

## 理研ビームライン

### 1. はじめに

理化学研究所は、1997年の SPring-8 共用開始と同時に、構造生物学ビームライン（BL45XU）の運用を開始して以来、1998年に構造生物学ビームライン（BL44B2）および物理科学ビームライン（BL29XU）の蓄積リング棟内部分、2000年に物理科学ビームラインの1 km ステーション（BL29XUL）および27m アンジュレータビームライン（BL19LXU）の運用を開始した。2001年度にはこれらのビームラインは順調に稼働し、数々の成果を挙げた。また2001年度には、構造ゲノムビームライン（BL26B1/B2）の建設、および物理科学ビームライン（BL17SU）の建設を開始した。構造ゲノムビームラインは年度内に完成し、2002年度前半での調整運転を経て、同年後半には利用運転を開始する。物理科学ビームラインは2003年度内の完成を予定している。（石川哲也）

### 2. 構造生物学ビームライン（BL45XU）

理研構造生物学ビームライン（BL45XU）は SPring-8 で最初の構造生物学用アンジュレータビームラインの一つとして建設された、タンデム構成の垂直偏向アンジュレータからの放射光を人工ダイヤにより水平分岐をして、ダイヤモンドモノクロメタ3セットを備え、3色同時測定を可能とした MAD 法に最適化したタンパク質結晶構造解析用実験ハッチ（PX）及び溶液状態など動的測定に向けた小角散乱用実験ハッチ（SX）を同時運用できる。人工ダイヤの放射光光学素子を利用したこのビームラインは現在でも世界でユニークな理研専用ビームラインである。

BL45XU-PX は、放射光の特性を生かしてこれまでに最近の RNA ポリメラーゼ開始因子複合体解析を初めとして、DNA 転写因子多重複合体など困難な結晶での初期位相決



写真1 BL45XU-PX のハッチ内の概観

定に寄与した。これ以外にも、植物不和合成タンパク質をはじめとして MAD 法によるおおくの新規タンパク質構造決定に大きく寄与してきている。さらに、2000年に導入した大型 IP 高速読み取り X 線検知器は大きな結晶格子を持つタンパク質結晶、また高分解能までの一貫したデータ測定を可能として広画角 CCD X 線検出装置とともに、現在の SPring-8 での構造生物学用ビームラインの標準的 X 線検知システムとしての位置を確立している。

また、もう一つの BL45XU-SX は、小角用ビームラインとして、筋肉収縮中に特に強く相互作用する構造的特徴がないことを実験的に示すなど、その方法的特長を生かした研究成果が着実に得られている。また、ビームタイムの一部は共用としても利用されている。（宮野雅史）

### 3. 構造生物学ビームライン（BL44B2）

理研構造生物学ビームライン（BL44B2）は生体試料を対象とした構造生物学研究を行うために建設された理研の偏向電磁石ビームラインである。平成8年に建設を始め、平成10年にユーザー共用を開始し、平成13年4月からは理研構造生物学ビームライン（BL45XU-PX）とともに全面ユーザー利用フェーズとして運用を行っている。本ビームラインでは広いエネルギー範囲の X 線を手軽に利用できる特徴を生かして蛋白質結晶の単色 X 線回折測定、白色 X 線回折測定、および、生体希薄試料の蛍光 XAFS 測定という3種類の実験課題が進められている。白色 X 線回折測定に限り、JASRI 一般利用共用枠として理研ユーザー以外の利用も可能である。平成13年度からは単色 X 線回折測定用に設置を進めていたヘリウムガス吹き付け低温装置と on-line 顕微分光装置<sup>[1]</sup>のユーザー共用を本格的に開始した。

#### 3.1 BL44B2の構成

BL44B2は3つの遮蔽ハッチからなっており、便宜上、上流から順に光学ハッチ、XAFS 実験ハッチ、および回折実験ハッチと呼んでいる。XAFS 実験と回折実験の両方を対象とするため、XAFS 測定で要求されるエネルギー分解能、エネルギースキャン中のビーム位置・強度安定性、高調波除去率を実現しつつ、回折実験に必要な試料位置で二次元集光されたビームを得る必要があり、双方の要求を満たすことを目指した光学系の仕様となっている<sup>[2]</sup>。

#### (1) XAFS 実験ハッチ

XAFS 測定用の生体試料は希薄な濃度でしか得られない場合が多いため、測定は主に蛍光法で行うが、透過法に

よる測定、蛍光法と透過法の同時測定も可能である。蛍光 X 線測定用の固体検出器は19素子 Ge 固体検出器 (Ortec 製) であり、計数部分には CAMAC デジタルプロセッサボード (XIA 製) を採用している。XAFS データ測定ソフトウェアは LabVIEW ベースのデータ取得ソフトウェアをビームライン用のエネルギーキャンプログラムに取り込む形で使用している。クライオスタット (Austin Scientific Company 製) は試料温度を 10K から室温までコントロール可能である。

## (2) 回折実験ハッチ

回折実験ハッチは蛋白質結晶を試料とした単色および白色 X 線回折測定を目的として設計されている。ハッチ内には 2 軸の並進機構と 2 軸の回転機構をもつ定盤 (Huber 製) が設置され、その上に光学レールを固定してシャッター、コリメーター、ゴニオメータ、ダイレクトビームストッパー、X 線二次元 CCD 検出器 (mar-research 製) が設置されている。X 線による蛋白質結晶試料のダメージを軽減するため、蛋白質結晶試料の冷却 (試料位置で 100K) には主に窒素ガス吹き付け装置 (リガク電機製) を利用しているが、ダメージの更なる軽減、温度因子低下による回折データの質的向上を目指してヘリウムガス吹き付け低温装置 (リガク電機製) も導入した。試料位置で 35K までの試料冷却が可能である。

