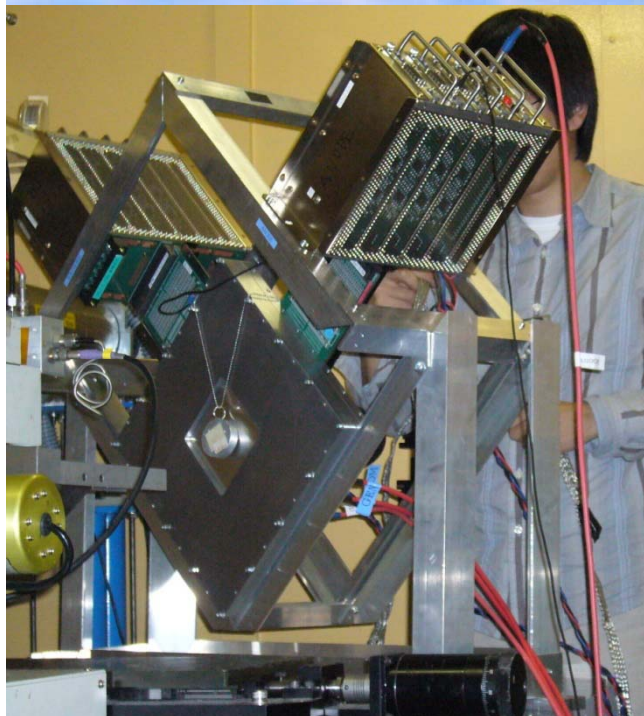


広いダイナミックレンジを持つ μ PIC-2次元X線画像検出器の開発



京大理、東工大理工^A、理研播磨研^B
服部香里

谷森達、窪秀利、身内賢太郎、土屋賢一、
岡田葉子、井田知宏、植草秀裕^A、
藤井孝太郎^A、高田昌樹^B、伊藤和輝^B

新しい物質構造解析を目指して



- **High speed**

巨大分子(たんぱく質)、創薬、材料

→ measurements in a couple of minutes

- **広いダイナミックレンジ**

→ 10^4 - 10^5 (積分型検出器: CCD, Imaging Plate)から 10^7 - 10^8 へ

→ 高精度測定を実現(異常分散等)

→ 軽い元素を含む物質の構造解析

- **時分割測定**

反応のダイナミクス、光反応、酵素反応
連続変化を追う

(sec~ 10 msec スライスで、繰り返し測定で更に時間分解能向上)

現在のCCD, IPでは困難
計数型 + 高分解能画像

KEK大学等連携事業 17年度開始
理研播磨研高田研究室と共同研究

回折・散乱実験のための 計数型X線2次元検出器に求められる条件

1. 高い2次元位置検出能力 位置分解能が $100\ \mu\text{m}$ 以上
 2. 高計数率能 $> 10^7\text{mm}^{-2}$, $> \times 1000$ MWPC (局所的な照射で)
 3. 大面積 $15\text{cm} \times 15\text{cm}$ 以上
 4. 不感部分が無い(つぎはぎ、接合部など)
 5. 感度の不均一性 $< 1\%$
 6. 画像歪み $< 1\%$
 7. 常温で動作、低電力
 8. メンテナンスが簡単
 9. 製作コストが安い
- さらに、連続データ読み出し可能
→折りたたみ法
高いgain
→低エネルギーX線($\sim 1\ \text{keV}$)をとらえられる
たんぱく質に自然にある硫黄の吸収端(2.3keV)

ガス検出器 μ -PICを用いた量子計測型X線画像装置

4, 6, 7, 8, 9を実現

1, 2, 5を実現すべく開発中

3. 現在: 検出部面積 $10\ \text{cm} \times 10\ \text{cm}$

$30\ \text{cm} \times 30\ \text{cm}$ も安定動作確認→今後性能評価

u-PIC (micro-Pixel Chamber)

2次元イメージング可能なX線検出器

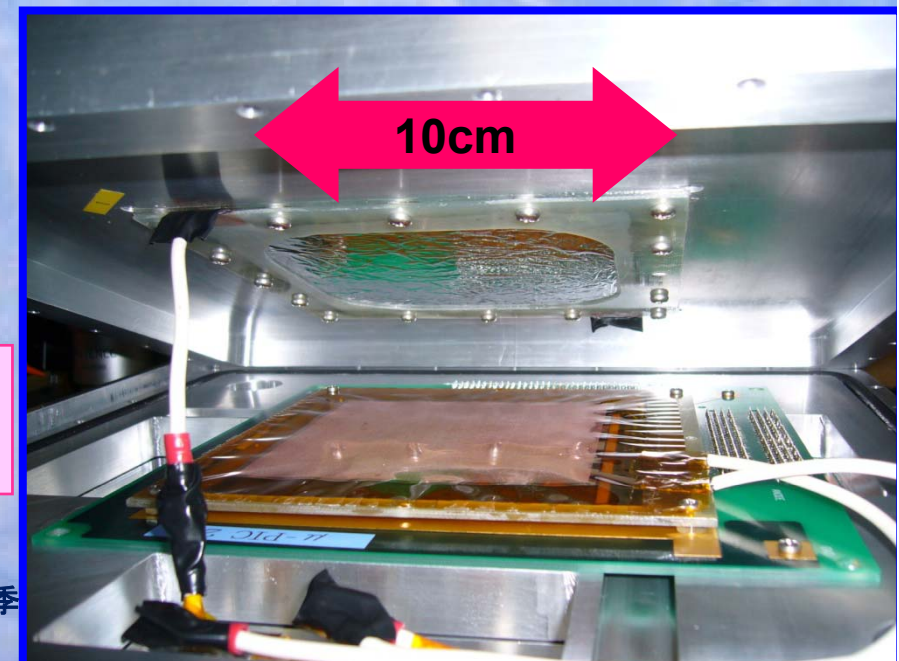
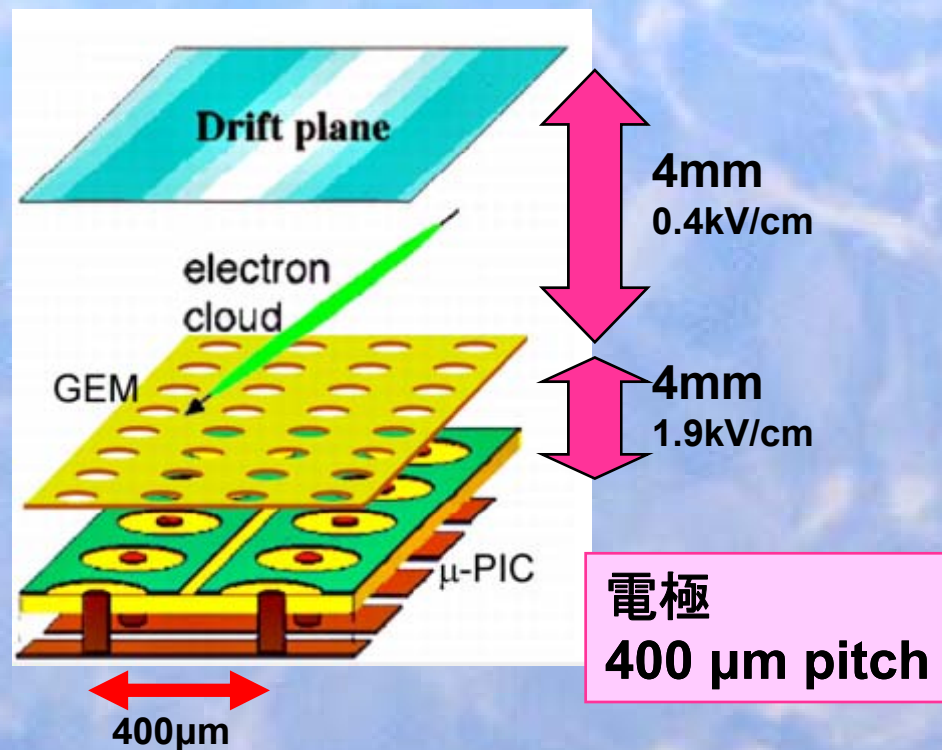
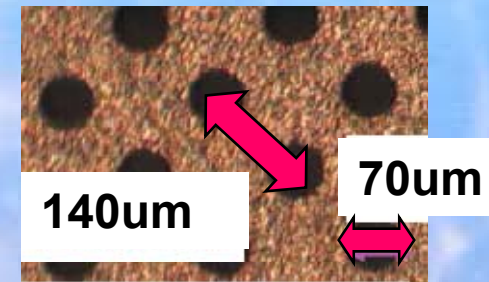


