

## 4-2 理研ビームライン

理研は、1997年のSPring-8供用開始と同時に、構造生物学ビームライン（BL45XU）の利用を開始して以降、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1km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）、2003年度から構造ゲノムビームライン（BL26B1/B2）の運用を開始した。また、物理科学ビームライン（BL17SU）については2005年秋の本格運用開始を予定している。この様に、理研では構造生物学関連の4本のビームライン、物理科学関連の2本のビームラインが稼働しており、また物理科学関連のビームライン1本が建設中である。現在そのいずれも順調に稼働しているが、運用開始後7年を経過した初期の構造生物ビームラインに関して、改修計画の策定を開始している。

（山本 雅貴）

### 1. 構造生物学ビームライン（BL45XU）

構造生物学ビームライン（BL45XU）は垂直偏光のタンデムアンジュレータと合成ダイヤモンドを分光素子として利用することにより、生体巨大分子の結晶構造解析（BL45XU-PX）と溶液散乱（BL45XU-SAXS）の実験を同時に実施可能な分岐ビームラインである。

BL45XU-PXは、ダイヤモンドトリクロメーターによって3つの波長の異なるX線を同軸上に提供し、多波長異常分散（MAD）法に基づくX線回折強度測定に特化した実験ステーションである。本年度も引き続きダイヤモンドトリクロメーターを中心にビームラインの保守を実施し、昨年度導入した制御ソフトウェアの機能向上、安定化を進めた。

BL45XU-SAXSは、高輝度であると同時に単色性がよくかつ寄生散乱を最小に抑えているため、タンパク質複合体形成や高速混合装置を用いたタンパク質の折れ畳みについて多くの貴重な成果を得ている。本年度は特に分光器真空容器の真空改善のために、分光器にターボ分子真空ポンプを増設した。それにより、真空立ち上げに要する時間が1/5になり到達真空度も向上しダイヤモンド結晶のダメージが低減した。また、ダイヤモンド結晶の振動対策として冷却水を層流となるよう調整し、水量を1.5倍にする対策を行った結果ダイヤモンドの熱負荷によるドリフトも減少した。生物試料、特にタンパク質への放射線損傷に対する基礎的なデータ及び凍結防止剤の影響を調べ、さらに立ち上がり0.3ミリ秒、繰り返し150HzのX線シャッターを導入することにより試料への放射線損傷を低減する事に成功し

た。熱測定とX線小角散乱測定を同時に行う高精度温度制御器を新規開発し、脂質の構造と物性を調べた。高精度温度制御器はペルチェ素子を組み合わせた温度制御セルである。温度範囲は+5 から+85、行き過ぎ量が0.01以下、温度安定度0.005、平衡化に1分以内という性能を有し、脂質系の相図作成などに応用した。

（引間 孝明、藤澤 哲郎）

### 2. 構造生物学ビームライン（BL44B2）

構造生物学ビームライン（BL44B2）は生体巨大分子の動的結晶構造解析とX線吸収スペクトロスコピー（XAFS）の兼用ビームラインとして建設された。光源には偏向電磁石を用い幅広いエネルギー範囲（6keV～20keV）のX線を利用できる特徴により、現在は単色および白色光を用いたX線回折強度測定が可能である。現在、白色光実験に限りJASRI共用利用課題を受け入れている。

本ビームラインは1998年の運用開始以来6年が経過し、分光器の経年劣化による不具合が現れ始めている。このため本年度は、分光器のY軸マコメユニット、重量バランス交換等の改修作業を行い、ビームラインコンディションを初期の状態に回復した。あわせてミラーを含めた光学系の再調整を進め、単色光利用時の波長変更に伴う試料位置でのビーム変動を800μmから100μm以下に減少させ実験時の光学系調整を簡略化した。これにより、多波長異常分散（MAD）法を用いたX線回折強度測定時の利便性が向上した。また、操作性向上に向けた実験ハッチ内制御系の改良を進めている。

（引間 孝明）

### 3. 構造ゲノムビームライン &（BL26B1&B2）

構造ゲノムビームライン &（BL26B1&B2）は構造ゲノム研究の対象となる膨大な数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X線回折強度測定を行うことを目指している。そのためにタンパク質結晶サンプルの自動マウント、回折強度チェックや連続データ収集を含めたビームライン運転自動化を最終目標として建設し、開発研究を進めている<sup>[1]</sup>。両ビームラインとも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標準の偏向電磁石ビームライン光学系を採用し、実験ステーション内機器を含めたビームライン全体の制御はネットワークを介したクライアント/サーバ型のビームライン制御・実験スケジュール管理ソフトウェアBSS（Beamline Scheduling Software）<sup>[2]</sup>を開発して測定の自

