

## BL40XU 高フラックス

本ビームラインはヘリカルアンジュレータを光源とし、分光器を使用せずに2枚の全反射ミラーでビームを集光することにより、準単色の高輝度X線ビームを使用できるビームラインである。このビーム特性を活かして、回折、散乱、XAFS、イメージングなど、多様な利用実験が行われている。本ビームラインには共同利用実験に供されている実験ハッチ1と、CREST研究プロジェクトにより建設された実験ハッチ2がある。

### 1. 実験ハッチ1

実験ハッチ1では、2013年度に引き続き非結晶試料の時分割X線回折、XPCS (X-ray Photon Correlation Spectroscopy)、1分子計測、マイクロビーム回折実験等が行われている。今回は高速時分割測定に有用な高速CMOSビデオカメラの試験結果について解説する。

本ビームラインでは浜松ホトニクス製の4インチまたは6インチX線イメージインテンシファイヤに可視光用半導体ビデオカメラを接続して回折・散乱像を記録する測定がよく行われる。用いるビデオカメラとして、これまで用いられてきた冷却CCDカメラに対して、CMOS型ビデオカメラはピクセルごとにアンプを設ける構造のため、ラインごとに電荷を転送するCCD素子と比較して高速の撮影が可能である。この目的で、本ビームラインにはPhotron社製の高速CMOSビデオカメラSA5が備えられていた。これは1024×1024ピクセルで毎秒7000コマまでの高速撮影が可能カメラである。

それに対し、後継機種として発売されたSA-Xは同じフレームサイズで毎秒12500コマまでの高速撮影ができるほか、カタログ上の感度もSA5に比較して2.5倍になっている。チップのサイズはSA5と同じであり、この感度の向上はピクセルあたりの受光面積の増加によって達成されている。今回は、SA-XとSA5との比較試験を行った結果について報告する。

X線エネルギーは15 keV、エネルギー分解能2%、カメラ長は3250 mmの条件で測定を行った。検出器は浜松ホトニクス製6インチイメージインテンシファイヤVP5445MOD (蛍光体P46) にフィリップスマウントを介してSA-XまたはSA5を接続した。試料はマルハナバチ飛翔筋線維で、実験温度は20°C。照射損傷を防ぐため、露光中100 mm/sの速度で試料を移動させた。フレームレート、毎秒2000または5000フレーム、画像サイ

ズ1024×1024ピクセルで測定を行った。

次に試験結果について述べる。まず暗黒時のノイズであるが、CMOS素子に特有の固定ノイズにランダムノイズが重畳しており、ランダムノイズはSA5とSA-Xで何れも7-10AD変換ユニット(12ビットAD変換)で、差は認められなかった。感度は室内の風景を撮影したところ、SA-XはSA5の2.0倍程度であった。X線回折像では、理由は不明だが感度の差は更に小さく、1.6-1.7倍程度であった。回折画像のクオリティであるが、マルハナバチ飛翔筋線維の回折像のうち、収縮タンパクの1つ、アクチンのらせん配列に由来する層線反射の1つ(第6層線)付近を2種のカメラで撮影したものを図1に示す。

SA-Xの2000 fpsではシングルフレームでもかなりノイズの少ない画像となっている。SA5の5000 fps像はランダムノイズも大きい横縞状のノイズも顕著であり、弱い反射を記録する際の障害になりうる。この横縞は2000 fps像でも残っている。

以上をまとめると、今回の試験の結果はCMOSイメージセンサ素子自体の受光感度の向上は画質(S/N比)の向上に関して有効であることを示している。SA-Xの感度の測定値は公称値(SA5の2.5倍)よりかなり低い1.6-1.7倍程度だったが、それでも期待値(平方根)程度の画質(S/N比)の向上が認められた。さらに低い信号レベルでは期待値以上のS/N比の向上があったが、これは感度の増加によってランダムノイズの寄与が相対的に減ったためと考えられる。以上から、特に照射損傷に弱い生物試料を用い、弱い信号を高速で測定したいアプリケーションには有効と思われる。

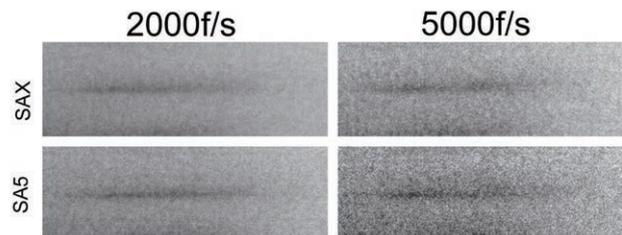


図1 2種のCMOSビデオカメラで記録したマルハナバチ飛翔筋のX線回折像(シングルフレーム)。アクチン第6層線反射付近を示す。図は固定ノイズを差し引いた後、同程度の濃度になるように諧調を調整している。SA-Xの画像は毎秒5000フレームでもかなりノイズが小さく、高速撮影や微弱な反射の記録に有利であることが分かる。

