

BL40B2 構造生物学Ⅱ

BL40B2では、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が主に利用されている。広角領域の散乱・回折測定を組み合わせた同時測定、及び微小角斜入射小角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いる。本ビームラインでは、多くの課題の配分ビームタイムが2日（6シフト）あるいは1日（3シフト）であるため、年間100回を上回るセットアップが必要であった。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、ソフトマテリアルの構造やその変化を正確にとらえられるよう、実験データの質の向上にも取り組んでいる。

1. 小角散乱調整用フラットパネル検出器の導入

本ビームラインでは、ビームストッパー周辺に生じる寄生散乱を低く抑えるためのスリット調整を、セットアップごとに行っている。この調整を効率良く行うために、フラットパネルX線検出器（C9728DK-10, Hamamatsu Photonics社製）を導入した。

この調整は、これまではリアルタイム計測が可能なCCDとイメージングインテンシファイアを組み合わせた検出器（Ⅱ+CCD検出器）を用いて行ってきた。現在この検出器は2008年度完成した検出器切り替え昇降機に載っており、イメージングプレートX線検出器（IP検出器）と切り替えて使用できるようになっている。しかしこの昇降機は検出器の切り替えに往復で約16分もかかるため、ユーザーがIP検出器を使用する場合にⅡ+CCD検出器を調整に用いると、検出器の切り替えに多くの時間を要する。セットアップをさらに効率良く行うためには、昇降機に載っていない別の2次元検出器を設ける必要がある。

フラットパネル検出器は厚さ14.5 mmで2次元検出器としては薄い。ビームストッパーが収まった真空パスと2次元検出器（Ⅱ+CCDあるいはIP検出器）の間には20 mm程度の隙間があり、切り替え昇降機の駆動部には突起がないので、フラットパネル検出器をこの空間に水平方向から挿入する仕組みを採用した（図1参照）。手でフラットパネル検出器の出し入れを行うが、切り替えに必要な時間は実験ハッチ自動扉の開閉にかかるおおよそ1分のみである。

フラットパネル検出器はダークレベルが高く、場所によってダークレベルが異なるが、ソフトウェア上でリアルタイムにダークレベルを差し引くことができる。したがってビーム調整に十分なS/N比を得ることが可能で、スリットなどの光学コンポーネントを動かしながらビームストップ

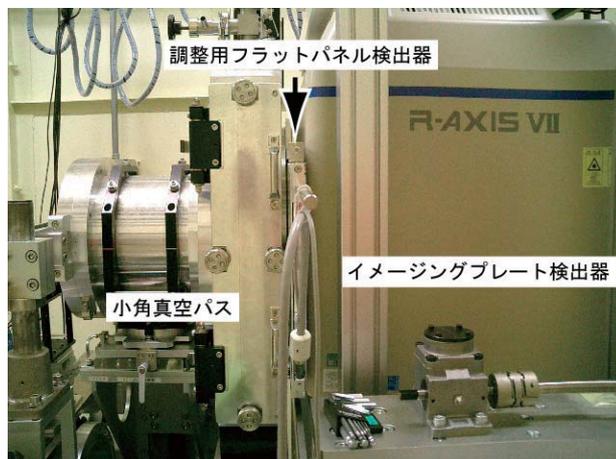


図1 小角散乱調整用のフラットパネル検出器

周辺の散乱を2次的に確認することができた。ユーザー実験においても、この検出器の導入によってビーム調整に関わる時間を短縮でき、セットアップを迅速化できた。ビーム調整以外にも、X線を照射しながらの試料位置の確認、微小角斜入射実験における試料の入射角度調整、タンパク溶液散乱における放射線損傷の確認などに利用でき、ユーザー実験におけるデータ収集の効率化に繋がることが期待される。

2. 中広角領域におけるバックグラウンドの低減

中広角領域の散乱をS/N良く検出するために、バックグラウンドを低減する新規窓材の検討を行った。試料と検出器の間に配置する真空パスはバックグラウンドの低減に不可欠なものであるが、その真空窓からの散乱はソフトマテリアルの微弱な散乱と重なるので、真空窓は散乱の少ない材質を選択しなければならない。また、真空窓に使うので力学的な強度が必要であるだけでなく、ダイレクトX線に曝されるので放射線耐性も重要である。

非晶性PEEKフィルム^[1]は、現在まで中広角領域を対象とした多くのユーザー実験で使用されている。しかしながら、非晶性PEEKフィルムは $Q=15 \text{ nm}^{-1}$ に幅広い散乱ピークを生じるので、微弱な散乱がこの領域で重なりと問題となる。また、非晶性PEEKフィルムは白く濁っているため可視光を透過しにくく、He-Neレーザーを導入したり、窓越しに顕微鏡等で試料を確認する際に障害となる。

新規窓材として窒化ケイ素膜をこの真空窓材に使用し検討を行った。図2には、比較のため250 mmのカメラ長で0.1 nmのX線波長を利用したときの散乱プロファイルを示

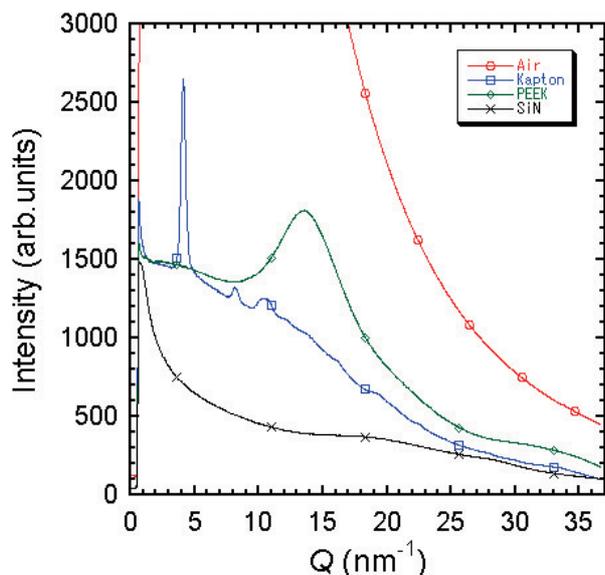


図2 カプトン（膜厚25 μm ）、PEEK（膜厚50 μm ）、窒化ケイ素膜（膜厚6 μm ）を真空窓に利用したときの散乱プロファイル、及び真空パスを用いず大気下で測定した散乱プロファイル

している。窒化ケイ素膜は中角散乱に比べて小角強度が強いが、カプトンやPEEKフィルムと比較して広い散乱ベクトルに渡って散乱強度が低く、明瞭な散乱ピークも見られていない。また、窒化ケイ素膜は可視光を透過するので、He-Neレーザーや試料観察用顕微鏡を軸上に導入することが可能である。これまで1年間ユーザー実験で利用してきたが、X線照射ダメージや真空引きに伴う疲労破断の問題は生じていない。このように、窒化ケイ素膜は中広角領域の散乱計測においてデータの質の向上に貢献しており、ユーザー実験に寄与することが期待できる。

[1] SPring-8年報, 2008年度版, p85-86.

利用研究促進部門
 バイオ・マテリアルグループ
 太田 昇、八木 直人