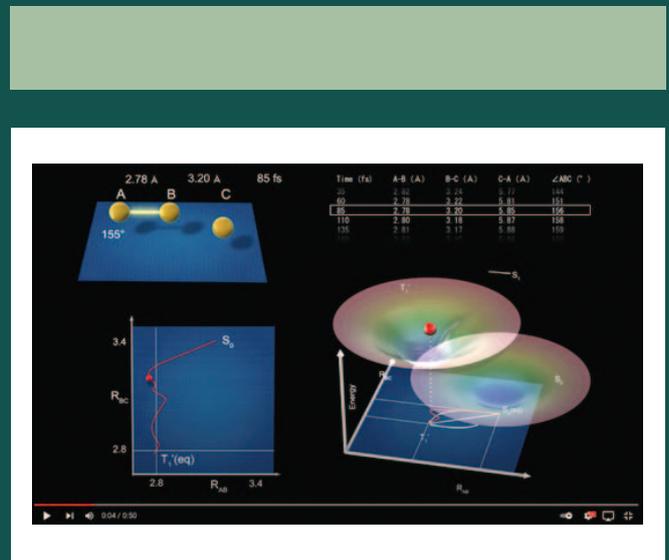
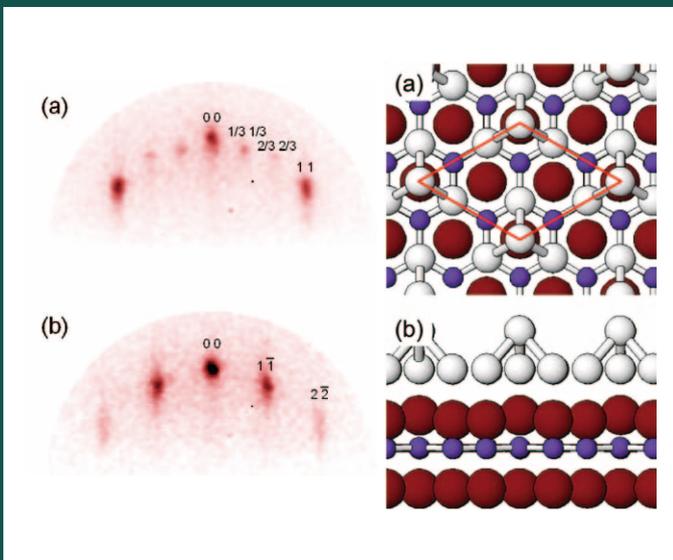
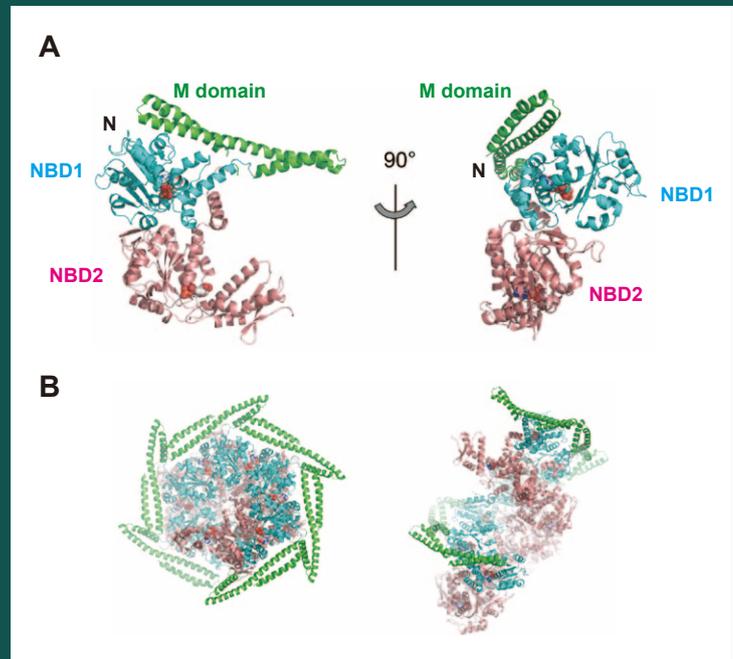
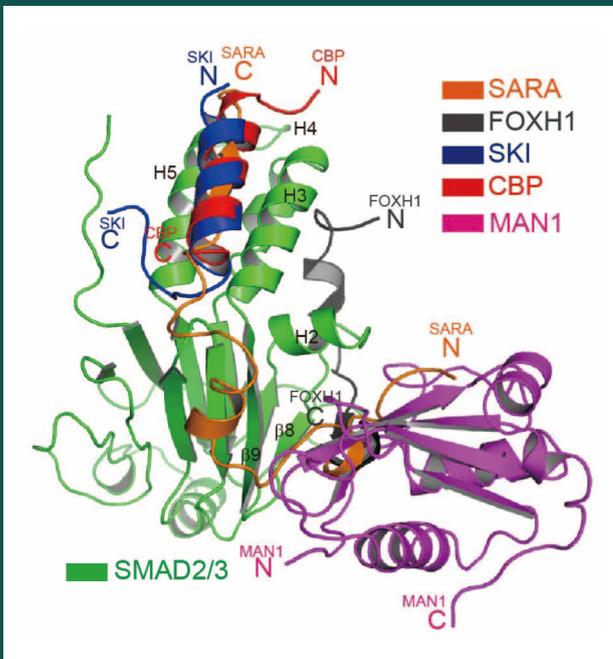


