

2001年度 所長ファンド

(1) はじめに

(財)高輝度光科学研究センター(以下、「JASRI」)は、2000年度から JASRI 放射光研究所に所属する職員の研究活動を促進するために、研究員の自由な発想に基づいた研究課題に対し、研究資金を支援し、SPring-8 の性能を最大限に活用する研究、SPring-8 の性能を向上させる技術開発等の活性化を図ることを目的とした放射光研究所長ファンド制度(以下、「所長ファンド」)を設けている。

2001年度の所長ファンドは、JASRI 放射光研究所長を委員長とする選定委員会により、下記 ~ の選定基準を基に、書類選考、ヒアリングが実施され、その結果、7 課題が採択された。

採択された課題には、総額9,960千円の予算を配分され、研究が実施された。

SPring-8 における放射光の有効利用、利用促進に繋がる基礎的研究開発

将来の放射光利用研究、新たな利用技術に関する研究開発

放射光に関連した未踏でチャレンジングな研究開発等

(2) 各テーマの実施状況

1) マイクロビームを用いた細胞骨格の X 線回折

(a)担当者: 利用研究促進部門 岩本 裕之

(b)活動内容及び結果

SPring-8 のアンジュレータ放射光は、ピンホールにより径を数 μm に切り出しても細胞内の蛋白配列から X 線回折像を記録するのに十分な強度をもっている。この特徴を生かし、従来そのサイズの故に測定対象となりえなかった筋原繊維、単一心筋細胞、細胞骨格(ストレスファイバー、微小管系、中間系フィラメントなど)からの X 線回折像記録が可能な微小領域回折計を開発した。

当初は市販のレーザー用ピンホール(ステンレス製、厚さ13 μm , 孔径2 μm)を用いて微小領域回折実験の可能性を検討した。その結果 BL45XU のフラックスで実用的な露光時間で骨格筋筋原繊維から回折像の記録が可能であることが示された。この結果に基づき、2001年度は微小領域回折計に以下のような改良を加えた。

十分に X 線を遮蔽できる50 μm 厚のタンタル基板に2 μm のピンホールを穿孔したものを特注し、真の2 μm 径のマイクロビームが生成できるようにした。

Fraunhofer 回折によるビームの広がり問題になるため、下流側のピンホールをなるべく試料に近づ

けられるよう、装置の改良を行った。その結果、ピンホールの下流13mm の試料位置において半値幅0.9 μm のマイクロビームが得られた。

マイクロビームを用いた系では試料の方向をビームに対して厳密に合わせる必要がある。そこで試料の傾きを変えてもマイクロメートルの精度で試料位置が変わらない2軸ゴニオメータを試料台に設置した。

以上の改良の結果、昆虫飛翔筋の単一筋原繊維中の筋フィラメント単一六角格子に由来する回折像を記録することができた。ネイティブな機能性蛋白質の微小領域回折像記録は世界に先駆けて行われたものである。今後は開発した微小領域回折計に更に改良を加え、生体内の多様な蛋白集合体について回折像の記録を試みる予定である。

成果発表: Iwamoto, H., Nishikawa, Y., Wakayama, J. and Fujisawa, T. Direct X-ray observation of a single hexagonal myofibril lattice in native myofibrils of striated muscle. *Biophys. J.*, Vol. 83 (2), in press (2002).

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

井上勝晶: (財)高輝度光科学研究センター利用研究促進部門

藤澤哲郎: 理研播磨研構造生物化学

2) 放射光励起による時空間変調顕微鏡の開発

(a)担当者: 利用研究促進部門 石井 真史

(b)活動内容及び結果

2001年度におけるもっとも大きな進展は、高空間分解能を達成するために走査型静電容量顕微鏡を用いた X 線吸収分光(Scanning capacitance microscope-x-ray absorption fine structure; SCM-XAFS 法)を提案・検討し、本課題の研究テーマを新しい形で具体化することに成功した点である。更に、SCM-XAFS 法では「静電容量の探針による検出」という物理的な要素による空間分解能向上ばかりではなく、探針のエネルギーレベルを制御することにより、特定電子捕獲サイトを共鳴選択的に観測できることも見出した。このような極微細領域における観測領域の共鳴選択の達成は、例えばナノ構造内の特定サイトを狙った XAFS 測定等、新しい応用分野が一挙に広がったことを意味している。近年特に重要視されているナノテクノロジー分野での放射光の画期的な利用法を開拓した点が評価され、少なからぬ学会研究会で招待講演となった。

