

BL40B2 構造生物学 II

ビームラインBL40B2は偏向電磁石を光源とし、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X線小角散乱法が利用されている。計測できる構造はおよそ0.15 nmから400 nmの周期範囲で、試料から検出器までの距離すなわちカメラ長およびX線波長を実験にあわせて適切に選択し利用できる。広角領域の散乱・回折測定を小角散乱法と組み合わせた同時計測や、微小角斜入射X線小角・広角散乱法による高分子薄膜等の解析も行われている。2013A期に32課題、2013B期に29課題が採択され、概ね大きなトラブルはなく実施された。2013年度は、ソフトマテリアルのより大きな構造情報を正確に捉えられるよう小角領域の分解能向上に取り組んだ。また、限られた時間配分で計画されたユーザー実験を遂行できるように、データ収集の効率化に繋がるスリットブレードの調査も行った。

1. カメラ長6 mによる小角散乱計測の高度化

小角散乱法が利用できるビームラインにおいて、より小さな散乱角度を精度よく検出し、大きな構造体を解析できるようにすることは高度化のひとつの方向である。小角散乱法における小角領域の分解能を向上させる方法はいくつか考えられるが、その中でカメラ長の延伸はBL40B2で培ってきたスリットとピンホールを使った光学技術を応用できる。加えて、2012年度に実験ハッチ内のコンポーネントの配置を変更したことによって、実験ハッチの最上流のスリットから検出器までおよそ8 mの空間がすでに利用できるようになっている^[1]。この空間を利用して、これまで最長であったカメラ長4 mを延伸し、カメラ長6 mによる小角散乱計測が行えるよう整備を行った。

BL40B2実験ハッチ内に4 m以上の小角散乱カメラを構築する際に、設定するカメラ長に対し、試料位置に使用すべきピンホールサイズを見積もることができる。このサイズは、試料に照射できるX線強度にも影響するので注意を払いたい。この導出における条件として、実験ハッチの最上流のスリットでX線ビームを整形すること、ビームストップのサイズは通常使用する直径3 mmを使用することが挙げられる。図1は、これら条件を考慮し導いたピンホールサイズをそれぞれのカメラ長に対して示している。カメラ長6 mを実現させるためには、直径0.5 mmのピンホールが適切と分かる。なお、カメラ長4 m以下では直径1 mmのピンホー

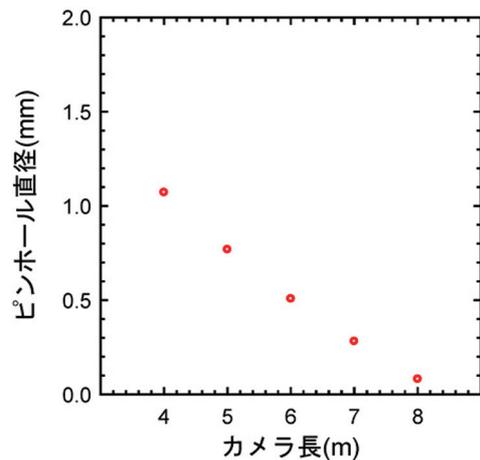


図1 BL40B2実験ハッチ内に構築するカメラ長とピンホールサイズの関係

ルを用いているので、カメラ長6 mではピンホールの開口が25%であり、X線強度が制限されることも分かる。

カメラ長6 mをBL40B2実験ハッチ内に構築するために、検出器から6 mの位置に新たに定盤を設けた。この定盤には、ユーザー実験を想定して、セットアップ構築時に空気散乱を少なくしたり、試料へのアクセスする空間確保を容易にしたりできるスライド式の天板をこれまでの定盤同様に設けた。また、これまで最長であった4 m真空パスから6 mに延伸するために、内径110 mm、長さ1 mのアルミ製パイプ2本を接続し6 mに延長できるようにした(図2参照)。カメラ長4 mまでの真空パイプは電動機構で