さらに、低温回折測定の普及とともに低温条件下で結晶内反応中間体を補足し、反応中間体の構造解析を行う実験例が徐々に増加してきている。結晶内での反応中間体の生成を X 線回折とは別の方法で確認する手段が必要になるため、実験ハッチ内で X 線回折測定を行いながら、結晶の可視吸収スペクトルを同時測定するための on-line 顕微分光装置を開発・設置した<sup>[1]</sup>。この装置は 350nm から 800nm の波長領域で直径 100 $\mu$ m 程度の領域の透過スペクトルを測定することができる。図 1 はヘリウムガス吹き付け装置と on-line 顕微分光装置の設置時のゴニオメータ周りを撮影したものである。

単色 X 線回折測定では波長変更・ビームアライメント・吸収端測定をユーザーが簡便に行えるように LabVIEW ベースの GUI ソフトウェア群を装備している。これらのソフトウェアは、広いエネルギー範囲の X 線 (0.6 ~ 2.0) が利用可能な偏向電磁石ビームラインの特性を活かして多波長異常分散を利用した回折データ測定 (MAD 法測定) に威力を発揮している。また、0.6 までの短波長 X 線を利用した超高分解能 X 線回折測定も可能である。本ビームラインでの 1 個の蛋白質結晶から単色 X 線回折実験で 1 データセットを測定するのに要する時間は平均 1 時間半程度であり、1 回のビームタイムあたり数個から十数個のデータセット測定が可能である。測定したデータはビームラインに整備されたワークステーションにおいてその場でデータ処理することができ、解析結果をフィードバックし

ながら効率的なデータ収集を行うことができる。

白色 X 線回折実験は白色 X 線を使って結晶反応中のラウエ回折データをミリ秒以上のオーダーで逐次追跡する方法である。時間分割ラウエ法のための装置としては 2 ミリ秒以上の単発動作が可能なガルバノミラー機構のものと 0.5 ミリ秒以上のパルスを断続的に切り出す回転式チョッパーの 2 種類の高速度 X 線シャッター、パルス幅数ナノ秒の YAG レーザーを備えている。

## 3.2 実験成果

平成 13 年度は全面ユーザー利用フェーズとして実験可能ビームタイムの約 97% がユーザー利用枠として供用され、約 100 課題の実験が行われた。論文発表済み課題には、Calyculin A と Catalytic Subunit of Protein Phosphatase 1 複合体解析<sup>[3]</sup>、Endopolygalacturonase I form *Stereum purpureum* の活性部位の原子分解能解析<sup>[4]</sup>、bovin pancreatic ribonuclease A<sup>[5]</sup>、scytalone dehydratase F162A mutant<sup>[6]</sup>、Human and Cartilaginous Fish hemoglobin<sup>[7]</sup>、thermostable DNA photolyase<sup>[8]</sup>、CENP-B protein-DNA 複合体<sup>[9]</sup>、Oxygen Sensor FixL<sup>[10]</sup>、Ribosomal protein L5<sup>[11]</sup>、rat biliverdin reductase<sup>[12]</sup>、n-Butyl-isocyanide Complexes of Cytochromes P450nor and P450cam<sup>[13]</sup>、active-Site Cleft of unligated Glutamate<sup>[14]</sup>、ttCsaA protein<sup>[15]</sup> などの構造解析がある。白色 X 線回折実験では DNA 1 分子内のブラウン運動を実時間計測することに成功している<sup>[16]</sup>。

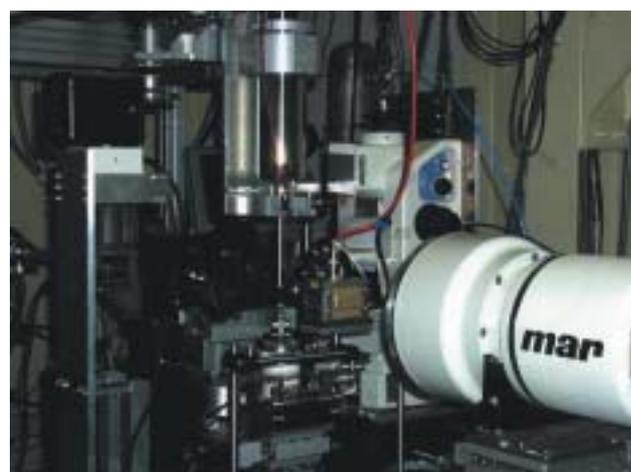


図 1 回折実験ハッチ内の実験装置の配置

## 参考文献

- [1] K. Sakai et al. : J. Appl. Cryst. 35(2002) 270.
- [2] S. Adachi et al. : Nucl. Inst. and Meth. A 467-468 (2001) 711.
- [3] A. Kita et al. : Structure 10(2002) 715.
- [4] T. Shimizu et al. : Biochemistry 41(21)(2002) 6651.

- [ 5 ] E Chatani R.Hayashi H Moriyama J Ueki:Protein Science 11( 2002 )72 .
  - [ 6 ] T Motoyama N Nakasako J .Yamaguchi:Acta Cryst . D58( 2002 )148 .
  - [ 7 ] Y .Naoi et al .:J .Mol .Biol . 307( 2001 )259 .
  - [ 8 ] H .Komori et al .:PNAS 98( 24 )( 2001 )13560 .
  - [ 9 ] Y .Tanaka et al .:EMBO 20( 23 )( 2001 )6612 .
  - [ 10 ] H .Miyatake ,Y .Shiro:J Cryst Soc of Jpn 43( 2001 ) 158 .
  - [ 11 ] T .Nakashima et al .:RNA 7( 2001 )692 .
  - [ 12 ] A .Kikuchi et al .:Nature Struct Biol 8( 3 )( 2001 ) 221 .
  - [ 13 ] D-S .Lee et al .:Biochem 40( 9 )( 2001 )2669 .
  - [ 14 ] M .Nakasako et al .:Biochem 40( 10 )( 2001 )3069 .
  - [ 15 ] S . Kawaguchi et al .: EMBO 20 ( 3 ) ( 2001 ) 562 .
  - [ 16 ] Y .C .Sasaki et al .:Phys .Rev .Lett 87( 2001 )248102 .
- ( 引 関 孝 明 )

