

## 理研ビームライン

### 1. はじめに

2000年度には、既に完成している構造生物学ビームライン・は順調に稼働し、また次のステップにむけてのいくつかの開発を行っている。物理科学ビームラインでは、1999年度末に1km化延伸が完成し、年度初頭の各種検査を経て、2000年6月に1kmステーションでのファーストビームを観測した。その後、長尺ビームラインの特徴をいかした利用研究が進められつつある。物理科学ビームラインは、2000年夏のシャットダウン時に27mアンジュレータを設置し、10月に実験ホール内でのファーストビームを観測した。また、2001年度前半での完成を目指して、W棟内への延伸が進められている。

以下では、それぞれのビームラインのより詳細な状況について報告する。

### 2. 構造生物学ビームライン (BL45XU)

理研構造生物学ビームライン I (BL45XU) は、結晶構造解析 (PX) と小角散乱 (SAXS) の2つの実験ステーションでの同時使用を想定した構造生物学研究用のタンデムアンジュレータを光源とする分岐ビームラインである。

PX実験ステーションでは、アンジュレータ光の特性を生かしつつ、迅速かつ簡便にタンパク質結晶からの多波長異常分散 (MAD) 法によるデータ収集を行うために Trichromatic Concept を考案し採用している。これまで順調に、Trichromatic Concept により多くの種類の異常散乱子を利用した、MAD法による構造解析を進めてきた。2000年度には Trichromatic Concept の特徴を活用した高速 MAD データ収集を行うために、実験ステーションに2つの異なるタイプの新型2次元検出器、高速大型イメージングプレート (IP) 検出器およびモザイク型 CCD 検出器の導入を進めた。

高速大型 IP 検出器は IP の最大の特徴である広ダイナミックレンジと大検出面積を損なうことなく、 $400 \times 400 \text{ mm}^2$  の検出面積を1分程度の繰り返し周期で連続読み出し可能にしたものである。IP では、X 線の記録・読み出し・消去の3ステップを繰り返すことにより、X 線イメージの連続撮影を実現している。本装置では高速読み出し実現のために、3枚の IP を使用して上記の3ステップを並行処理することにより、繰り返し速度の高速化を達成している。また IP 読み出し部では、回転式の2分岐レーザービームスキャナーを開発して、スキャナーヘッド1回転で2ラインのイメージ

を読み出し可能として、各イメージの読み出し速度50秒を達成している。2000年秋から実験ステーションに設置して、回折強度測定に使用している。また、モザイク型 CCD 検出器は4個のファイバーテーパと高解像度計測用 CCD を  $2 \times 2$  モザイク状に配置して、 $210 \times 210 \text{ mm}^2$  の検出面積を可能にした第2世代の回折実験用 CCD 検出器である。2000年冬より、早期のユーザ開放を目指してビームラインでの基礎データ収集とタンパク質結晶での評価実験を進めている。

SAXS 実験ステーションでは、生物試料に特殊な処理を必要とせずにそのまま測定ができるという利点を生かして、酵素反応や構造形成での蛋白質の姿の変化をみる研究を進めている。2000年度には、位置敏感型マイクロイオンチェンバーの導入とカメラパスの増設を行った。

SAXS 実験ハッチ内最上流に水平方向、垂直方向用に2台の位置敏感型イオンチェンバーを設置し、ビーム位置の変化を  $10 \mu\text{m}$  の精度でモニターすることにした。これによりビーム位置の変動をスリットスキャンすることなしに検知でき、実験ハッチ内2台の4象限スリットの微調が簡便に行えるようになった。また、従来小角散乱実験ステーションのカメラパスは2.2m、1.8m、0.9m、0.6mであったが0.9mカメラの設置がしにくかったので1mのカメラパス、通常型及び中広角同時測定型2個を新たに作成した。通常型を採用することにより  $0.0024^{-1} < S < 0.072^{-1}$  ( $S = 2s \sin \theta / \lambda$ ) の範囲が X 線イメージインテンシファイアー + CCD 検出器でカバーされる。中広角同時測定型カメラパスは IP (1m部) と PSPC (0.15m部) からなり、それぞれ  $0.0014^{-1} < S < 0.08^{-1}$ 、 $0.3^{-1} < S < 0.75^{-1}$  の範囲が同時に測定できる。中広角同時測定希望のユーザーは PSPC の設定が必要なので使用前に担当者との打ち合わせが必要である。

### 3. 構造生物学ビームライン (BL44B2)

理研構造生物学ビームライン (BL44B2) は生体試料を対象とした構造生物学研究を行うために建設された理研の偏向電磁石ビームラインである。本ビームラインでは広いエネルギー範囲の X 線を手軽に利用できる特長を生かして、主に蛋白質結晶の X 線回折測定実験の課題が進められている。1999年度の年次報告に記載されている通り、X 線 CCD 二次元検出器を利用した場合、1個の蛋白質結晶から1データセットを測定するのに要する時間は平均1時間程度であり、1回のビームタイムあたり数個から十数個のデー

