

4-4 理研ビームライン

1. はじめに

理研は4本の構造生物学研究用 (BL45XU, 44B2, 26B1, 26B2) と、2本の物理科学研究用 (BL29XUL, BL19LXU) の専用ビームラインを稼動させており、加えて軟X線領域での物理科学研究用 (BL17SU) に1本のビームラインを建設中である。これらのビームラインの2002年度における活動状況を、各ビームライン担当者が分担してまとめたものが本報告である。

(石川 哲也)

2. 構造生物学ビームライン (BL45XU)

構造生物学ビームライン (BL45XU) では垂直偏光のタンデムアンジュレータを光源とし、人工ダイヤモンドを分光素子として利用することにより、蛋白質結晶構造解析と溶液散乱の実験を同時に行うことができる。

蛋白質結晶構造解析用の分岐ライン (BL45XU-PX) では、多波長異常分散 (MAD) 法に基づく回折強度測定を想定して、3つの波長の異なるX線を同軸上に提供している。本年度は約140種類の蛋白質結晶試料について回折強度測定が行われた。

本分岐ラインのトリクロメータのいくつかの軸に動作不良が見いだされたため、本年度はトリクロメータ全体のオーバーホールを行った。回折画像を収集するCCD撮像装置 (Juptier: 理学電機) の一部の区画に発生した不具合を修理するとともに、高圧化電源装置を導入して装置の安定性を向上させた。一連の回折強度測定実験を簡略化することを目的として、電動ゴニオメーターとその操作用コンピュータ、関連するソフトウェアを整備した。この際、クライオ装置の冷却ガスにより電動ゴニオメーターに凍結が発生し動作不良が多発したため、電動ゴニオメーター用ヒーターを製作して問題を回避した。ほかに、データ処理用コンピュータの高速化、ネットワーク環境の整備等を行った。

時分割結晶構造解析は構造生物学研究における重要な柱のひとつである。高輝度アンジュレータを光源とする本ビームラインでLOT法 (Large-Angle Oscillation Technique) による時間分割測定を可能とするように回折計及びその制御ソフトウェアに改造を加えた。また時間分割測定ではタンパク質結晶内で進行する反応をモニターする必要が生じるため、本ビームラインで利用できる顕微分光装置を開発した。

(河野 能顕、神谷 信夫)

溶液散乱用の分岐ライン (BL45XU-SAXS) では、BL45XU-PXの波長変更時に入射X線強度が変動する。この問題に対処するため、使用波長を1.0 から0.9 へ変更した。その事に伴う小角分解能の低下に対応するため3.6mカメラを設置した。これにより、小角分解能1/140nmを確保した。また、高精度高速型CCDの採用とCCDコントロールソフトとシャッターを同期させるソフトウェアを作成し放射線損傷を軽減した。また、ベルチェコントロールサンプルホルダーを開発し、温度調節速度10 /minの高速でサンプルの温度を変更できるようにした。

蛋白質溶液散乱実験では高静水圧下5000気圧下でのミオシン分子の構造変化の研究を進めると共に、高速混合型フローセルを使ってサブミリ秒の時間分解能でアポミオグロビンの折れ畳み過程の中間体を捉えることに成功している。

(藤澤 哲郎)

3. 構造生物学ビームライン (BL44B2)

構造生物学ビームライン (BL44B2) では、偏向電磁石を光源とし幅広いエネルギー範囲 (波長にして0.6 ~ 1.7) 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線回折実験、白色X線回折実験、および、生体希薄試料の蛍光XAFS実験が可能である。実際の利用課題としては蛋白質結晶の単色X線回折実験が大半を占めており、本年度は約170種類の蛋白質結晶試料について回折強度測定が行われた。

単色X線回折測定から得られた回折画像データはビームラインに設置したワークステーションで処理され、その結果をすぐに実験にフィードバックすることにより測定効率化をはかることができる。本年度はビームライン内の画像データ転送速度を高速化するために1Gbpsのイーサネットスイッチを導入した。このスイッチは光ポートを装備しており周辺からのノイズ等の影響を受けにくい。また膨大な回折画像データを余裕を持って保存できるように、2.7TBのRAIDディスク装置を新しく導入した。この装置は電源・冷却装置がともに3重化された信頼性の高いものである。

