

BL40B2 構造生物学Ⅱ

1. はじめに

ビームラインBL40B2は、タンパク質、合成高分子、脂質、界面活性剤などのソフトマテリアルを対象とした小角散乱法を主として利用されている。また、広角領域の散乱・回折測定と小角測定を組み合わせた同時測定も行われている。微小角斜入射小角X線・広角X線散乱実験による高分子薄膜等の解析も行われており、これは構造物性Iグループが担当している。2008年度のユーザー実験は概ね順調に遂行することができた。しかし、本ビームラインでは半年に30以上の課題を実施せねばならず、限られた時間配分で計画されたユーザー実験を遂行する一助のために、セットアップの迅速化、データ収集の効率化を図っている。また、実験データの質の向上、生命科学・高分子材料分野の研究の発展に伴ったアプリケーションの拡大にも取り組んでいる。

2. 検出器切り換え昇降台の導入

2007年夏に導入した真空パイプ昇降装置付き定盤は、カメラ長変更時の省力化と時間短縮に威力を発揮している。これに加えて2008年度には検出器切り換え用昇降台を導入した。本ビームラインでは、小角散乱測定用に高速イメージングプレートX線検出器（リガクR-AXIS VII）とベリリウム窓X線イメージンシファイア（浜松ホトニクス社製 V5445Pと高精細CCDカメラ）の二種類の検出器が定常的に使用されている。前者は大面積、後者は高速データ読み出しという異なった特長を持っており、実験の目的によってこれらを切り換えて使用している。しかし、R-AXIS VIIは100kg以上の重量があり、これを移動して検出器を切り換えるには多くの時間と労力が必要であった。

検出器切り換え用昇降台は上下2段になっており、下段にR-AXIS VIIを、上段にX線イメージンシファイアを置いている。昇降台を上下させるだけで、これらの検出器をビームストップ背後に再現性良く配置することが可能である。さらに上段にはダイレクトビーム観察用のビームモニターが置かれており、X線イメージンシファイア手動で位置を交換することができる。

このような検出器切り換え用昇降台は2007年からBL45XU小角散乱ハッチに導入され実験効率の向上に役立っており、本ビームラインにおいても同様の効果が期待される。

3. 中角散乱計測法の高度化

ソフトマテリアルからの微弱な中角散乱をS/N良く検出

するために、バックグラウンド散乱強度を低減可能な新規窓材の検討を行った。BL40B2で従来用いられているHeパスおよび真空パス用窓材は、高い力学強度及び耐放射線能を有するポリイミドフィルム（Kapton）である。しかしながら、 $q=4\text{nm}^{-1}$ 付近に検出されるKaptonの分子構造由来の比較的強い散乱ピークは、中角領域のバックグラウンド散乱強度を増大させる要因となっていた。図1に、Kaptonおよび非晶性ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）フィルムの散乱プロファイルを示す。非晶性PEEKフィルムの散乱プロファイルは、Kaptonフィルムのそれと比較して、 $q = 0.03\text{nm}^{-1}\sim 10\text{nm}^{-1}$ の広q領域において強度が低く特徴的なピークが検出されないことが明らかになった。力学的強度および耐放射線能を確認したところ、非晶性PEEKフィルムはKaptonと同等性能を示すことも判った。中角散乱計測用窓材として最適な非晶性PEEKフィルムをビームラインに導入し、中角散乱計測法を高度化した。

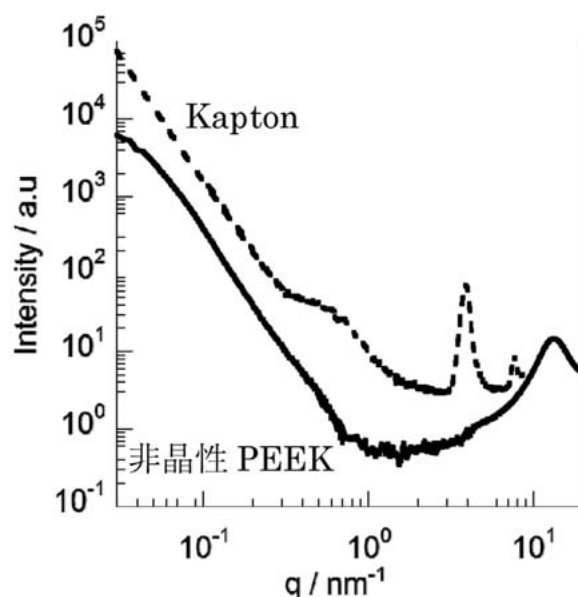


図1 Kaptonと非晶性PEEKフィルムの散乱強度プロファイル比較
波線：Kaptonフィルム（膜厚125 μm ）、
実線：非晶性PEEKフィルム（膜厚100 μm ）

4. 微小角斜入射小角X線・広角X線散乱（GISAXS・GIWAXS）同時計測システムの高度化

ソフトマテリアルの薄膜状態における階層構造評価システムとして2007年末に導入した、試料水平配置型薄膜ゴニオを改良した。ダイレクトX線による試料ダメージを軽減するために、真空用試料チャンバーを設計・製作した。図

2は、真空用試料チャンバーを用いたGISAXS・GIWAXS同時測定システムの写真である。チャンバーの窓材はバックグラウンド散乱強度に影響を与えるため、内部に搭載した各種試料ステージとチャンバーは運動しない仕様とした。試料にアクセスし易い扉や外部信号導入ポートをチャンバーに取り付け、GUIによるゴニオ制御ソフトウェアを整備した結果、ユーザーフレンドリーな計測システムを確立することが出来た。

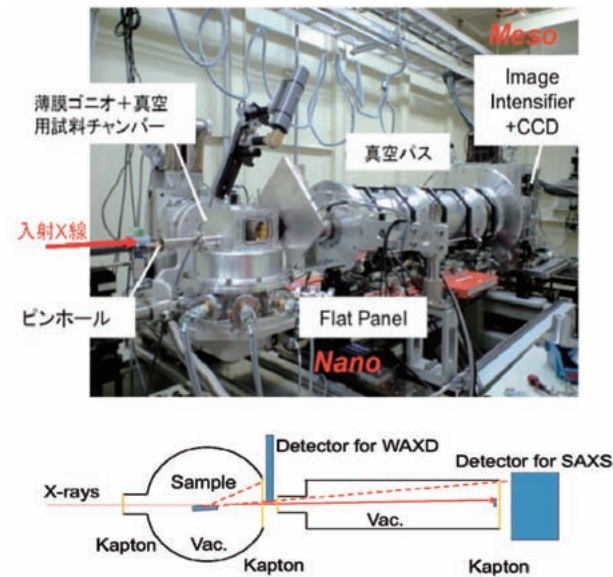


図2 真空用試料チャンバーを用いたGISAXS・GIWAXS同時測定の写真およびレイアウト図

利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ
 太田 昇
 利用研究促進部門 構造物性Iグループ
 佐々木 園
 利用研究促進部門、バイオ・ソフトマテリアルグループ
 八木 直人