

4-2 理研ビームライン

理研では理研ビームラインとして1997年のSPring-8供用初期から構造生物学ビームライン I (BL45XU) および構造生物学ビームライン II (BL44B2) の運用を始め、それ以降、物理科学ビームライン I (BL29XU) の蓄積リング棟内部分、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)、さらには構造ゲノムビームライン (BL26B1/B2) の建設を進めて順次利用実験を開始している。理研ビームラインとして最新の物理科学ビームライン III (BL17SU) は2004年秋から本格的運用を開始しており、構造生物学関連4本、物理科学関連3本の理研ビームラインで順調に利用実験を行っている。2005年度は運用開始から7年を経過した構造生物学ビームライン II (BL44B2) について利用頻度の低い白色光利用を廃止して単色光実験専用化を含めた大幅な改修作業を進めるとともに、構造生物学ビームライン I (BL45XU) につい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 I (BL45XU)

構造生物学ビームライン I (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光学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。2005B期からの蓄積リングの低エミッタンス運転により試料位置でのフォトンフラックスが利用波長域で最大27%向上したのに伴い、標準測定条件での試料前スリットの開口値を $0.3 \times 0.3 \text{mm}^2$ から $0.2 \times 0.2 \text{mm}^2$ へと狭め、微小結晶試料からの回折シグナルのS/N比の向上を図った。また、本年度は実験ステーション内にリモート式自動アッテネーターホイールの新設、動作精度向上のためにゴニオメーター、CCD検出器、IP検出器を設置している実験架台の駆動軸ギヤの変更を行い測定精度と実験の利便性を向上させる高度化を行うとともに、引き続きダイヤモンドトリクロメーター、検出器を中心にビームラインの保守を実施した。

BL45XU-SAXSは高輝度であると同時に単色性が高く、かつ寄生散乱を抑えた光学系設計により、高い小角分解能を実現しているビームラインである。本年度は高分子科学

研究のための時分割二次元小角・広角同時測定装置を設計し、真空パスに直接接続できる縮小型光ファイバーとCCDを組み合わせた広角用検出器を開発した。この装置の性能評価と高分子試料を用いた予備実験を行い、空間分解能約70ミクロン、約12枚/秒の繰り返し速度で時分割測定できることを確認した。それに加えて、試料ステージの高精度化、窓材としての合成マイカのテスト、ダイヤモンド結晶を用いたビームスプリッター兼分光器の保守を行った。

また、分岐ビームラインの性格上、上流側のアンジュレータのギャップをPX、下流側をSAXSの測定波長に設定している。トップアップ運転による光学系への影響をPXとSAXS両ステーション合同で調査した結果、他方のアンジュレータのギャップ変更に対してPX実験ハッチ内で最大60ミクロン、SAXS実験ハッチ内で最大30ミクロンのビーム位置変動が観測された。

(引間 孝明、藤澤 哲郎)

2. 構造生物学ビームライン II (BL44B2)

構造生物学ビームライン II (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、単色あるいは白色光を用いたX線回折強度測定が可能である。2005Aまでは白色光実験、2005Bからは単色光実験に対してJASRI共同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7年が経過し、制御システムの老朽化や分光器の経年劣化による不具合が表面化し始めている。本年度は制御システムの更新、分光器の入れ替えを中心としたビームライン光学系の大幅な改修を進めた。改修計画に伴い2005Bからは単色光実験専用として運用している。

従来の制御システムでは、光学系機器はVMEを用いてBL-WSを介したネットワーク制御、実験ステーション機器はPM16CによるGPIB制御、CCD検出器とシャッター・ゴニオメータは各専用サーバによるネットワーク制御といったように各コンポーネントを個別に制御してきた。夏期シャットダウン中の制御系更新でCCD検出器を除くコンポーネントをVME化してBL-WS制御とし、ビームライン全体を一元的に制御するソフトウェアとしてクライアント/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) ^[1]を

