



時分割小角散乱実験用検出器

八木直人 財団法人高輝度光科学研究センター 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1

要旨 時分割小角散乱実験を行うには、検出器はそれに合ったものでなければならない。これまでに多くの検出器が開発されてきているが、汎用的で理想的な性能を持つものは無い。それぞれの検出器について、骨格筋の時分割 X 線回折実験を主な実験例として解説する。

1. 時分割 X 線小角回折・散乱実験

昔も今も、時分割実験は放射光の魅力的なアプリケーションの一つとされている。しかし、実際には放射光を用いた時分割実験は意外に行われていない。小角散乱はその中では例外的に、時分割実験が多く行われている分野である。その理由は、小角散乱が物質の大きな構造を観察しているからであると考えられる。大きな構造に関する情報は、回折実験では回折角の小さな領域に現れるので、必然的に小角散乱の測定が必要となる。その一方で、大きな構造は変化がゆっくりであるため、回折の変化は遅くなる。光受容タンパク質分子を例にとると、光を受容するのはレチナールなどの小さな部分があることが多く、この部分の光受容による構造変化はフェムト秒で生じる。これは現在得られる放射光では測定できないくらいに速い。しかし、タンパク質化学としてもっとも興味深いのは、このレチナールの局所的な構造変化が、タンパク質分子全体の構造をどのようにして変えるかである。タンパク質分子は分子量が数万もある大きなものなので、その構造変化は多くの中間構造を取りつつゆっくりと進行する。そのため、最も大きな変化が観察されるのはマイクロ秒領域となる。筋肉のようなタンパク質分子の複合体の場合には、さらに構造変化は遅く、タンパク質分子どうしの結合や解離まで含めると、数10ミリ秒の時間がかかる。

2. 時分割 X 線回折実験の総論

2.1 時分割実験の二つの方法

時分割回折実験(ここでは散乱も回折を含むことにする)には二通りの方法がある。ひとつは高速のシャッターを用いて、特定の「瞬間」の回折像を記録する方法である。X 線がパルスで得られる場合には、一つのパルスを選択するだけの時間幅の X 線シャッターが必要なだけである。時間経過を追うには現象を引き起こしてからシャッターを開くまでの遅延時間を変えて、何回も回折像を記録する。こ

の方法の場合には、検出器には時間分解能は必要なく、時間分解能は X 線シャッターの速度(もしくは X 線パルスの幅)だけで決まる。したがって、放射光のパンチ長までの時間分解能が得られるため、非常に速い現象を観察することが可能である。検出器としては、一瞬の間に来るフォトンすべて効率よく記録するために、イメージングプレートなどの積分型検出器(後述)が用いられる。Keith Moffat らが中心になって行われてきたタンパク質結晶の時分割白色ラウエ回折実験は、このような実験の典型的な例である¹⁾。放射光のパルス性を生かして、ピコ秒の時間分解能でタンパク質分子の構造変化を追跡する実験が行われてきている。将来 X 線自由電子レーザーなどのパルス性の X 線源を用いて行われるであろう実験も、この型の実験となると予想される。このタイプの小角散乱実験としては、岡らのバクテリア紫膜の研究^{2,3)}や、APS における昆虫飛翔筋の X 線回折実験⁴⁾が代表的である。

X 線シャッターを用いる実験では、一度に一フレームしか記録できないという欠点がある。遅延時間を変えて多くの時間点を記録するのは時間がかかるし、現象が多数回繰り返す必要でなければならない。特に生物材料では、繰り返し可能な現象は少ない。したがって、大量の均一な試料を用意して、多くの実験を繰り返さねばならない。この問題を解決するには、時間分解能を持った X 線検出器を用いた連続時分割実験が必要となる。

連続した時分割実験では、X 線を試料に連続照射し、回折を連続的に記録する。したがって検出器も、連続して多くのフレームを(例えばテレビカメラのように)記録できなければならない。少ない繰り返しで時分割実験を行うには、一回の測定で十分な大きさの信号が得られることが必要である。これには、入射 X 線の強度が高いことが必要であり、放射光が必要とされる所以である。しかし、これは検出器に入射するフォトン数が多くなるということであり、検出器が高いフラックスに対応できることが条件となる。以下は、このような連続時分割実験用の X 線検出器について解説する。

なお、連続して画像を記録する時分割実験は、試料に強い X 線を連続して照射しなければならないため、放射線損傷が避けられない。したがって、この方式で時間分解能を更に上げるには、これまでよりも強い X 線、高速の検出器、そして放射線損傷に強い試料が必要となる。現在では、多くの実験において、放射線損傷が最大の問題になりつつある。