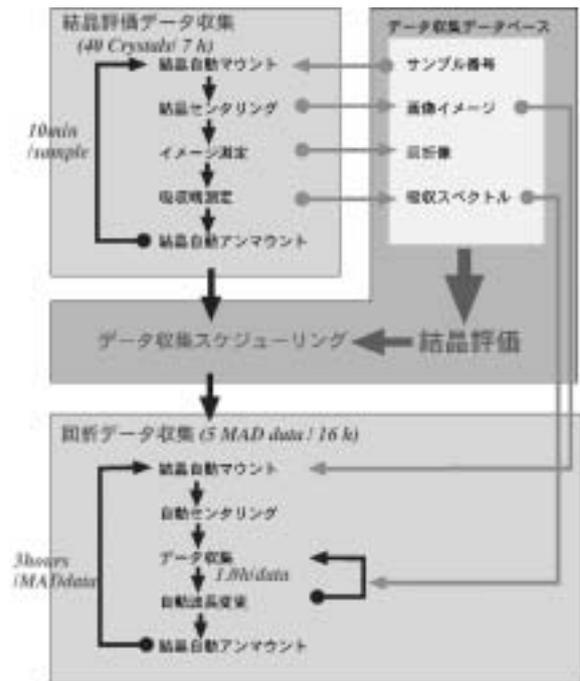


図 2 1日の運転スケジュール

#### 4 . 構造ゲノムビームライン (BL26B1 & B2)

タンパク質は遺伝子情報をもとに作り出される生命現象の基本単位であり、その機能を解明することが生命現象を解明するためには必要不可欠である。構造ゲノム研究は、ゲノム解析により得られた膨大な遺伝子情報から、その産物であるタンパク質の立体構造を網羅的に解析する事を目標にしている。多くのタンパク質について立体構造情報の蓄積を進めることにより、タンパク質の機能発現機構を明らかにし生命現象に対する理解を深めるだけでなく、合理的な医薬品開発などを可能にするものと期待されている。

SPring-8 構造ゲノムビームライン BL26B1 & B2は、可能な限り多くのタンパク質の立体構造を解明するために、最も効率よく迅速かつ簡便にタンパク質結晶の回折強度測定を行うことを目指している。構造未知タンパク質の結晶構造解析には位相問題という難関があるが、構造ゲノムビームラインでは、迅速・簡便な結晶サンプルのスクリーニングおよびセレノメチオニルタンパク質に対する多波長異常分散 (MAD) 法により、将来的には結晶構造解析のルーチン化をも視野に入れている。また、実験ステーションでは、構造ゲノム研究を背景とした膨大な数のサンプルを、最も効率の良いかたちで取り扱える様にする。このため、サンプルチェンジャーを中心とした大量サンプル管理システムを導入し、ビームライン実験時の負担を軽減するとともに各担当者間での個人差を最小化して、ビームライン実験の効率を最適化する。

##### 4 1 1日の運転スケジュール

構造ゲノムビームラインではビームライン実験の測定効率を最適化するために、1日を単位とした半自動運転を予定している。1日の運転スケジュールを図2に示した。

日の運転スケジュールは、結晶スクリーニングのための評価データ収集およびスクリーニングにより最適と評価された複数結晶についての自動データ収集に大別される。

評価データ収集は毎朝のビーム入射後に開始され、夕方までの約7時間程度に実施する。評価データ収集時には、ビームラインオペレータによる結晶センタリング補助のもとに、一定のスクリーニング手順に従い、サンプルトレイで持ち込まれた全ての結晶サンプルについて評価用のデータ収集を実施する。評価データ収集の結果は、オンラインデータベースに一定のフォーマットに従い登録する。サンプル担当者は、オンラインデータベース上の全結晶サンプルの評価データを比較検討して、夕方までに構造決定に最適な結晶サンプルの抽出とデータ収集スケジューリングを行う。データ収集スケジューリングでは、どの結晶をどのような測定条件 (測定波長・振動範囲&角度・カメラ長) でどのような順番で測定するかについて具体的な回折強度測定手順を指定する。

確定した運転スケジュールに従って、夕方から明朝10時までの16時間、自動データ収集を行う。自動データ収集時は、複数の結晶について指示された回折強度測定手順に従い、サンプル自動交換・自動センタリング・ビームライン自動チューニングを繰り返し替えながら人手が介在することなく自動データ収集を実行する。

##### 4 2 ビームライン光学系

構造ゲノムビームラインでは、結晶サンプルの高速スクリーニングや自動データ収集実現のために、ビームライン運転の自動化を行う。そのため、ビームライン光学系には、

自動化に適したシンプルで最も取り扱いやすいSPring-8標準の偏光電磁石ビームラインデザインを採用する。主な光学素子は、Si単結晶を使用した定位置出射型二結晶分光器とシリンダー形状のミラーを湾曲させて擬似的な回転楕円面形状により2次元集光を実現させる2次元集光ミラーである。そのビームライン構成を図3に示した。