タセット測定が可能である。測定したデータはビームラインに装備されたワークステーションにおいてその場でデータ処理することができ、解析結果をフィードバックしながら効率的なデータ収集を行うことができる。またユーザーによる波長変更、ビームアライメント、吸収端測定を簡便に行うため、LabVIEWベースのGUIソフトウェア群を装備している。これらのソフトウェアは特に多波長異常分散を利用した回折データ測定(MAD法測定)に威力を発揮している。また、0.6 までの短波長X線を利用した超高分解能X線回折実験や、白色X線を用いたラウエ法による時間分解X線回折実験なども可能であり、ユーザーに公開されている。

2000年度に行われたビームラインの改良点は以下の通りである。

### 3.1. 顕微分光装置の導入

以前より、X線による結晶試料のダメージを軽減するため100K付近での低温X線回折実験が定法となっているが、これに付随して低温条件下で結晶内反応中間体を捕捉し、反応中間体の構造解析を行う実験例が徐々に増加してきた。この場合、結晶内での反応中間体の生成をX線回折とは別の方法で確認する手段が必要になるため、実験ハッチ内でX線回折実験を行いながら、結晶の可視吸収スペクトルを同時測定するための顕微分光装置を製作、設置した。この装置は市販の落射型光学顕微鏡を改造したもので、直径100ミクロン程度の領域の透過スペクトルを測定することができる。これまでに、バクテリオロドプシンや一酸化窒素還元酵素などの結晶を用いて、低温条件下で結晶内に生成した反応中間体の可視吸収スペクトルの測定に成功しており、X線回折実験と組み合わせた構造解析研究が進行している。

### 3.2. ヘリウム吹き付け低温装置の導入

X線による結晶試料のダメージの更なる軽減、温度因子低下による回折データの質的向上を目指して、ヘリウム吹き付け低温装置の導入を行った。本装置は理学電気製であり、試料位置で35Kまでの試料冷却が可能である。

上記2つの装置はユーザー実験に公開されている。

## 4. 物理科学ビームライン (BL29XUL)

BL29XULは全長が1kmの長さを持つ長尺ビームラインである。蓄積リング棟内の光源から60mまでの部分は1998年に完成した<sup>[1, 2]</sup>。その後2000年に長尺部分の拡張が完了した<sup>[3, 4]</sup>。この長尺部分の完成によって、本ビームラインの研究目的である可干渉X線を用いたX線光学の研究が本格的に行えるようになった。

### 4.1. ビームライン

ビームラインの長尺化に備えて2000年3月に分光器の冷却方式がこれまでのピンポスト結晶を用いた直接水冷方式から、液体窒素による間接冷却方式に変更された。この液体窒素冷却装置は250Wの冷却能力を持つヘリウム冷凍機を3台用いて閉ループにて液体窒素を循環させるものである<sup>[5]</sup>。液体窒素冷却装置の導入当初は液体窒素循環による分光器の振動や熱負荷による二結晶の平行性やエネルギーのドリフトなどに大きな問題を抱えていた。これらの問題は2000年を通して行われた装置改良の結果大きく改善された。この冷却システムの性能を示すものとして、Fig.1に熱負荷を0.5から約500Wまで変化させた時の実験ハッチ1で得られるビーム強度を示す。測定の条件は挿入光源のギャップ9.6mmでフロントエンドスリットの開口を1×1mm<sup>2</sup>とし、分光器のエネルギーを16.55keVにして行った。上記の条件で蓄積電流を1~100mAまで変えて熱負荷を変化させた。蓄積電流が増加するにしたがって、それに比例してビーム強度が増えていき最大負荷まで冷却システムに破綻は見られない。

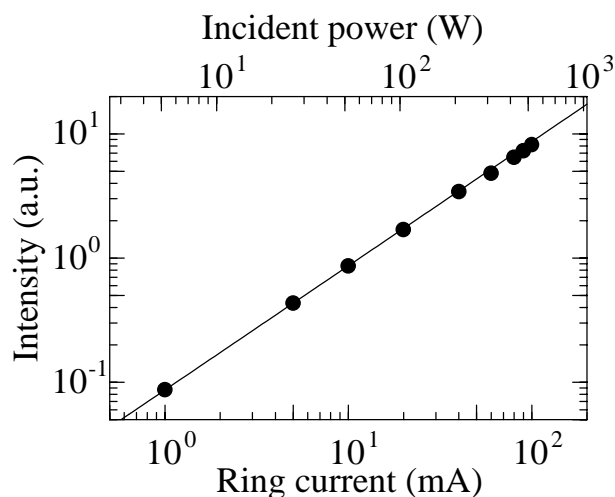


Fig.1 The heat load dependence of beam intensity from the monochromator.

ビームラインの長尺化は1999年から始められ2000年に終了した。この拡張は光源から1kmの位置に立つ長尺実験棟の建設、長尺実験棟内の実験ハッチ2の建設、及び2つの実験ハッチ間を結ぶ輸送部の建設からなる。長尺部分のコミッショニングは2000年6月に行われた。Fig.2に長尺実験棟で確認されたファーストビームの写真を示す。1kmという距離によって、挿入光源でありながら30(H)×15(V)mm<sup>2</sup>という大面積のビームが得られている。また光源からの距離が大きく取れることにより空間コヒーレンスが格段に高くなっている。例えば波長1 では空間的にコヒーレントな領域は0.1(H)×4.4(V)mm<sup>2</sup>と見積もられる<sup>[4]</sup>。