本ビームラインでは主に白色X線回折測定を対象にして、JASRIの共同利用実験にもそのマシンタイムの一部が供出されている。

(内藤 久志、神谷 信夫)

4. 構造ゲノムビームライン (BL26B1&B2)

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、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。そのため、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の導入を進めている。

BL26B1&B2は平成13年度中にビームライン建設を終了して、平成14年度はじめより、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を開始した。平成14年度秋から、BL26B1ではビームライン性能確認のためにユーザ実験を開始した。またBL26B2ではサンプルチェンジャーによるビームライン自動運転のR&Dを行っている。

4-1 BL26B1&B2の構成

2本の構造ゲノムビームラインBL26B1&B2は同一のビームライン設計を採用して、サンプルの高速スクリーニングや連続データ収集のために、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した。

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、自動軸立てが可能なゴニオメータと自動切り替え可能な2種類の2次元検出器を設置した。(図1) 2種類の検出器は測定条件に応じて、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が選択可能である。モザイク型CCD検出器は理学電機製のJupiter210(有効検出面積が $210 \times 210 \text{mm}^2$ 、ピクセルサイズが $51 \times 51 \mu\text{m}^2$)で、1時間あたり最大180イメージの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 $400 \times 400 \text{mm}^2$ 、ピクセルサイズ $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ を50秒で読み出し可能なR-Axis Vを設置している。

ビームライン光学系および実験ステーションの回折計は、ネットワークを介したSPring-8ビームライン標準制御システムにより制御を行っている。また、2台の検出器とサンプルチェンジャーには、それぞれ専用の制御サーバーを用意してネットワークを介した制御を行っている。これらの制御サーバーを管理・統合する上位のソフトウェアとして、ビームライン自動運転ソフトウェアBSS (Beamline

Scheduling Software)を開発した。BSSにより、大量サンプル管理システムとの連携による測定スケジュール管理とビームライン自動運転が可能になった。

4-2 大量サンプル管理システム

構造ゲノムビームラインでは、大量サンプル管理システムとして実験ステーションにサンプルチェンジャーを設置して、専用トレイに保管した複数の結晶サンプル(50サンプル程度)を自動交換しながら連続回折強度測定を行う。連続回折強度測定は、昼間のオペレータによるサンプル評価データ収集と夜間の無人自動データ収集に大きく二分さ



図1 構造ゲノムビームライン (BL26B2) 実験ハッチ内の実験装置



図2 BL26B2実験ハッチに設置したサンプルチェンジャー

れる。サンプル評価では、サンプルトレイで持ち込まれた全結晶サンプルに対して一定のスクリーニング手順に従ってサンプル比較用の評価データを収集する。このスクリーニングを行うことにより、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。その結晶評価結果に従って、夜間は複数個の結晶について指示通り無人自動データ収集を実行する。平成14年度は、BL26B2にサンプルチェンジャーを設置して、サンプルチェンジャーの基本動作についてR&Dを進めた。(図2)今後、サンプルチェンジャーの連続運転試験を進めることにより、平成15年度後半からはBL26B2のビームライン自動運転を予定している。

(山本 雅貴)

5. 物理科学ビームラインI (BL29XUL)

BL29XULは全長が1km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^[1, 2]。その後2000年に長尺部分の拡張が完了した^[3, 4]。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

ビームラインでは前年度納入された40cmミラー2台の調整が行われた。これらのミラーは輸送チャンネル部の最後に据え付けられており(図3)1台目が上跳ね、2台目が下跳ねで使用される。また曲げ機構を利用して縦方向に集光することが出来る。ミラー本体はシリコン母材に白金コートされており、30keV付近まで高調波除去および集光を行うことが出来る。

