

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、生体膜などの生体分子、合成高分子、液晶、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できる。計測できる構造体はおよそ0.15 nmから600 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とX線波長を適切に選択し実験で利用できる。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。2014A期に31課題、2014B期に41課題が採択され、概ね大きなトラブルはなく実施された。2014年度は、広角散乱測定におけるバックグラウンドの低減と、より大きなソフトマテリアルの構造情報を正確に捉えるためにカメラ長を8 mに延伸するための技術的検討を行った。

1. 広角散乱計測におけるバックグラウンドの低減

広角領域から低角にいたる散乱は、分子充てん構造から分子集合体構造を捉えることができるので比較的大い分野で多くの利用がある。最近ではナノメートル空間に閉じ込めた分子の構造情報を得る試みが行われており、さらなる展開が見込まれる。しかし、薄い試料を散乱体とする場合には、バックグラウンドに対し散乱体からの散乱強度が低くなりデータの質で問題となる。したがって、広角領域にわたる散乱測定を薄膜試料から高精度に行う技術をBL40B2で確立する必要がある。そのために、今回、広角領域においてシグナルとバックグラウンドの比 (S/B比) を改善するための真空用試料チェンバーの

開発およびその評価を行った。

真空用試料チェンバーは、BL40B2の広角散乱計測で使用することを念頭におき、散乱角 (2θ) で30度を取れるようにした。すなわち、BL40B2で最も短いカメラ長280 mm利用時に、300 mm×300 mmイメージングプレート2次元X線検出器で計測できる角度である。真空下に置かれた試料を交換する方法はいくつか考えられるが、試料周辺の真空度は数Paの低真空であるので、試料の下流側と上流側のパスの真空を保ったままにするために2箇所のゲートバルブを設け、試料周辺を大気圧に戻して交換し、再び真空引き直しゲートバルブを開けて計測することとした。

作成した真空用試料チェンバーが従来の大気圧下での散乱角度領域と同等に計測できることを確認するためにベヘン酸銀を計測し、大気圧下および真空下の2次元散乱パターンをそれぞれ図1AおよびBに示す。測定条件としては、カメラ長280 mm、X線波長1 Åとし、検出器に広範囲な領域での測定のためイメージングプレート検出器を用いた。低角側のベヘン酸銀の1次ピークから高次散乱まで得られており、真空用試料チェンバーがBL40B2での広角散乱計測で十分な散乱角を有していると分かる。

次に5 μm 厚のポリイミドフィルムおよびバックグラウンドを計測した例を示す。100秒間の露光によるバックグラウンド計測で、大気圧下では数百から千程度のカウントで (図2A)、真空用試料チェンバーでは10カウント程度のカウントであった (図2B)。計測したポリイミ

