

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を小角散乱法と組み合わせた同時計測、微小角入射X線散乱回折法による高分子薄膜の解析も行われている。2015A期に37課題、2015B期に39課題が採択され、概ねトラブルなく実施された。2015年度は、小角散乱計測のカメラ長6 mでのバックグラウンドの低減の検討、および微小角入射X線散乱回折法の高性能化の検討を行った。X線検出器に関しては、PILATUS 100K-S (Dectris Ltd., Switzerland)およびMODUPIX (ADVACAM s.r.o., Czech republic)の導入を行った。二結晶分光器の入れ替えが2015年度の夏期点検調整期間に行われたので、その評価を行った。

1. カメラ長6 mの小角散乱計測におけるバックグラウンドの低減

2012年度により大きな構造体がBL40B2で計測できるよう、長さ10 mの実験ハッチの内部に小角散乱用の真空パス6 mを設置し、その上流約2 mに設置したX線用スリットを用いることでカメラ長6 mでの小角散乱計測が行えるように整備を行った^[1]。2015年度は、このセ

ティングにおいて散乱の少ない薄膜などの試料の計測が行えるように、ビームストップ周辺バックグラウンドを低減する試みを行った。X線は高真空のビーム輸送チャンネルから真空窓材を通して大気下にある実験ハッチに導かれ、その真空窓材には125 μm 厚のポリイミドあるいは200 μm 厚のベリリウムが用いられている。この真空窓材を6 μm 厚の窒化ケイ素に変更することと、X線スリットでバックグラウンドの低減を検討した。構築したカメラ長6 mのバックグラウンドレベルを比較するために、8 keVのX線エネルギーで125 μm 厚のポリイミドフィルムを試料として計測しその結果を図1に示した。これまではバックグラウンドの強度に対しポリイミドは12倍程度の強度(図1(a)参照)であったが、今回の試みによってシグナルが100倍(図1(b))まで改善されており、S/B比の改善が図られたことがわかる。図2には、各種薄膜試料を100秒間の露光によるデモンストレーション計測を行った結果を示す。これまでカメラ長6 mで計測が難しかった12 μm 厚の非晶質PEEK、20 μm 厚の石英ガラスなどの散乱の少ない薄膜試料でも散乱計測の可能性が開かれつつある。今回真空窓としても利用している6 μm 厚の窒化ケイ素は図2においてS/Nが十分なプロファイルではないが、125 μm 厚のポリイミドや200 μm 厚のベリリウムに比べ $Q \sim 0.01 \text{ nm}^{-1}$ で3桁以上散乱が低く、広角散乱^[2]だけでなく極小角に至る散乱計測のバックグラウンドの低減に有効な窓材といえる。