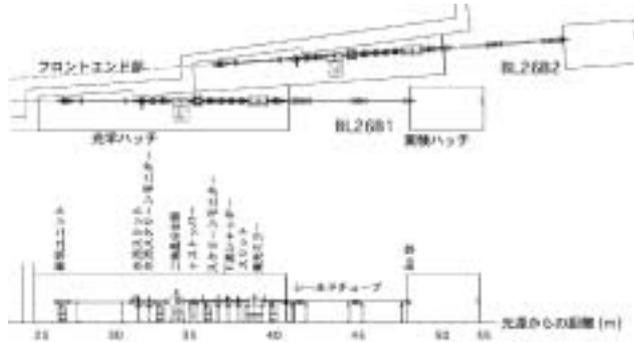


図3 構造ゲノムビームライン (BL26B1 & B2) の構成

#### 4.3 大量サンプル管理システム

図4に大量サンプル管理システムの概念図を示した。大量サンプル管理システムでは、凍結済みの結晶サンプルは保存用サンプルトレイに複数個（50サンプル程度）収納した状態で保存・運搬・実験ステーションへの持ち込みを行い、大量のサンプルについての管理・自動測定を可能にする。実験ステーションに設置したサンプルチェンジャーにより、サンプルトレイに保管された複数の結晶サンプルを自動で交換しながら、連続回折実験を行う。連続回折実験では始めに、サンプルトレイで持ち込まれた全結晶サンプルを一定のスクリーニング手順に従い、比較検討用のサンプル評価データ収集を行う。この同一条件で集められた全評価データを比較検討することにより、構造決定に最適な結晶サンプルの選択を行う。これにより、構造決定に最適な結晶サンプルの見落としを防ぐとともに、結晶サンプルの品質に対する正しい評価が可能になる。その後、最適な

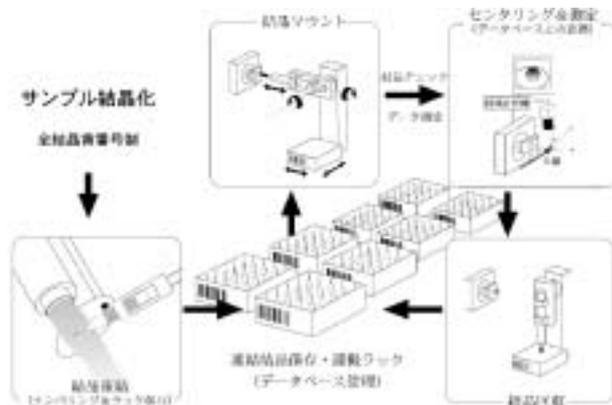


図4 大量サンプル管理システムの概念図

複数結晶について、指示通りにルーチン化された回折強度測定手順による自動データ収集を実行する。

#### 4.4 実験ステーション

実験ステーションの回折計には最も効率的なデータ収集のために、自動軸立てが可能なゴニオメータを採用する。最短カメラ距離150mmでも検出器と接触しないように超小型のデザインを採用した。大量サンプル管理システムのサンプルチェンジャーはゴニオメータに正対して配置する。また、タンパク質結晶ではそのX線回折能・格子定数・放射線損傷に対する耐性などの違いから、結晶毎に検出器に対する要求仕様が異なったものとなる。そこで、実験ステーションには、回折強度データ収集の効率を最大化するために、理研構造生物学ビームライン（BL45XU）において開発した、高速性を重視したモザイク型CCD検出器と、高ダイナミックレンジ・大検出面積を特徴とする高速イメージングプレート検出器の2つの2次元検出器を導入する。モザイク型CCD検出器は有効検出面積が210x210mm<sup>2</sup>、ピクセルサイズが51x51μm<sup>2</sup>の2x2モザイク型検出器である理学電機製のJupiter210を採用する。本検出器では、最高1時間あたり180イメージ以上の連続データ収集が可能である。また、高速イメージングプレート検出器には、有効検出面積400x400mm<sup>2</sup>、ピクセルサイズ100x100μm<sup>2</sup>を50秒で読み出し可能なR-AXIS Vを採用した。実験ステーションの回折計各軸の制御および振動写真撮影時のシャッター同期は、SPring-8のビームライン標準制御システムにて行い、個々の検出器制御と連携してデータを収集する。

#### 4.5 今後

平成13年度中にビームライン建設を終了するとともに、大量サンプル管理システムや自動回折計の開発・製作を行う。図5に平成13年度末のビームライン全体像を示す。平成14年をはじめから、ビームライン光学系の立ち上げ調整および実験ステーション機器の試験調整運転を行い、平成14



図5 平成13年度末のビームライン全体像

年秋から利用実験開始を予定している。(山本雅貴)

## 5. 物理学ビームライン I (BL29XUL)

BL29XUL は全長が 1 km の長さを持つ長尺ビームラインである。蓄積リング棟内の光源から 60m までの部分は 1998 年に完成した<sup>[17,18]</sup>。その後 2000 年に長尺部分の拡張が完了した<sup>[19,20]</sup>。この長尺部分の完成によって、本ビームラインの研究目的である可干渉 X 線を用いた X 線光学の研究が本格的に行えるようになった。

### 5.1 ビームライン

ビームラインでは隣接する BL28B2 の光学ハッチ 3 の増設に伴い、液体窒素冷却装置の移設が行われた。装置本体は光学ハッチ自動扉の上流側から下流側に 3 m 程移動され、冷凍機と分光器をつなぐ液体窒素配管が交換された。これに合わせて分光器への液体窒素の導入部分の設計が見直された(図 6)。以前の配管は分光器への導入部分で入りと戻りの各系統にそれぞれ 2 個所の L 字型配管を用いていたが、この部分が分光器の振動を誘発しており実験上好ましくない影響を与えていた。今回の配管変更でこの 4 個所の L 字配管を除去した。その結果、分光器の 2 つの結晶面の相対的な振動の角度振幅に敏感な 18.7keV での Si333 面のロッキングカーブ幅(半値全幅)が 1 秒角から 0.9 秒角に減少した。これは振動の角度振幅(半値全幅)にして、0.5 秒角から 0.3 秒角に改善された事を示している。微小な改善であるが 1 km の長さを持つ本ビームラインではその効果は大きいといえる。