2.2 X 線検出器：積分型と光子計数型

X 線検出器は、一般に積分型と光子計数型がある。光子計数型は、文字通り検出器に入射した X 線フォトン一つずつ計数する。一つ一つのフォトンの信号を処理しなければならないため、入射フォトン数が多い場合には高速の信号処理回路が必要となる。昔からよく使われている一次元 PSPC (Position Sensitive Proportional Counter) や、二次元ガス検出器などが代表的なものである。ピクセルアレイ検出器も、このタイプのものが主流である。

小角散乱・回折実験では、一般にビームストップ周辺の回折・散乱は非常に強く、広角領域の強度は低い。そのため広いダイナミックレンジを持つ検出器が必要となる。光子計数型の検出器は、後述の積分型検出器のような読み出しに伴うノイズが無いいため、広いダイナミックレンジが得られると一般には考えられている。しかし実際には信号処理系が低速なため処理可能なフォトン数に制限があり、ダイナミックレンジが不足する場合が多い。

いっぽう積分型検出器は、X 線フォトン電荷などの形で蓄積し、まとめて読み出すものである。フォトン一つずつを処理する必要はないが、読み出し時にノイズが混入するため、フォトン数が少ないときには S/N が悪い。X 線イメージンシファイア、フラットパネル検出器、X 線テレビカメラ (サチコンなど)、イメージングプレートなどが代表的な積分型検出器である。

放射光技術の進歩に伴って、放射光実験では概して検出器に入射するフォトン数は増加する傾向にある。光子計数型の検出器では入射フォトン数に追いつかないため、放射光ビームラインで 사용되는検出器は現在では積分型が主流となっている。

3. 時分割 X 線小角散乱実験用検出器の各論

3.1 一次元 PSPC

一次元の X 線検出器は、一般に回折のごく一部分しか計測しないため、効率の悪い検出器であり、将来的には二次元検出器で置き換えられてゆくものと考えられる。しかし、時分割実験に使用可能な X 線検出器の種類は少ないため、現在でも一次元 PSPC が使われることは多い。

現在フォトンファクトリーの BL15A で使用されている一次元 PSPC による時分割測定装置は、Fig. 1 のようになっている⁵⁾。これは数多くの時分割実験で用いられ、多く

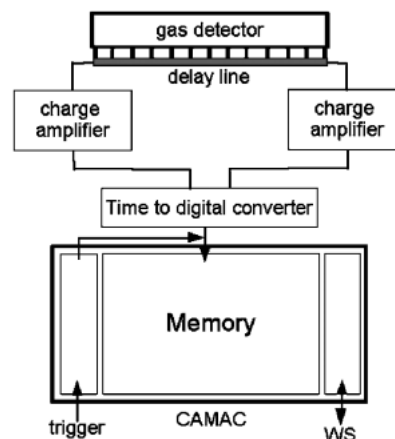


Fig. 1 Schematic diagram of the PSPC system at BL15A in Photon Factory. The analog data acquisition system is not shown. The CAMAC data bus is connected to a workstation (WS).

の実績を持つシステムである。使用されている PSPC は有効長 20 cm のリガク社製ディレイライン型である。X 線がガスを電離して生じた電荷パルスは、ディレイラインの両端に現れるが、入射した場所によって両端で時間差が生じるので、それを TDC (Time to Digital Converter) でデジタル値に変換して読み取る。デジタルデータは CAMAC を用いてヒストグラムメモリーに保存し、コンピュータに取り込む。最高時間分解能は 1 ミリ秒である。このシステムは 20 年以上前のものであるが、時分割 X 線回折実験に必要な要素がすべて含まれている。以下にそれらの要素について説明する。

まずトリガの問題である。時分割実験は、何らかの方法で試料に一過性の現象を誘起して、それに合わせて測定を行うものである。したがって、現象と測定の同期が必要である。これには実験機器にトリガパルスを発生させ、これを用いて検出器のデータ収集を開始することが多いが、トリガ後に測定が始まるまでの時間は検出器側の信号処理回路の特性で決まり、トリガしてもすぐに測定が始まるわけではない。また、トリガ前のデータを比較のために得ておきたい場合も多いが、その場合には現象が何番目かのフレームの先頭で始まるように遅延を工夫しないと、時間分解能が十分に生かされない。タンパク質溶液のストップフロー実験のように、トリガがいつ発生するか分からない場合には、現象前のデータは得られないことも多い。このようなトリガや遅延の設定は、デジタルパルス発生器や電気刺激装置を用いて行うのが一般的である。

もう一つは、アナログデータの同時計測である。最も一般的なのは、イオンチェンバーで入射 X 線の強度を計測し、各フレームごとの値を記録する場合である。入射 X 線強度は X 線実験データの一部であり、回折データと一緒に保存されることが望ましいので、BL15A の測定システムもそのように設計されている。しかし、実験によって