- TGF-βシグナル伝達系に見られる転写因子複合体の構造多様性とその制御
- *Chaetomium thermophilum*由来Hsp104脱凝集酵素のスプリット構造
- ZrB₂(0001)薄膜表面上の二次元Ge二重三角格子
- X線の短パルス性を用いた化学結合形成過程の直接観測



目次

施設だより	船守 展正	1
現 状		
入射器の現状	古川 和朗	2
光源の現状	小林 幸則	5
放射光実験施設の現状	船守 展正	9
放射光科学第一, 第二研究系の現状	雨宮 健太	11
最近の研究から		
TGF- β シグナル伝達系に見られる転写因子複合体の構造多様性とその制御 Structural Diversity of Transcription Factor Complexes in TGF- β Signaling and Their Regulations	宮園 健一, 田之倉 優	13
<i>Chaetomium thermophilum</i> 由来 Hsp104 脱凝集酵素のスプリット構造 Split conformation of <i>Chaetomium thermophilum</i> Hsp104 disaggregase	篠原 恭介, 野口 恵一, 養王田正文	19
ZrB ₂ (0001) 薄膜表面上の二次元 Ge 二重三角格子 Two-dimensional Ge bitriangular lattice on a ZrB ₂ (0001) thin film surface	深谷 有喜, 吉信 淳, アントワヌ・フロランス, 高村 (山田) 由起子	24
X線の短パルス性を用いた化学結合形成過程の直接観測 Direct observation of chemical bond formation process using short pulse nature of X-rays	野澤 俊介, 足立 伸一	28
プレスリリース		
放射光でついに見えた磁気オクタポール ~熱を電気に変える新たな担い手~		36
極めて安定な天然赤色色素を分解できるバクテリアを発見 ~新たな糖代謝酵素の同定~		36
昆虫のさやばね内部に十字型の影をもつ球晶構造を発見		36
岡山県産鉱物「逸見石」が示す新奇な磁性特徴的な結晶構造が量子力学的なゆらぎを生み出す		37
金属が破壊する瞬間に出現する不思議な原子配列を発見		37
新しい半導体物質「硫化ホウ素シート」の生成に成功		38
研究会等の開催・参加報告		
フォトンファクトリー同窓会主催「フォトンファクトリーの礎を築いた先生方を記念する講演会」開催報告		39
ユーザーとスタッフの広場		
Changing times in structural biology A personal view from a long-term fellow at KEK	Vincent Olieric	40
PFトピックス一覧 (8月~10月)		42
PF-UA だより		
令和3年度第1回 PF-UA 幹事会・運営委員会 議事録		43
人 事		
人事異動・新人紹介		44
お知らせ		
2021年度量子ビームサイエンスフェスタ (第13回 MLF シンポジウム / 第39回 PF シンポジウム) 開催のお知らせ	量子ビームサイエンスフェスタ実行委員会, 川崎 卓郎, 中尾 裕則	45
「2021年度タンパク質結晶構造解析初心者向け講習会」開催および参加者募集のお知らせ	加藤 龍一, 松垣 直宏	45
2022年4月入学 物質構造科学専攻 博士課程 (5年一貫制) 及び3年次編入学の最終募集のお知らせ	熊井 玲児	46
2022年度前期フォトンファクトリー研究会の募集	船守 展正	46
予定一覧		47
運転スケジュール (Dec 2021. ~ Mar. 2022)		48
掲示板		
放射光共同利用実験審査委員会速報	君島 堅一, 兵藤 一行	49
第137回 物質構造科学研究所運営会議議事次第		49
物構研コロキウム		50
編集委員会だより		
「PF ニュース」からのお知らせ		51
投稿のお願い		51
編集後記		51
巻末情報		52