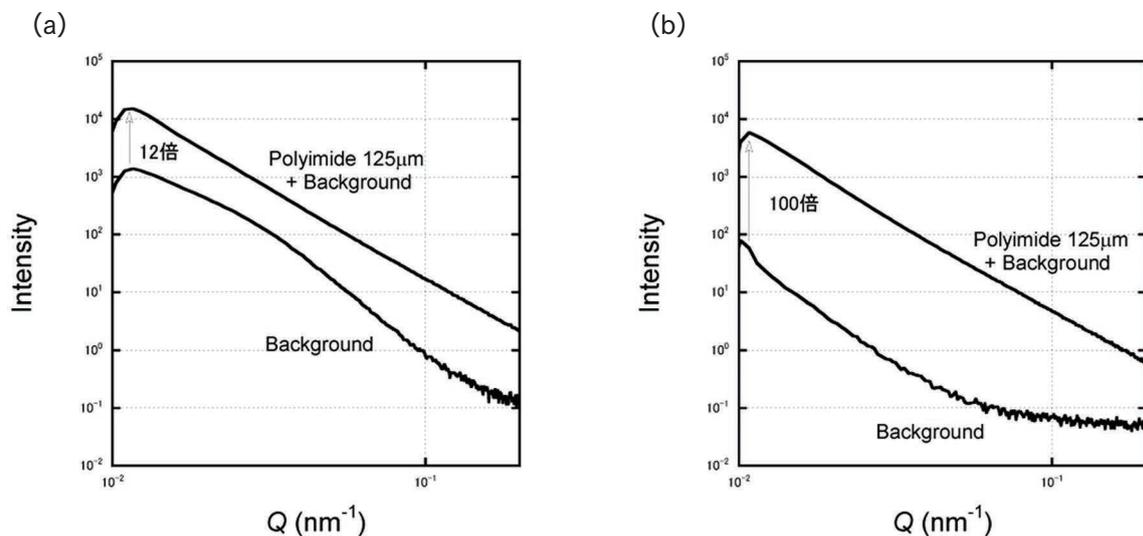


図1 カメラ長6 mでの125 μm 厚のポリイミドとバックグラウンドの比較 (a)最適化前 (b)最適化後

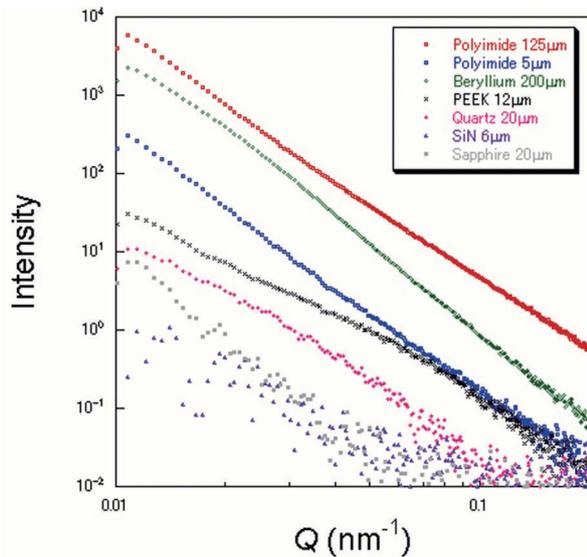


図2 カメラ長6 mで計測した各種薄膜試料のプロファイル

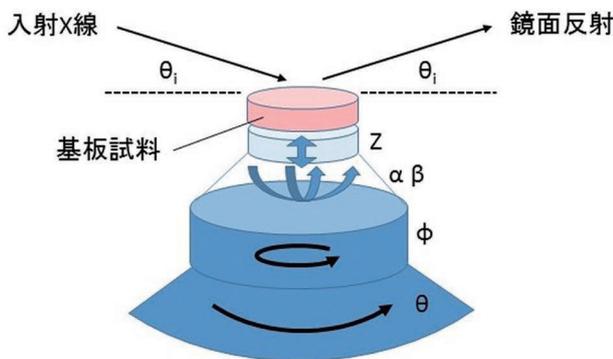


図3 微小角入射X線散乱回折用ステージの模式図

2. 微小角入射X線散乱回折法の高性能化

BL40B2では、基板上に作成した高分子薄膜の構造解析が行われている。面内異方性の詳細な構造解析に対応できるように、微小角入射X線散乱回折用ステージの高性能化を図った。基板上に作成した高分子薄膜の面内異方性を調べるには、試料面内回転角 ϕ に対して入射角 θ_i が変動しないことが条件となるので、図3で示すような5

軸のステージ構成とした。この結果、試料面内回転角 ϕ は 0° から 180° まで任意の角度での計測に対応できるようになった。

3. 2種類のピクセルアレイ検出器の導入

BL40B2では、PILATUS 100K-S (Dectris Ltd., Switzerland, 図4左) およびMODUPIX (ADVACAM s.r.o., Czech republic, 図4右) の2種類のピクセルアレイ検出器を新たに導入した。PILATUS 100K-Sは、BL40XUとBL40B2の共通機器である。これらは調整段階であるが、2016年度中には共同利用に供する予定である。PILATUS 100K-Sは、高エネルギーX線に対する量子効率の改善のためにシリコンセンサー厚を1 mmとし、2.3 msの高速な読み出しと20 bitピクセルカウンタの広いダイナミックレンジを利用した散乱回折実験の利用を予定している。MODUPIXは、筐体が15.3 mmと薄く、108.5 mm×70 mmのように小型なピクセルアレイ検出器で、14.08 mm×14.08 mmの素子は剥き出しで利用できる(図4右の右下が素子である)。大気、真空を選ばず、薄く狭い空間に設置でき、X線ビーム近傍まで素子を近づけることも可能な形状であるので、特に試料と小角散乱検出器の間の真空パス内に設置できる点に注目している。素子サイズは小さいがフォトンカウンティング検出器を複数利用すれば、ダークカレントがなく高速な広Q計測を構築でき、実験の効率化に大きく貢献すると予想される。

導入するMODUPIXは、CERNのTimepixチップをベースとしておりフォトンカウンティングモードの他に、各ピクセルに到達したX線光子をスタートタイミングとして、ピクセルカウンタでクロックを数える到達時間モードが利用できる。X線強度の情報は失われてしまうが、入射X線強度をかなり落として基板の動きを捉えることができるので、微小角入射X線散乱回折法における高分子薄膜を載せた基板のアライメントなどに利用することを検討している。



図4 導入したピクセルアレイ検出器 (左) PILATUS 100K-S (右) MODUPIX

4. 二結晶分光器の入れ替え

BL40B2は1999年のコミッショニング以来15年を超えてユーザー実験に利用されており、老朽化対策のために二結晶分光器一式の交換が光源・光学系部門により2015年の夏期点検調整期間に行われた。その交換の影響を確認するために、二結晶分光器より約23 m離れたX線検出器で1時間に渡りX線ビームの計測を行ったところ、ビームの振動に改善がみられ、交換前で縦3.46 μm 、横1.37 μm の標準偏差が、交換後に縦1.52 μm 、横0.53 μm の半分以下であった。X線小角散乱法においては、X線ビーム近傍の小さな角度に散乱される強度情報を利用するために集光ビームの位置安定性が重要であり、ユーザー実験データの質の向上に期待したい。

参考文献

- [1] SPring-8・SACLA年報: 2013年度版, p81-83
- [2] SPring-8年報: 2010年度版, p89-90

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