ガス検出器μ-PIC

- ✓X線がガス中で光電効果を起こす
- ✓X線によって蹴飛ばされた電子がガス中を走る
- ✓ガス中の電子を電離
- ✓前置増幅器GEM(gas electron multiplier)、μ-PICで電離電子を増幅し、入射X線の位置をとらえる

GEM

(gas electron multiplier)



ガス: Xe+C₂H₆(70:30)
Anode: 640V, GEM: 390V, Gain : 10⁴

日本応用物理学会 春季

X線結晶構造解析

時分割測定可能

→ **連続回転写真法**

結晶の回転角を時間情報に置き換える

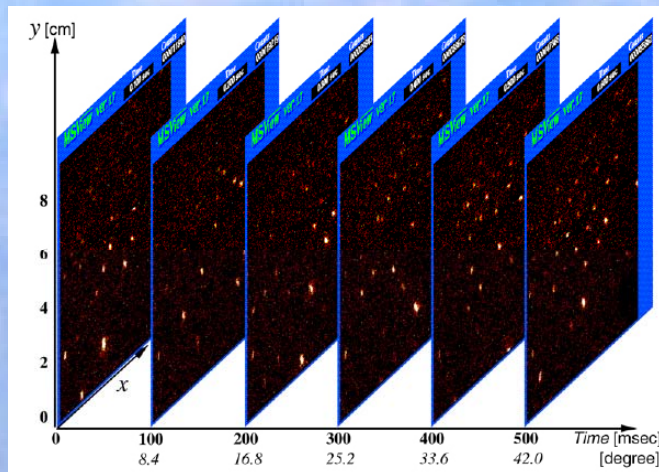
短時間で測定可能→試料のダメージ低減
繰り返し測定することで、高精度測定ができる
回転角という新しいパラメータが入ることで、
より強力なノイズ除去が可能

Time Resolved X-ray Crystal Structure Analysis(1999)

東工大化学科大橋グループ
との共同実験

MSGC(Micro Strip Gas Chamber)
による測定

| Crystal | Ref. # | R-factor ($I > 2\sigma$) | time (sec.) |
|------------------------|--------|-------------------------------|----------------|
| $C_4H_9NO_6$ | 1,406 | 7.9% | 2.1 |
| $C_{20}H_{37}CoN_6O_4$ | 4,361 | 9.8% | 300 |
| $C_{25}H_{26}O_4$ | 4,565 | 8.4% | 80 |



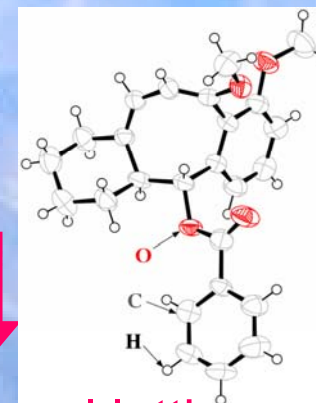
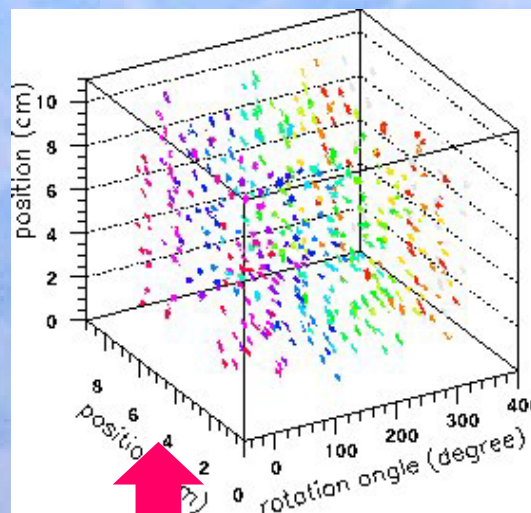
Time

Movie varying 2θ continuously
Time resolution of ~ 100 ns for each X-ray

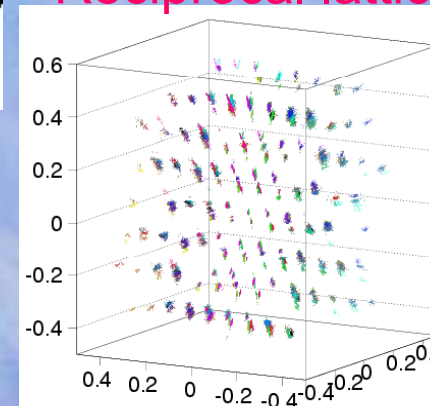
Much Information \rightarrow quick online analysis

