

### 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、1 km 実験ステーション (BL29XUL) および27 m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の建設を進めている。2009年秋よりコミッションを開始し、11月末には1 μmの集光ビームサイズを達成しており、2010年度からのユーザ利用の準備を進めている。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。

今年度2月からは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に加えて新たに軟X線分光利用システム開発ユニットを立ち上げた。軟X線分光利用システム開発ユニットは、BL17SUを担当して軟X線領域のビームライン技術開発や利用研究支援を行う。以下では、運用中のビームライン (BL26B1、B2、BL45XU、BL19LXU、BL29XU、BL44B2、BL17SU) 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. 構造ゲノムビームライン I & II (BL26B1, BL26B2)

BL26B1、BL26B2は構造ゲノム研究や基質複合体解析など膨大な数のタンパク質結晶からの、迅速かつ簡便なX線回折強度測定を目的としている。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。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・実験ステーションを含めたビームラインの全体制御には、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)<sup>[1]</sup>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)<sup>[2]</sup>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)<sup>[3]</sup>を開発し、SPring-8外から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・データ測定を行っている。このシステムでは、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。

今年度はSPACEにてHampton Research社製などのマグネットヘッド用汎用ピンを利用するためのアタッチメントを開発し、利用者の希望によりSPACE専用ピン以外での自動マウント実験が行える環境を整え、BL26B1において利用を開始した。試料の輸送およびビームラインへの設置はUniversal V1-Puck (Uni-puck) やACTORマガジンなどの、市販のトレイを利用する事が出来る。さらに多様な利用形態への要望に応えるための周辺装置開発として、オンライン顕微分光装置を開発し、BL26B2にて利用を開始した。顕微分光装置はSPACEを自動軸で退避した状態で設置することができ、主な仕様は測定波長400~800 nm、測定可能吸光度3 OD、試料位置での照射ビームサイズ100 μmである。またBL26B1には従来の窒素ガス吹付低温装置に加え、ヘリウムガス吹付低温装置を併設した。

前年度に引き続き偏光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。BL26B1において加工精度を高めて製作し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)の性能評価実験を行った。可変傾斜配置光学系による311面および111面の切換えで広いエネルギー領域のX線の利用が実用レベルにまで実現可能となった。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

- [1] G. Ueno, H. Kanda, T. Kumasaka and M. Yamamoto : J. Synchrotron Rad. **12** (2005) 380-384.
- [2] G. Ueno, R. Hirose, K. Ida, K. Kumasaka and M. Yamamoto : J. App. Cryst. **37** (2004) 867-873.
- [3] N. Okazaki, K. Hasegawa, G. Ueno, H. Murakami, T.

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

(上野 剛)

## 2. 構造生物学ビームライン I (BL45XU)

BL45XUは、タンパク質の溶液中の構造やその動的変化、高分子材料の構造と機能・物性などのナノスケールの構造解析をX線小角散乱測定により進めている。ビームラインの構成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、運用試験を行っている。

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年度にはダイヤモンド2結晶分光器の改修、2007年度には結晶固定方法および熱負荷の最適化、2008年度は分光器の定位置出射調整および回折計などの更新を行ってきた。

今年度は、ソフトマテリアル材料の局所構造解析に向けてマイクロビームSAXS装置の開発を進めた。マイクロビームの作成にはFresnel Zone Plateを採用し10 μm以下の集光X線ビームを生成することに成功し、カメラ長2.5 mの小角カメラで周期長65 nmのコラーゲンからの反射を明瞭に観察することにも成功した。また、老朽化対策としてハッチ遮蔽扉の改修を行うとともに、ビームライン光学系の更新にむけて液体窒素冷却型の高精度シリコン2結晶分光器の開発を開始した。

運用面では、構造生物学や材料科学の利用研究の支援を進めるとともに、XFEL利用研究に向けた装置開発の評価実験を始めた。加えて、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ている。

(引間 孝明、伊藤 和輝)

