

# 高速読み出しフォトンカウンティング 2次元検出器の単結晶測定及び テンダーX線領域への応用

株式会社リガク・柳原邦俊

# About Us

株式会社リガク：X線分析・熱分析・X線非破壊検査機器のメーカー



単結晶X線構造解析装置  
XtaLAB Synergy-S



全自動多目的X線回折装置  
SmartLab



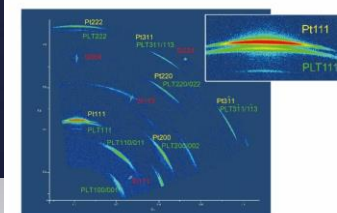
X線源

光学系

検出器

回転対陰極X線源

2DX線検出器  
HyPix-3000



2D Mapping

X線検出器の開発・製造

次世代X線検出器の開発（ラボ・放射光用）

# 目次

1. 高速読み出しフォトンカウンティング  
2次元検出器の単結晶測定
2. 高速読み出しフォトンカウンティング  
2次元検出器のテnder-X線領域への応用

# 高速読み出しフォトンカウンティング2次元検出器

XSPA-500k



XSPA-500k

- 主に放射光での用途を想定
- chip間ギャップなし
- 高速測定が可能

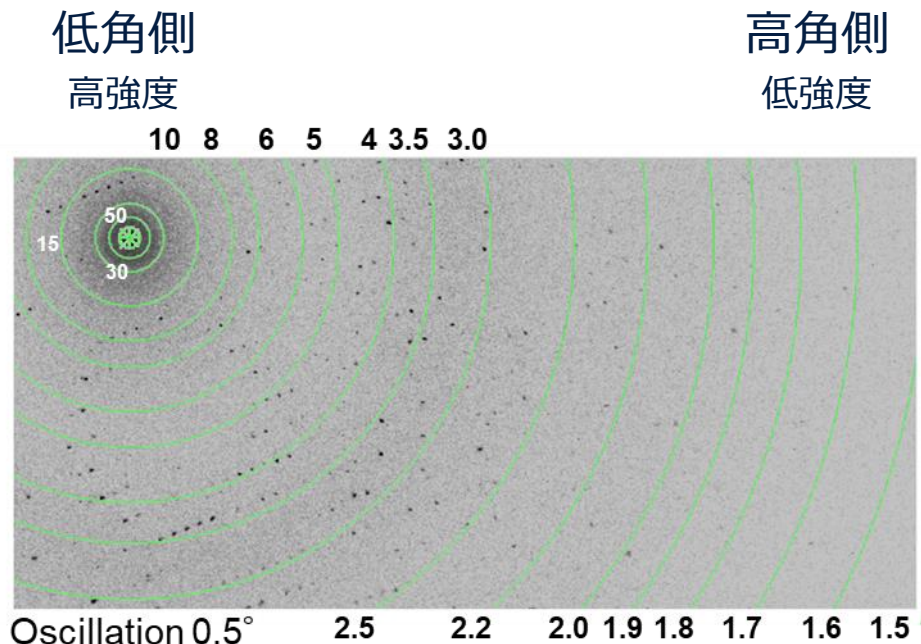
## Specifications

Active Area	77.8 x 38.9 mm
Sensor	Si
Number of Pixels	1024 x 512 pixels
Size of Pixels	76 x 76 $\mu\text{m}$
Counter Depth	14 bit x 2 (long counter mode: 28 bit x 1)
Max Count rate	$> 2 \times 10^6$ cps/pixel
Energy Resolution	$< 20$ % (at Cu Ka, FWHM)
Max Frame Rate	56 kfps (ZeroDead 2-bit / pixel) 33 kfps (ZeroDead 4-bit / pixel) 17 kfps (ZeroDead 8-bit / pixel) 8.5 kfps (ZeroDead 14-bit / pixel)