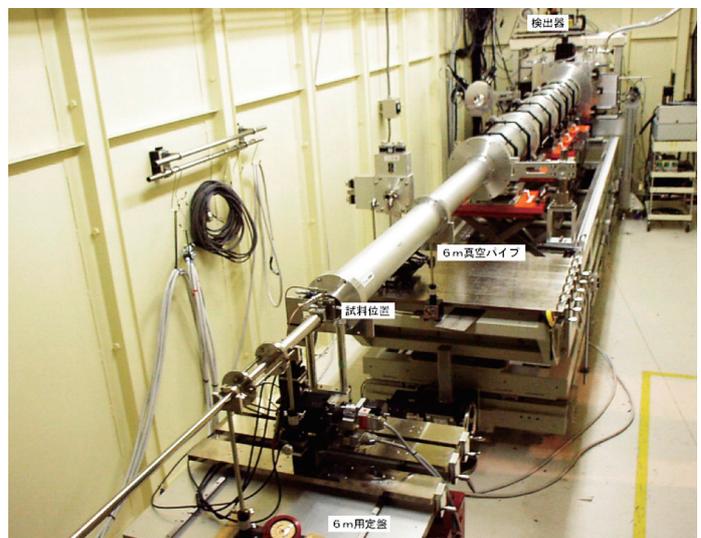


図2 BL40B2実験ハッチ内に構築したカメラ長6 mの小角散乱真空パス

構築できたが、6 mに延伸するためには人力によるパイプワークが必要である。試料電動ステージおよびX線までの高さ（電動ステージ上面から約250 mm）などに変更はなく、これまでの4 mまでのカメラ長と同様に利用できる。

X線エネルギー8 keV、カメラ長6 mでイメージングプレート検出器によって計測した例を示す。図3 A、Bそれぞれにはコラーゲンおよび100 nm周期の回折格子のパターンを示す。300 mm角のイメージングプレートには、コラーゲン（ $d = 63.5$ nm）の8次ピークまで撮影され、ピーク間距離が離れ高い分解能を有していると分かる。ペヘン酸銀 $d = 5.838$ nmの1次ピークは、検出器の外側に位置するのでこの条件では標準試料として用いることはできない。散乱ベクトル（ $Q = 2\pi/d = (4\pi/\lambda)\sin\theta$ 、 2θ は散乱角、 λ は波長）の校正は、コラーゲンか回折格子の計測によって行われるべきことであると分かる。

次に、125 μm 厚と5 μm 厚のポリイミドフィルム、200 μm 厚のベリリウムをカメラ長6 mの試料としたときの散乱プロファイルを図4に示す。このうち125 μm 厚の

ポリイミドフィルムと200 μm 厚のベリリウムは、実験ハッチ上流のX線の出口に真空窓として使用している素材である。これらの散乱プロファイルは100秒間積算したものであり、バックグラウンドをすでに差し引いている。低い散乱ベクトルにおいて、ベリリウムがポリイミドに比べて3分の1程度の散乱強度である。ベリリウムは小角散乱のバックグラウンドを下げるために有効であると言える。しかし今回用いたベリリウムの直径は20 mm程度であるので、開口に応じた材質の選択を適宜行う必要がある。薄い試料の計測の可能性を確認するために、厚みが25分の1である5 μm 厚のポリイミドフィルムの散乱プロファイルを示している。125 μm 厚と5 μm 厚のポリイミドフィルムでそれぞれ-3.17と-3.28の傾きを持つ曲線であった。これらの両対数プロットにおいてほぼ平行なデータは、X線エネルギー8 keVおよびカメラ長6 mの条件でビームストップ脇の600 nmに近い散乱角からおおよそ1カウントの散乱強度まで計測できていることを示している。このようにカメラ長6 mの整備によって、小さな散乱角度を精度よく検出できるようになり600 nmまでの構造体の解析やフラクタル解析など新たなユーザー実験に貢献できる。