主要な研究成果として（主要な誌上発表のみ）

1. M. Ishii, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B. (Submitted)
2. M. Ishii, Japanese Journal of Applied Physics. (in press)
3. M. Ishii, HYOUMEN KAGAKU, Vol. 23(2002) pp. 374-380. (in Japanese)
4. M. Ishii, Physical Review B, Vol. 65, pp. 085310-1-085310-8 (2002).
5. M. Ishii, Physica B, Vol. 308-310, pp. 1153-1156 (2001).
6. M. Ishii, Journal of the Japanese Society for Synchrotron Radiation Research, Vol. 14, pp. 259-266 (2001). (in Japanese)
7. M. Ishii, Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 40, pp. 7129-7134 (2001).
8. M. Ishii, and Y. Komukai, Applied Physics Letters, Vol. 79, pp. 934-936 (2001).
9. M. Ishii, Y. Tanaka, S. Komuro, T. Morikawa, Y. Aoyagi, and T. Ishikawa, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, Vol. 114-116, pp. 521-525 (2001).
10. M. Ishii, S. Komuro, T. Morikawa and Y. Aoyagi, Vol. 89, pp. 3679-3684 (2001).
11. M. Ishii, Y. Tanaka, T. Ishikawa, S. Komuro, T. Morikawa and Y. Aoyagi, Journal of Synchrotron Radiation, Vol. 8, pp. 372-374(2001).
12. M. Ishii Journal of Synchrotron Radiation, Vol. 8, pp. 331-333 (2001).
13. M. Ishii, Y. Tanaka, T. Ishikawa, S. Komuro, T. Morikawa and Y. Aoyagi, Applied Physics Letters, Vol. 78, pp. 183-185 (2001).

石井 特願平 11-226184など

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

田中義人：理研、石川哲也：理研、尾笹一成：理研、青柳克信：東工大・理研、小室修二：東洋大、森川滝太郎：東洋大、小向康夫：慶大、工藤統吾：JASRI、内橋貴之：姫工大、辛 埴：理研

3) 遷移金属単結晶の洗浄機構の開発と軟X線角度分解光電子分光による価電子帯電子状態の研究

(a)担当者：利用研究促進部門 室 隆桂之

(b)活動内容及び結果

興味深い輸送現象や磁性を示す遷移金属化合物の物性を電子状態という観点から解明しようとする場合、遷移金属単結晶（単体）の電子状態が考察の出発点となる。この研究の目的は、Ni や Cu などの遷移金属単結晶に対し軟 X 線領域での角度分解光電子分光を行

い、固体内部の電子状態を反映したバンド分散を観測することである。

遷移金属単結晶の洗浄は、まず大気中で鏡面研磨した後、表面エッチングを行い、すぐに超高真空内に導入し500～1000 での加熱（アニーリング）とイオンボンバードを繰り返しながら物質内の不純物を取り除くことによって行う。清浄表面をもつ単結晶の光電子分光を行うためには、同一真空化で試料クリーニングを行う必要がある。このため、BL25SU の光電子分光装置に既設の試料準備槽内でアニーリングを行うための装置を本予算で作成した。試料加熱には、電子衝撃加熱法を採用した。これは、タングステンフィラメントから放出される熱電子を高電圧（～1 kV）で加速して試料に照射することにより試料を加熱する方法である。加熱装置は、BL25SU で使用しているサンプルキャリアを収納できるように設計したので、試料準備槽でクリーニングした試料を測定槽に輸送して光電子分光の測定が出来るようになった。Mo で作成したサンプルホルダーを用いて加熱テストを行ったところ、1000 まで加熱することが出来た。加熱装置を用いたテスト実験として、Ni の角度分解光電子分光の実験を2002年6月に予定している。