Y. Nakaye et al., Journal of Synchrotron Radiation **28**, 439-447 (2021)

# 単結晶構造解析

## 高速読み出し2D検出器の利点



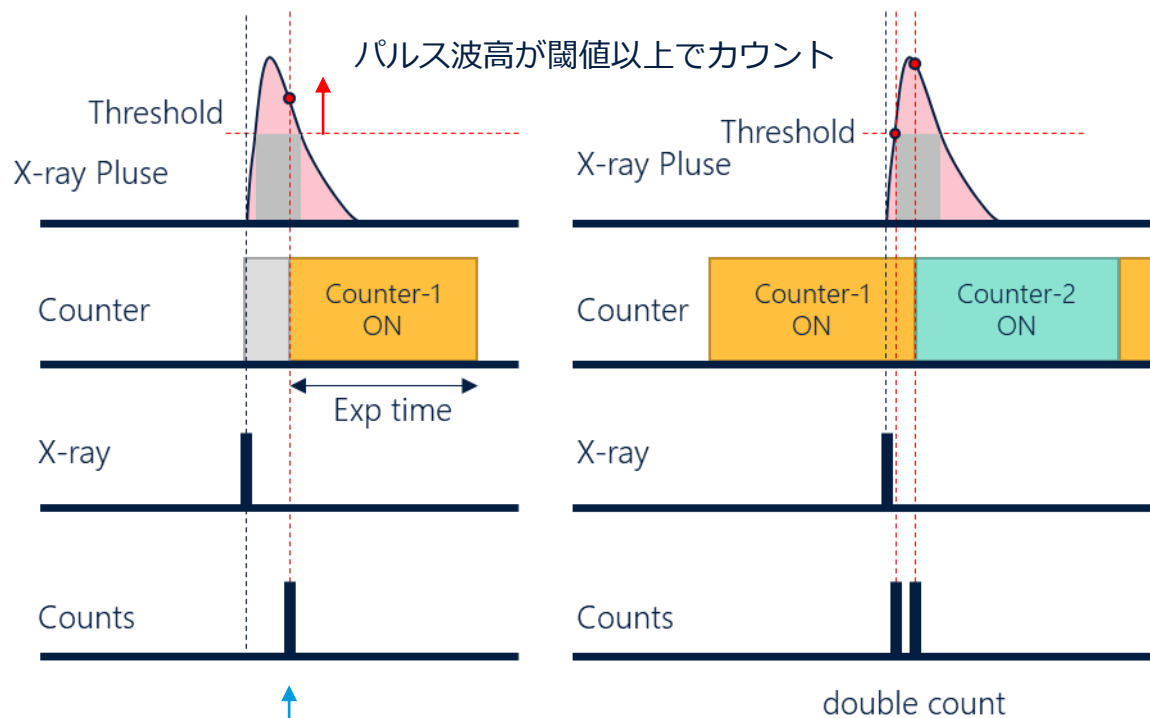
強度が異なるため、低角側と高角側では適切なフレームレートが異なる

	Low Frame-rate	High Frame-rate (Fine slice + Pile up)
Low angle	Saturation	OK (Fine slice)
High angle	OK	OK (Pile up)

高角側を優先した低フレームレート測定では低角側がサチレーションする恐れあり

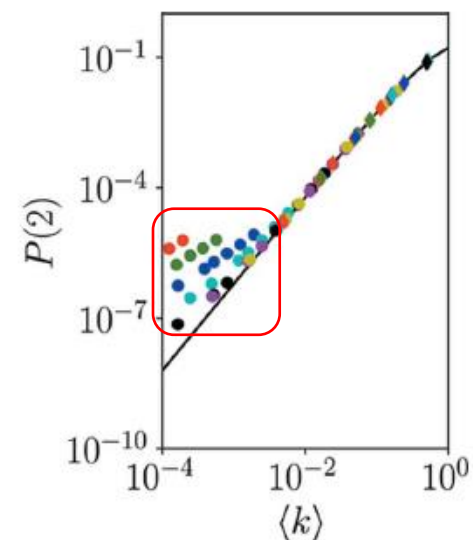
高速測定が可能になれば、低角側も高角側も一度に撮影できる  
測定後に適切な振動角にパイルアップして解析可能

# 連続露光時のダブルカウント



カウンタがONする前にX線が入射しても  
計数することがある

カウンタが切り替わる直前にX線が入射すると  
両方のカウンタで二重にカウントしてしまう



J. Moller et al., Journal of Synchrotron Radiation 26, 1705-1715 (2019)

他社製検出器でXPCS測定をした際に  
理論曲線よりも多くカウントされる  
現象が報告されている

XSPA-500kでは、回路上の工夫によってカウンタ切り替え時のダブルカウントを抑制している（特許出願中）

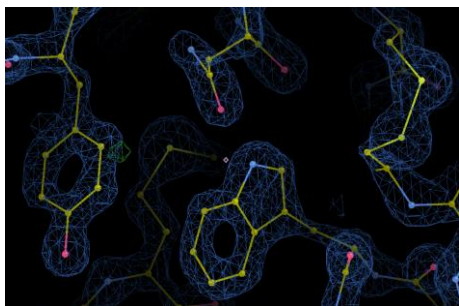
# 目的

前述した利点があるものの、  
単結晶試料を高フレームレートで測定した実施例が少ない  
(ラボ機では強度が不足しているため、検証が困難)

