

BL41XU 構造生物学

本年度は2ヵ年計画であるBL実験ステーション高度化の2年目であった。前年度に(1)大型イメージングプレート高速読取装置、(2)Heガス吹き付け型試料冷却装置、(3)(1)・(2)を搭載できる実験ステージ、を整備し、ユーザーによるビームラインの高度な利用のための基盤作りを行った。本年度では、それらの装置をユーザーがより容易・簡便・迅速に利用できるようにするためのユーティリティ関連の整備をおこなった。

1. 微細X線を作り出すためのスリット系の整備

前年度に納入された実験ステージ上に構築されているX線入射光学系を利用して微細X線ビームを生成するためのシステム開発を行った。装置に入射するX線ビームの集光度合やサイズを考慮しながら、X線入射光学系の持つ2つの高精度4象限スリットの設置位置やスリットサイズを設定することで、試料位置で横50ミクロン・縦20ミクロン程度の微細ビームを生成できることがわかった。将来的にモノクロメータや集光用全反射鏡などのビームライン光学系が改良されれば、20ミクロン角程度の微細X線を生成できることが期待される。またスリットの設定操作をユーザーが容易に行えるようなインターフェイスを持つソフトウェアも併せて開発した。

2. 擬似同軸型試料観察装置による試料へのX線照射位置の高精度化

タンパク質結晶構造解析ビームラインには、試料結晶をゴニオメータ回転軸上にセンタリングする際に試料を観察する望遠ビデオカメラシステムが搭載されている。多くのビームラインでは、このカメラはX線光軸を邪魔しないように斜めや垂直位置に設置されている。しかしこの設置位置だと、試料に対するX線照射位置が試料回転軸方向は直接に観察できるが、その垂直方向位置は間接的にしか知り得ないため、精度を確保することは困難である。微細X線を用いた微小結晶でのX線回折実験を行ううえで、このことはデータセット測定中に試料角度によっては試料結晶が部分浴ないしは完全にX線照射領域から外れてしまう可能性をはらんでおり、高S/N比のデータ収集を行う場合には致命的である。そこで試料結晶に対するX線照射位置を試料回転軸・その垂直軸ともに直接観察することのできる試料観察装置を開発した。

本装置は、回折データ収集中はX線光軸を邪魔しないように斜め位置に退避しているが、試料センタリング時には

X線光軸と同軸上にカメラが移動する擬似同軸型となっている。これにより試料回転軸・その垂直軸ともに直接観察することができ、X線照射位置を5ミクロン程度の精度で確認することができるようになった。

3. アッテネータ増設とソフトウェア整備によるX線ビーム操作系の容易化

アンジュレータの生み出す強力なX線は、短い露光時間での回折写真測定を可能とし、ビームラインの利用効率の向上の一助となっている。しかしその一方で、試料のX線ダメージも無視できないほどになっている。また回折写真の露光時間をあまりに短くすると、光源や光学系からくるX線強度のゆらぎなどにより、各フレーム間でのデータ整合性が低下するという報告もある。そのためX線ダメージに弱い試料結晶や、高精度データ収集を要求するもの、また試料結晶サイズが大きくて回折強度が高いものなどでは、X線光軸にアッテネータを挿入することで、わざとX線強度を落として露光時間を長くして測定する場合も見られる。

前年度に納入されたX線入射光学系は10種類の金属箔を選択・挿入できるアッテネータが1組含まれていた。しかしBL41XUは6~38keVまでの幅広いエネルギー領域のX線を利用できるので、10種類のアッテネータ1組ではそれらのエネルギー領域全てをカバーすることは不可能であった。そこで同設計のアッテネータをもう1組導入し、10種類2組を使って100通りの組み合わせが可能となった。これにより幅広いエネルギー領域で、柔軟なX線強度低減率を選べるようになった。また新規に開発したインターフェイスソフトウェアを用いることで、ユーザーがX線吸収率を計算することなく、感覚的にX線強度を何分の一にする、という操作が可能になっている。

4. 実験ステージのアライメントシステムの高速化

BL41XUにおける波長変更は、ユーザーが専用ソフトウェアに設定したい波長を入力すると、アンジュレータギャップ値設定 モノクロメータ設定・チューニング ミラーのコート材切り替え 実験ステージのアライメント、の一連の作業を全自動で行う。この全工程には20分ほどかかるが、そのほとんどの時間が実験ステージのアライメントに要している。これは実験ステージに対するX線ビーム位置を、X線入射光学系の4象限スリットによる2次元走査で求めているためである。このステップを高速化することは

ビームライン全体での利用効率の向上につながるので、そのための試験的な装置開発を行った。

開発した装置は、1次元方向でのX線ビーム位置を得ることのできるバックギャモン型イオンチェンバーを搭載しており、それを90度回転させて2度測定することで2次元でのX線ビーム位置を得ることのできる設計になっている。現在、装置の制御ソフトウェアの開発と予備的な性能試験を行っている。この装置が完成すれば、実験ステージのアライメントが数分以下にまで短縮できると期待している。

5. データ収集系のネットワークとストレージ及びデータ解析システムの拡充

これまでのBL41XUのデータ収集系の構成は、検出器制御コンピュータがゴニオメータ制御コンピュータとネットワーク経由で通信して回折写真の測定を行い、測定された画像データは検出器制御コンピュータのローカルハードディスク上に保存される、そしてそのデータの解析はデータ処理用コンピュータへネットワーク経由でコピーをしてから行う、というものであった。この構成では検出器制御コンピュータの負荷が大きく、また画像データの転送がゴニオメータ制御コンピュータ・検出器制御コンピュータ間のコマンド通信を稀に阻害し、その結果測定が停止してしまう可能性がある、という不安を抱えていた。

そこでデータ収集系の全面的な見直しと改善を行った。ネットワークをギガビットイーサネット化し、全てのコンピュータを接続した。ネットワーク上に高速・高信頼性の大容量ネットワークストレージを配してディスクサーバとし、検出器制御コンピュータからの画像データはここへ書き出されるようにした。このような高速・高信頼性かつシンプルなデータ収集系としたことで、データ収集しながら同時にそのデータをオンタイムで解析し、その結果を測定に速やかにフィードバックする、ということが非常に安定して行えるようになった。

また前年度に納入された大型イメージングプレート高速読取装置に対して、データ処理ソフトウェアの対応バージョンへのアップデートを共同利用ライセンスを取得した。これによって検出器の種類を問わず、同一のソフトウェア上でデータ処理ができるような環境を構築できた。

利用研究促進部門

構造生物グループ・結晶構造解析チーム

河本 正秀

酒井 久伸