### 5.2 実験ステーション

前年度立上げの行われた X 線ズーム管用の架台が導入された。この架台は重さ約 180kg の X 線ズーム管を光軸に対して前後、上下、左右と前後の傾きをパルスモーター駆動で遠隔操作することができる。X 線ズーム管は最大 0.2 $\mu$ m と高解像度であるが視野が狭いため、この架台により効率よく測定を行う事ができるようになった。

利用者が持ち込む大型の装置と共存できるような小型の光学定盤(縦 1.2m、横 0.9m)を導入した。この定盤は比較的簡単な X 線光学系と持ち込みの大型装置を組み合わせる実験に利用されている。

検出器関係では、これまでの手作りだった PIN フォトダイオードをデザインし直して外注し各実験ステーションに十分な量を用意した。このダイオードは小型で検出効率もよく X 線光学の実験に適している。また蛍光 X 線等のエネルギー分解測定用に SDD(シリコンドリフト検出器)を導入した。この検出器は 5.9keV でエネルギー分解能 180eV と高分解能でありながら、液体窒素による冷却が不要なため従来使われてきた SSD(半導体検出器)に比べて格段に小型で配置の自由度が高いという特長がある。

これらの装置を利用して本ビームラインでは、X 線によるミラー表面の形状測定手法の確立、超平坦ミラーの開発の他、ATS 散乱による電気四重極子秩序の観測、様々な XAFS 測定、蛍光 X 線ホログラフィー、<sup>57</sup>Fe 核共鳴線の波長精密測定、人工ダイヤモンドの評価、強度相関を用いた X 線干渉計測、コヒーレント散乱による非結晶の構造解析、ps レーザーによる放射光パルスの切出し、ピンポスト結晶の評価、ガルバノメーターによる高速位相変調などが行われた。



Fig. 6 The transfer tube of the circulating liquid nitrogen. The old tubes (left panel) were modified to the new one (right panel) to reduce mechanical vibrations.

参考文献

[ 17 ] SPring-8 Annual Report 1998 ( 1998 ) 79 .  
 [ 18 ] SPring-8 Annual Report 1999 ( 1999 ) 85 .  
 [ 19 ] T .Ishikawa , K .Tamasaku , M .Yabashi , S .Goto ,  
 Y .Tanaka , H .Yamazaki , K .Takeshita , H .Kimura ,  
 H .Ohashi , T .Matsushita and T .Ohata , Proc .SPIE ,  
 4145 ( 2000 ) 1 .  
 [ 20 ] K .Tamasaku , Y .Tanaka , M .Yabashi , H .  
 Yamazaki , N .Kawamura , M .Suzuki and T .  
 Ishikawa , Nucl . Instrum . Methods , A467-468  
 ( 2001 ) 686 .

( 玉作賢治 )

6 . 物理学ビームライン II ( BL19LXU )

BL19LXU は、27m アンジュレータを光源とする世界最高輝度の X 線ビームラインである。2001年度は液体窒素冷却系を含むビームライン光学系の改良が行われ、実験ハッチ 2 の機器調整が進められた。また 9 月には、蓄積リング付属施設 W 内の実験ハッチ 4 に X 線が導入され、このハッチでの機器調整が行われた。

6 1 光源

2000年10月のファーストビームの直後はアンジュレータのギャップを設計最小値の12mmまで閉めると、蓄積電流のライフタイムの減少がみられたため、ユーザー運転中は最小ギャップ値を18mmに制限していた。しかし2001年の夏に再測定したところ、蓄積リングの真空度が上がったこともあってライフタイムの顕著な減少はみられなかった。このため制限を解いて本来の12mmギャップを最小値とした。また、コミッション以来アンジュレータのギャップ駆動が途中で止まるというトラブルが発生していたがステップモータの加減速レートを調整することで解決された。

6 2 光学系

二結晶分光器の冷却には液体窒素冷却システムが用いら

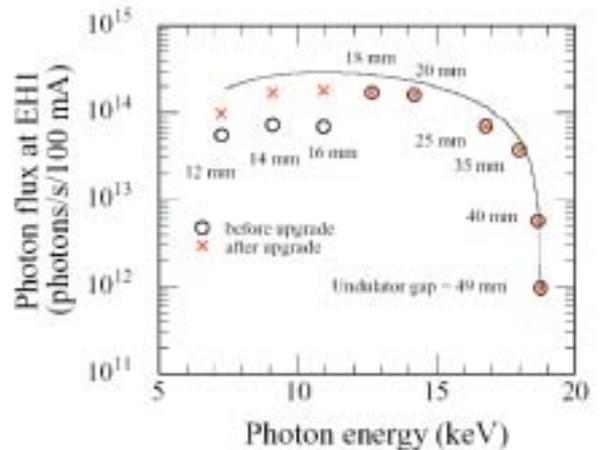


Fig. 7 Photon fluxes of the Si 111 monochromatic beam at the experimental hutch 1( EH1 ).