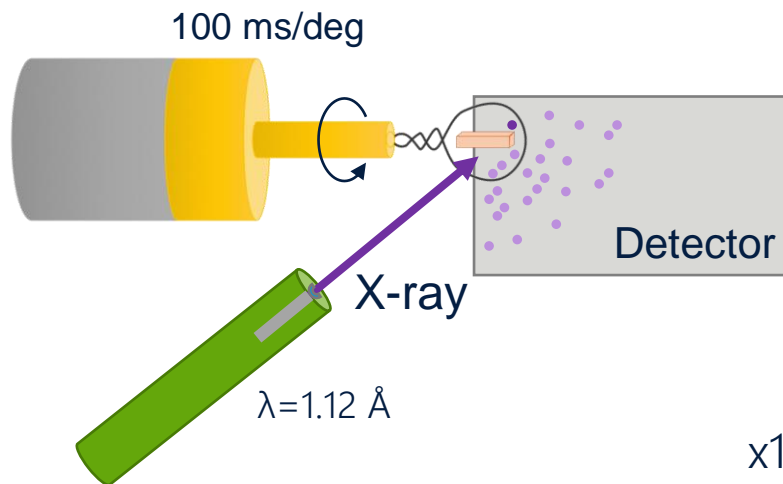
1. 高速測定で単結晶構造解析ができるか検証する
2. 高速測定時に問題となるダブルカウントを抑制できているか検証する

# 実験条件・結果

Aichi SR BL2S1



Sample: Lysozyme crystal



## Experimental condition

condition	Rotation speed (ms/deg)	Oscillation (deg/frame)	Frame rate (fps)
A	100	0.005	2000
B	100	0.5	20

Outer shell (Å)	$R_{int}$ pile up x100		
	0.005	0.5	0.5
3.18-3.0	0.065	0.063	0.060
2.95~2.8	0.066	0.070	0.065
2.72~2.6	0.066	0.093	0.071
2.60~2.5	0.074	0.075	0.062
2.49~2.4	0.080	0.080	0.067
2.38~2.3	0.094	0.088	0.087
2.27~2.2	0.114	0.121	0.122
2.16~2.1	0.119	0.174	0.141
2.05~2.0	0.175	0.183	0.129
1.94~1.9	0.184	0.258	0.152
1.84~1.8	0.363	0.646	0.326
1.73~1.7	0.370	0.845	0.690
1.63~1.6	2.369	2.963	1.537

x100のピルアップをしても $R_{int}$ にあまり変化はない  
⇒ダブルカウントが抑制できている



# 目次

1. 高速読み出しフォトンカウンティング  
2次元検出器の単結晶測定
2. 高速読み出しフォトンカウンティング  
2次元検出器のテnder-X線領域への応用

# 目的

テンダー領域：1~4 keVのエネルギー帯

- 放射光施設でテンダー領域を使用した研究が多数報告されている

テンダー領域で使用できる高速2次元フォトンカウンティング検出器がない  
⇒現状は蛍光体を介した2次変換後にCCDなどを使用

(kfps オーダーのフォトンカウンティング検出器しか存在しない)