導入した。BSSはSPring-8構造生物ビームライン標準システムとして開発されたもので、ユーザーインターフェースの共通化と保守・高度化の効率化が図られた。さらに、実験ハッチ内に自動アッテネーターホイールを新設し、シャッター・ゴニオメータの更新も行った。アッテネーターホイールの設置でBSSによるXAFS測定と、調整時のエネルギー校正が簡便化された。従来のロータリー式シャッターは実験室用X線発生装置に用いられているものを使用していたため、X線強度の高い放射光を利用した短時間振動撮影に対しては動作精度が低く1秒以下での振動測定が不可能であった。そこで、ガルバノスキャナを用いたミリ秒オーダーの開閉速度をもつ高速シャッターとステップモーター駆動のゴニオメータを導入して、1秒以下の露光時間での振動撮影に対応できるように改良した。

ビームライン光学系の改修において利用頻度の低い白色光実験を廃止して、図1に示したような単色光実験専用ビームラインとしてコンポーネントを見直し、SPring-8標準の二結晶分光器、 γ ストップおよび下流シャッタ(DSS)を新たに導入した。また、保守の軽減を図るため分光器下流のスリットを廃止するなど、設置機器数の必要最小限化を行った。また、分光器からの出射X線を直接実験ハッチに導入できるように変更し、光学系調整の利便性の向上を図るとともに、将来的に分光器、ミラーのR&Dが行える環境を整えている。2005Bのユーザータイム終了後の2005年12月末からビームラインを閉鎖して、分光器の入れ替え

を含む大幅な光学系コンポーネントの改修作業を進めている。上記光学系コンポーネントの変更に伴いインターロックにも大幅な改造が必要となり、PLC本体を含めハードウェアの更新もあわせて行っている。2005年度中に分光器を含む光学系コンポーネントの再配置、インターロック改造工事等を終了して、次年度初頭より利用実験を再開する予定である。

参考文献

[1] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka and M. Yamamoto: J. Synchrotron Rad. **12** (2005) 380-384.

(引間 孝明)

3. 構造ゲノムビームライン I & II (BL26B1&B2)

構造ゲノムビームライン I & II (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析するために、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の自動運転を行っている^[1, 2]。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