は試料に関するアナログ量の種類が多く、またフレーム間隔以上の時間分解能で測定したい場合も多い。このような場合には別個にパソコンに繋がったAD変換器を使用し、フレームごとに検出器からパルスを出力して同時記録することにより、実験後にX線データとアナログデータの対応付けを行うことになる。

一次元PSPCの信号処理系は一般に低速なので、毎秒数万フォトンまでしか処理できないことが多い。BL15AのX線強度でもこれでは不足なのだが、実際には使用されているガスがアルゴンを主体としたものであるために、検出効率も20%以下しかない。フォトンを数え落とすことによって放射光のフラックスに対処しているのが現状である。

3.2 マイクロギャップ二次元検出器

二次元ガス検出器を備えた小角散乱ビームラインは少なくない。英国Daresbury研究所のSRSの3つの小角散乱ビームラインはいずれも二次元ガス検出器を使用しており、ESRFのID2にも二次元ガス検出器がある。また、台湾や韓国の小角散乱ビームラインも、二次元ガス検出器を使用している。しかし、多くの二次元ガス検出器は信号処理が十分に速くないため、放射光の強いフラックスに対応できず、強い散乱体に対してはビームを減衰させて使用することが多い。

RAPID (Refined ADC Per Input Detector) は、時分割小角散乱実験のために開発された高速検出器である⁶⁾(Fig. 2)。マイクロギャップ方式という、電極間の距離を極力小さくする設計を用いることにより、一つのX線フォトンによって生じる電荷の寿命を短くしている (Fig. 3)。さらに、高速のフラッシュADCを用いて信号処理を行うことにより、検出器全体で毎秒1000万フォトンを計測できる。各アノードワイヤとカソードストリップのそれぞれに対してプリアンプがあり、その出力をデジタルに変換するADCボードが16枚ある。X軸とY軸の座標の相関を取る correlator board や、ワイヤ間の座標の補間を行う lookup board など、その信号処理回路は大規模なもので、水冷チラーの付いたラックが必要である。

RAPIDの時分割データ処理系は、TFG (Time Frame Generator) というモジュールを基本としている。これはプログラム可能なパルス発生器で、計測されたフォトンメモリーのどの部分に格納するかを制御する。TFGはこの他にもX線シャッターを制御したり、実験装置ヘトリガパルスを送ることによって、実験全体を制御できる。時間分解能は20マイクロ秒となっている。各フレームのアナログデータの保存も、TFGを用いて行える。

RAPIDのような光子計数型のX線検出器は、読み出しノイズが無いため、実験を繰り返して微弱な信号を加算する場合に有用である。単一筋線維の子午線反射の時分割測定⁷⁾などが代表的な応用例であろう。

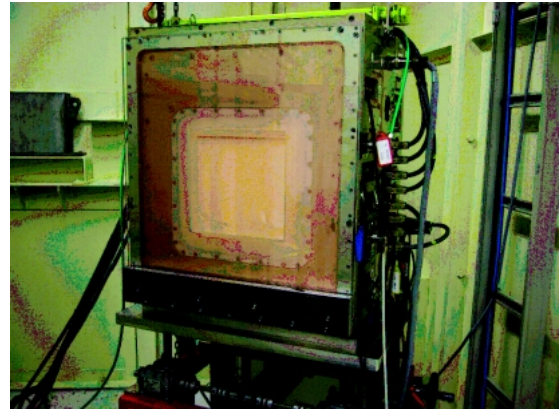


Fig. 2 RAPID detector head installed in the experimental hutch of BL40B2 at SPring-8.

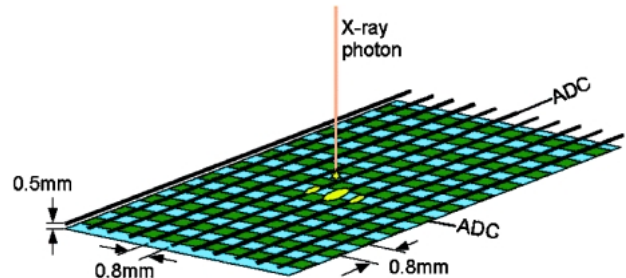


Fig. 3 Electrode arrangement of RAPID. Cathodes are printed on a board, while anodes are tungsten wires. The gap between them is 0.5 mm. Each strip or wire is connected to an AD converter.

