

Doctoral Thesis ETH No. 16289

The PILATUS 1M Detector

A Novel Large Area Pixel Detector

A dissertation submitted to the
SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY ZURICH
for the degree of
DOCTORAL OF NATURAL SCIENCES

presented by

Gregor Hülsen-Bollier

Diplom Physik, University of Erlangen–Nürnberg

born April 16th, 1971

citizen of Germany

accepted on the recommendation of

Prof. Dr. Ralph A. Eichler, examiner

Prof. Dr. Fritz K. Winkler, second examiner

Dr. Roland Horisberger, third examiner

PSI, Villigen, 2005

Chapter 1

Summary

1.1 Summary

For the Protein Crystallography beamline X06SA of the Swiss Light Source a new X-ray detector was developed, the PILATUS 1M detector. The goal of this thesis was to participate to its fabrication, to calibrate the detector and to investigate its performance in protein crystallographic data collection.

The PILATUS 1M detector is the largest hybrid X-ray pixel detector currently in use at a synchrotron. It is a modular system consisting of 18 multi-chip modules covering a total area of $243 \times 210 \text{ mm}^2$. This prototype consists of one million pixels with a size of $217 \times 217 \mu\text{m}^2$. The silicon sensors have a thickness of $300 \mu\text{m}$. The readout electronics, with an amplifier, a comparator and a digital counter in each pixel, enables single photon counting. All modules are read out in parallel, leading to a full frame readout time of 5.9 ms.

The first step of the detector calibration was to equalize the thresholds of all pixels. The threshold distribution of the detector is 42 electrons. The individual pixel response to X-rays was adjusted by a flatfield calibration. An algorithm for distortion correction of CCD detector data was adapted to correct the data of the PILATUS 1M detector. Images from this detector are spatially distorted by the influence of three factors. First, the absorption properties of the silicon lead to parallax broadening by a fraction of a pixel. Second, the modular architecture causes a mechanical displacement of the modules from their assumed positions. To reduce the dead area, the modules are tilted by 6° with respect to the mounting frame and are overlapping each other. A third correction step accounts for this tilt and projects the data onto a virtual plane.

The prototype detector suffered from a high number of non-responding or unreliable counting pixels within the active area. Therefore, defect reducing procedures were developed to compensate for these pixel defects. With their use protein crystallographic experiments could be performed. Conventional coarse ϕ -sliced datasets were recorded at the protein crystallography beamline X06SA of the Swiss Light Source. The data were processed and an electron density map was calculated. The results were compared with the performance of a reference CCD detector: the pixel detector is superior in speed but showed higher reliability-factors because of a flaw in the X-ray counter. Due to the short readout time and the noise-free readout, fine ϕ -sliced datasets could be recorded in continuous data collection mode. With the analysis of these data, the theoretically predicted advantages of this technique could be verified.

By eliminating the defects of this prototype detector a significant increase in data qual-

ity is expected for macromolecular crystallography experiments. Small anomalous intensity differences, important for phasing in multiple- or single-wavelength anomalous diffraction experiments, will be measured with higher accuracy. Therefore more protein structures than today could be solved using a hybrid pixel detector for these types of experiments.

1.2 Zusammenfassung

Für die Protein–Kristallographie Strahllinie X06SA der Synchrotron Lichtquelle Schweiz wurde ein neuer Röntgen Detektor entwickelt, der PILATUS 1M Detektor. Die Zielsetzung dieser Dissertation war die Mitwirkung in der Fabrikation, die Kalibrierung des Detektors und die Untersuchung seiner Funktionalität mit kristallographischen Experimenten.

Der PILATUS 1M Detektor ist der grösste Hybrid Pixel Detektor der zur Zeit an einem Synchrotron eingesetzt wird. Dieses modulare System mit 18 Modulen, die wiederum aus mehreren Chips bestehen, bedeckt eine Fläche von $243 \times 200 \text{ mm}^2$. Der Prototyp besteht aus einer Matrix von mehr als 10^6 Bildpunkten (Pixel) die eine Grösse von $217 \times 217 \mu\text{m}^2$ haben. Die Silizium Sensoren haben eine Dicke von $300 \mu\text{m}$. Die Ausselektronik mit einem Verstärker, einem Komparator und einem digitalen Zähler in jedem Pixel erlaubt es einzelne Photonen zu zählen. Alle Module werden gleichzeitig ausgelesen, was zu einer Auslesezeit von 5.9 ms für ein Bild führt.

Der erste Schritt bei der Kalibration des Detektors besteht darin, die Schwellen von allen Pixeln auf einen einheitlichen Wert abzugleichen. Die Schwellenverteilung des Detektors ist 42 Elektronen. Die individuelle Reaktion jedes Pixels auf Röntgen Photonen wurde durch eine Flatfield–Kalibration ausgeglichen. Ein Algorithmus für die Verzerrungskorrektur von CCD Detektoren wurde angepasst, um die Daten des PILATUS 1M Detektors korrigieren zu können. Die Bilder des Detektors sind durch den Einfluss von drei Faktoren verzerrt. Erstens führen die Absorptionseigenschaften von Silizium zu einem Parallaxefehler von einem Bruchteil eines Pixels. Zweitens verursacht die modulare Architektur Ungenauigkeiten in der Positionierung der einzelnen Module. Die Module sind um 6° verkippt und überlappen sich, um die tote Fläche zwischen ihnen zu reduzieren. Ein dritter Korrekturschritt berücksichtigt diese Architektur und projiziert die Daten auf eine virtuelle Fläche.

Der Prototyp–Detektor leidet unter einer relativ grossen Zahl von toten oder unzuverlässig zählenden Pixeln. Es wurden zwei Verfahren entwickelt, um diese Anzahl an defekten Pixeln zu reduzieren. Durch ihre Anwendung konnten Protein–Kristallographische Experimente durchgeführt werden. Konventionelle Datensätze wurden an der Protein Kristallographie Strahllinie X06SA an der Synchrotron Lichtquelle Schweiz aufgenommen. Die Daten wurden ausgewertet und eine Elektronendichteverteilung errechnet. Die Ergebnisse wurden mit der Leistung eines CCD Detektors verglichen: Der Pixel Detektor ist bezüglich der Auslesegeschwindigkeit überlegen weist aber wegen eines Fehlers des digitalen Zählers höhere Zuverlässigkeits–Faktoren (R–Faktoren) auf. Auf Grund der schnellen Auslesezeit und der rauschfreien Auslese konnten Datensätze mit höherer ϕ –Auflösung in einem kontinuierlichem Datenerfassungs–Modus aufgenommen werden. Mit der Analyse der Daten konnten die theoretisch vorhergesagten Vorteile dieser Technik verifiziert werden.

Eine deutliche Verbesserung der Datenqualität in Protein kristallographischen Experimenten ist zu erwarten, wenn die Defekte dieses Prototyp Detektors behoben sind. Kleine anomale Intensitätsdifferenzen, die wichtig bei der Phasierung in MAD (multiple-wavelength anomalous Dispersion) oder SAD (single-wavelength anomalous Dispersion) Experimenten sind, werden dann mit einer höheren Genauigkeit gemessen. Durch den Einsatz eines Hybrid Pixel Detektors in diesen Experimenten könnten deshalb mehr Proteinstrukturen als bisher gelöst werden.