

## BL38B1

## R &amp; D (3)

## 1. はじめに

R & D ビームライン（BL38B1）は偏向電磁石 X 線ビームラインの各種 R & D を目的として2000年秋からコミッションングを始め、2001年度から共同利用も含めて本格的な運用が開始されている。このビームラインでは構造生物学分野のステーション機器の整備、共通化を行い、その利用効率に関する R & D を行ってきた。また、XAFS を始めとする多目的な用途に利用できるように設計されており、光学素子や検出器の評価、新しい実験技術の試みにも利用されている。

## 2. 光学系

## 2.1 ビームライン制御系

BL38B1では新しいビームライン制御系の更新を行ったときのテストを行っている。新しいシステムではユーザーのパソコンから光学機器の制御がより高速化されたことが確認されており、このシステムを他のビームラインにも利用している。またセキュリティを高めた新しい制御システム等の開発、テストも行っている。

## 2.2 分光器の高次面反射

BL38B1の SPring-8 標準型偏光電磁石用分光器では通常、Si(311)面の分光結晶を用い、傾斜配置により、(111)面と(511)面の反射も用いているが、(711)面、及び(911)面の反射も用いて、それぞれ、150keV 及び190keV の X 線を取り出している。これらの高エネルギー X 線は検出器の評価等に用いられている。

## 2.3 実験ハッチ内ミラーの導入

BL38B1では光学ハッチ内に Rh コートの湾曲円筒型全反射ミラーを設置し、X 線の集光及び高調波除去を行っているが、コンポーネントの配置の都合上、最大で3.7mrad までしか角度をつけることができず、Ti や V などのより低いエネルギーの吸収端を持つ元素の XAFS 測定を行うことができなかった。そのため、実験ハッチ内に330mm の長さの Rh コート全反射ミラーを設置し、より低いエネルギーを使用するときにおける高調波の除去を行えるようにした。

## 2.4 MOSTB の評価

分光器の角度を変えても、強度と位置を保つために、MOSTAB のテストを行っている。分光結晶の結晶面とエネルギーによって、ロッキングカーブの半値幅やロッキングカーブの各測定点におけるビーム位置の変動の様子が違

うので、位置敏感チャンバーを用いて最適なフィードバックのかけ方について検討している。

## 3. XAFS

## 3.1 多素子 SSD を用いた XAFS

19素子 SSD を用いた XAFS 法への応用の最適化を行っている。Canberra 社の SSD 及びスペクトロスコピーアンプの評価、ソフトウェアの改良やテストなどを行っている。19素子 SSD を用いることにより、これまでは不可能だった低濃度の試料の測定が可能になり、生体試料中の微量金属や、ゴミ消却灰中に含まれ、環境汚染へ影響を及ぼす微量重金属の測定、表面に数層しか原子層がない薄膜などの測定を行っている。

## 3.2 in-situ XAFS

in-situ XAFS 法に関する R & D を行っている。反応性ガスを流して昇温している状態での測定以外にも、ユーザー持ち込みの電気炉で1000 近い温度で多素子 SSD を用いた測定、あるいはダイヤモンドアンビルセル中で高圧をかけた状態での透過法測定など、いくつかの条件下での XAFS 測定を行っている。

## 3.3 蛋白質結晶回折用の装置を用いた XAFS 測定

金属蛋白質中の XAFS 測定に結晶回折用のゴニオメータ、吹きつけクライオスタット、コリメータなどを用いて XAFS 測定を行えるように整備している。ビームサイズが150 $\mu$ m 角程度の大きさで、溶液試料の場合、これよりも少し大きめのループ状のセルを作成して、ゴニオメータに取り付けて、ビームが当たるようにアライメントし、吹きつけクライオで冷却しながら測定している。この方法だと、試料の量が少なく済み、試料交換も容易である。

## 4. 検出器の評価・実験技術の試み

## 4.1 高エネルギー

100keV を超える高エネルギー X 線で電離箱の原理を用いた検出器、画像検出器や線量測定のための検出器、偏光測定用の検出器の開発などが進められている。BL38B1は、比較的簡単な光学系の切り換えのみで広いエネルギーが利用できるため、低エネルギーで検出器のチェックを行ってから、高エネルギーで検出器の評価を行うことができ、広エネルギー X 線の利用にも有効に利用されている。

