

3-4-2 理研ビームライン

理化学研究所播磨研究所(以下理研)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、1 km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なっている。2007年度はユーザー利用のための保守管理に加え、建設から10年を過ぎたBL45XUではX線小角散乱利用を重点化するため、ビーム分岐・単色化機構の安定性の改善を図った。BL26B1&B2、BL44B2のタンパク質結晶解析用ビームラインではデータ収集の高速化・大容量化に備え、高速ネットワーク回線、大容量データストレージサーバーの整備を昨年度に引き続き押し進めた。また、BL19LXU、BL29XULでは実験ハッチの基盤整備を中心に高度化を進めている。

(山本 雅貴)

1. 構造生物学ビームライン I (BL45XU)

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) および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年が過ぎ、2006年度後半に策定された改修計画に従い、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・単色化機構の安定性の改善を図った。

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、所期の性能を発揮することが困難になってきていたため、2006年度に策定さ

れた改修計画に従って、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。2007年度は、分光結晶の取り付け方法の検討および熱負荷の最適化を行い、X線ビームをより安定させることに成功した。また、装置技術開発として、マイクロビーム時分割小角・広角同時測定装置を立ち上げ、数 μm 角の微小領域からの回折・散乱を数秒ごとに記録することに成功した。

運用面では、タンパク質機能・構造関連研究へのX線溶液散乱実験の利用促進および新規ユーザー開拓を目指した利用支援の展開を開始し、理研横浜研究所・播磨研究所・和光研究所にて専門家の方々を招いての研究会を開催した。

研究面では、特定のリン脂質を認識し特異的に結合するポリペプチドの分子認識機構に関する新しい知見^[1]などの研究成果が得られた。

参考文献

[1] K. Iwamoto *et al.*: *Biophys. J.* **93** (2007) 1608-1619.

(引聞 孝明、伊藤 和輝)

2. 構造生物学ビームライン II (BL44B2)

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、1998年より運用を行っている。昨年度には分光器の更新を含む光学系コンポーネント配置の最適化を行い、偏向電磁石ビームラインで得られる光学性能をほぼ満たせるところまで特性を改善した。現在は単色光利用専用としてユーザー利用を行っており、全ビームタイムの20%を上限としてJASRI共同利用課題に供出している。

ビームラインは光学ハッチとその下流の2つの実験ハッチから構成されている。偏向電磁石から発生する白色X線は、光学ハッチに設置されたSi (111) を用いた定置出射型二結晶分光器によって単色化され、白金コートのベントシリンドリカルミラーによって集光される。回折測定用に用いている下流側の実験ハッチ内のサンプル位置でのビームサイズは $0.22^\circ \times 0.20^\circ \text{mm}^2$ 、波長 1 \AA でのフォトンフラックスは約 $1.0 \times 10^{11} \text{ photons/sec}$ であり、 $100 \mu\text{m}$ 程度のタンパク質結晶からの回折測定が可能であり、波長範囲 $0.6 \sim 2.0 \text{ \AA}$ での単色X線が利用可能である。回折データ収集にはADSC社製二次元CCD検出器Quantam210 (有効検出面積 $210 \times 210 \text{ mm}^2$) を備え、標準的なタンパク質結晶では、1 データセットあたり20分以下でのデータ収集が可能である。サンプルからのカメラ長

は70~350mmの距離に設定でき、短波長X線での回折測定では分解能0.7Å以上の超高分解能測定も可能である。サンプル冷却には窒素ガス吹付け冷凍機のほか、30K程度まで冷却可能なヘリウムガス吹付け冷凍機を設置している。また、X線同時測定可能なタンパク質結晶用の可視顕微分光装置を備えている。

本年度は光学系、回折計周りを中心にビームラインの保守を進めると共に、高速・大容量の回折データ収集の性能向上を図るために、高速ネットワーク回線と大容量データストレージサーバーの整備を進めた。

(引間 孝明)

3. 構造ゲノムビームライン I & II (BL26B1、BL26B2)

BL26B1、BL26B2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、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装置を開発導入して、回折強度チェック、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^[12]。両ビームラインともシンプルで取扱いやすいSPring-8標準の偏向電磁石ビームライン光学系を採用した。実験ステーション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/サーバー型の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]を利用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)^[5]を開発し、SPring-8外からサンプルトレイに詰めて宅配便で送付された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うことにより、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。昨年度よりJASRIおよび5社の民間協力企業との共同で、本システムを利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た。今年度は無償トライアル利用によるユーザーへの認知期間を経て、9月より本格的な有償商用サービスを開始した。

また今年度はBL26B2にてCCD検出器を昨年度調達したRayonix社のMX225に更新し、ユーザー利用に供した。回折画像読取りの高速化と検出器の感度向上の効果により露光時間が短縮され、実験のさらなる効率化が実現された。またこれにより従来困難であった比較的小さい結晶や放射線

