

3-3-2 理研ビームライン

理研では、1997年のSPring-8供用開始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) の運用を始めている。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実験ステーション (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。2004年秋から物理科学ビームライン III (BL17SU) の本格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きた。現在、文部科学省ターゲットタンパク研究プログラムのタンパク質微小結晶構造解析ビームラインとして、BL32XUの建設を進めており、2009年秋にコミッション開始の予定である。また、量子ナノダイナミクスビームラインとして、X線非弾性散乱用ビームラインを計画中で、2012年の利用開始を目指して、設計を進めている。

2008年11月に新しく基盤研究部が発足し、上述の理研ビームラインの維持・管理・高度化を行うこととなった。同時に基盤研究部に属するユニットとして、生命系放射光利用システム開発ユニット、および物質系放射光利用システム開発ユニットが立ち上がった。生命系ユニットは、BL26B1、B2、BL45XU、および建設中のBL32XUを担当し、物質系ユニットはBL17SU、BL19LXU、BL29XU、BL44B2、および建設計画中のBL43LXUを担当する。以下では、運用中のビームライン (BL26B1、B2、BL45XU、BL19LXU、BL29XU、BL17SU、BL44B2) および建設中のビームライン (BL32XU) について報告する。

(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、実験ハッチAおよびBにて同時に実験が可能なユニークな特徴を持つ。実験ハッチAはX線小角散乱実験装置が設置されている。実験ハッチBはタンパク質結晶回折測定からX線中広角測定用に改修し、試験運用を行っている。

実験ハッチAに設置されているX線小角散乱実験装置は、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。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、2006年度にはダイヤモンド結晶分光器、2007年度には結晶固定方法および熱負荷の最適化を行い、X線ビームを安定化させることに成功した。2008年度は分光器の定位置出射調整および回折計の更新を行った。この更新により、これまで試料-検出器距離を変更する場合には4時間程度かかっていたものが1時間未満に短縮され、利用効率が飛躍的に向上した。

運用面では、タンパク質機能・構造相関研究への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を展開し、タンパク質複合体や膜タンパク質などの低分解能構造モデリングの普及を進めた。

研究面では、時計タンパク質Kai複合体の時間を刻む機構の構造中間体を実時間追跡することに成功した^[1]。また、X線繊維回折法によりアクチンフィラメントの詳細な構造解析が進んだ^[2]。などの研究成果が得られた。また、分光器の性能向上によって可能になった異常分散効果を利用したX線小角散乱測定法の開発を進め、希薄溶液中のタンパク質分子に含まれる金属イオンを検出することができた。これらの成果はX線ビームの安定性に大きく負うところであり、一連の改修計画の成果でもある。

参考文献

[1] S. Akiyama *et al.*: *Mol. Cell* **29** (2008) 703-716.

[2] T. Oda *et al.*: *Nature* **457** (2009) 441-445.

(引間 孝明、伊藤 和輝)

2. 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^[3,4]。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。光学系に加え実験ステーション機器まで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/サーバ型の実験スケジュール管理ソフトウェアBSS (Beamline Scheduling Software)^[5]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)^[6]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)^[7]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凍結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一部実験操作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単にビームラインを利用することができる。また2006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・データ測定の有償商用サービスを行っている。

また今年度はサンプルチェンジャー全体を並進移動する自動軸を導入し、サンプル操作時以外は試料周りから退避する制御方式を取り入れた。これによりBL26B2では回折データ収集時の最短カメラ長設定が150mmから100mmとなり、より高分解能な回折データの取得が可能となった。さらに手動操作実験時には、試料周囲の作業空間が確保され実験効率の向上が期待される。

前年度に引き続き偏向電磁石ビームライン光学系の高度化を目指したサジタル集光光学系のR&DをJASRI、原子力機構、理研共同で実施した。BL26B2において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 111)および昨年度高度化を実施し機械精度および剛性が向上した第二結晶ベンダー、さらに平面ミラー(縦集光)との組み合わせにより2次元集光を行い、通常の光学系と比較しておよそ4倍の入射ビーム輝度の向上が見られた。さらに2009年10月にスタディの一環として、1週間の固定波長(0.970Å)ユーザー運転を行った。高輝度サジタル集光ビームの利用により同質サンプル同士の比較において分解能向上などの結果が報告された。今後もこの結果を基に、さらに要素部品の改良を行いながらスタディを継続して行く予定である。

参考文献

- [3] G. Ueno, H. Kanda, R. Hirose, K. Ida, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Struct. Funct. Genomics. **7** (2006) 15-22.
- [4] 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.
- [5] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka, and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **12** (2005) 380-384.
- [6] G. Ueno, R. Hirose, K. Ida, K. Kumasaka and M. Yamamoto : J. App. Cryst. **37** (2004) 867-873.
- [7] N. Okazaki, K. Hasegawa, G. Ueno, H. Murakami, T.

Kumasaka and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **15** (2008) 288-291.