RAPIDにも問題はある。20 cm 角の検出領域に一樣にX線が入射した場合には毎秒1000万フォトン計測できるが、局所的に強いX線(1平方ミリに数10万フォトン以上)が入射すると全体のフォトン数が少なくとも数え落としが発生する。合成高分子のように小角領域に強い散乱を生じる試料の場合には、これが計測数の上限を決定することになる。

RAPIDはキセノンを主体としたガスを使用しているが、加圧できる設計になっていないために10 keVを越すようなX線エネルギーにおいては計数効率が低下する。しかし最近では試料の放射線損傷を避けるために高いエネルギーのX線が用いられる傾向があり、この点もRAPIDには不利である。また、カメラ距離を短くして広角領域を測定しようとするガス厚みによる斜め入射の問題が生じるなど、実験の制約は強い。それでも、理想的な状態で計測されたデータの質は積分型検出器では望めないものである。

SPring-8にも現在RAPIDが設置されているが、時間分解能や大量のフォトン計測が可能だという長所よりも、微弱な信号を精度良く測定可能だという利点を生かすために、アンジュレータビームラインではなく比較的X線強度の弱い偏向電磁石ビームライン(BL40B2)に設置して

ある。

3.3 X線イメージンシファイア

X線イメージンシファイア(X-II)は元来医療用に使われてきたものだが、入射面の窓材をアルミニウムからベリリウムに交換することによって、放射光のX線回折実験でも使用されるようになった⁸⁾。X-IIは、入射面のCsIによってX線を可視光に変換する。次にこの可視光をフォトカソードで電子に変換し、この電子を電場で加速して出力窓の蛍光体に当てる(Fig. 4)。蛍光量は電子の持つエネルギーに比例するため、出力蛍光面で発生する蛍光は入射蛍光面よりも多い。これによってX線の作り出す微弱な蛍光を増幅して、検出器としての感度を増加させることが可能である。実際、X-IIの出力面を肉眼で観察していると、自然放射線による蛍光を見ることができくらいである。

X-IIのもう一つの機能は、画像の縮小である。X-IIには電子レンズ系が組み込まれており、これを用いて画像の大きさを変えられる。一般に出力面の画像はレンズ系を用いてテレビカメラやCCDで観察することが多いが、この際に観察する画像とカメラのCCDチップの大きさがあまり異なると光の損失が大きいため、X-IIで画像を適当に縮小することが多い。

X-IIは、蛍光体を入射面と出力面と二箇所に使っている。入射面の蛍光体は、X線の検出効率を上げるためには厚いことが好ましいが、そうすると蛍光体の中での光の散乱によって空間分解能が低下する。これを避けるためにCsIの針状結晶が用いられる。CsIはその成長法によって太さ10ミクロン程度の針状の結晶となる。このような蛍光体にX線が吸収されると、発生した蛍光の一部は針状結晶に沿って伝わってゆく。屈折率の違いによって、蛍光は針状結晶の外には出ないので、効率よく分解能を落とさずに光をフォトカソードまで導くことが出来る。現在用いられているCsIの厚さは150ミクロン程度である。

時分割実験で大切なことは、蛍光体の残光を必要な時間分解能以下に抑えることである。CsIの蛍光の寿命は10マイクロ秒以下と言われており、ほとんどの実験では十分に速い。しかし出力蛍光体にもっともよく使われるP43($Gd_2O_3S:Tb$, GADOXと呼ばれる)は蛍光強度は強いが残光が1ミリ秒以上持続するため、高速の時分割実験には注意を要する。10~100マイクロ秒程度の時間分解能が必要であれば、P46($Y_3Al_5O_{12}:Ce$)を用いるのが適当であろう⁹⁾。

X-IIの問題は、入手が困難なことである。浜松ホトニクス社は6インチのX線イメージンシファイア(V5445P)の製作を中止しており、海外での唯一のメーカーだったトムソンも、注文してもいつ納品されるか分からないという状況である。4インチ径のイメージンシファイアは現在でも入手可能なので、これをうまく使い

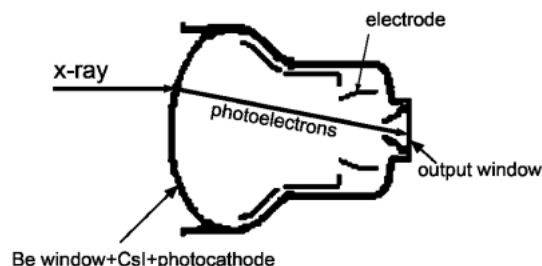


Fig. 4 Operation of an x-ray image intensifier. The output window is a glass plate with a thin phosphor layer on its inner side.