技術的な課題

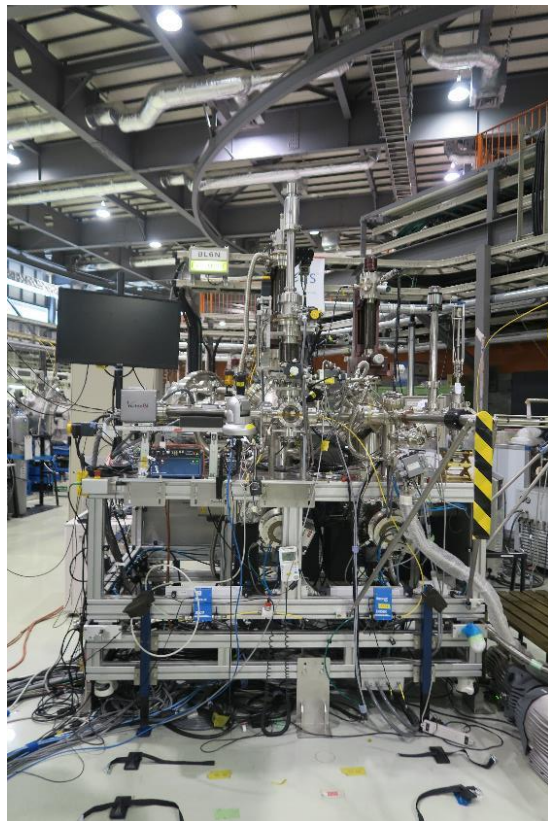
⇒ノイズとテンダーX線の信号の分離

ノイズと信号の分離に優れるテンダー領域対応の  
高速2次元フォトンカウンティング検出器の基礎評価をおこなった

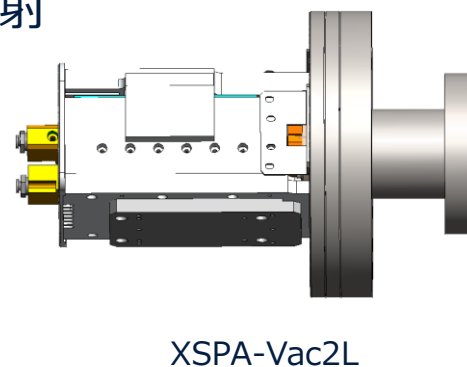
# 実験装置構成

Aichi SR BL6N1 軟X線—硬X線中間領域：1.75～6.0 keV

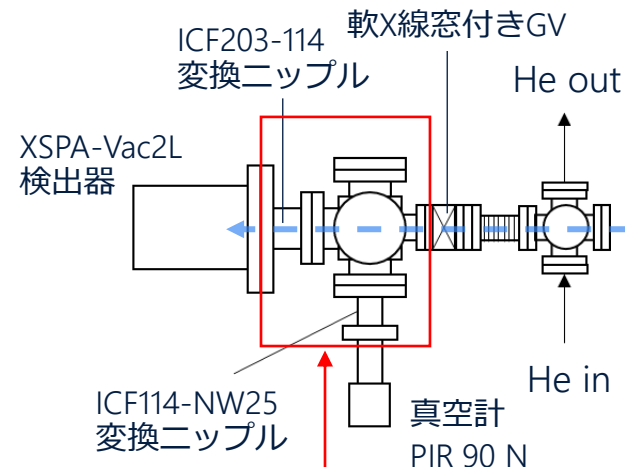
以下の構成でダイレクトビームを照射



Aichi BL6N1

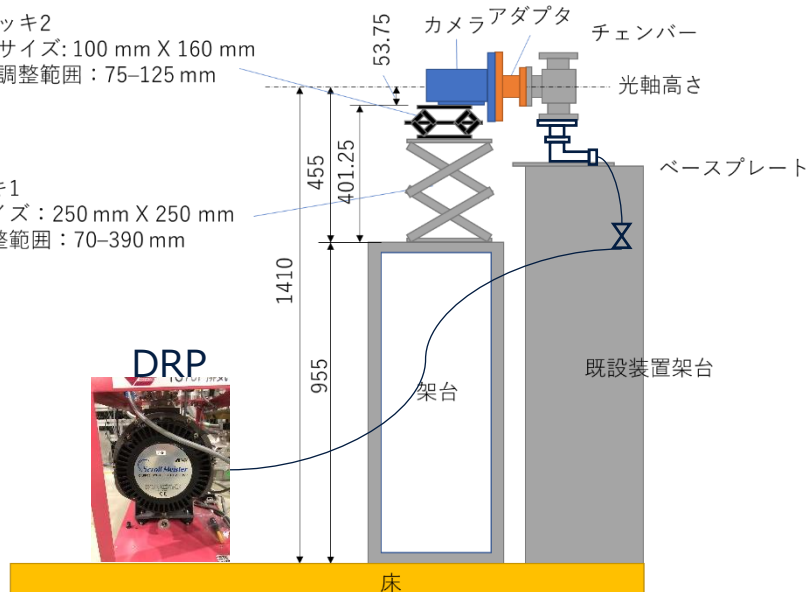


XSPA-Vac2L



ジャッキ2  
天板サイズ: 100 mm X 160 mm  
高さ調整範囲: 75-125 mm

ジャッキ1  
天板サイズ: 250 mm X 250 mm  
高さ調整範囲: 70-390 mm

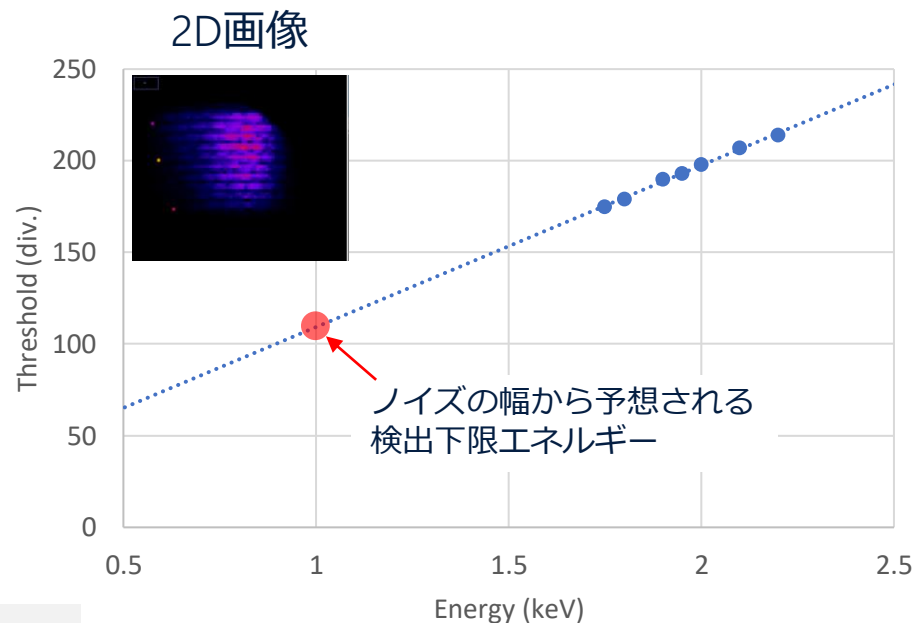
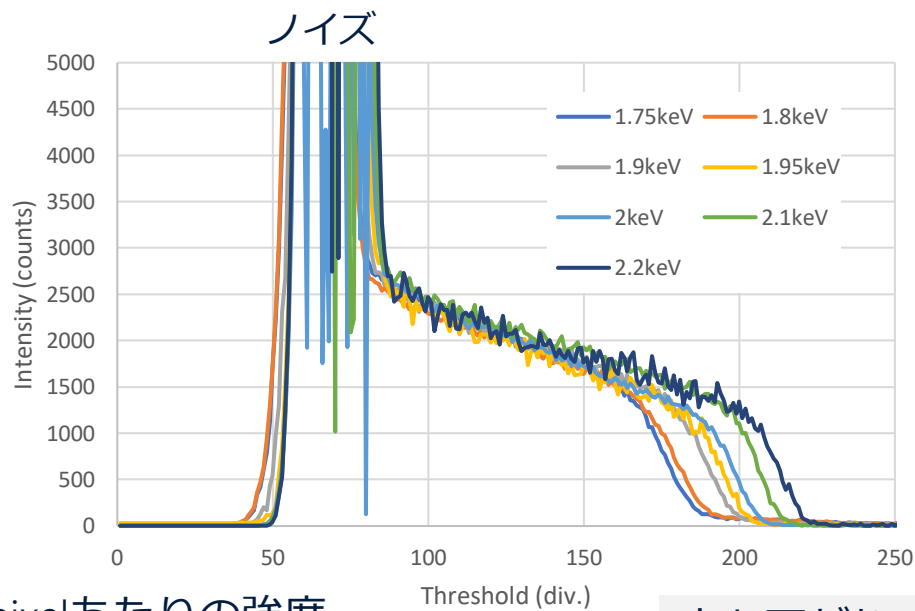


大気～真空  
※強度調整部分

到達圧力  
 $7.54 \times 10^{-1} \text{ Pa}$

# 実験結果

## 1.75 keVまでの低エネルギーX線を検出



1 pixelあたりの強度  
縦軸は規格化

X-ray profile

立ち下がり  