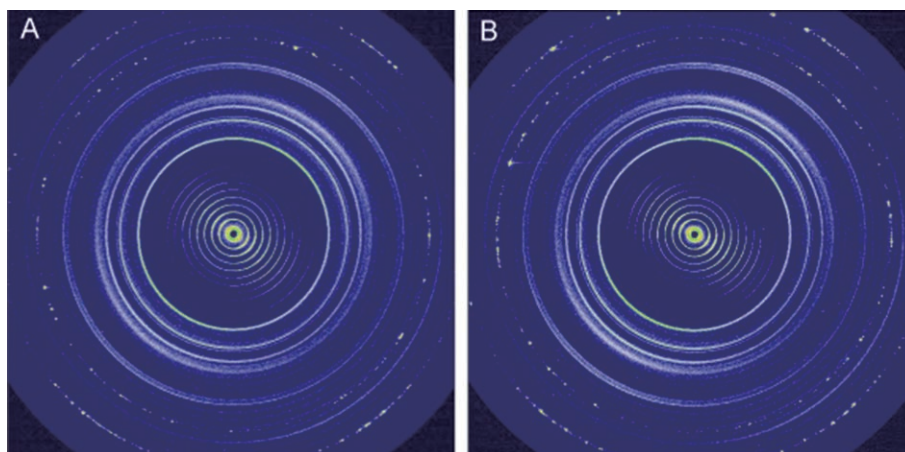


図1 (A) 大気圧下および (B) 真空用試料チェンバーで計測したベヘン酸銀の散乱パターン

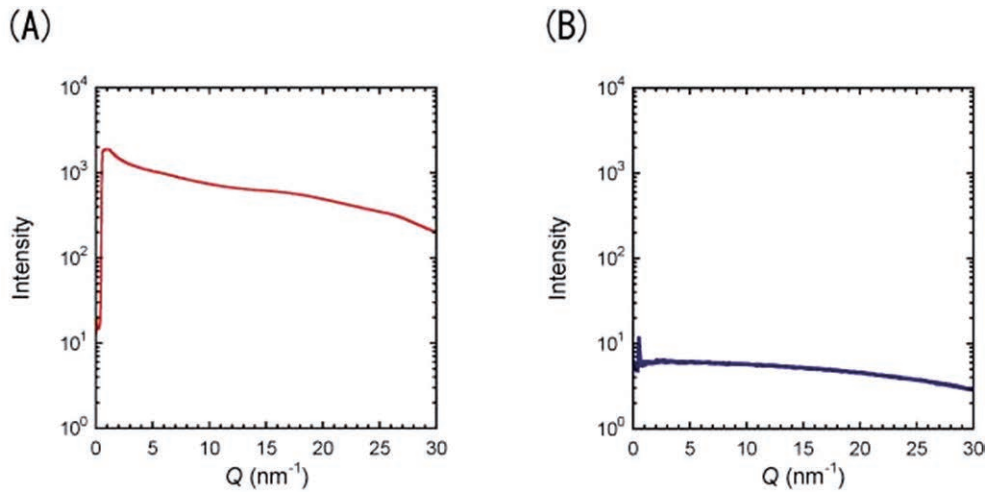


図2 (A) 大気圧下および (B) 真空用試料チェンバーで計測したバックグラウンドのプロファイル

ドフィルムからバックグラウンドを差し引いた散乱プロファイルは、大気圧下および真空用試料チェンバーでおよそ一致するものであった (図3AおよびB)。大気圧下で得たプロファイルは低いカウントで大きなばらつきを示したが、真空用試料チェンバーではバックグラウンドがおよそ100分の1に改善されているので低いカウントでもばらつきの少ない良好なプロファイルが得られた。したがって、真空用試料チェンバーは高精度な散乱プロファイルを得るために有効であり、薄膜フィルムなどを対象としたユーザー実験に貢献できる。

2. カメラ長8 mによる小角散乱計測の検討

これまで小角分解能向上に取組み、カメラ長を延伸して6 mでの散乱計測が可能であることを示した^[1]。今回、BL40B2でのさらなる小角分解能向上の可能性を調査するために、カメラ長8 mでのスタディを行った。

BL40B2の実験ハッチが10 mに限られた空間であり、X線2次元検出器が占有する1.4 mの空間を実験ハッチ下流で占有するので、寄生散乱を低減するためにピンホールやサンプルを設置したとき、カメラ長としては8 mが最長である。試料から検出器までの距離約8 mに対して、光学ハッチ内に設置されたスリット (光源より39.5 m) を用いれば、スリットとピンホール間距離が約11 mであり、距離の比では良好な小角散乱の光学系が組めることになる。しかしながら、スリットとピンホール間にはミラー (光源より41 m) が設置されており、ミラーで生じる寄生散乱が非対称なバックグラウンドとして残ってしまうため、高精度の小角散乱計測を実現するためには、ミラーの下流に新たにスリットを配置するなどのバックグラウンドの低減をさらに検討する必要性が生じたが、今回この構築した8 mのカメラ長でテスト計測を行った。