2008/3/29

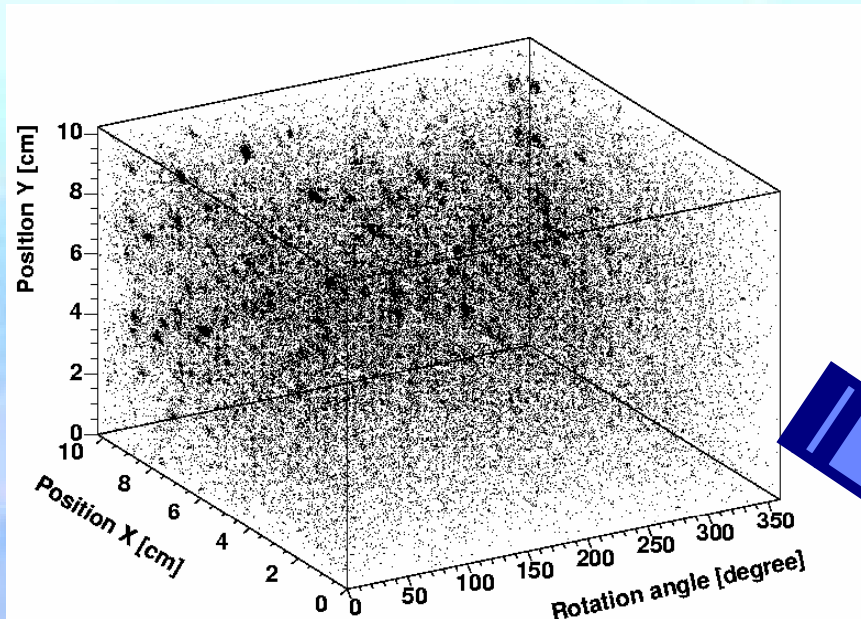
日本応用物理学会 春季学術講演会



Reciprocal lattice

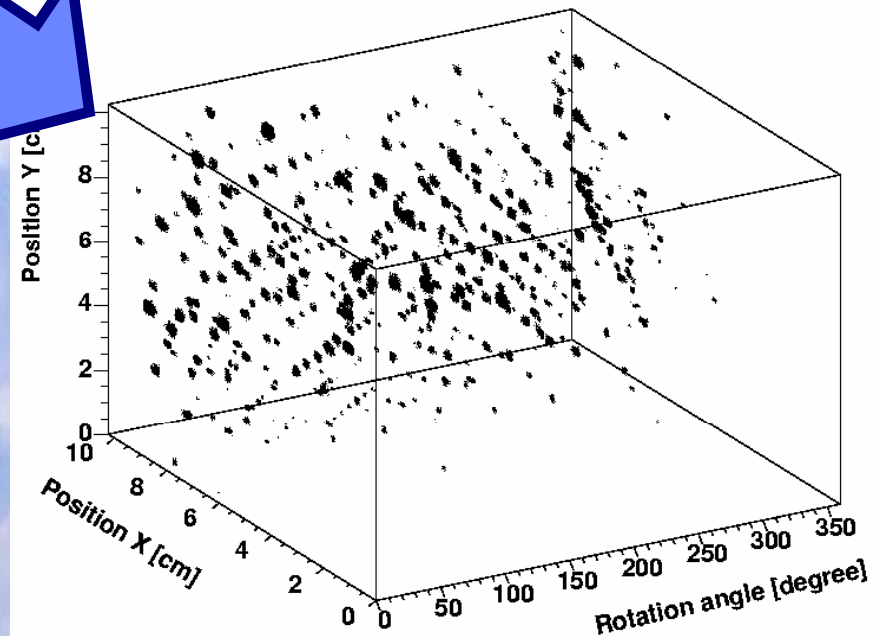


Obtained 3D image of diffraction spots



rotation speed : 4.89 sec/cycle
measurement time : 3716 sec
count rate : 1.05×10^4 cps

Applying the noise reduction
using 2θ information



3716s $2\theta < 49^\circ$
Reflections 1556 (331 unique)
Rint 3.7%

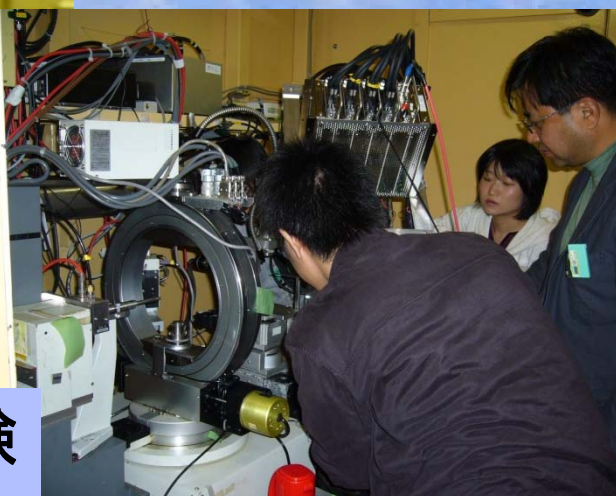
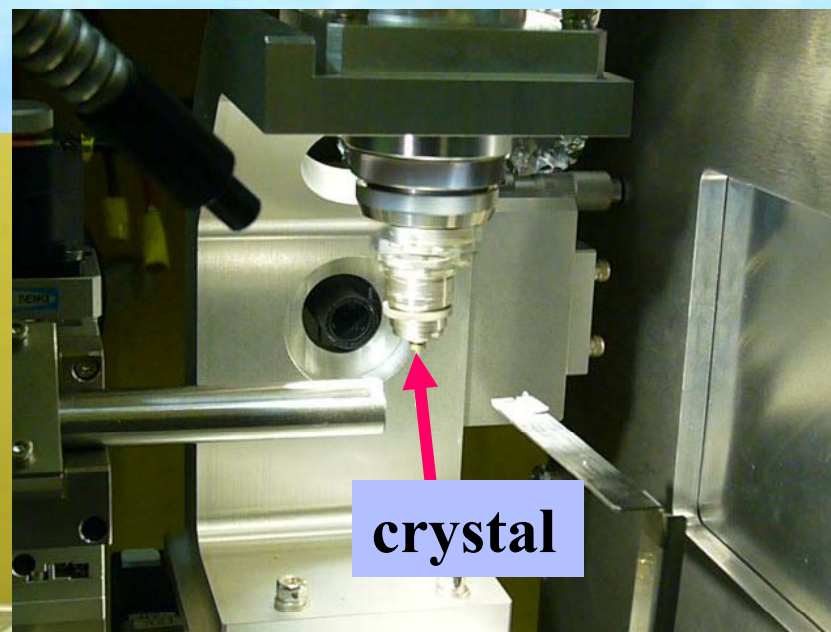
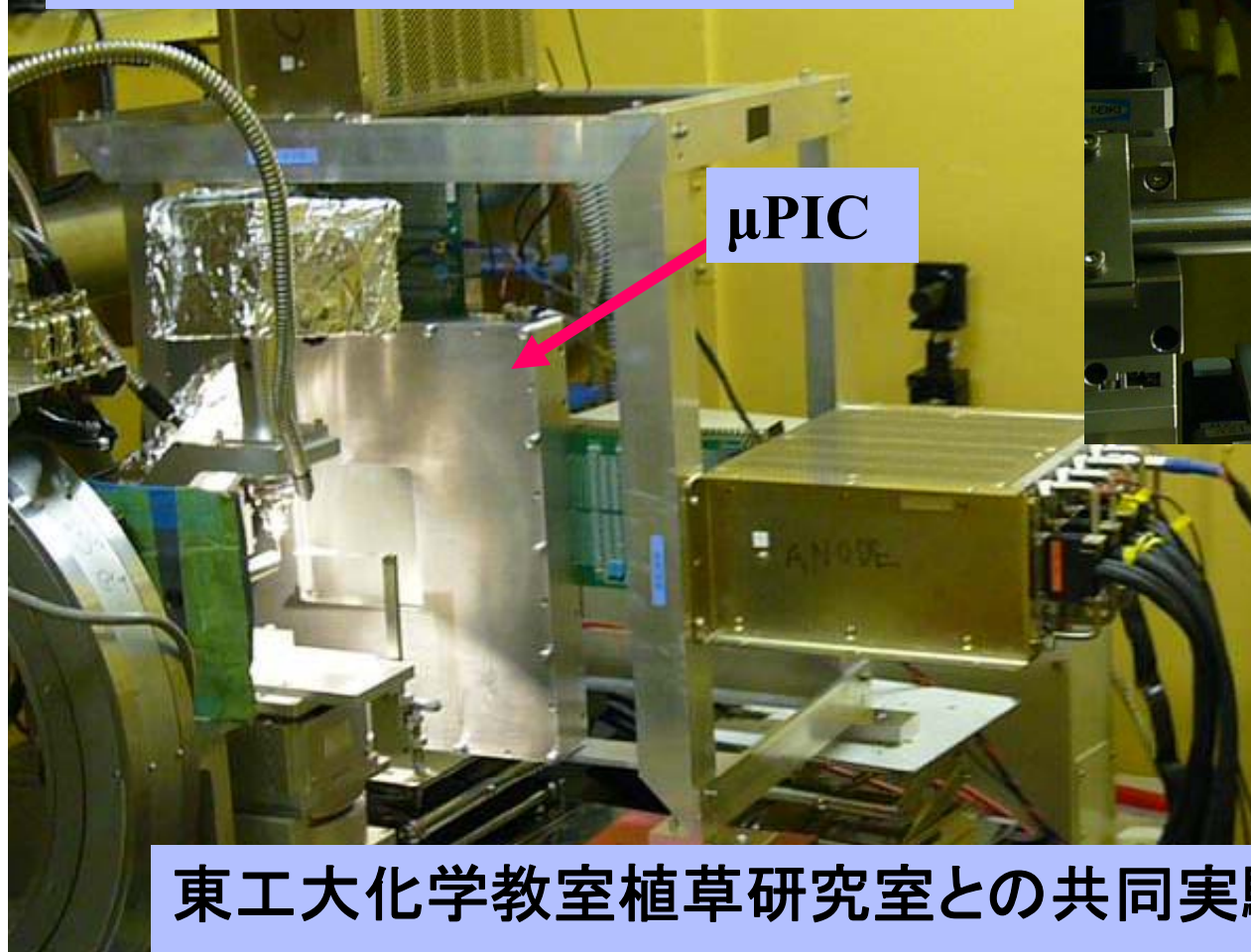
10倍の統計でRint 1% が可能！