## 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。

本年度は高輝度光源であるハイブリッドアンジュレータの設置・調整、輸送チャンネルの真空ライン設置を2009年9月末までに完了し、10月にはビームラインにファーストビームを導入してビームライン調整を開始した。同年11月にはElastic Emission Machining (EEM) 技術で表面加工を施した表面形状誤差ナノメートルオーダーの集光ミラーの導入が完了した。X線を用いた集光実験の結果から、試料位置で最小ビームサイズ1 μm角、光子密度 $10^{10}$  phs./sec/μm<sup>2</sup>のビーム集光を実現し、エネルギー範囲8~20 keVにおいて、1 μm集光可能であることも確認した。

ミクロンオーダーの微小結晶試料を得られたマイクロビームで測定するため、高精度回折計も開発した。結晶試料を保持するゴニオメータにはエアベアリングを採用し、回転による偏心誤差約0.7 μmを達成した。ゴニオメータを設置する回折計定盤は石定盤(花崗岩)を採用し、外部温度変化の影響に強く、剛性の高い設計とした。回折計定盤と集光ミラーチャンバは、高密度コンクリートで補強した実験ハッチ床面に固定し、周囲からの振動と絶縁した。さらに実験ハッチ内部を±0.2℃で温度制御して、熱伸縮による機器の位置変動を低減している。

開発した回折計を用いてタンパク質微小結晶(数μmサイズ)回折実験を行い、当初の目的通り高いシグナル・ノイズ比にて回折像の取得が可能であることを証明することができた。2010度5月からのプロジェクトユーザへのビームライン共同利用のため準備を進めている。

[4] K. Hirata, G. Ueno, A. Nisawa, Y. Kawano, T. Hikima, N. Shimizu, T. Kumasaka, H. Yumoto, T. Tanaka, S. Takahashi, K. Takeshita, H. Ohashi, S. Goto, H. Kitamura and M. Yamamoto : AIP Conf. Proc. -- June 23, 2010 -- Volume **1234** (SRI2009) pp. 901-904.

(平田 邦生、河野 能顕)

## 4. 物理学ビームライン II (BL19LXU)

BL19LXUは、27 m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。2009年度は、光学ハッチの高精度スリットの調達、分光器結晶冷却用液体窒素循環装置のコントローラー系の再整備、フェムト秒パルスレーザーシステムの維持、およびシングルパルス利用のための高速回転シャッターの導入、真空対応スリットなどのX線ビーム用光学部品の調達を行った。また、実験ハッチ4にミラー集光系を設置す

のための物品調達およびX線ビームの調整を行った。

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。2007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、本年度もその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4.5 m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、シングルパルスを使ったXFEL用検出器の性能評価、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が行われた。

(田中 義人、香村 芳樹)

#### 5. 物理学科学ビームライン I (BL29XU)

BL29XUは全長が約1 km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987 m) 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98 m) 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。また、X線自由電子レーザーに向けた光学素子や検出器の評価・開発も精力的に行われた。

本年度は、長尺ビームラインの屋外部分での維持管理作業を効率的に行うために、長尺棟から上流側314 mに渡って、アスファルト舗装の保守道路を敷設した。経年劣化で性能の落ちた光学ハッチ内のTCスリットを交換した。また、実験ハッチ2の上流側に設置してあった生物・医学利用用の走査型蛍光X線顕微鏡についてユーザーフレンドリー化を推進した。これに伴って、測定装置を入れ替え、専用の制御系を導入した。また、装置を安定化させるために、ハッチ内にブースを建設し、さらに、ヒーターによりハッチ全体の温度安定化を行った。この装置によりピクセルサイズ30 nm (H) × 50 nm (V) から700 nm (H) × 1000 nm (V)

での蛍光X線分析が容易に行えるようになった。

(西野 吉則、玉作 賢治)

#### 6. 物質科学ビームライン (BL44B2)

BL44B2は、機能性物質の構造と物性との相関を電子レベルで解明することを目的とした、粉末回折実験用ビームラインである。約半年にわたるコミッションを経て、2009年4月から理研ユーザーによる本格的な利用を開始した。