## 5. 蛋白質結晶構造解析

## 5.1 結晶用ゴニオメーターの高度化

結晶回転軸の高精度化および駆動式位置変動機構付加を目的として、以下の仕様に変更した。

A) 横型 - Y ゴニオメータ 1 式

:  $\pm 180\text{deg}$  0.001deg/pulse

Y: +10, -40mm 0.001deg/pulse

Y: ビーム直行方向 Y 軸を -40mm の設定すると、ゴニオメータヘッド取り付け面からビームまで104mmの空間を設けることが出来る。

B) - X-Z 可動式アタッチメント 1 式

:  $\pm 180\text{deg}$  0.002deg/pulse

X-Z:  $\pm 5\text{mm}$  0.001deg/pulse

X: ビーム方向、Z: 鉛直方向

X-Z 軸を用いて、サンプルのセンタリング用とする。

新設 - X-Z ゴニオおよび - Y ゴニオ用新制御回路改造およびソフト改作は、既設 R-AIXS コントローラおよび server 上に実施した。

この導入によりファインスライスによるデータ収集が精度良く実施出来ることも確認済みである。

## 5 2 オンライン結晶センタリング機構の導入

マウントした結晶の回転中心および X 線ビーム中心への微小位置調整がこれはオンラインリモートで可能となるシステムを導入した。これはモーター駆動式微小位置変動機構が付加されたことにより実現可能となった。タッチパネル PC 上で GUI を利用した LabVIEW 構成となっており、センタリングに使用する 軸角度のみを選択し、画面上の結晶イメージを動かす操作のみとなっている。このシステムは、基本的には既に BL41XU で稼動していたオンラインセンタリングを移植したものであり、既に使用経験のあるユーザーにとっては、違和感が少なく利用出来るように整備された。

これにより、結晶センタリングに不慣れなユーザーにとっても、速やかな試料位置調整が実行されるようになり、実験開始から終了までの所要時間短縮に寄与する。

## 5 3 試料吹き付け低温装置位置調整機構の高機能化

主な仕様は、吹付ノズル部保持部、吹付ノズル部保持部の縦・横・上下の位置微調整機構および傾斜角変更機構部、窒素低温装置用クールヘッド保持部およびクールヘッド保持部高さ調整用スタンドから構成される。稼動範囲は、

X 軸 (光軸方向):  $\pm 15\text{mm}$

Y 軸 (結晶部 Z 軸方向):  $\pm 15\text{mm}$

Z 軸 (高さ方向): ストローク 100mm

傾斜角: 0 から45度 (ホール側) (R160mm)

初期導入時に用いていたスタンドでは、吹き付けノズルの角度が変動する毎に、大きくスタンド位置を変更する必

要があり、調整に時間を要していたが、この高度化により、吹き付けノズルの傾斜を 0 度から45度まで温度変動を伴わずに変更可能となったことなど、利用適応範囲の容易な拡大に寄与する。

以上の設置概略写真 (Fig 1) を添付する。



( Fig 1 )

## 5 4 ADSC・MAD 自動連続測定システムの検証

BL \_\_ WS と通信するサーバーシステムを導入し、安定稼動出来ることを検証した。これは同種の ADSC 社 CCD カメラを使用している BL40B2 と類似である。

例えば、Zn 含有蛋白質結晶を用いて MAD 用 4 波長 (peak, edge, low remote, high remote) を選択し、1 セット 1 波長 1.5 hour のデータ収集を計 6 時間連続測定した場合は、積分強度を 1 セット収集後から速やかに計算することで、自動測定終了時には peak-edge の anomalous patterson map でピーク位置が優位に確認出来ることを検証した。

ユーザー実験時での MAD 測定の効率化に寄与する。

利用研究促進部門  
分光物性 グループ・XAFS チーム  
谷田 肇

利用研究促進部門  
構造生物グループ・結晶構造解析チーム  
三浦 圭子