こなしていかなければならない。

X-IIの出力面を観察するカメラには、さまざまなものが用いられてきているが、現在はCCDが一般的である。静的な測定には時間分解能は低いがノイズの少ない冷却CCDカメラが用いられ、動的な測定には高速のCCDカメラが用いられる。カメラを交換して使用できることが、イメージンシファイアの有用性を非常に高めている。

時間分解能数10ミリ秒の時分割実験には、デジタルの高速CCDカメラを用いることが多い。例えば浜松ホトニクス社製のC4880-80やC9300-201などである。これらのカメラはVGA画像(640×480ピクセル)を毎秒30~150フレームの速度で連続して読み込むことができる。もっと低速でよければ、C7300のように画素数の多いものも使用できる。これらのカメラに用いられているCCDはインターライン方式と呼ばれ、受光素子の画素の他に、遮光された画素を持っている。フレームの切り替わりには、受光素子に蓄えられた電荷が遮光された画素に転送される。受光素子が次のフレームの画像を記録している間に、遮光された画素に蓄えられた電荷を読み出す。したがって、時間分解能は全画素の電荷を読み出すのに必要な時間ということになる。

時分割実験においては、これらのカメラは外部からのトリガパルスに合わせて画像の記録を開始できる。さらに、画像を小さく(走査線の数を減らす)ことによって、毎秒あたりのフレーム数を増加することが可能で、C4880-80でも640×56ピクセルの領域だけを用いて、5ミリ秒の時間分解能で測定を行った骨格筋実験の例もある¹⁰⁾。また、画像を小さくしなくても、X線シャッターとフレームを同期させることによって一つのフレームを細分化して時間分解能を上げるという方法もある。これについては文献を参照されたい⁹⁾。現在このシステムは、フォトンファクトリーでもSPring-8でも時分割実験の主要な検出器となっており、タンパク質溶液散乱実験^{11,12)}や、紫膜¹³⁾、心筋¹⁴⁾などの時分割実験に用いられている。

これらの高速カメラは低速の冷却CCDカメラと比べると読み出しノイズが大きいため、X-IIで十分に画像を明るくしておく必要がある。その一方で、これらの高速カメ

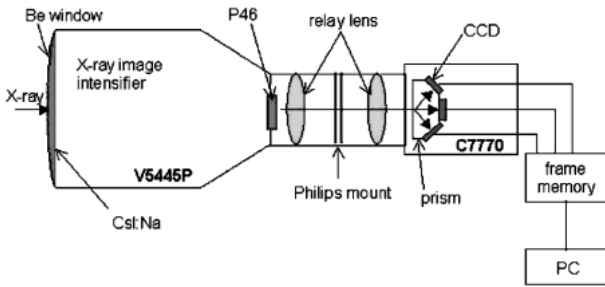


Fig. 5 Schematic diagram of the 3-CCD camera in combination with an x-ray image intensifier.

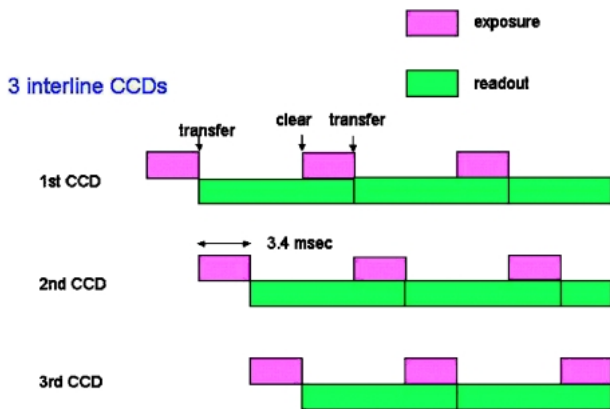


Fig. 6 Operation of the 3-CCD fast camera. Three CCD chips work alternately. Before an exposure, charges in the pixels are erased. After an exposure, charges are transferred to light-shielded pixels. They are read out during the next 10.2 msec.

ラの AD コンバーターは10~12ビットあり、ダイナミックレンジが狭いため、X-II とカメラの間に絞りを置いて適当に明るさを調整する必要もある。

最も高速な CCD カメラとしては、浜松ホトニクス社製 C7770が挙げられる⁹⁾ (Fig. 5)。これは、プリズムを使って入力画像を3つに複製し、3つの CCD を使って交互にそれらを記録することにより、フレーム速度を3倍に増したものである。

3つのインターライン CCD は、それぞれ10.2ミリ秒で読み出せる。露光時間はこの1/3の3.4ミリ秒にして、残りの時間に入ってきた光は読み捨てて記録しない。これを3つの CCD で3.4ミリ秒ずつずらして行うことによって、3.4ミリ秒の時間分解能を達成できる。得られた画像はフレームメモリに送られ、測定後にパソコンに読み出す (Fig. 6)。一秒間のデータ量は180メガバイト程度になる。

このような複雑な構成の CCD カメラでは、外部トリガで記録を開始することはできない。画像は常にフレームメモリに送られており、トリガ以降のデータだけを保存する。カメラは自身のクロックパルスで自走しているから、実験全体をカメラのクロックパルスをマスタークロックとして構築する必要がある。これにはクロックパルスをカウ