Takeda et al. J. Synchrotron Rad. (2005) 12, 820-825

Single crystal diffraction & powder diffraction at KEK-PF



平成18年11月、19年2、6月に実施
BL14A 17.5keV



東工大化学教室植草研究室との共同実験

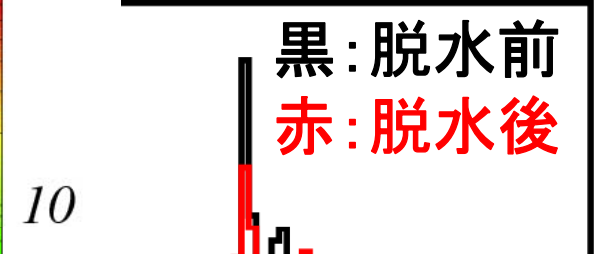
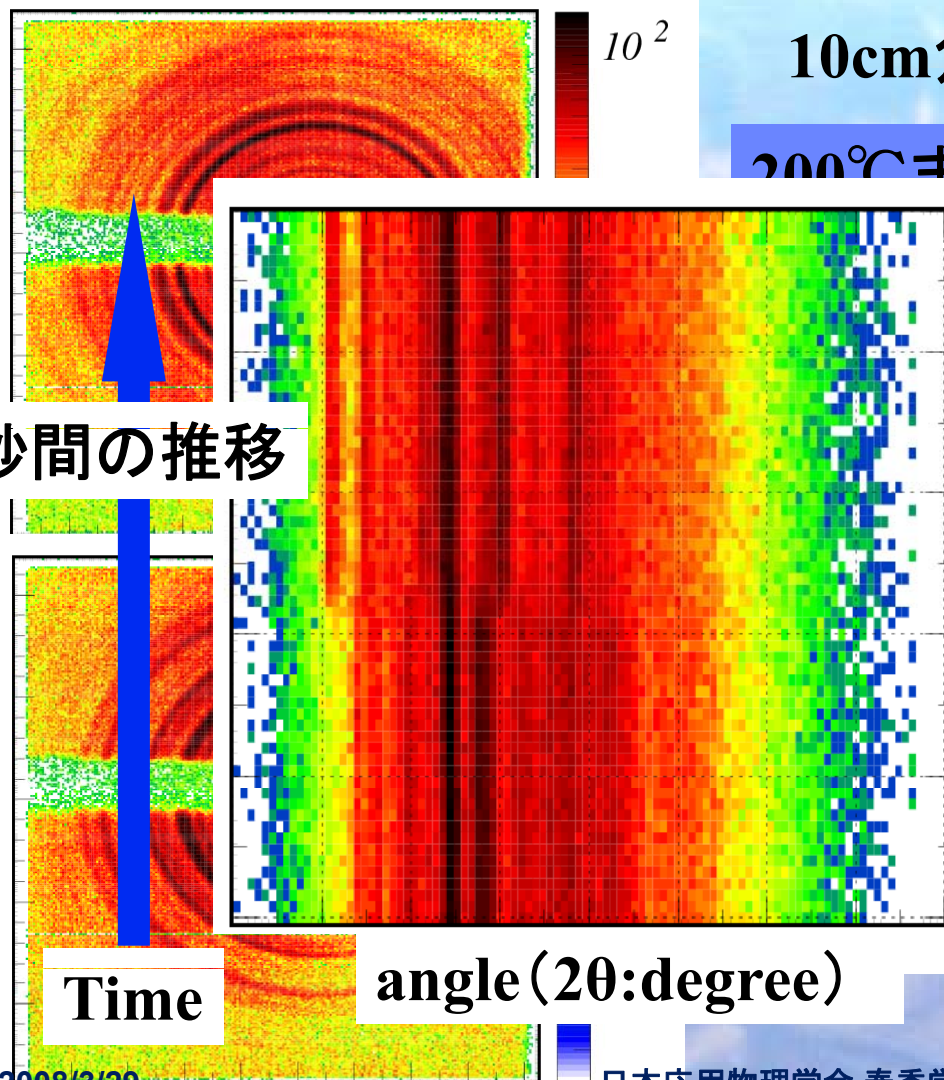
Powder diffraction changing temperature