図4は、前記のように構築したカメラ長8 m、X線エ

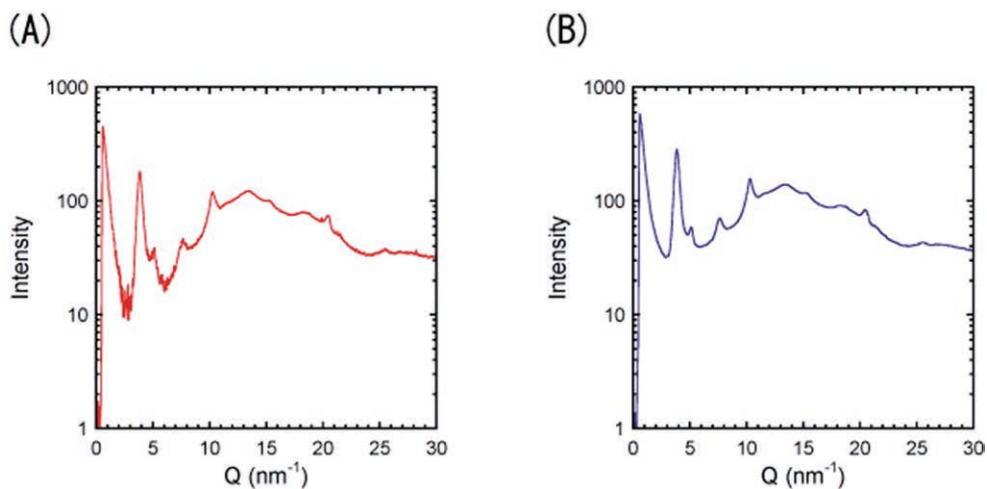


図3 (A) 大気圧下および (B) 真空用試料チェンバーで計測しバックグラウンドを差し引いたポリイミドフィルム (厚み5 μm) のプロファイル

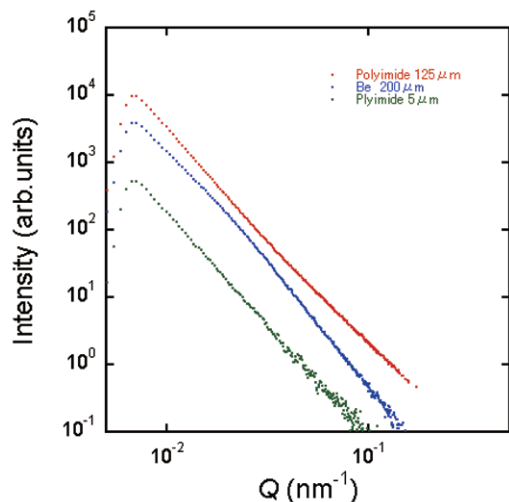


図4 カメラ長8 m、X線エネルギー 6.5 keVで計測したポリイミドフィルム125 μm 厚と5 μm 厚および200 μm 厚のBeの散乱プロファイル

エネルギー 6.5 keVの条件で、ポリイミドフィルム125 μm 厚と5 μm 厚および200 μm 厚のBe（ベリリウム）を小角散乱計測の試料としてイメージングプレート検出器で計測したときのプロファイルを示す。これらプロファイルは、低角側で900 nmまでのブラッグスペーシングが新たに計測できるようになったことを示しており、拡充された領域以外はカメラ長6 mで計測されたプロファイルと一致するものであった。今回の結果は、小角分解能を向上することで900 nmの構造情報をビームラインBL40B2で得る可能性が示された。ユーザー利用に向けての課題としては、(1) ミラーで生じる寄生散乱の除去が必要であり、ミラーの下流にスリットを配置する検討が必要であること、(2) 試料配置スペースが狭く、ユーザーが持ち込む様々な大きさの試料ホルダーを設置することが難しいので、実験ハッチ内のコンポーネントの配置等を現在の小角散乱計測系に影響を与えないように見直し、空間を確保する必要があることが挙げられる。

参考文献

- [1] SPring-8・SACLA年報, 2013年度版, p81-83

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