損傷を受けやすい結晶からのデータ収集が可能となることが期待される。

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R&DをJASRI、原子力機構、理研共同で実施した。まず、先年度共同でR&Dを進めているBL14B1 (原子力機構) で実績を得た膨張黒鉛シール材を用いたフィンクーリング式直接冷却第一結晶 (Si 311) と同仕様の結晶ユニットをSi 111 結晶でも作製し、BL26B2に設置した。これまでの一年間、初期の分光性能を保持し非常に安定しており、メンテナンスフリーが実現されている。次に、サジタル光学系では第二結晶を湾曲させるベンダー機構であるプロトタイプベンダーの開発、およびその性能評価を行った。プロトタイプベンダーの開発は、従来型ベンダーの弱点であった機械精度および剛性の飛躍的向上を目指して行われている。性能評価はBL26B2において行われ、平面ミラー (縦集光) との組み合わせによる二次元集光の結果、8~20keVのエネルギー領域で150 μ m (縦) \times 200 μ m (横) の集光サイズが得られており、フラックス密度は通常光学系に比較して約4倍向上した。上記CCD検出器との組み合わせにより、より高速かつ高精度のデータ収集が可能となることが期待される。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行く予定である。

参考文献

- [1] G. Ueno, H. Kanda, R. Hirose, K. Ida, T. Kumasaka and 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.
- [5] N. Okazaki, K. Hasegawa, G. Ueno, H. Murakami, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **15** (2008) 288-291.

(上野 剛)

4. 物理学ビームライン I (BL29XU)

BL29XU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52m) 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、X線磁気散乱、パルク敏感な硬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、光学ハッチに設置されている高速シャッターチャンバーの改良に着手した。また、実験ハッチ1および実験ハッチ3の光軸方向のスペースを広く確保し、有効活用をする改良を行った。実験ハッチ1では、最下流のエンドストッパーを薄型のものに交換した。第3ハッチでは、X線電子顕微鏡（ズームング管）の架台を短尺のものに置き換えた。これにより、大型の装置の設置が可能となり、例えば、X線顕微鏡実験においては試料検出器間距離を長く確保できるようになり、応用の幅が広がった。また、直接照射型硬X線CCD、長尺棟に圧縮空気を供給するコンプレッサ、制御用計算機類など、経年劣化による故障が相次いだため、修理や新品との交換などの対応を行った。さらに、ユーザー実験用にオシロスコープや真空排気セットの整備を行い、利便性の向上をはかった。

(西野 吉則、玉作 賢治)

5. 物理学ビームライン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。2007年度は、利用実験用コンポーネントのベリリウム窓の整備や基盤的利用の多いゴニオメーターの追加整備を行った。また、低バックグラウンド測定を目指す実験用に、移動式真空排気装置を2台用意した。さらにWebカメラによるハッチ内監視システムを整備し、利便性向上に努めた。一方、分光器冷却用の液体窒素循環装置のモーター部の修理を行うなど装置維持にも務めた。

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が進められている。昨年度より、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、本年度も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、磁気散乱実験が行われた。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、波面分割型X線干渉実験、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. 物理学ビームラインⅢ (BL17SU)

BL17SUは、軟X線領域のビームライン要素技術や計測技術のR&Dを行うとともに、先端的な光科学研究、物質科学研究の推進を主な目的とし、軟X線アンジュレータビームラインとして建設された。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に分岐した排他的利用形態となっている。各ブランチに配備された実験ステーションには専用の後置鏡システムが整備され、試料位置での垂直方向のスポットサイズがいずれのステーションでも10ミクロン以下の微小スポットを達成し、高輝度な軟X線ビームが安定して実験に供されている。各種調整運転の後、2004年の秋から本格的な運用を開始しており、2005年の秋からは全ビームタイムの20%をJASRI共同利用課題に供出している。

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が精力的に進められている。一方、高分解能軟X線発光ステーションでは、溶液系試料の電子状態を軟X線発光分光法により観察するため、インライン送液システムが装備され、安定した環境で水溶液（生体試料を含む）の高分解能軟X線発光分光実験が進められている。

一方、ブランチaに少し遅れて立ち上がったブランチbでも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。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や、カイラリティを持つ鏡像異性体を標的とした円偏光軟X線と螺旋構造が影響しあう回折原理についての研究などが鋭意行われている。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等が高分解能光電子分光法や軟X線発光分光法などにより精力的に行われている。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されており、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では、Elmitec社製のエネルギー分光型光電子顕微鏡（SPELEEM）を用いた共同利用実験が行われている。これまで同装置の空間分解能は85nmであったが、ドリフトを解析的に補正するプログラムを導入することにより空間分解能を35nmまで向上させることができた。これにより、極小化が進むデバイスへの応用範囲が拡大した。

(大浦 正樹)