10cm角μPIC

200°Cまで上昇させて
脱水

65秒間の推移



5秒間の結晶構造
の変化が捉えられている。

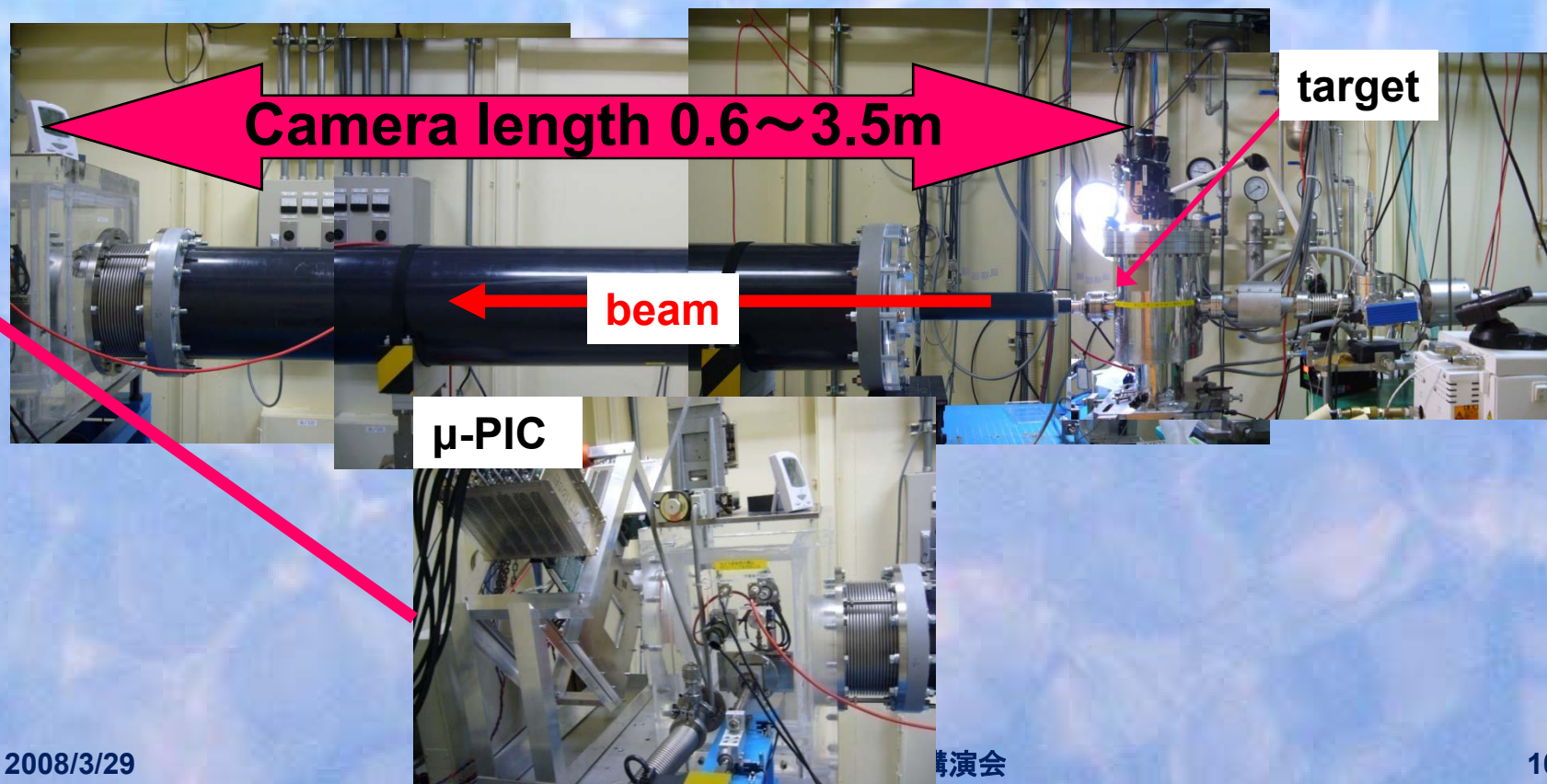
2008/3/29

日本応用物理学会 春季学術講演会

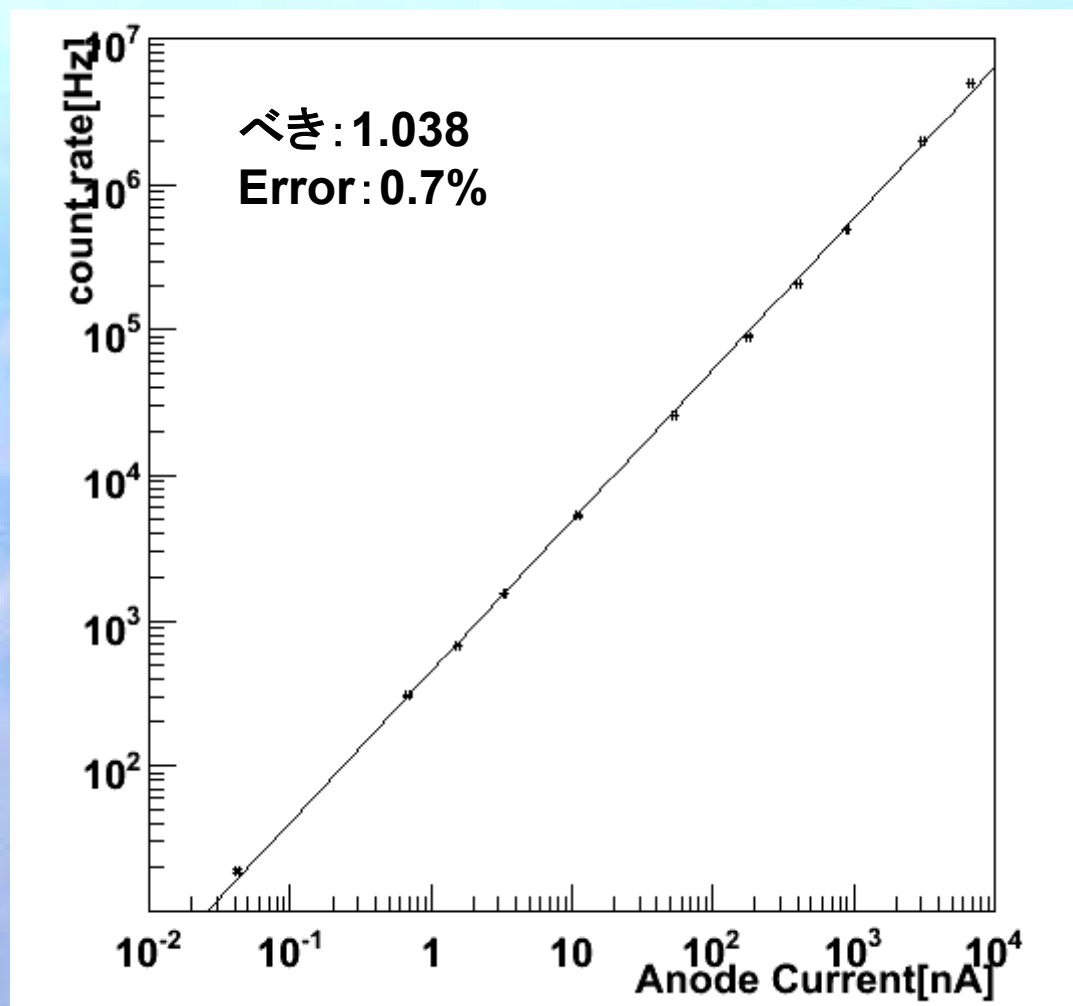
小角散乱

@SPring-8 BL45-XU SAXS station