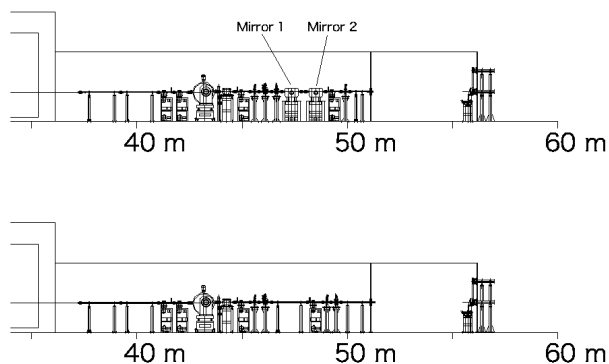


図3 BL29XUL輸送チャンネルの概要：(上)輸送チャンネルミラー導入前(下)導入後

調整の結果、例えばX線のエネルギーが6keVの時、実験ハッチ1で集光して100 μ m程度のビームサイズが得られた。元のビームサイズが600 μ m程度であるから1/6に集光できたことになる。一方で、輸送チャンネル部分の大幅な改造を避けたため、ミラーによる跳ね角は6.5mrad程度が

限界であることが判明した。このため高調波除去ミラーとして使用できるエネルギーの下限は5keV程度と見積もられた。

輸送チャンネルミラーが利用できるようになり、実験ハッチ内に設置していた場合に比べて格段に安定した状態でミラーが使えるようになり、また実験ハッチ内に測定装置を組み上げる自由度が高くなった。

5-2 実験ステーション

4軸回折計の制御ソフトとして広く利用されているソフトウェア“SPEC”を本ビームラインの制御系で利用できるようにするためのミドルウェアを導入した。このプログラムを利用することにより、4軸回折計はもとより長尺ビームラインの1km離れた2つの実験ハッチの機器を“SPEC”から制御できるようになりより幅広いユーザの要求に応えられるようになった。

本ビームラインではコヒーレント散乱による大腸菌のイメージング^[5]、高X線領域における高分解能光電子分光^[6]、KBミラーによる100nm集光^[7]、ATS散乱による電気四重極秩序の観測^[8]、強度相関を用いたX線干渉計測、X線プリズムによるシェアリング干渉計を用いた位相イメージング、ピンポスト結晶やBe窓の評価などが行われた。

参考文献

- [1] SPring-8 Annual Report 1998 (1998) 79.
- [2] SPring-8 Annual Report 1999 (1999) 85.
- [3] 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.
- [4] K. Tamasaku, Y. Tanaka, M. Yabashi, H. Yamazaki, N. Kawamura, M. Suzuki and T. Ishikawa : Nucl. Instrum. Methods **A467-468** (2001) 686.
- [5] J. Miao, K. Hodgson, T. Ishikawa, C. Larabell, M. LeGros and Y. Nishino : Proc. Natl. Acad. Sci. USA **100** (2003) 110.
- [6] K. Kobayashi et al. : App. Phys. Lett. In press.
- [7] K. Yamauchi, K. Yamamura, H. Mimura, Y. Sano, A. Saito, A. Souvorov, M. Yabashi, K. Tamasaku, T. Ishikawa and Y. Mori : J. Synchrotron Rad. **9** (2002) 313.
- [8] Y. Tanaka, Y. Tabata, K. Katsumata, K. Tamasaku, T. Ishikawa, N. Kawamura, M. Suzuki, H. Katori, S. Lovesey, H. Yamauchi, H. Onodera and Y. Yamaguchi : J. Phys. : Condens. Matter **15** (2003) L185.

