

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。2017A期に37課題、2017B期に40課題が採択され、概ねトラブルなく実施された。2017年度は、大面積フォトンカウンティング型X線検出器を新たに導入し、その整備を行ったので報告する^[1]。加えて、効率的な散乱計測のための集光ビームサイズの縮小化について検討が行われた。

1. 大面積フォトンカウンティング型X線検出器の導入

BL40B2では、イメージングプレートX線検出器、イメージングインテンシファイアと科学計測用のCMOSあるいはCCDカメラを組み合わせたX線検出器、ハイブリッド型フォトンカウンティングX線検出器Pilatus100 Kの3種を小角X線散乱計測用の2次元検出器としてユーザー実験に用いてきた。しかし、既存の高速な2次元X線検出器では検出面積が小さいため階層構造の動的観察は一部の領域に限られた。他方の検出面積が広いイメージングプレートではレーザー走査による強度の読み取りに数分の時間を必要とし動的な構造解析への対応が難しかった。そこで、X線の1フォトンを逐次数え上げる機能をそれぞれのピクセルごとに与え、広

い検出エリアでも短時間で読み出し可能となった大面積ピクセルアレイ検出器 (Pilatus3 S 2M, Dectris Ltd., Switzerland) を小角X線散乱計測用の2次元検出器として導入した。この導入により、高分子などの階層構造を有するソフトマテリアルの構造解析について検出エリア $253.7 \times 288.8 \text{ mm}^2$ で25 Hzまで時間発展的に計測することが可能となった。

2. X線強度モニタ用高速カウンタシステムの導入

BL40B2の入射および透過X線強度モニタシステムは0.5 Hzまで対応しているが、Pilatus3 S 2Mの導入により高速な強度モニタシステムが必要になった。そこで、ビームラインでは2台のカウンタシステム (NCT08-01B, ツジ電子) を導入し、この2台で交互読み取りを行うことにより、最大100 Hzのフレームレートで入射および透過X線強度モニタを可能とした。これまで電圧周波数変換器に最大1 MHz/10 V (SN2VF-01, ツジ電子) を用いているが、この高速モニタ時には計数値が小さくなるのが予想されるので、これに加え最大100 MHz/10Vの変換器 (V2F100, Quantum Detectors) の選択を可能にした。

3. 大面積フォトンカウンティング型X線検出器用マージ計測法の整備

導入したPilatus3 S 2Mは横3列、縦8列の合計24のモジュールで大面積のピクセルアレイ検出器を構成している (図1A参照)、モジュール間ギャップ、すなわち格子状の不感領域が存在する (図1B参照)。ビーム

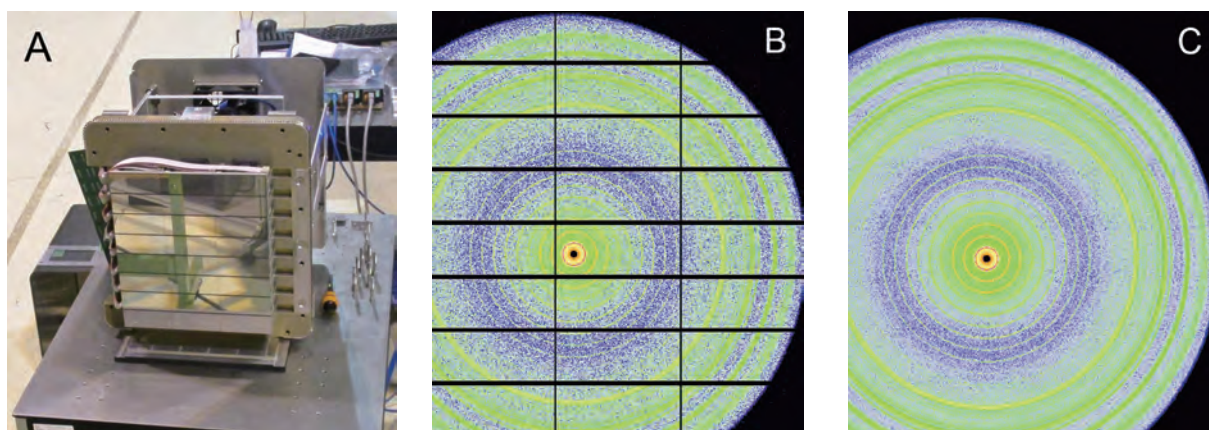


図1 (A) 24モジュールで構成されたPILATUS3 S 2M (PILATUS3 S 2Mのモジュール交換時に許可を得て撮影した)、(B) 格子状のギャップが確認できるベヘン酸銀のX線回折像、(C) 3回の計測をマージした回折像