れている。2002年1月に分光器の液体窒素冷却用のヘリウム冷凍機が2機から3機に増設された。この結果特に低エネルギー側でFEスリットの開口を広げることができ、X線の強度が増した。図7に各アンジュレータギャップに対して分光器のエネルギーをアンジュレータ1次光のピークに合わせて測定した結果を示す。増設前はギャップを18mm未満でフロントエンド(FE)スリットを0.5×0.5mm<sup>2</sup>(垂直×水平)程度に絞る必要があった(最大熱負荷280W)が、増設後は12mmギャップにおいても0.7×1.0mm<sup>2</sup>のサイズが短時間ならば可能になった(熱負荷540W)。ただし循環窒素の温度上昇により1時間以上の連続運転は難しい。連続運転が可能なのは0.5×1.0mm<sup>2</sup>(400W)未満の場合である。図8にギャップ12mm、ブラッグ角15.80°で測定されたSi 333単色光(E = 21.8keV)の空間プロファイルを示す。FEスリット開口は0.5×0.5mm<sup>2</sup>(a)及び0.5×0.9mm<sup>2</sup>(b)である。後者は冷却系の熱処理能力の限界に近いが空間分布に大きなみだれはみられない。

また、実験ホール内の冷却水が慢性的に不足しているためW棟外に置かれたチラーからの配管を上流側の実験

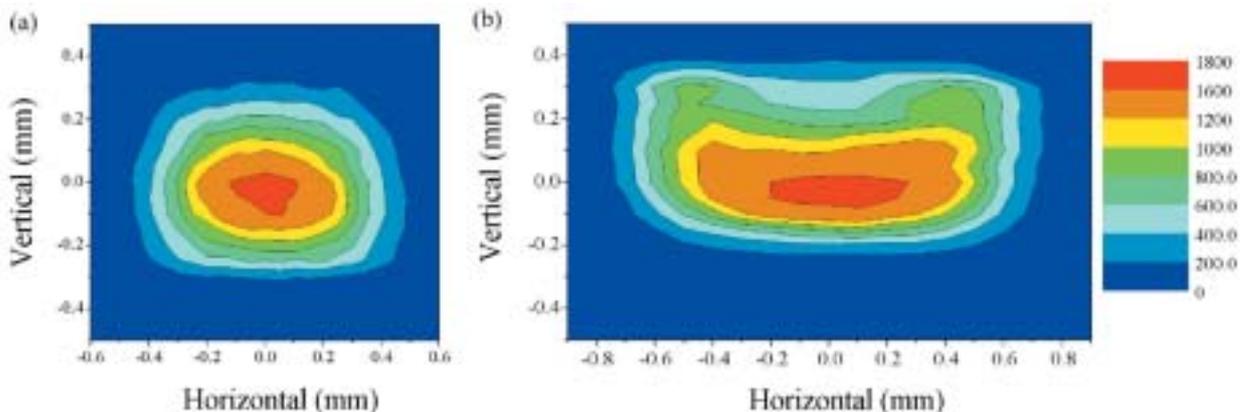


Fig 8 Spatial profiles of Si 333 diffracted beams , measured by scanning a slit ( 50x50 μm<sup>2</sup> ) at EH 1 . Undulator gap was 12mm and photon energy was 21.8keV . Aperture sizes of the front-end slit were 0.5x0.5mm<sup>2</sup> (a) and 0.5x0.9mm<sup>2</sup> (b) .

ハッチまで延長した。さらに、2002年2月に振動とノイズを減少させるためハッチの電気錠を AC ソレノイドから DC ソレノイドに交換した。

### 6.3 実験ステーション

実験ハッチ 2 内には超短パルスレーザーシステムが設置され高輝度放射光とレーザー光の組み合わせ実験ができるようになっている。レーザーシステムはクラス 4 のレーザーで構成されているため安全管理のためのインターロックを整備し、2001年6月21日に検査を完了した。レーザーを用いた実験は実験ハッチ 1-3 のいずれでも行われることを想定しており、レーザー管理区域を実験場所に伴い実験ハッチ 1, 2 のみ、または実験ハッチ 1-3 に切り替えることができる。超短パルスレーザーシステムはモードロックチタンサファイアレーザー、再生増幅器、波長変換器で構成されている。モードロックチタンサファイアレーザーはパルス幅 80 fs、繰り返し 84.76 MHz で外部トリガー信号に同期できるモデルである。再生増幅器はモードロックチタンサファイアレーザー光を種光としてパルス増幅するもので、得られる出力は 1.1 mJ/pulse、パルス幅 130 fs、繰り返し 1 kHz である。波長変換器としては第二高調波 ( SHG ) 発生器と、光パラメトリック増幅器 ( OPA ) が設置されている。前者で波長 400 nm、後者で波長可変範囲 400 nm ~ 3000 nm のレーザー光が得られる。この二つの波長変換器はフリップ形式のミラーにより簡単に切り替えることができる。この超短パルスレーザーシステムには放射光パルスに高精度で同期照射できるようタイミング制御システムが導入されている。実験ハッチ 2 の横にタイミング制御回路を整備しチタンサファイアレーザーが RF 基準信号の 1/6 の繰り返し周波数で発振するようにした。再生増幅器で得られるレーザーパルスは特定の電子バンチから発生する放射光パルスに同期するように分周されている。レーザーパルスと放射光パルスのサンプル上での照射タイミングを制御できるよう 2 段階の精度でタイミング掃引できるシステムを構築した。一つはステップ 30-40 ps で約 30 ns の範囲を粗掃引できるパルス遅延回路に基づいたもの、もう一つは精度約 1 ps で 2 ns の範囲を掃引できる回路を使ったものである。これらのタイミング制御回路系により SPring-8 で得られる放射光のパルス幅 30-100 ps ( FWHM ) より十分高い精度で放射光パルス、レーザーパルスの照射時間間隔を制御することができる。また、実験ハッチ 2 内のレーザーシステムの隣に精密回折計が設置されており時間分解 X 線回折実験ができるようになっている ( 図 9 参照 )。今後は精密時間計測用のピコ秒 X 線ストリークカメラも設置する予定である。

実験ハッチ 4 では高エネルギー領域における非共鳴 X 線磁気散乱測定を主な目的としている。蓄積リングからの距離は遠いため強磁場をかけた場合も電子軌道に与える漏

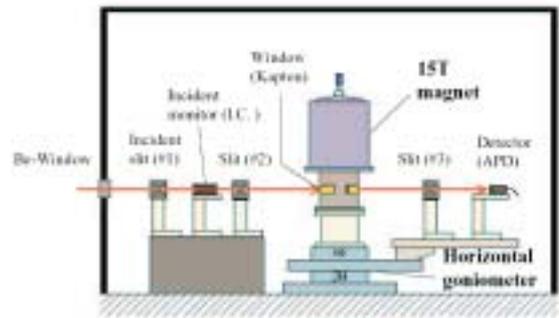


Fig. 9 Laser system and diffractometer at EH2 .

