3-3-2 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、1kmス テーション (BL29XUL) 及び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。2006年度は、経年劣化により 性能低下が見られる構造生物学ビームラインII (BL44B2)、 構造生物学ビームラインI (BL45XU) の光学系の改修作業を 行うと共に、構造ゲノムビームラインII (BL26B2) では高感 度、高速読出しの2次元CCD検出器へ更新し、データ収集の さらなる効率化を推し進めた。

さらに、構造ゲノムビームラインII (BL26B2) では、 JASRIおよび5社の民間協力企業との共同で、医薬品の開発 や研究、未知の化学物質や環境物質などの探索に欠かせない 生体高分子の構造解析などのさまざまな企業ユーザーの要望 に応える「タンパク質結晶メールイン測定サービス事業」を 2006年7月より開始した。

(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を光源とし、合成ダイヤモンド結晶を分光素子としたビーム分岐・単色化機構を備えているため、生体高分子結晶構造解析(BL45XU-PX)及びX線小角散乱実験(BL45XU-SAXS)を同時に実施可能なユニークな特徴を持つ。建設から10年を迎え、昨年より策定が進められてきた改修計画に従い、X線小角散乱利用を重点化するため、本年度はビーム分岐・単色化機構の改修を行った。

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、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。運用として全ビームタイムの20%をJASRI共同利用課題に供出し、80%を理研として利用

している。しかし、建設から10年が経過し、部分的に放射線損傷などによる機械的劣化が著しく、初期の性能を発揮することが困難になってきていた。本年度策定された改修計画に沿って、本年度は最も損傷が著しいビーム分岐・単色化機構の分光結晶調整機構を神津精機製に交換する作業を2006B期運用後に行った。第1結晶は(100)面研磨および(111)面研磨結晶を利用できるようになっており、第2結晶は(111)面研磨結晶を利用している。また、結晶保持機構についてもInGaペーストからInシートへの圧着方式に切り替え、立ち上げ動作試験にて簡易測定したロッキングカーブのFWHMが20秒から6秒に改善されたことを確認した。波長は6.7keVから14keVの範囲で可変であり、異常分散効果を利用した小角散乱研究への展開が期待される。

本年度は、細胞内シグナル伝達機構の1つであるヒスチジンキナーゼ・タンパク質複合体構造のX線溶液散乱と結晶構造解析による研究^[1]、糖脂質代謝と後期エンドソームに特異的に存在するリン脂質へのコレステロールの異常蓄積の研究^[2]、生分解性プラスチックスの熱融解過程におけるラメラ結晶界面の再結晶化現象の研究^[3]、を含めた研究成果が得られた。

参考文献

- [1] Yamada et al., J. Mol. Bio. **362**, 123-139 (2006).
- [2] Hayakawa et al., Biophys. J.: Biophys. Lett. 92, L13-L16 (2007).
- [3] Sawayanagi et al., Maclomolecules 40, 2392-2399 (2007).

(引間 孝明、伊藤 和輝)

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) は生体巨大分子の単色・白色光を利用した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。1998年の運用開始以来8年が経過し、分光器の経年劣化による不具合が表面化し始めていたため、昨年度12月末より分光器の更新を中心とした光学系コンポーネントの改修を進めた。本年度5月末より単色利用専用としてユーザー利用を再開した

光学系コンポーネントの改修は図1に示すようにγストッパ、下流シャッタ (DSS) 等の散乱体の配置変更を伴うため、文部科学省への放射線安全管理の変更申請が必要となり、改修作業はビームラインを閉鎖して行った。利用頻度の低い白