昨年度行ったビームライン光学系の最適化により、約10 keVから33 keVまでのエネルギー領域において $10^{11}$  photons/sec程度のフォトンフラックスが得られるようになっている。今年度は、光学系のメンテナンス性を向上させるため、分光結晶の冷却シール材をゴムからBL26B1/B2で利用実績のある膨張黒鉛に変更した。分光結晶はフィンクーリング方式により直接冷却されているが、これまでは、放射線損傷の影響で半年に1回の頻度でOリングを交換する必要があった。今後は、メンテナンスフリーとなることが期待される。また、ミラーの位置再現性を改善するため、駆動系の保守点検を行った結果、Z軸のステッピングモーター及びそのドライバを交換した。以上の光学系の更新と新たに導入した二次元ビームモニターによって、サイクル開始時また入射エネルギー変更時の光学系調整時間を半分以下に短縮することができた。

実験ハッチには、自動サンプルチェンジャー<sup>[5]</sup> がビルトインされた大型デバイシェラーカメラ<sup>[6]</sup> が設置されている。今年度は、サンプルチェンジャーの利用温度範囲を、これまでの室温に加えて90 Kから1000 Kまで拡大させるため、試料吹付低温及び高温装置に自動待避機構を設けた。今後、二次元のオンライン検出器を導入し、試料セットからデータ取得までシームレスな温度可変自動測定の実現を図る予定である。

ユーザー実験での測定試料は、利用を開始して間がないにも関わらず、鉄系超伝導体から光誘起相転移物質、合金ナノ粒子触媒、液晶材料、多孔性配位高分子、マルチフェロイック材料まで多岐にわたった。また、これらの試料を対象とした、オンラインガス吸着システム、光励起システム、ラマン散乱同時計測システム、可視光透過率同時計測システム<sup>[7]</sup>、5 K以下の極低温冷却装置等の開発も並行して進められている。すでに利用成果が上がり始めており、今後、さらなる利用研究の深化を促進していきたいと考えている。

[5] K. Kato et al.: *Adv. X-ray Anal.* **51** (2008) 36.

[6] K. Kato et al.: *AIP Conf. Proc.* **1234** (2010) 867.

[7] J. Kim et al.: *AIP Conf. Proc.* **1234** (2010) 251.

(加藤 健一)

## 7. 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各種分光・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。研究を多角的且つ効率的に推進するため、ビームラインは排他的利用形態となるブランチ a、ブランチ b に分岐した構成となっている。それぞれのブランチには超高分解能の回折格子分光器が整備されている。また、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 μm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 共同利用課題にも供出している。

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於いて先端物質科学の実験的研究が行われている。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。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 (SPELEEM) を利用した実験が行われており、現在は先端磁性材料を初めとするスピントロニクス分野から、グラフェンなどの電子物性分野、隕石などの惑星科学分野まで幅広い領域に亘って活発に研究が行われている。

ブランチ b では、出射スリット直下流に時間分解型の検知器を搭載した軟X線発光分光器が整備され、時間分解軟X線分光を推進すべく各種調整実験が行われた。これに併せて、ビームラインの上流部にあるフェムト秒レーザーシステムからの超短パルスレーザーを各部実験ステーションに導入できるようレーザービーム輸送系も整備された。この他、常設の実験ステーションに於いては、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。また2009年度末には、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・基幹研究所のグループにより持ち込まれ、ブランチ b の第一集光点 (M31b・M41b集光システムの焦点) に於いて液体分子線の光電子分光実験が行われた。これまで同実験装置は a ブランチ出射スリット直下流に於いて液体分子線の径 (~25 μm) より遥かに大きな軟X線ビームを用いて予備実験を行っていたが、集光ビームセクションに装置を置くこ

とによって、液体分子線の径よりも小さな軟X線ビームを用いることで高効率な測定を実現できることを確認した。

a、b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)