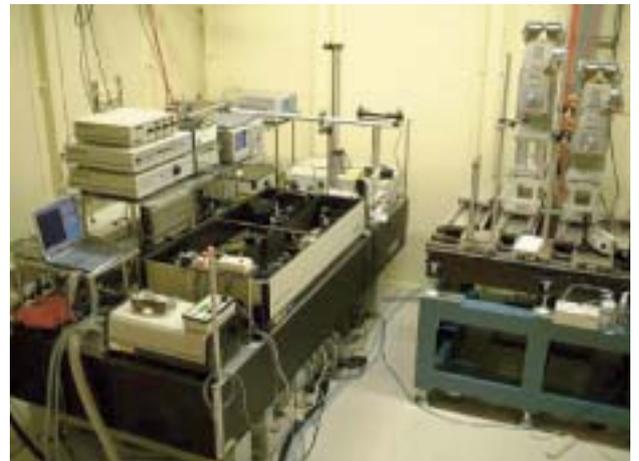


Fig. 10 Schematics view of diffractometer at EH4 .

れ磁場の影響は無視できることが実験的に確認された。回折計の概念図を図 10 に示す。回折計全体が上下・左右に移動可能であり、試料台の回転及び試料台と検出器を載せた台の回転が可能である。検出器にはアバランシュ・フォトダイオード ( APD ) を用いている。低温・強磁場中での測定が可能であり、最高磁場は 15 T で、温度可変インサートを用いると 1.8 K から室温までの測定が行える。また到達最低温度 40 mK の希釈冷凍機が使用可能である。

( 矢橋牧名 )

### 7. 物理科学ビームライン III ( BL17SU )

BL17SU は、理化学研究所専用の軟 X 線アンジュレータビームラインとして、2001年度から建設を始め、2003年度に建設を完了する予定である。2001年度は、主として挿入光源と、基幹チャンネルの一部の建設を行った。ちなみに 2002年度と 2003年度は主として分光器と測定器の建設を行う予定である。

本ビームラインは軟 X 線領域の先端的な光科学研究を行うと同時に、物質科学の推進を目的としている。建設に際しては、これまで、SPring-8 に建設された 3 本の軟 X 線ビームラインで蓄積されたビームライン技術を結集すると同時に、そこで指摘された問題点を解決するための技術開

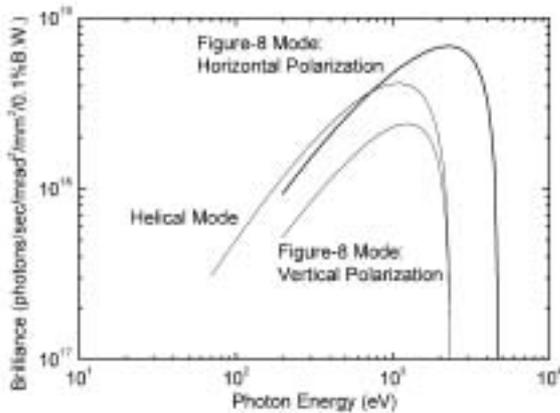


図11 Envelop of spectral brilliance of BL17SU undulator

発の R & D 行う。これらの技術は次に建設予定の FEL や軟 X 線長尺アンジュレータビームラインの建設に向けて、克服すべきビームライン技術や測定器技術の R & D も担っている。

これまで SPring-8 で稼働中の軟 X 線ビームラインによって、200eV 以上の軟 X 線領域においても SPring-8 が世界で最も優れた光源であることが判明しつつある。硬 X 線が結晶構造の研究に威力を発揮しているのに比べ、軟 X 線は、物質の機能性をなす軽元素、遷移金属、希土類等の電子状態を解明する上で、きわめて有用なエネルギー領域である。また、このような物質科学にとどまらず、FEL のようなコヒーレンスを利用した光科学にとってもほとんど未開拓な研究分野への可能性も秘めている。本ビームラインでは、その両方の立場から利用を進めていく方針である。

### 7 1 光源

SPring-8 のアンジュレータ技術による偏光技術は、利用研究の分野において著しい改革を起こしつつある。軟 X 線分野ではいい偏光子がないため、アンジュレータそのものによる偏光利用がきわめて重要である。本ビームラインの大きな目的の 1 つは、新しいタイプのアンジュレータを開発することによって、垂直、水平、円偏光を自由にスイッチングで切り替えられるような光を開発することにある。本ビームラインでは、ヘリカル・8 の字の両アンジュレータの磁場分布を実現できる磁石構造をしている。さらに高速な円偏光の切替えを実現するために、非対称 8 の字アンジュレータ<sup>[21]</sup>の磁場分布も発生できる。即ち、以下のような 3 つの運転モードがある。

- 1 . ヘリカルモード：左右円偏光
- 2 . 8 の字モード：垂直・水平偏光
- 3 . 非対称 8 の字モード：円偏光高速切り替え

図11にヘリカル、8 の字モード時のピーク輝度と光子エネルギーの関係を示す。

### 7 2 ビームライン

BL17SU の基幹チャンネルでは、将来、建設が想定されている長尺軟 X 線アンジュレータビームライン対応の基幹チャンネルを念頭に置いた R & D 要素が盛り込まれている。一つは、体積発熱型の除熱技術をマスク機能付き熱吸収体に適用させることで従来と同程度のスペースで 2 ~ 3 倍の除熱を目指したものである。