動化およびユーザーインターフェースの標準化を図っている。昨年度からは本格的なユーザー利用を始め、順調に成果もあがり始めている。並行してCCD検出器の高速化およびBSSのソフトウェア高度化を行い安定稼働している。加えて、BL26B2の実験ステーションにはサンプルチェンジャーSPACE (SPRING-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger) を中心とした大量サンプル管理システム<sup>[3]</sup>を開発導入して、実験の完全自動化を図っている。本年度は自動運転対応のためのSPACEの改良と並行して、SPACE対応BSSのソフトウェア高度化とデータベース化を進めた。これらの自動回折データ収集システムによりビームライン実験の負担を軽減すると共にヒューマンエラーの排除によるデータ精度向上が期待される。今年度より、ユーザーによるSPACEを利用した自動運転(昼間のオペレータによるサンプル評価データの収集と夜間の無人連続データ収集)を開始した。

また、BL26B2では偏向電磁石ビームラインの輝度向上に向けたサジタル集光光学系のR&Dも実施している。このR&DはJASRI、原研、理研共同で実行しているものである。サジタル集光光学系のX線フラックス強度は、第一結晶の結晶性に大きく左右され熱負荷による結晶歪の最小化が重要である。BL26B2では直接冷却結晶(Si 111反射)を取り付けるため新型のフィンクーリング式直接冷却ホルダを開発することで、サジタル集光光学系で要求される広い横方向のビームを均一に反射させることが可能となった。その上で改良型の第二結晶ベンダーをインストールしてその集光性能を評価した。新型結晶ホルダとの組み合わせにより高効率の横集光が可能となり、8keVから28keVのエネルギー範囲で試料位置における集光ビームの横方向の半値幅は250 $\mu$ mであった。また、湾曲平面ミラーと組み合わせた2次元集光実験では、縦方向では150 $\mu$ mの半値幅が得られた。この2次元サジタル集光光学系のX線フラックス強度は通常光学系の約2.5倍であった。また、分光器にコンプトンシールドの設置、水冷配管の振動対策を施

し、出射X線の強度および出射位置の長期安定性が大幅に向上した。

参考文献

- [1] G. Ueno, M. Yamamoto, R. Hirose, K. Ida, H. Kanda, M. Miyano and T. Kumasaka : AIP Conference Proc. **705** (2004) 1209-1211.
- [2] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **12** (2005) 380-384.
- [3] G. Ueno, R. Hirose, K. Ida, K. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Appl. Cryst. **37** (2004) 867-873.

(山本 雅貴)

4. 物理科学ビームライン (BL29XUL)

4-1 はじめに

BL29XULは全長が1kmの長さを持つ長尺ビームラインである<sup>[1, 2]</sup>。光源から60mまでの蓄積リング棟内の部分は1998年に完成した。その後2000年に長尺部分の拡張が完了した。本年度は、可干渉X線を用いた利用研究のさらなる拡充を目指し、新たに実験ハッチの建設が行われた。

4-2 ビームライン

新しい実験ハッチは、従来の実験ハッチ1と2の間、光源から約100mの位置に建設された。これに伴い長尺棟にある実験ハッチ2は実験ハッチ3と改称され、新設ハッチが実験ハッチ2と命名された。この実験ステーションでは実験ハッチ3に比べると利用できる空間コヒーレンスは劣るが、格段に強いX線を使うことが出来る。また実験ハッチ2は光軸方向に8m、垂直方向に4mと広く、実験ハッチ1(有効面積4m $\times$ 3m弱)に入りきらない大型の装置を設置することも可能である。実験ハッチ2には専用の制御系が用意されるが、各実験ステーションからは全ての実験ステーションの装置を連動して制御することが出来る。実験ハッチ2では通常24軸までの5相パルスモーター制御と16チャンネル

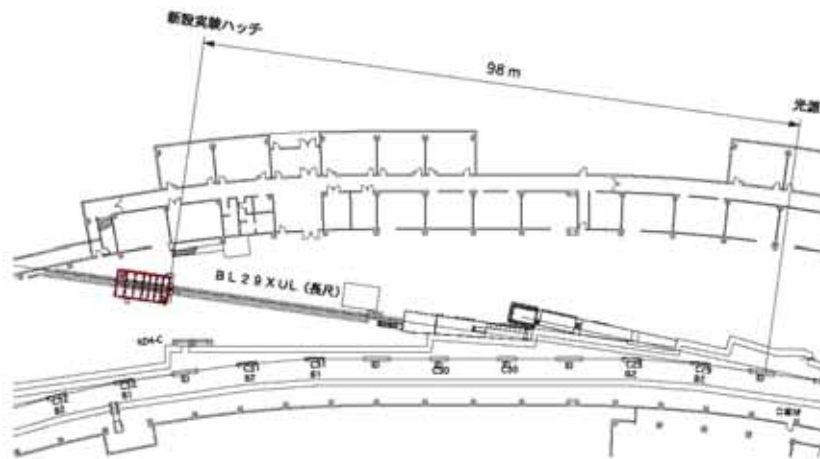


図1 実験ホールに建設した新設実験ハッチ

ルまでのTTLまたはNIMレベルの信号の取り込みが出来る。必要に応じてGPIB機器の接続も可能である。また、各種ガス、圧縮空気、冷却水の利用も可能である。重量物の昇降用として実験ハッチ2内に2台の0.5tクレーンが設置された。

