

BL38B1 構造生物学Ⅲ

BL38B1は偏向電磁石を光源としており、比較的回折能の大きな結晶についてルーチ的な回折データ測定を行うのに適したビームラインである。その性能を生かすため、BL38B1を迅速測定と自動測定に基づいて構造ゲノム研究を重点的に支援するためのビームラインと位置づけ、2003年以降、データ測定ソフトウェアBSS (Beamline Scheduling Software)^[1]の導入、新型CCD検出器、大面積IP検出器の導入を行ってシステムの構築を進め、ユーザー実験の利便性を高めるべく効率的な実験環境の整備を実施してきた。2005年には自動サンプルチェンジャーSPACE (SPRing-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger)^[2]の導入を行うとともに、Webインターフェスを備えたデータベースD-Cha (Database for Crystallography with Home-lab. Arrangement)の開発によって、自動運転のための試料情報、測定条件、回折データなどの管理を行う環境を整えた。2006～2007年度は、遠隔利用のためのメールインシステム常設に向けた種々の改造と、ビームの安定性の向上、そして、測定、解析を行う環境の整備を行った。そこで以下に述べるように、2008年度にはデータ測定効率化のための測定モード迅速切替法の開発と、より高精度な測定を行うための高度化、ビームの安定性の向上、Flux向上のための実験定盤上コンポーネントの高度化を行った。

1. データ測定効率化のための測定モード迅速切替法の開発

データ測定効率化のため、昨年度にはビームストップとコリメータの退避機構を増設し、回折計の試料周辺部の操作性を改善するとともに、SPACE利用時に使用するwebインターフェースD-Chaについてレスポンスの向上と機能

の強化のためのバージョンアップを行った。その結果ユーザーは、手動によるサンプルマウントとSPACEを用いた自動測定を任意に選択して測定することができるようになった。しかし、SPACEを実験定盤に乗せた状態では、試料のマウントのための回折計の試料周辺部の操作性にやや難があり、また、現在開発中の顕微分光装置の利用時にも対応できるコリメータの退避機構の改良の必要があった。そこで今年度は、SPACEが上流側へ退避する退避機構に加え、クライオストリームの退避機構の実装、さらにXAFSを測定する際のSi-PIN検出器の切り替えの自動化とコリメータの退避機構の改良を行った。これによって試料周辺部へのアクセスが容易になった。また、これまでCCD検出器では150mmまでが限界であったカメラ距離をさらに短い80mmとすることが可能となり、より高分解能の測定に対応することができるようになった(図1)。

2. より高精度な測定を行うための高度化

近年、位相決定法に頻用されるようになったSAD (Single-wavelength anomalous diffraction)法について、昨年度よりSADにおける微弱な異常散乱のシグナルを精度よく記録するための高度化を行っている。今年度はさらに、ビームストップと試料間の距離を可変とする機構を設置した。この機構によりカメラ距離に応じて10mmから40mmまで自動で変更可能となるが、この結果、試料からビームストップまでの距離が近い場合は散乱X線が抑制され、特に、低角側のバックグラウンドノイズを低減させる効果がある。また、試料からビームストップまでの距離が遠い場合はより低角側の分解能を向上させることができる



図1 サンプルチェンジャーSPACEが上流側へ退避する退避機構の導入

		条件1	条件2	条件3
Collimator	口径	1.2 mm	1.2 mm	1.2 mm
	試料までの距離	5 mm	5 mm	5 mm
Beam Stopper	口径	2.0 mm	2.0 mm	2.0 mm
	試料までの距離	21 mm	31 mm	51 mm

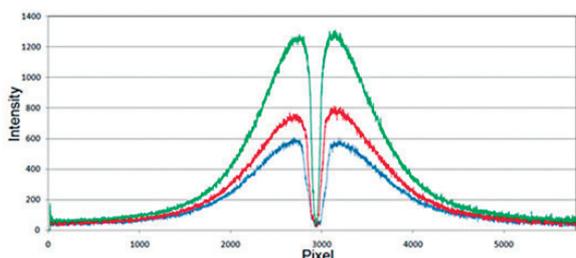


図2 試料-ビームストップ間距離とバックグラウンド強度の相関および低角反射への影響

ようになり (図2)、利用者が任意に選択できるようになった。また、さらなる散乱X線の抑制、低角側のバックグラウンドノイズの低減を目的として、コリメータおよびビームストップの径をそれぞれ0.8mm、1.5mmに改造し、運用している。