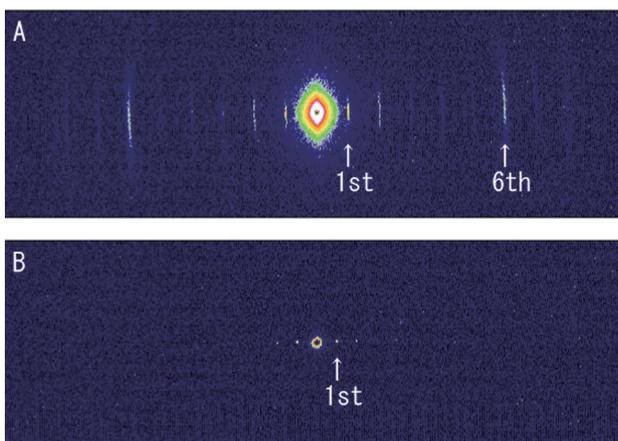


図3 イメージングプレートで検出した小角散乱像 (A)コラーゲン(B)100 nm回折格子

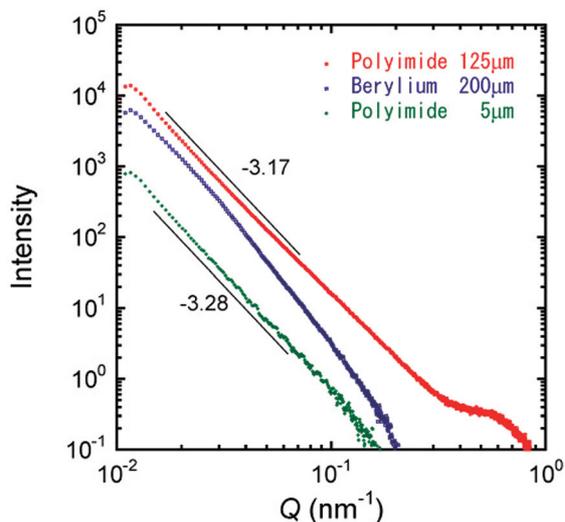


図4 各種フィルムの小角散乱プロファイル

2. タンタル単結晶スリットブレードによる小角散乱計測の改善

通常スリットの役割は開口により明るさを調節したり、照射領域を制限したりすることであろう。小角散乱計測では、検出器に入る寄生散乱を低く抑えるために主に用いていると言える。しかしながら寄生散乱を嫌ってスリットを絞りすぎれば露光時間の長時間化に繋がるために、入射するX線強度は極力強くなるようにスリットの開口は広く調整することが同時に要求されることである。これまでBL40B2の様々な実験でタンタル製スリットブレードを用い実施されてきたので、スリットブレードには実績のあるタンタルを使用し、寄生散乱を低く抑えるブレードの調査を行った。シリコンなどの完全結晶を用いた寄生散乱減少の取組みが報告されているので、タンタルの結晶状態を多結晶から単結晶に変更し、利用できるX線強度に改善があるか調査した。

ピンホールサイズ1 mm、ビームストップ3 mmを使用し、ピンホールから検出器までの距離をおおよそ2 mになるように配置した。2スリット光学系を構築するために、スリットは検出器からおおよそ4 mの位置に設置した。X線の波長は0.1 nmにした。散乱強度の検出にはイメージングプレート検出器を用い、X線強度の計測にはイオンチャンバーを用いた。スリットの開口は、ビームストップ横の強度おおよそ100カウント程度になるように調節した。

図5にはイメージングプレートで100秒間計測したプロファイルを示す。スリットブレードに多結晶および単結晶を用いてもプロファイルに明確な違いは見られないことが

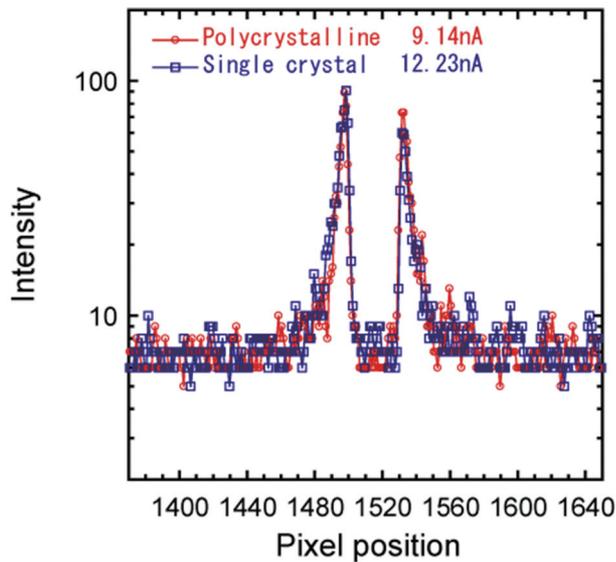


図5 ビームストップ周辺の散乱プロファイル。(赤) 多結晶タンタルブレード (青) 単結晶タンタルブレード。位置1500から1530にビームストップが配置されている。

わかる。一方、イオンチャンバーによる強度計測では、多結晶の場合9.14 nAで、単結晶の場合12.23 nAであった。これは、単結晶タンタルブレードは多結晶よりおよそ30%強いX線強度で利用できることを示している。ブレードで生じる寄生散乱が低いために、開口を広くとれたためと考えられる。したがって、タンタル単結晶スリットブレードは寄生散乱が弱くX線強度を必要以上に絞らずに計測できるので、ユーザー実験においてデータ収集の効率化に繋がると考えられる。また、タンタル単結晶はピンホール用基板としても利用可能であるので、寄生散乱の低減を狙ったピンホールの製作に繋がると期待される。

参考文献

[1] SPring-8・SACLA年報, 2012年度版, p85

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、関口 博史