実用化に向けた性能評価試験



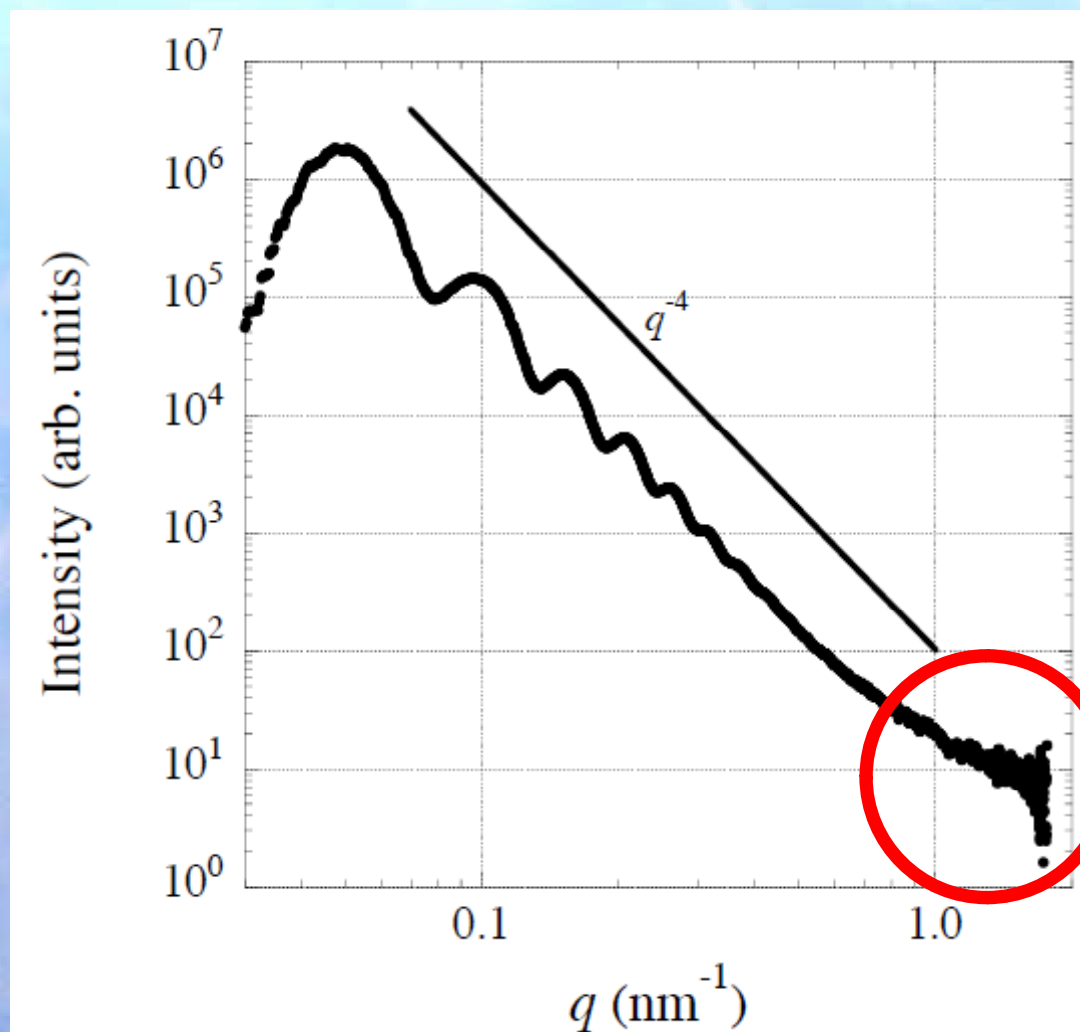
Count Rateの線形性



試料: グラッシーカーボン
X線: 13.8 keV

20Hzから5MHzまで(5桁以上)
線形性を確認
5MHzでの安定動作
←ガスパターン検出器では
世界最高性能
Saturationは見られなかった
低いcount rate領域でも
精度よく測定