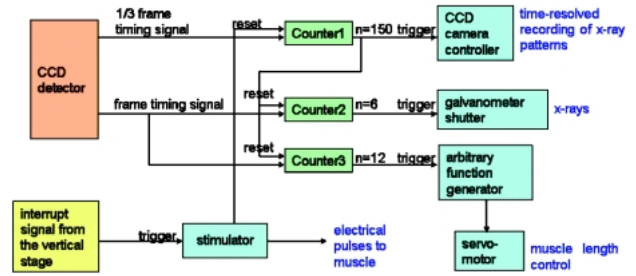


Fig. 7 Timing control system for time-resolved muscle diffraction experiment at BL40XU. Circuits for conversion of polarity and pulse lengths are not shown for clarity.

ンターに入力しておき、トリガパルスの代わりにカウンターにゲート信号を送る。こうするとカウンターはゲート信号が入力されてからクロックパルスを数え始め、ある数に達した時点でパルスを出力する。このパルスを使って現象を誘起すれば、カメラのクロックと同期させることができる。Fig. 7 は骨格筋実験用の制御システムの一部を示したものであるが、複雑なものである。

実験を更に複雑にするのは、放射線損傷を避けるために試料を連続的に動かす必要があることである。このカメラが使われているのは SPring-8 の BL40XU であるが、このビームラインでは水に連続的に X 線を照射すると、ビームの透過している部分は1秒以内に沸騰する。したがってこのカメラを使って回折の変化を記録する場合には、放射線損傷を防ぐために試料を連続的に動かす必要がある。すべての現象は試料が X 線ビームを横切っている最中に起きなければならない。これには試料の載ったステージの位置を検出する仕組みが必要で、試料がある位置に来たときに現象が始まるようにプログラムし、それがさらに CCD カメラのクロックと同期しなければならない (Fig. 7)。技術的にはダウントリガをアップトリガに変換したり、短すぎるパルスを延ばしたりなどという操作も必要となる。これらは遅延機能の付いたパルス発生装置やカウンターを数台組み合わせて実現している。

このようにして得られた骨格筋の X 線回折実験のデータの一例を Fig. 8 に示す¹⁵⁾。これは14.5-nm 子午線反射というミオシンクロスブリッジに由来する反射の強度を0.53ミリ秒の時間分解能で測定したものである。この測定では、C7770の画像の大きさを640×72ピクセルに狭めて回折像の子午線に沿った部分だけを記録し、時間分解能を上げている。試料のカエル骨格筋は垂直ステージに載せ、毎秒100 mm の速度で降下させて放射線損傷を防いだ。試料が X 線ビームをよぎる約300ミリ秒前から電気刺激パルスを50 Hz で与えて、筋肉の長さを固定した状態で収縮させている。その後、筋肉が X 線ビーム上に来たときに、サーボモーターを用いて筋肉の長さを約1%だけ短くした。X 線回折像は、この長さ変化の前後だけを記録している。他にも筋肉の長さや発生張力、各種のタイミング信

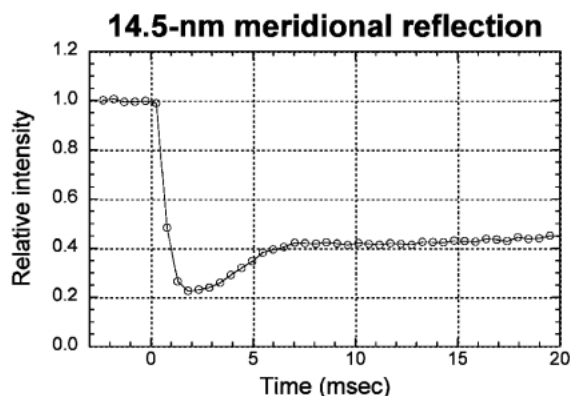


Fig. 8 Intensity change of the third order meridional reflection from the thick filament (at $1/14.5 \text{ nm}^{-1}$) after a quick release of frog skeletal muscle. The release (1% of muscle length) was initiated at time 0 and completed at 1 msec.

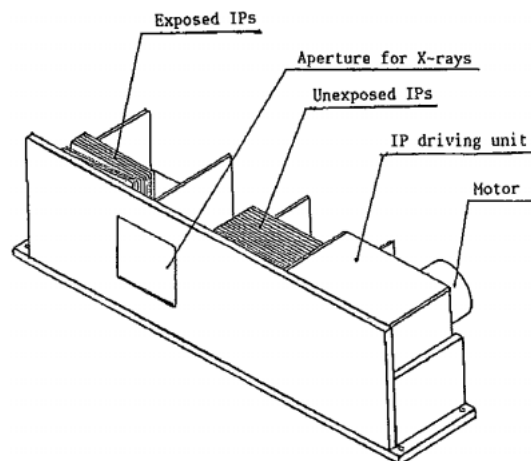


Fig. 9 Imaging plate exchanger based on the cinema method. 3.3 exposures per second is possible.