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

今田 真：大阪大学

4) 希ガス混合系の放射光励起

(a)担当者：ビームライン技術部門 鈴木 昌世

(b)活動内容及び結果

SPring-8 の大強度 X 線ビームが希ガス混合系に生成する励起 / 電離状態に関して、その空間分布を電氣的・光学的に観測可能なガス検出 Multistep Parallel Plate Chamber(以下、MPPC と略す)を製作した。完成した MPPC を稼働し、R & D ビームライン (BL38B1 及び BL47XU) に於いて計 5 回 (24 シフト) の課題実験を行った。MPPC の 1 次元アノード配列を利用した実験では、電極間電界が一定であっても、大強度 X 線ビームに沿って発生する電子・イオン対が電極に収集される比率には発生位置依存性があり、且つ収集電荷が飽和しない領域が広く存在することが判明した。また、イメージインテンシファイヤーを用いて、励起状態の空間分布を反映する X 線ビーム (20 keV) の光学画像を測定した実験では、当該 X 線ビームの径はアルゴンガス中 (大気圧) では～8 mm、キセノンガス中 (大気圧) では< 2 mm と観測された。数 kV/cm の高電界下の於いても飽和することなく、半径数 mm の電離トラック内で電子・イオン再結合が進行しているという今回の実験結果は、当初より、我々が提唱してきた X 線電離トラックの準プラズマ状態という物理的

描像を支持する結果となった。また、その研究活動の過程に於いて、重希ガス群の発光現象を大強度 X 線ビームの強度測定に応用する企画を加え、フォトダイオードを用いた大強度 X 線ビーム対応型のビームモニタを試作した。

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

豊川秀訓：JASRI

岡田京子：JASRI

5) OTR 光による電子ビームモニタの開発

(a)担当者：加速器部門 鈴木 伸介

(b)活動内容及び結果

SPring-8 線型加速器の 1 GeV シケイン部ではスクリーンモニターによるエネルギー分布測定がおこなわれている。このモニターには以前より蛍光板モニターが用いられていたが、蛍光板モニターを挿入することにより、それ以降にビームが輸送されず、実際の入射時のモニターが出来ない。そのため、薄膜を用いた準非破壊形のモニターの開発を行った。薄膜スクリーンには大面積の張り易さ、強度などを考慮し、12.5 μm のカプトンフォイルに0.4 μm のアルミニウムを真空蒸着したものを採用した。この蒸着膜の製作に本ファンドで購入した蒸着装置を用いた。モニターホルダーに張られた薄膜スクリーンを図 1 に示す。

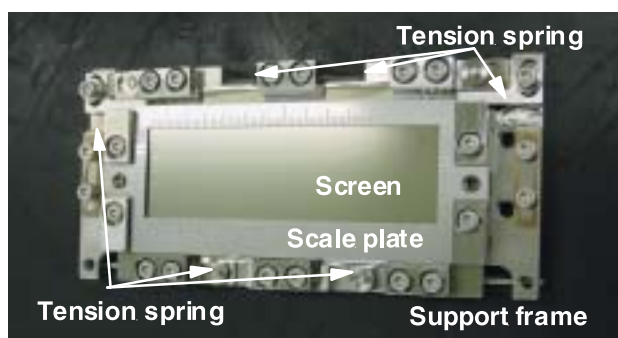


図 1 モニターホルダー

エミッタンス測定の結果、1 ns のビームパルス幅で1.7nC のビーム電流強度の場合、薄膜スクリーン挿入時には 4.0×10^{-8} mrad から 1.2×10^{-7} mrad のエミッタンス増加が確認された。1 GeV 電子ビームがスクリーンを通過することによるエミッタンスの増大は入射リングのビームアクセプタンス以下に抑えられているため、スクリーンの有無によるリングの入射ビーム電流への影響は無視できる。また、画像処理を行い、重心位置、ビーム拡がり測定し、データベースに取り込むことに成功した。このモニターの実用化によりブースターシンクロトロン、ならびに NewSUBARU へのビーム入射中に線型加速器での工