また、実験ハッチ1にも0.5tクレーンが1台設置され、実験装置搬入の効率化が図られた。

#### 4-3 実験ステーション

各実験ステーションでは、高可干渉性X線を用いた高空間分解能X線回折顕微鏡、高精度K-Bミラーによる回折限界集光、K-Bミラーを用いた走査型蛍光X線顕微鏡、バルク敏感な高エネルギー光電子分光、などの多岐にわたる研究が進められた。

#### 参考文献

- [ 1 ] 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 **1** (2000) 4145.  
 [ 2 ] K. Tamasaku, Y. Tanaka, M. Yabashi, H. Yamazaki, N. Kawamura, M. Suzuki and T. Ishikawa : Nucl. Instrum. Methods **686** (2001) A467-468.

(玉作 賢治、西野 吉則)

### 5. 物理科学ビームライン (BL19LXU)

#### 5-1 はじめに

BL19LXUは、27m真空封止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年度にビーム導入、実験ハッチ1~3の立ち上げが完了<sup>[1]</sup>、2001年度には実験ハッチ4の利用が開始された。以来、ビームラインでは、分光器の改良を中心に整備・高度化が行われてきた。また2003年度より、高輝度放射光の有効利用に向けて光学ハッチ内への集光ミラー設置の準備が始められ<sup>[2]</sup>、今年度からこれを利用した実験も順調に開始された。

#### 5-2 ビームライン

分光器にはMOSTAB(分光器安定化システム)が整備され、複数の実験で有効利用された。また、輸送チャンネルに、高次光除去機能だけでなく集光機能も持つミラーを設置、調整した。縦跳ね用であり、上跳ね下跳ねの計2台で構成されている。全ての実験ハッチにおいて、ビームロス数%以下での集光を確認した。また、実験ハッチ1には、高精度ゴニオメーター等の機器入れ替え迅速化のため、チェーンブロックが取り付けられた。

#### 5-3 実験ステーション

各実験ステーションでは光源の高輝度特性を活用した多岐にわたる利用研究が進められた。実験ハッチ1では、主に分光結晶や薄膜結晶の評価、実験ハッチ2では超短パル

スレーザーを用いたピコ秒時間分解X線回折、実験ハッチ3ではX線励起下での走査型トンネル顕微鏡による表面物性研究、共鳴非弾性X線散乱、高エネルギー光電子分光、実験ハッチ4では強磁場下でのX線磁気散乱による物性研究が行われた。また、新しい実験手法に向けて、強磁場パルス発生、数十keV以上の高エネルギー放射光強度の評価などが行われた。

#### 参考文献

- [ 1 ] SPring-8年報 2000年度 (2000) 118.  
 [ 2 ] SPring-8年報 2003年度 (2003) 115.

(田中 義人)

### 6. 物理科学ビームライン (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年度から建設が開始された。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なうと共に、物質科学研究の推進を目的に建設が進められている。前年度までに行われたブランチaの分光器、実験ステーションの建設設置に引き続き、2004年度は後置鏡の調整を行い、各実験ステーションにおいて垂直方向のスポットサイズが10マイクロン以下の微小スポットを達成した。測定システムにおいても光の利用実験を一部開始しており、高分解能光電子分光ステーションでは、固体試料における光電子分光実験を開始した。本ステーションにおいて強相関薄膜の*in situ*光電子分光への展開を図るべく、レーザーMBE製膜装置を光電子分光装置と超高真空下で連結し、装置の立ち上げ製膜条件の最適化を行っている。高分解能軟X線発光ステーションにおいては、軟X線発光分光の溶液系への展開を図るため、軟X線集光点を通る溶液試料のインライン送液システムを立ち上げ、同時に発光分光器の高分解能化を図った。エネルギー分解能は従来の壁であった1000(E/ E)を超える性能を達成し、水の測定に着手した。一方、ブランチbの建設も開始しており、2004年度は分光器の建設を行った。2005年度は挿入光源のヘリカルアンジュレータモードを用いた円偏光の利用を開始し、ブランチbの調整を進めていく予定である。

(辛 埴)

理化学研究所・播磨研究所  
 研究技術開発室

山本 雅貴、引間 孝明  
 前田構造生物化学研究室

藤澤 哲郎

石川X線干渉光学研究室

玉作 賢治、西野 吉則、田中 義人  
 辛放射光物性研究室

辛 埴