Dynamic Range



試料: 金コロイド
X線: 8 keV

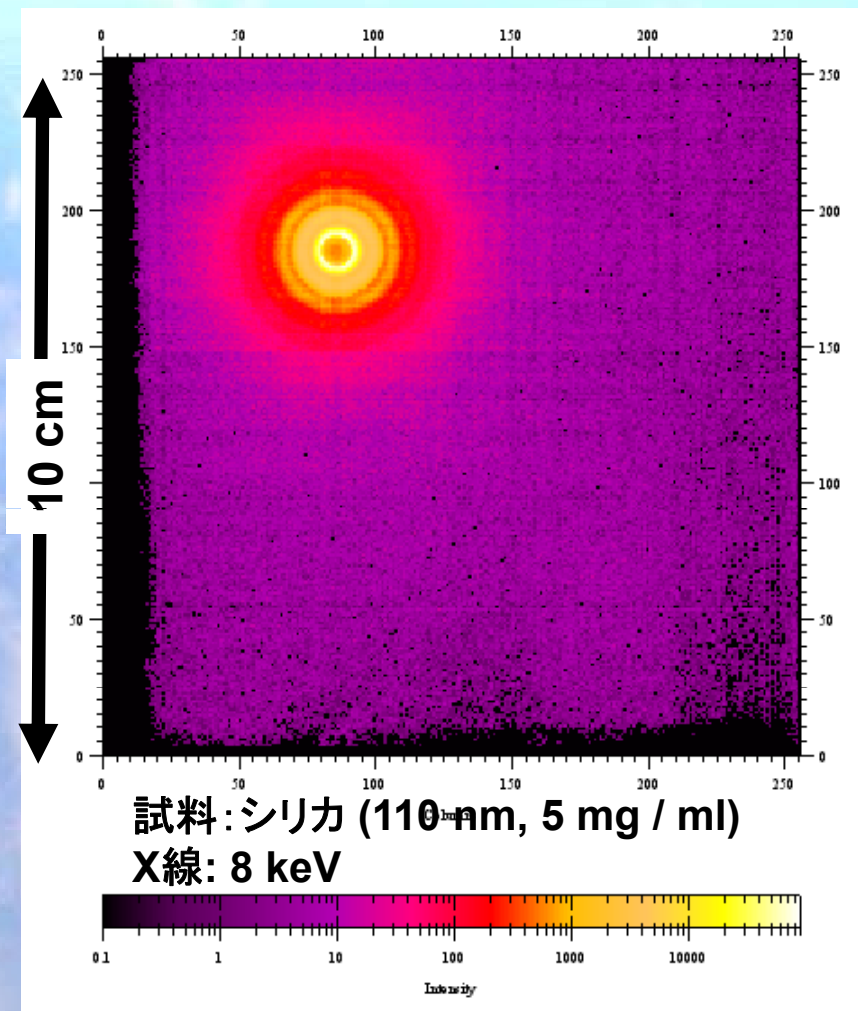
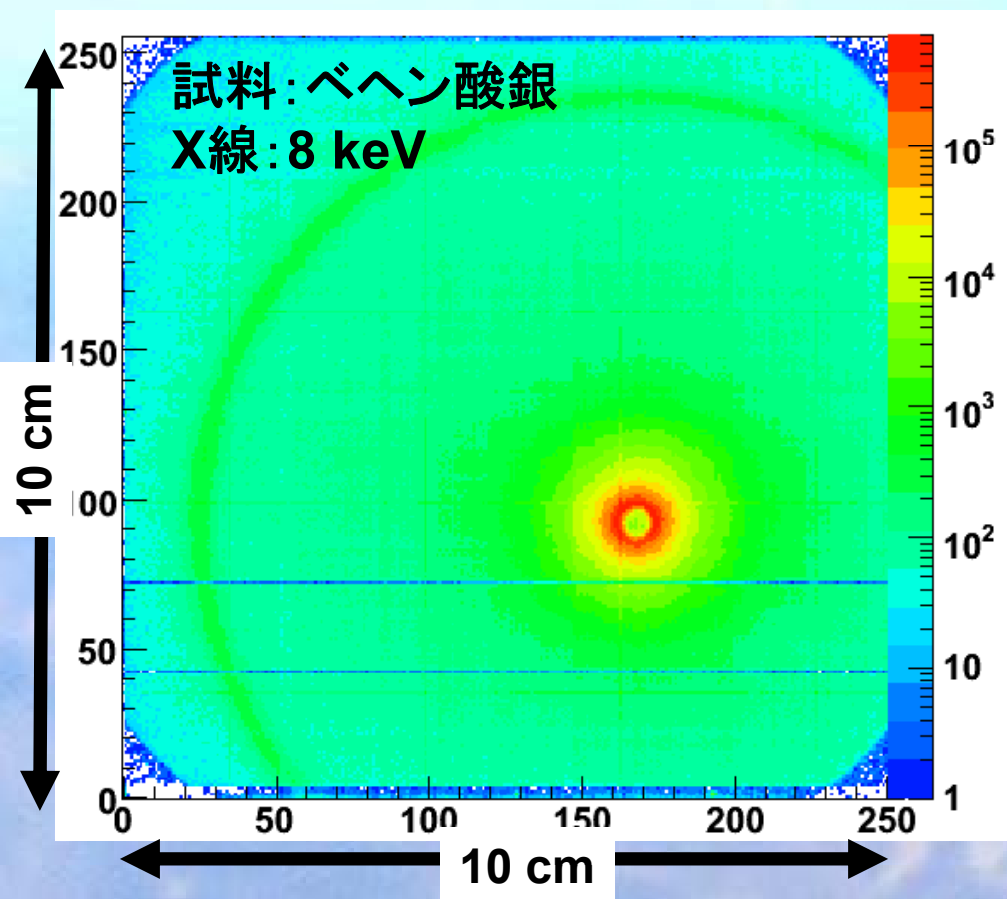
5桁以上のdynamic rangeが
実証された

目標: 7~8桁

→ 検出効率を上げて
データをためる

統計をためる
検出部の端
→ 電場が歪んでいる
→ 改善の余地あり

Powder diffraction in SAXS



- ✓ 感度補正なし
- ✓ 歪み補正なし
- ✓ イメージのゆがみなし

まとめ



| | 現在 | 目標 |
|-------------------------|------------------------|----------------------|
| ピクセル ピッチ | 400 μm | 200 μm |
| 画素数 | 256 \times 256 | 1500 \times 1500 |
| 検出部面積 | 10 cm \times 10 cm | 30 cm \times 30 cm |
| 利得 | $5 \times 10^3 - 10^4$ | $> 10^4$ |
| 利得安定性 | 3.7 % | 1 % |
| Intensity Range(Global) | $< 5\text{MHz}$ | 10MHz |
| 感度均一性 | \sim 数% | $< 1\%$ |
| 画像歪み | $< 1\%$ | $< 1\%$ |