(玉作 賢治)

6. 物理学ビームライン (BL19LXU)

本ビームラインは、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。2000年度のファーストビーム及び実験ハッチ1から3の立ち上げ^[1]、2001年度の実験ハッチ4の利用開始に続き^[2]、2002年度は各実験ステーションの整備がさらに進められた。

6-1 ビームライン

二結晶分光器の振動対策が行われた。BL29XUで行われたR&Dをもとに^[3]、分光器チャンパー内の液体窒素循環用配管の変更が行われた。この結果、窒素流量の広い範囲にわたって、振動の顕著な減少がみられた。

6-2 実験ステーション

実験ハッチ2内には放射光と同期発振できる超短パルスレーザーが設置されている。今年度は、時間同期評価のために実験ハッチ内にX線ストリークカメラを設置した。ストリークカメラはX線光軸上に置く必要があるが、実験ハッチ3・4での実験の際はX線を妨げてしまう、そこで、平行移動可能な定盤を実験ハッチ2内に導入し、その上にストリークカメラを搭載する形を採用した(図4)。カメラ



図4 EH2に導入されたX線ストリークカメラ

のトリガーには、BL19LXUに引かれたRF基準信号の分周信号を用い、放射光に同期した信号の時間プロファイルやタイミングを観測できるようにした。このストリークカメラ設置により、これまでに行われてきたレーザー励起・放

射光プローブ等の時間分解実験に対して、両パルスの同時照射時の時間を決めることができるようになった。方法としては、ストリークカメラの上流にサンプルを取り付けておき、時間分解実験の後(または前)に、サンプルを取り外すことによりX線の照射タイミングを測る。次に、サンプル位置にレーザー用ミラーを取り付けることにより、サンプル位置からストリークカメラ内にレーザー光を導き、そのタイミングを確認する。この手法により、サンプル上での両パルスの到達タイミングを数ピコ秒の精度で確認することができるようになった。

実験ハッチ3は、当初よりオープンハッチとして設計され常設機器をもたない。すなわち、実験毎に異なった装置が持ち込まれ、使用される。効率的な実験のためには、これらの持ち込み装置が、既設のビームライン機器と同列に制御できることが必須である。このため、既存システムに対する、実験ハッチ3の制御系の組み込みが行われた。モータ制御系としてVMEシステムが導入され、さらに実験ハッチ3から既設の計測ラックまで信号線、高電圧線を敷設することで、検出器からの信号も同一のGUI上で取得できるようになった。様々なマクロプログラムが開発され、挿入光源、二結晶分光器、実験ハッチ1から3までの機器を任意に含んだ多次元スキャンを容易に行うことが可能となった。

高エネルギーX線用の検出器として、YAP(Ce)シンチレーション検出器(応用光研製)^[4]が導入された。25keVのX線に対して高効率かつ1Mcps以上の高いレートでの検出が可能であることを確認した。

各実験ステーションでは、強度相関法を用いたX線干渉計の開発、結晶光学系によるコヒーレンス伝播の研究、コヒーレント散乱法の基礎実験、強度干渉法によるX線の特性評価、多波回折を利用したX線光学素子の開発、X線・超短パルスレーザー同期による時分割回折実験、強磁場下でのX線磁気散乱による物性研究、X線と走査型トンネル顕微鏡による表面物性研究等、光源の高輝度・高コヒーレンス特性を活用した多岐にわたる研究が進められた。

- [1] SPring-8 年報 2000年度(2000)118; T. Hara et al.: Rev. Sci. Instrum. **73** (2002) 1125.
- [2] SPring-8 年報 2001年度(2001)132.
- [3] SPring-8 年報 2001年度(2001)131; K. Tamasaku et al.: Proc. SPIE **4782** (2002) 122.
- [4] 岸本俊二、山本立夫、第16回日本放射光学学会年会予稿集(2003)244.

(矢橋 牧名)

7. 物理学ビームライン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、2004年度

に建設を完了する予定である。2002年度は、主として完成された挿入光源の設置と、基幹チャンネルの建設を行った。2003年度と2004年度は主として分光器と測定系の建設を行う予定である。2004年度の初めに部分的に光を使用する予定である。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発R&Dを行う。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。

(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

播磨研究所研究技術開発室

河野 能顕

神谷 信夫

播磨研究所構造生物化学研究室

藤澤 哲郎

播磨研究所研究技術開発室

内藤 久志

神谷 信夫

播磨研究所構造生物物理研究室

山本 雅貴

播磨研究所X線干渉光学研究室

玉作 賢治

JASRI

ビームライン・技術部門

工学系・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