2. 実験ハッチ2

実験ハッチ2では、ゾーンプレートによる集光X線を利用した極微小単結晶構造解析や、次世代エンジンの燃料噴射ノズルの開発のためのX線吸収コントラスト実験が行われている。2014年度は、極微小単結晶構造解析のための下記の高度化を行った。

2-1 集光・平行ビーム即時切替システムの構築

極微小単結晶構造解析では、非常に強力なX線によって劣化する試料に対して、結晶のサイズによってはゾーンプレートを使用しない未集光のX線ビーム（平行ビーム）による測定が適する場合がある。

これまで、集光ビームから平行ビームの切り替えには、ゾーンプレートの取り外し、Order Sorting Aperture (OSA) からコリメータへの切り替えを行い、それらのX線位置への調整作業が必要であり、1時間程度の時間が必要であった。また、ユーザーによる切り替えもできなかったため、限られたビームタイムではビームの切り替えを頻繁に行うことはできず、時間のロスも大きかった。そのため、この問題を解決するために、調整なしで集光ビームと平行ビームを切り替えるための即時切替システムを構築した。

従来、回折計にはX線の光路は1本しかなく、上述の通りビームの切り替えにはコンポーネントの交換が必要であった。即時切替システムでは集光ビームと平行ビーム用にそれぞれの光路を2本確保することによって、これらの操作をなくすことにした。

図2は集光・平行ビーム即時切替システムのOSAおよびコリメータの写真である。OSA、コリメータと結晶センタリング用の望遠鏡が載るステージがあり、それぞれを所定の位置にステージを移動することにより、集光ビーム、平行ビーム、結晶のセンタリングの排他的利用が

できるようになっている。コリメータ位置でのX線はゾーンプレートホルダの外を通るため、未集光の平行ビームがコリメータに導入される。それぞれのコンポーネントの位置は最初の調整時に決定しておき、ビームの切り替え時には専用のソフトウェアが決定された位置にコンポーネントを移動するようになっており、切り替えに要する時間は5分以下になっている。

2-2 オーバーロード測定への導入

X線回折測定では、低角から高角までの回折斑点の強度を測定するため、バックグラウンドに対するS/N比が精度に重要な役割を果たす。しかし、CCD検出器は比較的ダイナミックレンジが小さい（16 bit）ため、低角・高角両方の反射強度を高いS/N比で測定することが難しかった。この問題の解決法として、オーバーロード測定があり、長時間と短時間の露光による2枚の回折イメージを1枚にマージし、擬似的にダイナミックレンジを上げる手法である。既存のソフトウェアでオーバーロード測定を実現するために測定用ソフトへのルーチンの組み込みとマージのためのソフトウェア開発を行っている。

表1は標準試料のシチジン（ $C_9H_{13}N_3O_5$ ）のオーバーロード測定による反射強度の統計値であるが、特に $R_{int}$ や $R_1$ のような統計的な指標について大幅な向上が見られ、ユーザー試料についても良好な結果が得られている。

表1 シチジン測定による統計値の違い

	短時間露光 (3秒)	長時間露光 (48秒)	オーバーロード (3 & 48秒)
$R_{int}$	0.0899	0.0417	0.0385
反射数 ( $I > 2\sigma(I)$ )	911	1583	1623
$R_1$	0.1072	0.0349	0.0301
$R_{all}$	0.2330	0.0863	0.0808

以上述べた集光・平行ビームの迅速かつ簡便な切り替えとオーバーロード測定によるデータの高精度化により、極微小単結晶構造解析のためのビームタイムのより効率的な利用が期待される。

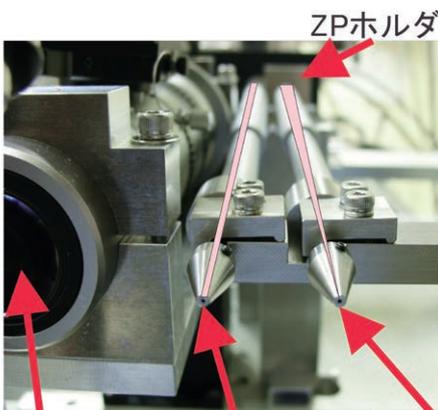
利用研究促進部門

バイオ・ソフトマテリアルグループ

岩本 裕之、青山 光輝

ナノテクノロジー利用研究推進グループ

安田 伸広



センタリング用望遠鏡 平行ビーム用コリメータ 集光ビーム用OSA

図2 集光・平行ビーム即時切替システム