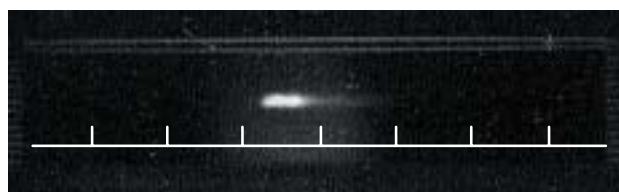


図 2 OTR 光による 1 GeV エネルギー分布

ネルギー分布が常時測定可能となった。図 2 に測定された電子ビームプロファイルを示す。

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

安積隆夫：JASRI

6) 放射光励起によるビームライン光学素子のインラインクリーニング技術の開発

(a)担当者：利用研究促進部門 大橋 治彦

(b)活動内容及び結果

反射率の低減が認められた汚染された光学素子では、表面形状変化がオフラインテストで確認された。この表面について本提案のインラインクリーニング処理を施し、一定の回復が認められた。本研究費で支援を得て、ガス導入用ライン及び試料取付用マニピュレータ及びホルダの設計・製作を行った。今後はより高速にクリーニング処理が可能となるような光学素子表面とガスフローの最適化を進め、実用化を目指したい。

(c)共同研究者・研究協力者名、所属

為則雄祐：JASRI 利用研究促進部門 I

岸本 輝：JASRI 利用研究促進部門 I

三浦孝紀：JASRI 利用研究促進部門 I

石黒英治：琉球大学

金島 岳：大阪大学

7) X 線一分子計測から蛋白質分子 3 次元構造情報を得るには？

(a)担当者：利用研究促進部門 佐々木裕次

(b)活動内容及び結果

X 線を用いて 1 分子 (今回の例は DNA 分子) の動的挙動を水溶液中において pm (= 1/1000nm) 精度で実時間計測することに成功した^[1]。SPring-8 の高輝度性とナノ結晶を利用するというアイデアで実現可能となった。これは時代の要望であり、次の時代の要望は間違えなく生体系分子の 1 分子 3 次元構造の決定である。最近、1 分子構造情報の取得法に関する論文もいくつか出るようになった^[2-3]。いずれも近未来的なアイデアであり、より高輝度光源を必要とする。ここで述べる構造決定とは、現状のようにすべての原子座標を数 精度で決定するところまでいくかどうかは断言できないが、現在の結晶場内での構造情報とは異なった、より in-vivo に近い構造情報が得られると考えて

いる。

本研究では、X線1分子計測で得られる標識ナノ結晶の変位角度に加えて、X線定在波(下図)による高さ(z方向)情報を併用する。これで、ナノ結晶の局座標表示による絶対位置を決定することができる。フォールディング前のポリペプチド鎖の一部分を磁性トラップ(下図)もしくは精度は落ちるが光学トラップによって摘み、初期位置を定義してフォールディングを開始する。その後のフォールディング過程を追跡すれば3次元情報が得られるのではないかというものである。ナノ結晶の標識位置を変えた同様の実験を数十回いや時には数百回繰り返す可能性はあるが、現状のSPring-8光源強度で十分可能な計測技術である。

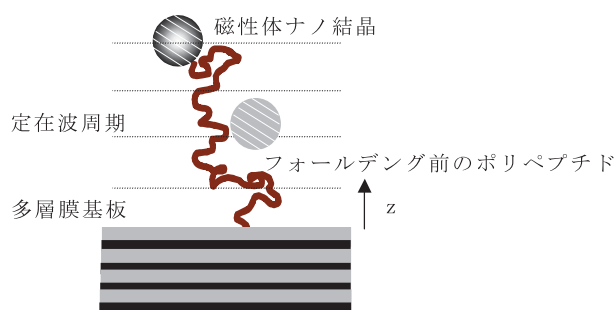


図 X線定在波場内に表面吸着しているフォールディング前のポリペプチド。定在波によるX線強度変調に比例した蛍光X線強度をモニターすることでz情報を得ることができる。図中のナノ結晶(分子をつまむ役割)は鎖の末端である必要はない。

参考文献

- [1] Y. C. Sasaki, et al., Phys. Rev. Lett. 87, 248102 (2001)
- [2] R. Neutze et al., Nature (London) 406, 752 (2000)
- [3] J. Miao et al., Phys. Rev. Lett., 89, 088303 (2002)

所長室研究事務グループ 八木 克仁