(上野 剛)

3. ターゲットタンパクビームライン (BL32XU)

近年の医学、生命科学分野では、構造解析がより困難である疾病や重要な生命現象に関わるタンパク質群に重点が置かれ、超高輝度マイクロビームを用いたX線結晶構造解析が望まれている。そこで、文部科学省『ターゲットタンパク研究プログラム』のプロジェクトとして、理研ターゲットタンパクビームラインBL32XUの建設を進めている。平成22年度からのユーザー利用開始を予定している。

超高輝度マイクロビームの創製と安定化技術の確立を目標に、現行のSPring-8挿入光源ビームラインにおいて培ったアンジュレータ、二結晶分光器ならびに集光ミラー技術を基に高輝度マイクロビーム対応ビームライン光学系を幾何光学的に設計し、その基本性能をレイトレース(光線追跡法)シミュレーションなどの理論計算により評価した。BL32XUは、全長約80mの中尺ビームラインとして設計し、レイトレース計算の結果、試料位置で $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ (横×縦)のマイクロフォーカスビームが生成可能で、仮想光源サイズ(輸送チャンネルスリット)を変更することにより $20\mu\text{m}$ 角から $1\mu\text{m}$ 角までのビームサイズを実現する。また、試料位置での設計上の光子数は、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ (横×縦)のビームサイズ12.4keVで光子数 6×10^{10} photons/sが期待される。

本年度は、新規設計した超高精度二結晶分光器の総合的な動作試験を行い、精度および剛性・安定性について改良と検証を行った。また、環境からの振動対策として分光器設置床面に、高密度コンクリートおよびラバー素材を用いた防振エクспанション機構を導入した。基幹チャンネル部の設置、超平坦集光ミラーの最終設計および製作、回折計を設置する実験ハッチ2の建設、ガンマストッパや下流シャッター、ビームパイプなどの光学コンポーネントの調達、インターロック設備の設置を行った。さらに高精度、高感度を必要とする測定系についても試作、評価を含め設計を進めている。

(平田 邦生、上野 剛)

4. 物理科学ビームライン 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(コヒーレントX線)

を用いた利用研究が主に行われている。本年度も、高感度の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、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。

本年度は、生物試料の調製を行うためのクリーンブースを、実験ハッチ2に隣接して設置した。これにより、走査型蛍光X線顕微鏡やX線回折顕微鏡等を用いた、生体試料測定の実便性を高めた。併せて、試料調製の際に、高空間分解能かつ長い作動距離で試料を事前観察するためのデジタル光学顕微鏡を整備した。また、実験ハッチ3においては、多軸のステッピングモーターを要する実験に対応するため、32軸分のモータードライブ等を整備した。また、経年劣化・故障対応として、長尺部のインターロックシステムの改修、長尺棟に冷却水を供給する冷却塔の修理などを行った。さらに、ビームライン周辺に置かれた物品が年々増加し続けていることに対応するため、棚等を整備して整理を行った。

(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。2008年度は、利用実験用コンポーネントである真空部品や光学部品の整備、フェムト秒パルスレーザーシステムの維持、および高速タイミング測定用オシロスコープ、高速カメラ、偏光度計測装置の整備を行った。また、実験ホールに物品整理用の棚を整備した。

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が進められている。一昨年度より、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、XFEL用検出器開発のための基礎実験が行われた。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、X線領域でのBerry位相光学研究、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、香村 芳樹)

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、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では、主要実験ステーションの一つである高分解能光電子分光ステーションにおける物質科学の実験的研究が鋭意行われている。もう一つの主要装置である高効率軟X線発光ステーションにおいては、各種溶液系試料、気相分子試料等の電子状態を観察するための軟X線発光分光実験が進められている。また2008年度には、理研内部の利用研究課題申請により、大掛かりな実験装置が和光研究所・基幹研究所から持ち込まれ、ブランチaのビームライン出射スリット下流において、二度のビームタイムに亘って液体分子線の光電子分光実験が行われた。ユーザー持ち込みエリアでは、JASRI共同利用課題として、分光型光電子・低エネルギー電子顕微鏡を利用した共同利用実験も行われた。

ブランチbでは、軟X線回折実験装置による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前年度に引き続いて行われている。ブランチbの末端にある表面科学実験ステーションでは、表面科学に関する研究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。

両ブランチとも、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がされており、偏光特性を積極的に利用した先端的研究の展開も図られている。

(大浦 正樹)

7. 物質科学ビームライン (BL44B2)

2008年度、BL44B2では利用分野をこれまでの構造生物学研究から高エネルギー粉末回折法を利用した物質科学研究に変更するために、光学系の最適化と第二世代大型デバイスカメラの開発を行った。それに合わせて、ビームラインの名称も構造生物学ビームラインⅡから物質科学ビームラインに変更した。

精密構造解析に基づいた物質科学研究では、透過型カメラ法を利用して回折データを一度に測定することが、データの同時性を保証する上で極めて重要となる。重元素を含んだ物質においても透過型カメラ法を採用するためには、30keV以上の高エネルギーX線が必要である。しかし、このビームラインではこれまで蛋白質等の軽元素を中心とした物質を対象としていたため、20keV以上の高エネルギーX線の利用実績がほとんどなかった。SPring-8本来の高エネルギー特性を最大限に生かすために、シリンダー形状ミラーの視斜角を中心に調整し、ビームサイズ・プロファイルの最適化と、低エネルギー利用時における高次光の低減を行った。その結果、約10keVから33keVまでの広いエネルギー領域にわたり、 10^{11} photons/sec程度のフォトンフラックスを得ることが出来るようになった。

回折計の設計にあたっては、共用ビームラインBL02B2にある第一世代大型デバイセラーカメラで培ってきたノウハウを最大限に生かし、汎用性と先端性を高度融合した。具体的には、15Kから1000Kに及ぶ大気開放型温度可変装置、薄膜対応試料ステージ、自動光学系および回折計調整、自動測定システム、精密オンラインガス吸着システム、レーザー励起システムを回折計と統合した。また、回折計の開発と並行して、X線検出器として既存のイメージングプレートに代わる、時間分解電子密度解析を可能にするマルチゲート式X線CCDアレイを浜松ホトニクスと協力し開発している。今後は、構造変化と物性変化との相関を電子密度レベルで解明するために、可視分光同時計測システム、ラマン散乱同時計測システム等の物性同時計測システムを構築することを計画している。

2009年度からは、ビームラインを理研研究者に供し、放射光粉末回折を利用した精密構造解析を基盤とした先端物質科学の研究を推進していく予定である。

(加藤 健一)