号など 8 つの信号を50マイクロ秒の時間分解能でADコンバーターを用いて同時記録している。

筋肉の長さの変化は時間0に始まって1ミリ秒で終わっているが、興味深いことに、大きな強度低下は筋肉の長さが変わり始めてから0.5ミリ秒程度たってから始まる。この0.5ミリ秒の間にも張力は変化しているので、クロスブリッジのコンフォメーションは変化しているはずで、この期間のコンフォメーション変化はクロスブリッジの質量の軸上への投影を変えないことを示している。

三板式 CCD カメラは、プリズムによって光量が1/3になり、時間分解能も高いため、フレームごとの光量が十分ないと暗すぎて、信号が CCD の読み出しノイズに埋もれてしまう。しかも AD コンバーターは10ビットしかないから、観察しようとしている信号が十分な強度を持っていることを実験前によく確認する必要がある。

3.4 その他の時分割 X 線検出器

以上で解説した以外にも、多くの時分割実験用 X 線検出器が考案されてきているが、実用化された例は少ない。唯一の例外はイメージングプレートを用いたものである。

イメージングプレートを時分割実験に使うには、実験目的に応じて様々な工夫が必要である。一次元検出器としては、雨宮の作成したドラム型のイメージングプレート検出器がある¹⁶⁾。これはドラムに貼り付けたイメージングプレートを一定速度で回転させることにより、一次元の回折像をストリーク状に連続して記録できる。繰り返し露光も可能であり、回折像をイメージングプレート上に積算して、後から読み出すことになる。振動実験のように変化が周期的に生じる場合には、現象とドラムの回転を同期させることによって容易に積算を行える。これは、骨格筋の振動実験に用いられた¹⁷⁾。

さらに、イメージングプレートを高速で交換することによって、数100ミリ秒の時間分解能を得ることも可能であ

る。例えば一枚のイメージングプレートを高速で動かすことにより、異なった条件下で2つの回折像を同じイメージングプレート上に記録する実験も行われている¹⁸⁾。イメージングプレートを素早く動かすことにより、時間的に接近した二つの時点での回折像を X 線シャッターを用いて記録できる。この方法の利点は、同じイメージングプレート上に回折像が記録されるため、高い空間分解能での比較が可能なことである。もっとゆっくりした現象であれば、イメージングプレートを上下左右に動かして、一枚の上に多くの回折パターンを記録することも可能である¹⁹⁾。

また、イメージングプレートを小さく切って、カセットに入れて高速で交換することによって、300ミリ秒おきに回折像を記録することも可能である¹⁶⁾ (Fig. 9)。イメージングプレートは、時間分解能が低いという欠点を除けば、ダイナミックレンジや空間分解能については非常に優れた検出器であるため、このように様々な工夫のもとに時分割実験に利用されている。

タンパク質結晶構造解析で多用されているテーパー光ファイバーを用いた CCD 検出器も、ゆっくりした時分割実験なら利用できる。ビニングによってピクセル数を減らして時間分解能を上げられる検出器も開発されつつあり(例えば APS の小角散乱ビームラインで使用されている Avix の検出器)、今後は高速時分割実験にも使用されるかもしれない。ただし、光ファイバーは X-II のような増幅機能を持たないため、微弱な X 線は CCD の読み出しノイズに埋もれてしまいがちで、シグナルが十分に強いことが条件である。

最近の放射光実験では、フラットパネル型の X 線検出器も用いられるようになってきている。CMOS 型のフラットパネル検出器の読み取り速度は、通常毎秒 2~3 フレームであるが、部分的な読み出しで毎秒 10 フレーム以上にすることも可能である。フラットパネル検出器は読み出しノイズが CCD よりも更に高いので、X 線は十分に強

くなければならず、弱い回折像を加算するような実験には不向きである。

4. 最後に

時分割 X 線回折実験用の理想的な汎用検出器は存在しない。この問題は過去20年以上にわたって指摘されてきた。しかし、実際には時分割実験は実験ごとに目的が異なるため、実験ごとに異なった検出器が必要になる。新たな検出器開発を促すだけの価値のある時分割実験が存在するというのが、検出器技術以前に必要とされている。検出器によってサイエンスが進歩するのではなく、サイエンスによって検出器は進歩するのである。例えばイメージングプレートは回折実験を行う研究者には天から振ってきた検出器のように思えるかも知れないが、別の分野での強いニーズがあってこそ生まれたものである。新しい検出器を生まない研究分野は、研究への意欲が低いと思われてもしかたがないだろう。