色光実験を廃止するにあたって、単色光実験専用ビームライ ンとしてコンポーネントの見直しを行い、SPring-8標準型 の定置出射型二結晶分光器(神津精機製)、γストッパ及び DSSを新たに導入した。分光器の第一結晶にはBL26B2での R&Dの結果を踏まえ、フィンクーリング式直接冷却ホルダ に装着した直接冷却結晶(Si 111反射)を採用した。さらに、 分光器内部の冷却水用SUS製フレキシブルチューブにウレ タンチューブの挿入、コンプトンシールドの水冷配管経路の 最適化など、これまでの同型分光器の運用経験に基づいた振 動対策を施している。また、Ptコートのベンドシリンドリカ ルミラーを除く光学コンポーネントの再配置を行い、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図った。コンポーネントの配置は、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。左記光 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 改造が必要であり、PLC本体を含めハードウェアの更新もあ わせて行った。光学系改修後は利用エネルギー範囲でのエネ ルギー分解能 ($\Delta E/E$) が 2×10^{-4} 以下、 AuL_3 吸収端スペ クトルの繰り返し測定においては1σで0.1eV以下の高いエ ネルギー位置再現性が得られた。試料位置での集光特性は分 光器上流のスリットサイズを通常実験条件の1.5hmm× 11.0^{v} mmに設定した場合、利用頻度の高い12.4keVでビーム サイズは半値幅で $220^{\rm h}\mu$ m× $200^{\rm v}\mu$ m、フォトンフラックス は1.1×10¹¹photons/secであった。また、12時間の強度変 動はC.V.値で0.26%と非常に安定している。通常利用の6~ 18keVでのフォトンフラックスは図2に示すように本集光光 学系に対する計算値とよい一致を示しており、分光器の更新

によって偏向電磁石ビームラインで得られる性能をほぼ満た せるところまで特性を改善することができた。

(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

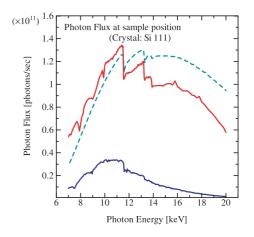


図2 試料位置におけるフォトンフラックス。赤線: 改修後 (TC slit: 1.5mm^h x 11.0mm^v)、青線: 改修前 (TC slit: 3mm^h x 6mm^v)、 緑破線: 改修後の理論計算値

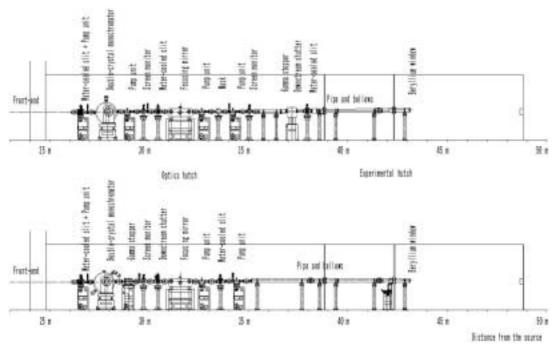


図1 BL44B2光学系コンポーネント配置図。上:改修前、下:改修後

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(Beamline Scheduling Software) [3] を開発して測定の自動化及びユー 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、SPring-8のサイ ト外から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。このシステムではビームラインでの実験作業をオペレー タが行い、またインターネットを介して実験条件の指定およ び回折データのダウンロードを行うことが可能なため、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。今年度よりJASRIおよ び5社の民間協力企業との共同で、本ビームラインで開発し たシステムを応用し、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開始し、実証試験及び トライアル利用を実施した。

今年度は、BL26B2のCCD検出器をJupiter210からMarUSA社のMarMosaic225に更新した。これにより回折画像一枚当たりの読み取り時間が大幅に短縮されると共に、検出器の感度向上による露光時間の短縮も見込まれ、来年度以降データ収集のさらなる効率化が期待される。

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JASRI、原子力機構、理研共同で 実施した。耐放射線特性に優れる膨張黒鉛シール材はゴム〇 リングと比較して圧縮に大きな圧力が必要なため、専用ホル ダへの結晶取り付けは注意が必要であった。そこで今回、 シール材の圧縮に必要な大きな圧力を均一に加えることが可 能な専用治具を導入した。これにより、結晶取り付けが簡素 化されるだけでなく、シール材圧縮時に生じる結晶の機械的 歪みをより減少させることが可能となった。現在本結晶(Si 311) 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。結 晶面の切り替え(311および111)により60keV~6keVの広い エネルギー範囲での集光が可能となっている。今後もこの結 果を基に、さらに要素部品の改良を行いスタディを継続して いく予定である。