もう一つは、光源の偏光が水平・垂直偏光、左右円偏光と切り替えが可能であること、更には円偏光の高速切り替えが可能となるため、蓄積リングの電子ビーム軌道への影響をなくすよう光源のコミッショニングをしっかりと行う必要がある。そのために基幹チャンネルに 2 台の光位置モニター<sup>[22]</sup>を設置して、光軸の変動等を逐次モニターし、必要に応じてフィードバックが掛けられるようにするための R & D である。これを実現するため、光源と基幹チャンネルで連携し、光学系へ安定した光の供給をしなければならない。

SPring-8 におけるこれまでの軟 X 線ビームラインのもっとも大きな成果は、高分解能を 1 keV 付近で達成したところにある。一方、高強度も重要である。また、放射光利用研究を考えると、極微小スポットサイズを達成することと、コヒーレンスを利用する光学系の開発が今後の課題である。

### 7 3 実験ステーション

計画されている実験ステーションの主なものは、以下の通りである。

#### (1) 光物性開発実験ステーション

放射光のコヒーレンスを利用するような Dynamic light scattering、非線形光学、ポンププローブ分光などを開発研究する。非線形光学としては、フォトンエコー、4 光波混合等を考えており、放射光のみの非線形効果を追求すると同時に、放射光とレーザーとの組み合わせ分光も行いたい。このような実験は、これまで、軟 X 線分野ではほとんどなされてきていないが、今後は光源の輝度がさらに上げれば、軟 X 線実験の主流になると思われる。その意味では、長尺軟 X 線アンジュレータビームラインや、FEL の R & D としての役目もになっている。これらの非線形現象を利用した物性研究に関しては、レーザー研究とは異なりほとんど進んでいないが、それとの類推で考えれば、緩和現象を研究すると同時に、通常の軟 X 線分光実験では原理的に不可能な超高分解能実験を行うことが可能になるものと思われる。

#### (2) 材料開発用光電子分光・軟 X 線発光分光実験ステーション

軟 X 線は物質の電子構造の研究に有効で、これまで材料開発等に大きな威力を発揮している。それは、軟 X 線領域の光を用いた測定手法が、物質の機能性を司っている電子状態を、効果的に観測する極めて重要な手段だからである。本ビームラインでは、実験手段として、光電子分光と軟 X

線発光分光を組み合わせることで簡単に実験を行えるようにする。特に、軟 X 線発光分光は試料の表面処理が不要であるために、放射光未経験者でも電子状態の研究を簡単にできるようにしたい。

(3)超高分解能分光実験ステーション

これまで軟 X 線分野の光電子分光の分解能は10000程度、軟 X 線発光分光で1000程度である。更に、1 桁分解能をあげるような R & D を行う。

(4)顕微・ナノ分光実験ステーション

半導体や金属表面のナノサイズの解析を行うために光電子顕微鏡 (PEEM) や生体物質の顕微分光を行うためにゾーンプレートを用いた顕微分光を行う。軟 X 線におけるこの分野は SPring-8 においては未開拓なところがあるので、人材育成も含めて考えている。

(5)原子分子科学実験ステーション

気相標的を用いた原子分子関連の研究テーマとして、各種ガス標的や金属原子等の気相標的を生成し、その内殻吸収分光の実験的な研究を行なう予定である。当面は多価イオンを標的とした内殻吸収分光を行い、多価イオンの電子構造や内殻励起状態にある多価イオンの脱励起過程に関する知見を得ることを目指した実験を行う。こうした研究は世界各地で行われ始めているが、軟 X 線領域の放射光を用いた研究は SPring-8 以外では未だ行われていない。多価イオンという特異な状態にある元素を標的とすることで、原子物理学の基礎実験という立場の他、天体における星間プラズマや核融合プラズマの診断等といった他分野の発展にも貴重な情報を提供する。

(6)汎用実験ステーション

持ち込みの装置等による利用研究が行えるよう、汎用的なステーションを設ける。長尺アンジュレータビームラインや FEL において独創的な研究を展開する上で必要と思われる試験的な実験や、軟 X 線を利用した新しい分光法の開発研究などが行われる予定である。

7.4 終わりに

SPring-8 における軟 X 線分光は、200eV より上では世界でもトップクラスである事が証明されつつある。これまでは熱負荷を克服して光源の最大の特徴を引き出すために、実験を行うだけで精一杯であった。今後は R & D を含めた冒険的な実験を試みたり、逆に徹底的に物質科学にこだわったりする第 2 世代の軟 X 線利用フェーズに入りつつある。

参考文献

[ 21 ] T.Tanaka ,M .Oura ,H .Ohashi ,S .Goto ,Y .Suzuki

and H .Kitamura ,J .Appl .Phys .88 ( 2000 ) 2101 .  
[ 22 ] H .Aoyagi ,T .Kudo and H .Kitamura ,Nucl .Instrum .  
Methods A .467-468( 2001 ) 252 .

( 辛 埴 )

理化学研究所  
播磨研究所 X 線干渉光学研究室  
石川 哲也  
播磨研究所構造生物物理研究室  
宮野 雅司  
播磨研究所研究技術開発室  
引間 孝明  
播磨研究所  
山本 雅貴  
播磨研究所 X 線干渉光学研究室  
玉作 賢治  
ビームライン部門  
光学系・輸送チャンネルグループ  
矢橋 牧名  
理化学研究所  
播磨研究所放射光物性研究室  
辛 埴