謝辞

日本の放射光小角散乱時分割実験は、東京大学の雨宮慶幸博士によって始まったと言えると思います。同博士の長年のご努力と貢献に感謝します。

参考文献

- 1) K. Moffat: Faraday Discuss. **122**, 65-77 (2003).
- 2) 岡 俊彦, 井上勝晶, 八木直人: 放射光 **14**, 384-388 (2001).
- 3) T. Oka, K. Inoue, M. Kataoka and N. Yagi: Biophys. J. **88**, 436-442 (2005).
- 4) M. Dickinson, G. Farman, M. Frye, T. Bekyarova, D. Gore, D. Maughan and T. Irving: Nature **433**, 330-334 (2005).
- 5) Y. Amemiya, K. Wakabayashi, T. Hamanaka, T. Wakabayashi, H. Hashizume and T. Matsushita: Nucl. Instrum. Meth. **208**, 471-477 (1983).
- 6) R. Lewis, A. Berry, C. J. Hall, W. I. Helsby and B. T. Parker: Nucl. Instrum. Meth. **A454**, 165-172 (2000).
- 7) M. Irving, G. Piazzesi, L. Lucii, Y-B. Sun, J. J. Harford, I. M. Dobbie, M. A. Ferenczi, M. Reconditi and V. Lombardi: Nature Struct. Biol. **7**, 482-485 (2000).
- 8) Y. Amemiya, K. Ito, N. Yagi, Y. Asano, K. Wakabayashi, T. Ueki and T. Endo: Rev. Sci. Instrum. **66**, 2290-2294 (1995).
- 9) N. Yagi, K. Inoue and T. Oka: J. Synchrotron Rad. **11**, 456-461 (2004).
- 10) K. Horiuti, N. Yagi, S. Takemori and M. Yamaguchi: J. Biochem. **133**, 207-210 (2003).
- 11) M. Arai, K. Ito, T. Inobe, M. Nakao, K. Maki, K. Kamagata, H. Kihara, Y. Amemiya and K. Kuwajima: J. Mol. Biol. **321**, 121-132 (2002).
- 12) S. Akiyama, S. Takahashi, T. Kimura, K. Ishimori, I. Morishima, Y. Nishikawa and T. Fujisawa: Proc. Natl. Acad. Sci. USA **99**, 1329-1334 (2002).
- 13) T. Oka, N. Yagi, T. Fujisawa, H. Kamikubo, F. Tokunaga and M. Kataoka: Proc. Natl. Acad. Sci. USA **97**, 14278-14282 (2000).
- 14) R. Toh, M. Shinohara, T. Takaya, T. Yamashita, S. Masuda, S. Kawashima, M. Yokoyama and N. Yagi: Biophys. J. **90**, 1723-1728 (2006).
- 15) N. Yagi, H. Iwamoto, J. Wakayama and K. Inoue: Biophys. J. **89**, 1150-1164 (2005).
- 16) Y. Amemiya and K. Wakabayashi: Adv Biophys. **27**, 115-126 (1991).
- 17) N. Yagi, K. Wakabayashi, H. Iwamoto, K. Horiuti, I. Kojima, T. C. Irving, Y. Takezawa, Y. Sugimoto, S. Iwamoto, T. Majima, Y. Amemiya and M. Ando: J. Synchrotron Rad. **3**, 305-312 (1996).
- 18) H. Huxley, A. Stewart, H. Sosa and T. Irving: Biophys. J. **67**, 2411-2421 (1994).
- 19) S. Suehiro, S. Saijo, T. Seto, N. Sakamoto, T. Hashimoto, K. Ito and Y. Amemiya: J. Synchrotron Rad. **3**, 225-230 (1996).

● 著者紹介 ●



八木直人

財団法人高輝度光科学研究センター
利用研究促進部門 主席研究員

E-mail: yagi@spring8.or.jp

専門: 非結晶 X 線回折

【略歴】

1975年東京大学物理工学科卒業, 1980年東北大学医学部助手, 1982年医学博士, 1990年東北大学医学部講師, 1997年より現職

X-ray detectors for time-resolved small-angle scattering experiments

Naoto YAGI Spring-8/JASRI, 1-1-1 Kouto, Sayo-cho, Sayo-gun, Hyogo 679-5198

Abstract In order to perform a time-resolved small-angle x-ray diffraction/scattering experiment, an adequate detector must be used. Although many types of detectors have been developed, none of them meets the requirements of all types of small-angle experiments. Detectors for time-resolved experiments are described with special reference to applications in muscle diffraction studies.