

構造物性Ⅲ研究分野

BL40XU

高フラックス

1. ビームライン

本ビームラインは、モノクロメータを使用せずにアンジュレータの一次光をそのまま活用する高フラックスビームラインである。従来に引き続き、時分割実験を中心とした非結晶を対象とした共同利用実験が実施され、その支援を行った。実施内容は、骨格筋^[1]、心臓^[2]などの回折実験が従来同様が多い。時分割実験としては、これらの他に高分子や骨、木材^[3]など、数10ミリ秒の時間分解能ではあるが、実験の対象が広がりつつある。その成果の多くは2006年夏に京都で開催されたSAS2006 (XⅢ International Conference on Small-angle Scattering) において報告された。

新しい実験手法の試みとして、高フラックスとコヒーレンスを利用した実験も行われている。スペckル実験 (X線光子相関分光法, X-ray photon correlation spectroscopy と呼ばれる) は、物質の構造揺らぎをマイクロ秒から秒のオーダーで測定する方法で、海外では10数年にわたって実験が行われている。SPring-8においては、BL40XUでこれまでもいくつかの測定の試みが行われてきたが、試料の安定性などの問題が大きく、重要な結果を得るには至っていなかった。今回は、ゴム中のフィラーの運動に由来するX線スペckルの観察に東京大学の雨宮研究室が成功した^[4]。

このような先進的な時分割測定実験の一方で、本ビームラインの高いフラックス密度を利用して、ピンホールを用いたマイクロビームX線回折実験の数も増加してきており、毛髪や骨格筋筋原線維、皮膚角質層などの微細構造の研究が行われている。使いやすさに重点を置いた実験装置により、X線回折実験に不慣れな利用者でも実験が可能である。そのため、本ビームラインのマイクロビームは産業的にも利用可能な技術となっており、化粧品業界などの利用が多い。特に、毛髪中での脂質の構造やタンパク質の配向に関する研究は広い関心を集めており、SPring-8の一般的な啓蒙に役立っている。化粧品業界の専門誌にも結果が報告されるようになってきた^[5]。また、「加齢とともに増える、髪の悩み「ツヤがない」を、細胞レベルのアプローチで解決」のような産業界からのプレスリリースも行われている^[6]。

生物関係では、昆虫の進化に伴う飛翔筋の構造の分析が行われた。骨格筋の最小構造単位である筋原線維は太さ2ミクロン程度で、昆虫の飛翔という機能のために高度な進化を遂げてきた。マイクロビームX線回折により、その進化の過程を垣間見ることが可能であった^[7]。

マイクロビームの利用は、高分子材料の研究にも有用であり、小さなドメイン中での構造研究で、いくつかの重要な成

果が得られている^[8, 9]。

本ビームラインでは、所内スタッフによる二つのJST/CRESTによる支援を受けた研究が行われている。一つは高田主席研究員が行っている「反応現象のX線ピンポイント構造計測」である。本研究は、シングルバンチを利用したピコ秒時間分解能での時分割測定および、サブミクロンサイズの集光X線を利用した微小領域計測を可能にするピンポイント構造計測装置の開発を行い、構造や反応プロセスの計測を通じて新原理・新現象を探索することを目的としている。構造計測装置は昨年度末に納入され、今年度は装置の立ち上げ及び利用実験を行っている^[10]。その結果、時分割測定では±8.4 psの精度でフェムト秒レーザーとX線のシングルパルス同期させ、半導体やDVD材料の状態変化に伴う回折強度変化の時分割測定に成功した。また、ミクロンサイズの集光X線を利用し、サブミクロンサイズの単結晶構造解析を行えるようになっている。2007年度では、psオーダーの時間分解能を利用した時分割実験を行い、DVD材料の相変化状態のさらに詳細な過程を明らかにすると共に、サブミクロンサイズの集光X線を利用した研究を進める予定である。

もう一つは佐々木主幹研究員による「高精度1分子内動画計測から見える生体分子構造認識プロセス」で、タンパク質分子をナノ結晶でラベルし、その回折を時分割測定するX線1分子追跡法を用いて、膜タンパク質等のダイナミクスの解析を行っている。