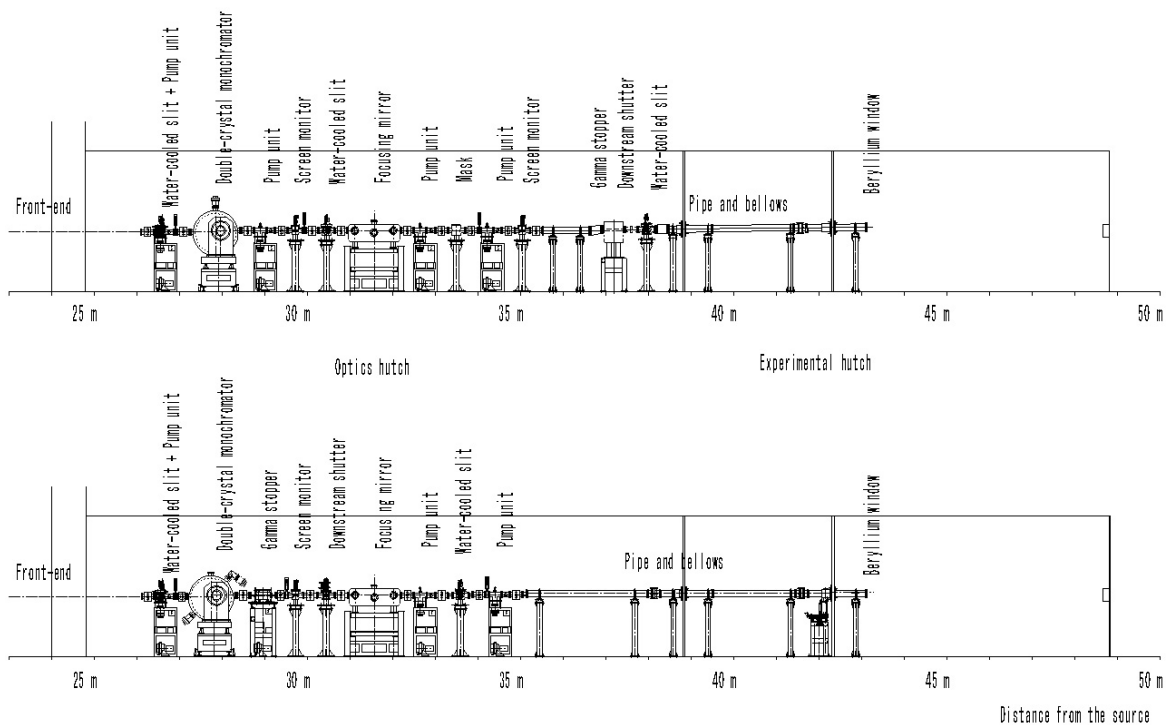


図1 BL44B2光学系コンポーネント配置図(上:改修前、下:改修後)

(Beamline Scheduling Software) [3]を開発して測定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。これらのシステムを活用しBL26B2では2003年よりサンプルチェンジャーSPACE (SPring-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger)[4]を導入したビームライン自動運転を継続して行っている。また2004年からWebインターフェースを備えたデータベースD-Cha (Database for Crystallography with Home-lab. Arrangement)を導入し、大量の試料情報および実験条件、回折データ等の管理を行っている。2005年秋にはD-ChaをSPring-8のサイト外に公開し、SPACE専用サンプルトレイに詰めて宅配便で送付されたタンパク結晶試料を受け付ける、メールイン・データ測定を開始した。このシステムにより、ビームラインの実験作業はオペレータが行い、またインターネットを介した実験条件の指定および回折データの取得が可能のため、ユーザーはSPring-8を訪れることなく簡便にビームラインを利用することができるようになった。現在JASRIと共同で、本ビームラインで開発したメールイン・データ測定システムを応用し、製薬企業等のユーザーを対象とした商用メールイン・データ測定サービスを来年度より開始する予定で準備を進めている。

また、前年度に引き続きビームライン光学系の高度化を目指して、サジタル集光光学系のためのフィンクーリング式直接冷却第一結晶のR&DをBL26B2で行った。このR&DはJASRI、原研(現 原子力機構)、理研共同で実施しているものである。Top-up運転が可能となった現在では、冷却水のシールに使用しているOリング(エチレンプロピレンゴム)の照射損傷によるシール性能の劣化がより深刻な問題になってきた。そこで今回、エチレンプロピレンゴムに代わり耐放射線特性に優れた膨張黒鉛材料をシール材として採用した。膨張黒鉛製シール材専用の結晶ホルダを製作し、これにフィンクーリング式の直接冷却第一結晶(Si(311))を取り付けその分光特性を評価した。分光特性は、Oリング使用時と比較して遜色の無いことが確認された。現在本結晶は、共同でR&Dを進めているBL14B1(原子力機構)に設置されサジタル集光光学系で実際に使用されている。1年間での照射損傷によるシール性能の劣化は認められていない。今後もこの結果を基に、さらに要素部品の改良とスタディを継続して行う。

参考文献

- [1] G. Ueno, H. Kanda, R. Hirose, K. Ida, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Struct. Funct. Genomics. (2006) online.
- [2] 上野剛、廣瀬雷太、井田孝、神田浩幸、熊坂崇、山本雅貴 : 放射光 **19** (2006) 83-91.
- [3] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **12** (2005) 380-384
- [4] G. Ueno, R. Hirose, K. Ida, K. Kumasaka and M.

Yamamoto : J. App. Cryst. **37** (2004) 867-873.

(上野 剛)

4. 物理科学ビームライン I (BL29XUL)

BL29XULは全長が約1 kmの長尺ビームラインである。アンジュレータを光源とする硬X線ビームラインで、タンデムに配置された3つの実験ハッチを有する。1998年に実験ハッチ1までの部分が完成し利用が開始された。実験ハッチ1は光源から52mのリング棟内に位置する。その後2000年に長尺部分への拡張が行われ、長尺棟内の光源から987mの位置に実験ハッチ3が完成し稼動を開始した。さらに2005年(2004年度末)に実験ハッチ2が光源から98mの蓄積リング棟内に完成し、本年度から利用が始まった。