ラインでのユーザー利用で配向性試料や、GISAXSおよびGIWAXSなどの微小角入射X線法では強度の角度分布を考察する場合にギャップの存在が問題になる。このギャップ間の強度分布を検出しマージ（図1C参照）できるようにするための整備を行った。具体的には、検出器を駆動して3回の等時間露光による撮像システムである。このシステム構築のために、Pilatus3 S 2Mだけを駆動させるZステージを新たに導入した。検出器の下にステージを収めるスペースがないために、2台のZステージを検出器の両脇に配置している。なお、この計測で必要となる時間は、露光時間に加えて検出器の移動時間4.2秒で完了した。

4. 表面力装置のための散乱計測の効率化の取り組み

BL40B2では、表面力装置によりナノメートルスケールの距離に配置した基板表面間に液体等のサンプルを閉じ込め、その閉じ込めたサンプルの構造解析が行われている^[2]。この計測時には、光路上に直径0.050 mmのピンホールを設置し、照射領域を制限することで実現してきた。このときピンホールは容易に設置できるが、強度ロスを生じるためにデータ取得にかかる露光時間が長くなる問題がある。露光時間を短縮し効率的な計測法として供するために、フラックス密度の上昇を狙い実験ハッチ内の上流（光源より51.3 m）に1 mのベンドシリンダーミラーを試験的に配置して集光ビームサイズの縮小化の検討を行った。

この検討では光学ハッチ内のミラーは用いないので光路上から退避している。したがって2結晶モノクロメーターで単色化されたX線は輸送チャンネルをそのまま通過し、実験ハッチ内に導かれる。実験ハッチ内に設置したベンドシリンダーミラーは6.4 mradの傾斜角にし、ミラーから7.4 m下流の検出器に集光した。

図2は、光源より58.7 mに設置したビームモニタで計測したX線エネルギー9 keVの集光イメージを示している。プロファイルの半値幅解析により、水平0.067 mm、垂直0.089 mmであった。ビームポジションを1時間にわたり計測したところ、水平方向の標準偏差で0.00026 mm、垂直で0.00120 mmと変動が十分小さいことが明らかになった。2017年度はこの集光光学系の試験的な取り組みにとどまったが、今後実際に表面力装置に適応していきたい。しかしながら、通常の小角散乱法が実施されている中に、実験ハッチ内にミラーチャンバーを導入し表面力装置を構築する手間と時間が必要になる。実験ハッチ内にミラーチャンバーを設置したまま小角散乱実験を実施できるようにし、表面力装置の利用時にはミラーを容易に切り替える仕組みが効率化において重要である。なお、傾斜角6.4 mradのRhコートミラーでは、

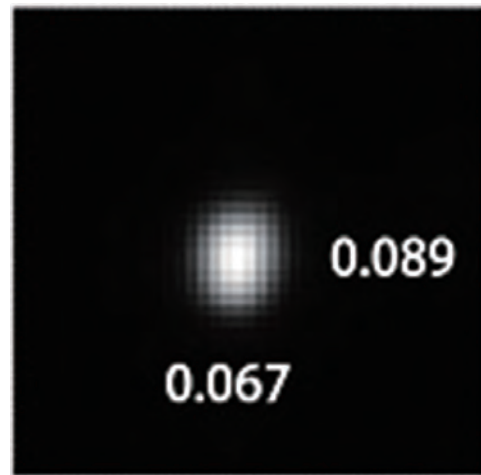


図2 集光ビームのイメージとサイズ (FWHM in mm)

利用できるX線エネルギーがおよそ10.5 keV以下に制限される。表面力装置以外に集光ビームの利用を広げるためには、エネルギー領域を広げるためのミラーの製作が必要になる。

References:

- [1]SPRING-8/SACLA 利用者情報 Vol. 23 (2018) p110-120.
- [2]Nakano S. et al, *Jpn. J. Appl. Phys.* 52 (2013) 035002, Tomita K. et al., *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 20 (2018) 13721

JASRI 利用研究促進部門
回折・散乱 I グループ

太田 昇、関口 博史