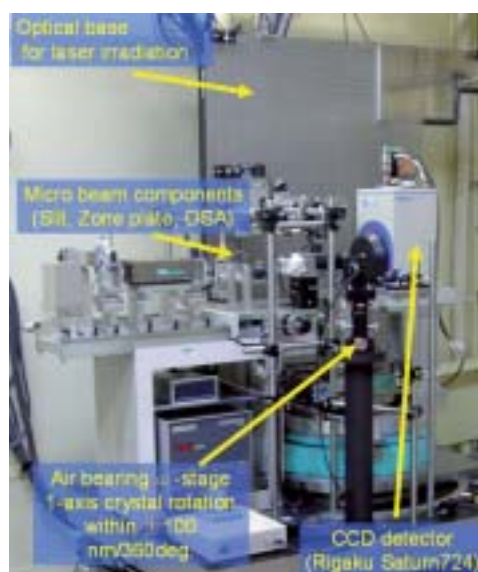


図4 ピンポイント構造計測装置

2. 生物試料準備室と実験動物維持施設の維持管理

共同利用実験者の利用支援に関して、ビームラインでのサポートと並んで重要なのが試料準備の施設や実験動物の授受・短期飼育など、いわゆるインフラ設備によるサポートである。蓄積リング棟と医学利用棟の生物試料準備室において共同利用の生化学実験機器などを整備して、利用者の使用に供した。麻酔薬などの向精神薬の管理・貸出しも常時行っている。

共同利用実験者からの実験動物授受の依頼、また各準備室の利用申し込みは同室ホームページの送信フォームによりオンラインで行える。現在これらのシステムは順調に稼動しており、共同利用実験者と施設者の間の情報伝達はスムーズに行われている。2006A期と2006B期合計の実験動物使用数は、ラット682, マウス721 (組換え動物を含む), ウサギ41, モルモット10である。

- [1] Yagi, Biophys. J., **92**, 162-171 (2007)
- [2] Toh et al., Biophys. J., **90**, 1723-1728 (2006)
- [3] Clair et al., Biophys. J., **91**, 1128-1135 (2006)
- [4] Shinohara et al., Jpn. J. Appl. Phys., **46**, L300-L302 (2007)
- [5] Inoue et al., J. Cosmetic Sci., **58**, 11-17 (2007)
- [6] SPring-8プレスリリース (2007年03月19日)
- [7] Iwamoto et al., Proc. Roy. Soc. B., **273**, 677-685 (2006)
- [8] Nozue et al., Macromolecules, **40**, 2036-2045 (2007)
- [9] Hayashida et al., Phys. Rev. Lett., **98**, 195502 (2007)
- [10] Kimura et al. AIP Conference Proceedings, vol. **879**, 1238 (2007)

利用研究促進部門 構造物性Ⅲグループ
八木 直人

BL40B 2

構造生物学 II

構造生物学 II

本ビームラインの利用法は、蛋白質や合成高分子・脂質などのソフトマテリアルを対象とした小角X線散乱測定、またはそれと組み合わせた広角領域までの散乱・回折測定が主である。また、微小角入射小角X線散乱（GISAXS）実験による高分子薄膜等の解析も行われており、これらは構造物性Iグループが担当している。

小角散乱実験はカメラ長や試料周りの設定、それに検出器の選択（イメージングプレート、X線イメージインテンシファイア、二次元ガス検出器）など、実験によって設定変更が多く、実験ごとに多くの機器を移動する必要がある。このような設定手順の省力化を目的として、新しい長尺定盤を設計し製作した。新しい定盤は長さが5mあり、真空バスは最長4mまで可能である。真空パイプは電動の昇降ステージに載っており、人力を用いることなくカメラ長の変更が可能となっている。2006年度末に定盤は完成し、周辺装置との接続



図1 BL40B 2の5m架台

試験などを行っている。2007年夏に実験ハッチへの導入を行う予定である。

X線検出器に関しては、RAXIS-VIIを新たに導入した。これも調整段階であるが、2007年度前半には共同利用に供する予定である。従来のRAXIS-IV⁺⁺と比較すると、本機はイメージングプレートを2枚から3枚に増加し、読み出し用レーザー光を2本とすることによって、大幅な読み出し速度の向上を実現している。実験の効率化に大きく貢献すると予想される。

有機・高分子薄膜の階層構造をナノ～メゾスケールで総合的に迅速評価することを目的として、GISAXS実験法及び微小角入射小角・広角X線散乱（GISWAXS）実験法の確立に取り組んでいる。図3は、BL40B2におけるGISWAXS測定のセットアップの一例である。GISAXSおよびGISWAXS測定により、それぞれブロック共重合体薄膜の相分離構造解析^[1]及び結晶性高分子薄膜の高次構造解析^[2]に成功している。

[1] Yokoyama et al, J. Chem. Phys., 127, 14904 (2007).

[2] Sasaki et al, Trans. Mater. Res. Soc. Jpn., 32(1) 193-197 (2007); J. Appl. Cryst., 40, s642-s644 (2007).

利用研究促進部門 構造物性IIIグループ

八木 直人



図2 RAXIS-VII



図3 GISWAXS測定の様子