3. ビームの安定性の向上

前年度、光学系グループと共同でビーム振動の原因究明と解決に取り組み、ビーム振動には長周期で生じるものと、突発的なものとの2種類があることが判明した。そのうち、長周期で起きていたビーム振動の原因を突き止めることに成功し、分光器のチラーの調整、 $\Delta\theta_1$ 、 $\Delta\theta_2$ 軸のコネクターボックスをチャージアップ対策品と交換することで解決し、安定なビームが得られるようになった。今年度は突発的なビーム振動の原因を解明し、解決することを目指した。原因究明のために、これまでは分光器に測温抵抗体を設置し、その温度変化とビーム強度の変動について解析してきたが、今回はさらに、X線ミラーに測温抵抗体と傾斜計を設置し、温度変化と傾きの変化を記録した。これらとビームの強度変動の相関を解析したところ、突発的なビーム振動はミラーに設置しているSPring-8標準Type3モータードライバーの電源が断続的にON/OFFすることが原因であることを突き止めることができた。対策として、新規のモータードライバーと交換することで突発的なビーム振動がなくなり、安定したビームを得られるようになった。

4. Flux向上のための実験定盤上コンポーネントの高度化

これまでに、より効率的に測定を行うために、CCD検出器の高速化、自動測定と手動測定の切り替えの効率化などを実施してきた。今年度は、露光時間の短縮を目指して、試料位置でのFluxの実質的な向上を目的とし、X線の透過率を下げる原因となっているポリイミド膜撤去と空気層の真空化のための改造を行った。

実験ハッチ内に設置しているコンポーネントからポリイ

ミド膜を撤去するため、ST_Slit1後ろの $\Delta\theta$ 1tuneで使用している電離箱をBe箔の散乱を検出する方式のSi PINへ変更し、コンポーネント間をつないで真空化した。さらに、ST_Slit2後ろのポリイミド膜をBe箔へ変更することで、X線の透過率を向上させた (図3)。また、TC_Slit1の開口サイズを1.0mm×8.0mmから1.5mm×8.0mmへ変更し、さらなるFluxの向上を目指した。以上の改良の結果、7.29keVで65%、9.54keVで25%、12.40keVで18%のFluxが向上した (Fig.4)。この結果、試料位置でのFluxが向上することにより、1枚当たりの露光時間を短縮することが出来、より短時間で1データセットの測定が可能となった。

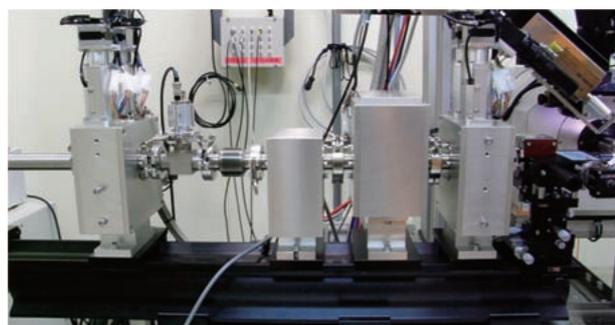


図3 試料位置でのFlux向上を目的とした実験定盤上コンポーネントの真空化

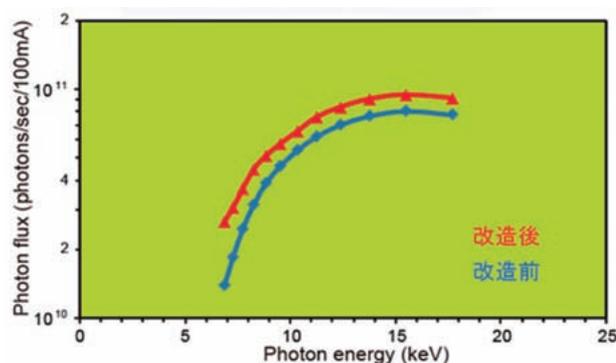


図4 実験定盤上コンポーネントの真空化前後のPhoton fluxの比較

参考文献

- [1] Ueno, G. et al.: *J. Synchrotron Rad.* **12** (2005) 380-384.
- [2] Ueno, G. et al.: *J. Appl. Cryst.* **37** (2004) 867-873.

利用研究促進部門 構造生物グループ
 馬場 清喜、牧野 正知
 水野 伸宏、長谷川 和也
 清水 伸隆、山本 雅貴
 熊坂 崇