a NaI (TI) scintillation detector versus that of a PIN photodiode plotted in the Fig. 3. The wavelength of x-ray was 0.086 nm.

より完全な検出器にするために、検出器の光電電流対 X 線強度とスペクトル特性を調べる必要がある。我々は NaI シンチレーションカウンターでの 1 万 cps の X 線強度を基準に、8~21 keV の各光子エネルギーの光電電流を測ってみた。その結果は **Fig. 5** に示す。測定された曲線は、伴氏の報文⁴⁾と同じ傾向を示し、10 keV 付近の光子エネルギーに対して、概ね 5 pA/10000 cps の換算レートである。15 keV 以下の低エネルギー光子がダイオードの空乏層に到達するまで受けた吸収が割と大きいので、単純な計算からずれてくる。吸収係数 A に関して、高エネ研の伴氏がもっと精密に議論したことがあり⁴⁾、モンテカル法の計算コード EGS4 の計算と実験結果とは 1% 以下の精度で一致する。

PIN 検出器は構造が簡単、小型で、特に X 線光学系をセッティングする時に便利である。また、検出器を保護するための吸収板が不要で、分光された強い放射光のビームの強度を、電流・毎秒フォトン数の換算係数を介して簡単に知ることができる。その利用の一例はアンジュレータのスペクトル測定である。詳しいことが文献⁵⁾に書かれているが、絶対値のわかるスペクトル測定が、リングを含めた

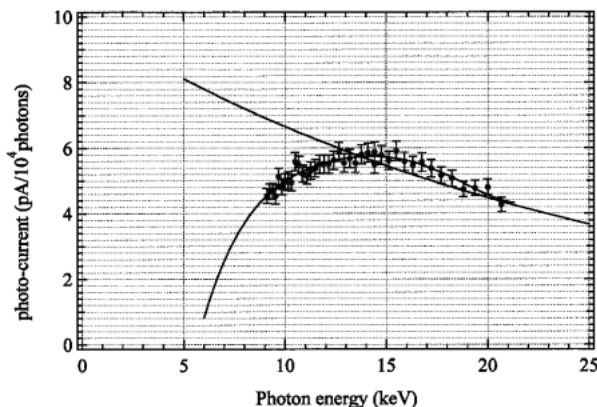


Figure 5. Spectral response of a 28 mm square PIN diode. The photo-current was normalized by incident x-ray of 10000 photon/sec. The solid curve is a fitting of the experimental data, the dotted line is a curve calculated by x-ray absorption.

光源の評価を与え、加速器と放射光利用者の両方に役立つ情報を提供する。

PIN ダイオードを使ったフラックスモニターが、イオンチェンバのように利用できる。カプトン膜を散乱体にして、散乱された X 線を小型の PIN ダイオードでモニターする。このモニターは構造がシンプルで、バイアス電圧がいらない。高密度の放射光ビームに対しても、イオンチェンバのようなイオン再結合による電流の目減りがない。X 線アンジュレータビームラインでの実験に向いている。

光電電荷の計測で放射線強度の測定は積分型であるから、数え落としの心配がない。シンチレーションカウンターにウィンドウエネルギー識別回路を用いたとき、無修正で利用できる上限は 2 万 cps 程度であり、3 万 cps 以上だと、10% 程度の強度補正が必要とされる。一方、PIN ダイオード検出器は 10^2 cps から 10^{12} cps を越えるまで補正なしで X 線の強度を測ることができる。このことが放射光を利用した X 線の回折実験にとって、非常に都合がよい。その反面、電流モードを利用しているため、エネルギー分解能がなく、高調波の X 線が混じっているときに識別できない。また、この測定モードがノイズに弱い。特に 1 万 cps 以下の X 線強度を測定するとき、ケーブルやコネクタ等に低ノイズのものを必要とする。できれば、電荷測定の方がよい。

PIN ダイオードを使う測定系の構成が簡単で、普通の電離箱とシンチレーションカウンターを使うときのように、高電圧モジュール、ピコアンメーター又はアンプとシングルチャンネルアナライザーとスケーラーが要らない。基本的に低ノイズ信号ケーブル一本とピコアンメーター(またはエレクトロメーター) 1 台で測定できる。光電池モードで使用するとき、PIN ダイオードの時間応答はサブ秒程度であり、高速応答の必要な測定には、逆バイアスをかける回路の構成が必要である。

3. まとめ

10年近い期間中、色々な放射光光源を使い、様々な実験を行ってきた経験から見ると、コンパクトなPINダイオード検出器とピコアンメータの組み合わせが非常に使いやすいX線検出器であり、蛍光板と並んで、放射光のX線光学系のセットアップするための必需品だといえる。この検出器のダイナミックレンジは10桁以上であり、 10^2 cps程度の強度変化を捉えることができる。

PINダイオードに逆バイアスをかけ、チャージアンプと組み合わせると、エネルギー分解能付きフォトンカウンティング検出器にすることも原理的に可能であり、すでに製品として市販されている。元来の特徴たる高速素子としてのPINダイオードも利用価値があり、筆者らはパルス放射光のタイミングをモニタするために利用したことがある。その他、X線を可視光に見立てて、可視光の利用か

らヒントを得れば、光センサたるPINダイオードがX線域においても、もっと広く活用されるだろう。

参考文献

- 1) U. W. Arndt: "Counting losses of detectors for x-rays from storage rings", J. Phys. E: **11**, 671 (1978).
- 2) 桜井捷海, 霜田光一: "応用エレクトロニクス" (裳華房, 1984).
- 3) Ch. Storb, U. Dedek, W. Weber and B. Lengeler: "Photodiode as detectors with high dynamical range for x-ray reflectivity measurements", NIM, **A306**, 544 (1991).
- 4) Syuichi Ban, Hideo Hirayana, Yoshihito Namito, Shun-ichi Tanaka, Hiroshi Nakashima, Yoshihiro Nakane and Nobuteru Nariyama: "Calibration of Silicon PIN Photodiode for Measuring Intensity of 7~40 keV Photons", J. Nucl. Sci and Tech. **31**, 163 (1994).
- 5) 杉山 弘, 張 小威: "光から見た加速器・光源", 放射光学会誌 **10**, 169 (1997).