≒ X線のエネルギー

Energy linearity

X線プロファイルが急に立ち下がり、ある程度のX線のエネルギー分解能がある

入射X線のエネルギーと信号の波高値 (Gain)が線形であり、  
エネルギーの線形性も担保されている

# まとめ

## 単結晶測定

- 高速単結晶測定を実施し、パイルアップ枚数を漸次変更することで低角から高角までを一度のスキャンで測定可能であることを示した
- ダブルカウント抑制が機能していることを確認した

## テングダーX線領域への応用

- フォトンカウンティング高速2次元検出器において、1.75～ 2.2 keVのテングダーX線を検出できることを確認した  
(エネルギー下限値約 1 keVまでは検出できる可能性あり)

現状では、テングダー領域のフォトンカウンティング2次元検出器は存在しないため、この特長を活かしたアプリケーションがあれば積極的に実験をしたい

※我々は検出器の開発Gなので、アプリケーションに関する知識が不足しています。  
応用的なアプリケーションのご助言などをいただけると幸いです

# 謝辞

本研究は2022年度 成果公開無償利用事業 として、  
科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センターの  
BL2S1およびBL6N1でおこないました。

実験をサポートして下さった名古屋大学 シンクロトロン光研  
究センターの梅名先生ならびに小野田先生、陰地氏に感謝申  
し上げます。