本ビームラインでは、主に可干渉性X線を用いた利用研究が行われている。本年度も、高空間分解能コヒーレントX線回折顕微鏡、高精度K-Bによる回折限界集光、K-Bを用いた走査型蛍光X線顕微鏡、バルク敏感な硬X線光電子分光、などの多岐にわたる研究が進められた。

本年度は、昨年度完成した実験ハッチ2にK-Bミラー装置を半常設するため、定盤を含めた装置全体をレール可動式にした。これにより、長尺棟(実験ハッチ3)で実験を行う際、K-Bミラーのアライメントをほぼ保持したまま装置全体をX線ビームパスから退避でき、実験のセットアップに要する時間が短縮化され、ビームライン利用の効率化が図られた。また光学ハッチ内分光器の振動対策として、チラーのSUS製フレキシブルチューブ配管の全てをポリ塩化ビニール製耐圧ホースに交換した。光学ハッチ内真空中高速シャッターが故障したため予備品と交換した。さらにX線ビームモニターを設置できる専用移動架台を製作した。

(西野 吉則、玉作 賢治)

5. 物理科学ビームライン II (BL19LXU)

BL19LXUは、27m真空封止アンジュレータを光源とする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、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、MOSTAB(分光器安定化システム)や縦集光ミラーの設置(2004年度)および振動対策など、整備・高度化が進められてきた。今年度は、光学ハッチの縦集光ミラーに加え、実験ハッチに横集光ミラーを設置して2次元集光したX線を利用した実験が数多く実施された。その際に実験ステーションにて集光条件を確認・評価するために、X線ビームモニターを設置できる専用移動架台を製作した。また、研究課題ごとに測定装置を移動することが多いため、実験ホール側からアクセスできる実験準備室を用意し、高真空立ち上げや予備実験ができるようコンセント盤設置など環境整備を行った。

各実験ステーションでは高輝度光源を有効利用した実験

の他、次世代光源に向けた新しい測定法の開発も行われた。以下に今年度行われた主な研究項目を実験ステーションごとに示す。実験ハッチ1では、主に分光結晶の評価、X線領域における非線形光学効果の研究が、実験ハッチ2では放射光パルスに時間同期させた超短パルスレーザーを用いてピコ秒時間分解X線回折実験が行われた。また、実験ハッチ3は天井高さ4.5mのオープンハッチで大型機器の導入が可能となっており、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、大強度域のX線強度モニター評価などが行われた。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、パルス磁場発生装置用の増設ケーブルダクトの設計も進められた。

(田中 義人)

6. 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年度から建設が開始された。本ビームラインは、軟X線領域のビームライン技術、計測技術のR&Dを行うとともに、先端的な光科学研究、物質科学の推進を主な目的としている。前年度までに、ブランチaの各実験ステーションに特化した後置鏡の調整によって、試料位置の垂直方向のスポットサイズが10ミクロン以下の微小スポットを達成している。2004年度の後半より、ブランチaにおいては本格的な利用実験が開始されている。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が行われている。分解能は867eVで51meVに達し、世界最高である。本ステーションでは、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、最適化された条件で製膜された試料について高分解能光電子分光実験を進めている。一方、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に立ち上げられた、インライン送液システムを利用した水溶液(生体試料を含む)の高分解能軟X線発光分光実験が鋭意進められている。エネルギー分解能は1500(E/ΔE)に達し、世界でも最高クラスである。一方、ブランチaの利用と並行して、ブランチbの調整運転も鋭意進めており、2005年度は分光器の調整を主に行っている。2005年度からは挿入光源のヘリカルアンジュレータモードを用いた左右円偏光、及び水平・垂直の各直線偏光の利用も開始しており、偏光特性を利用した研究の展開も図られている。また、前年度の後半より、ブランチaのユーザー持ち込みエリアにおいて、JASRIナノテクノロジー総合支援プロジェクトの一環として、分光型光電子・低エネルギー電子顕微鏡を利用した、外部ユーザーによる共同利用実験も行われている。

(辛 埴)

(独)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

城生体金属科学研究室

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