参考文献

- [1] G. Ueno, H. Kanda, R. Hirose, K. Ida, T. Kumasaka, M. Yamamoto: J. Struct. Funct. Genomics. 7 (2006) 15-22.
- [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1km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 (光源から52 m) までの部分が完成し、利用が開始された。その後2000年に長尺部分への拡張が行われ、長尺棟内の実験ハッチ3 (光源から987m) の運用が始まった。さらに2004年度末に実験ハッチ2 (光源から98m) が蓄積リング棟内最下流部に完成し、2005年から利用が始まった。

本ビームラインでは、可干渉性X線を用いた利用研究が主に行われている。本年度も、高空間分解能コヒーレントX線回折顕微法、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。

長尺棟内の実験ハッチ3におけるX線ビームが、入射窓全面に照射せず一部に欠けが生じ、欠け部分が経年的に増大していた。本年度に入ると、入射窓のおよそ上半分にX線ビームが通らない状況に至った。調査の結果、長尺部分のビームパイプ (内径108.3mm)が地盤沈下のため最大でおよそ60mm沈下し、実験ハッチ3の入射窓の上半分から第2ハッチの出射窓を直線で見渡せない状態にあることが判明した。沈下量が大きかった区画のビームパイプを上げる作業の結果、実験ハッチ3において入射窓全面にビームが通るようになった。また、TCスリットが故障したため新品と交換した。

(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) 及び振動対策など、整備・高度化が進められてきた。2006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線の利用実験が数多く遂行されるようになったため、実験ステーションにて集光条件を確認・評価するための簡易可動型X線ビームモニターを製作した。また、新しい実験課題に対応するため、実験ハッチ4にて、曲率に制限のあるケーブルを導入できるダクトの増設工事を行い、パルス磁場発生装置導入のためのユーティリティー整備を行った。その他、装置レベルの維持にも努めた。

分光器冷却用の液体窒素循環装置の液体窒素流量計の修理を 行い、信頼性の高い製品に取り替えた。また、利便性向上の 為のWebカメラによるハッチ内監視システムの設計を開始 した。

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ている。今年度より、X線自由電子レーザー(XFEL)利用推進研究にも利用されることになり、一部の課題が実行された。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、非線形光学過程の基礎実験、硬X線光電子分光実験、表面からのイオン脱離過程の研究が行われた。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、XFEL利用推進研究課題が進められた。実験ハッチ4では強パルス磁場下でのX線磁気散乱による物性研究等が行われた。

(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。また、多角的に研究を推進するため、ビームラインはブランチa、ブランチbに分岐しており、排他的な利用形態となっている。前年度までの各種調整運転を経て、ブランチa、ブランチbともに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いずれも10ミクロン以下の微小スポットを達成し、高輝度軟X線ビームの本格的な利用実験が開始されている。

ブランチaの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。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。当ステーションの軟X線発光分光 器では、エネルギー分解能は従来の壁であった1000(E/ΔE)を優に超え、分解能1200を超える性能を達成している。一方、ブランチbの調整運転も順調に進んでおり、2006年

一方、ノブンテbの調整運転も順調に進んでおり、2006年 度からは光学系の高度化に向けた調整運転と併行して各実験 ステーションにおける利用実験が本格的に開始されている。 また、軟X線回折実験装置では、長周期秩序物質の電子状態の直接観測実験などが行われている。表面科学実験ステーションでは、表面吸着系の電子状態の研究や吸着種と下地表面との間に形成される化学結合や電荷の授受に関する研究が行われている。また、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、擬似水平・擬似垂直の各アンジュレータモードによる水平・垂直の各直線偏光の利用も開始しており、偏光特性を積極的に利用した研究の展開も図られている。また、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。

(大浦 正樹)

(独) 理化学研究所・播磨研究所・放射光科学総合研究センター 研究技術開発室

> 山本 雅貴、引間 孝明 上野 剛

高田構造科学研究室

伊藤 和輝

石川X線干渉光学研究室

西野 吉則、玉作 賢治 田中 義人、大浦 正樹