今後の予定

<タイムスケジュール>

6月: 10cm角、30cm角最終テスト

7月: 10cm角or30cm角応用実験

9月: ASIC完成版テスト

検出率向上

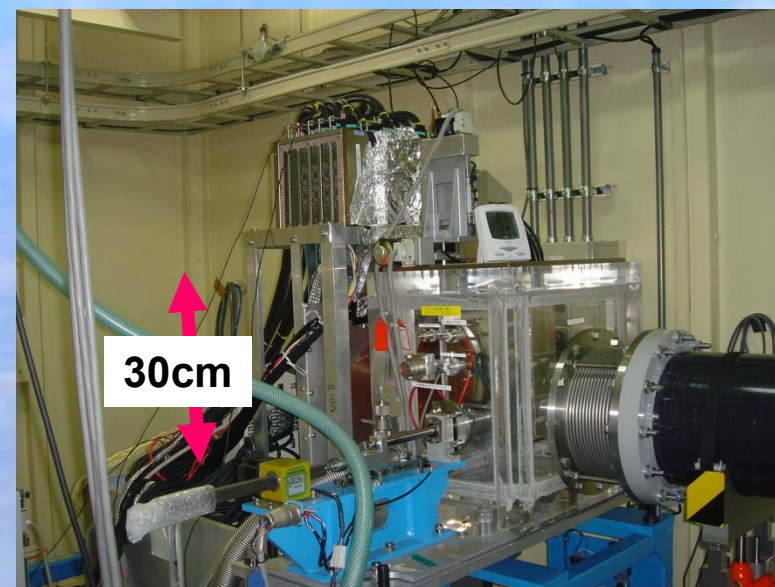
ダイナミックレンジ向上

High rateとlow rateでの

検出器の挙動をstudy

検出部面積30 cm \times 30 cmの

大型検出器動作試験・性能向上



計数型検出器の時間分解能

μ-PICの場合、信号のタイミングは10nsで測定可能

- 小角散乱

→信号は検出器全面に分布

→現在のシステムでは10Mcpsまで処理できる

→構造をみるには 10^5 events程度必要

→時間分解能は $10^5/10^7=10$ msec程度

- 単結晶構造解析

→信号は局在

→小角散乱より少ないイベント数(何イベント必要かは今後評価する予定)で構造を解ける

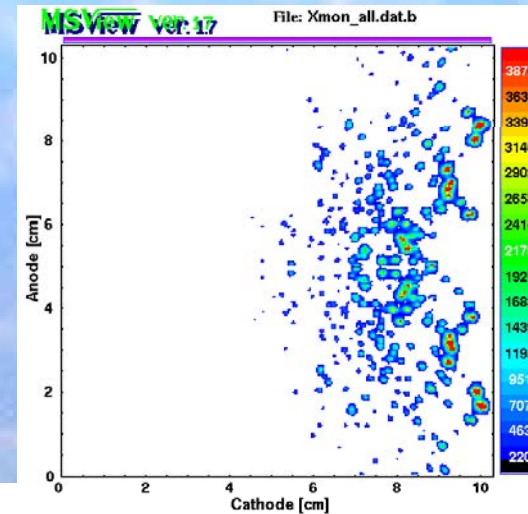
→時間分解能 <10 msec

X-ray Crystal Structure Analysis with μ -PIC

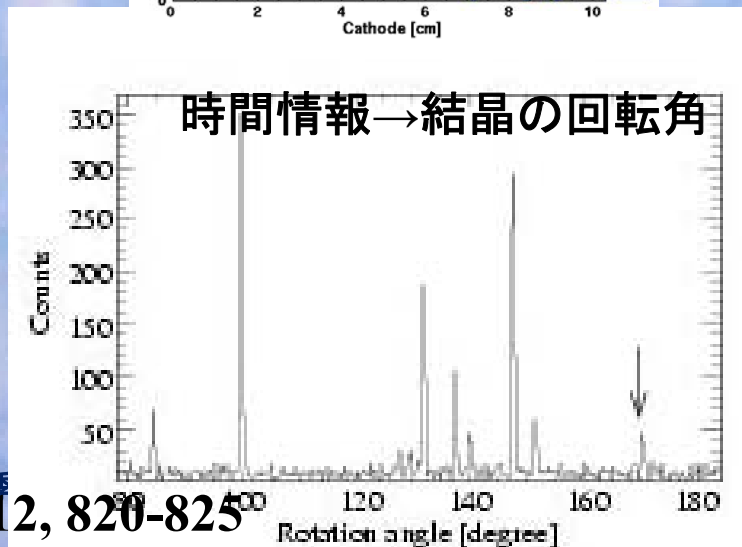
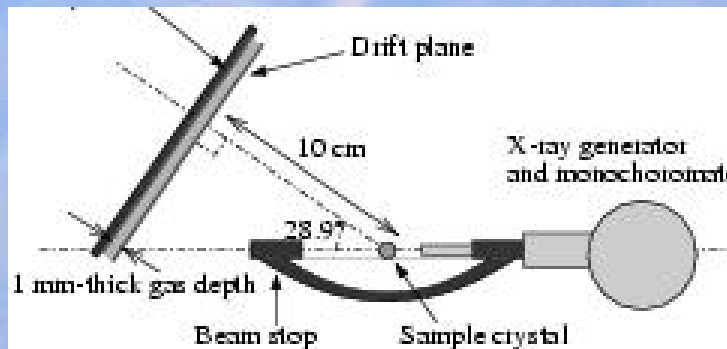
X-ray generator at laboratory

Dec. 2003 @ Tokyo-Tech

$10 \times 10 \text{ cm}^2$ μ PIC



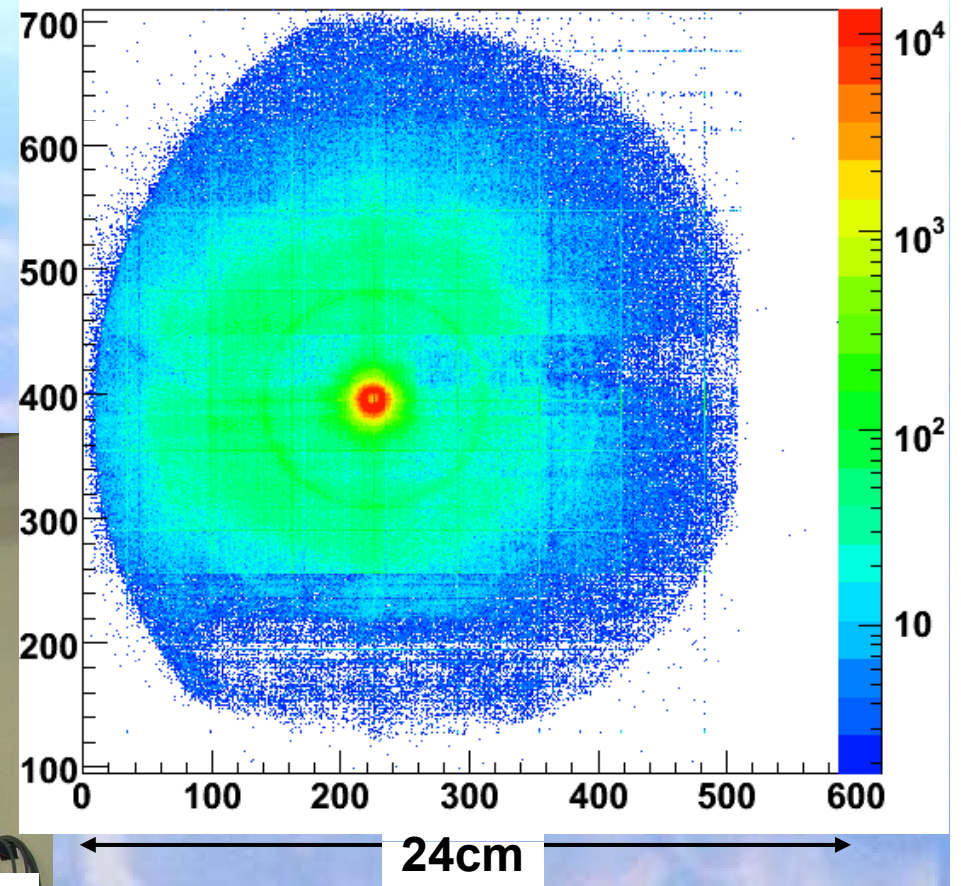
Continuous Rotation Photograph Method



2008/3/29 日本応用物理学会 春季
Takeda et al. J. Synchrotron Rad. (2005) 12, 820-825

大型 μ -PIC(30cm \times 30cm)

30cm角 μ -PICとしては初のビーム試験システムとして動作することを確認
 μ -PIC単体で動作(GEMなし)



First image of 30cm μ -PIC
 試料: ベヘン酸銀
 X線: 13.8 keV