〈表紙説明〉最近の研究から

- (上段左) TGF- β シグナル伝達系の主要転写因子 SMAD2/3 が形成する多様な複合体構造「TGF- β シグナル伝達系に見られる転写因子複合体の構造多様性とその制御」より
- (上段右) *Chaetomium thermophilum* 由来 Hsp104 の X線結晶構造 (上) モノマー (下) ヘキサマー「*Chaetomium thermophilum* 由来 Hsp104 脱凝集酵素のスプリット構造」より
- (下段左) 二次元 Ge 二重三角格子の (左) 陽電子回折パターンと (右) 構造モデル「ZrB₂(0001) 薄膜表面上の二次元 Ge 二重三角格子」より
- (下段右) X線分子動画像による化学結合形成過程の可視化「X線の短パルス性を用いた化学結合形成過程の直接観測」より

KEK 研究実施計画 2022 の紹介から始めたいと思います。この文書は英文でのみ作成されるため、Project Implementation Plan の頭文字をとって KEK-PIP 2022 と呼ばれます。前回と前々回の『施設だより』（2021 年 5 月号と 2020 年 11 月号）で紹介した KEK ロードマップ 2021 には、KEK が進める研究計画と研究戦略が詳述されていますが、研究実施計画はロードマップに記載された研究戦略を予算の観点から実現に向けてまとめ直すものであり、KEK として新しく予算要求するプロジェクトとその優先順位が記載されます。日本学術会議のマスタープランに採択されたプロジェクトから文科省の学術大型計画の基本構想ロードマップに記載されるプロジェクトが選定されるのと同じような構造です（注：3 年毎に更新されてきた前例からは、今年度末頃にマスタープランの募集の可能性がありますますが、不確定ですので本稿では割愛します）。

前回の KEK-PIP 2016 では、新光源施設の重要性と緊急性が特別枠を設けて詳述されていますが、新しく予算要求するプロジェクトの優先順位リストには入っていません。一方で、優先順位リストには素粒子原子核分野の 4 件が入り、その内の 2 件が予算化され、もう 1 件の概算要求が進行中です。各所で説明しているように、2030 年代前半までに新光源施設を建設することが目標ですが、そのためにも KEK-PIP 2022 において新しく予算要求するプロジェクトに選定されることが重要です。

KEK-PIP 2022 の優先順位リストの候補となる他のプロジェクトと比べた際の新光源施設の特徴としては、自然科学の極めて広範な分野に貢献することに加え、新規建設（既存施設の増強・拡張でない）、機構規模（広範な組織・部署が活躍する）、時限的（恒久的な人員増・予算増を前提せず、長期運用が可能）であることなどが挙げられます。このような選定理由となる特徴をもつ一方で、新光源施設の建設に必要な予算も最大級であるため、建設に入る前に十分な準備を行う必要があります。したがって、PIP 2022 では予算総額の 1 割程度の準備費を、次の PIP 2028 では建設費を計上する考えです。

KEK-PIP2020 の策定に向けて、公開の意見交換会が 2021 年 9 月 8 日に開催されました。意見交換会では、物質構造科学研究所の小杉信博所長より、放射光マルチビーム実験を推進するための新光源の候補として Hybrid リングが紹介され、PF の利用者の皆さんからは、新光源の先端性・汎用性への期待や大学共同利用機関が推進することの重要性の指摘、他の量子ビーム実験との関連性への質問など、活発な発言がありました。ご出席くださった皆さんに、この場を借りて御礼を申し上げたいと思います。今後、機構内の議論により、新しく予算要求するプロジェクトの候補が 8 件程度に絞られ、2022 年 3 月 7 日から 9 日までの会期で開催される KEK 国際諮問委員会において 4 件程度が選定される予定です。

前回の『施設だより』でフォトンファクトリー計画推進委員会を紹介しましたが、機構の諸手続を経て、2021 年 10 月 25 日に正式に設置されました。現在、国際諮問委員会よりも前に第 1 回の委員会を開催する方向で調整しています。新光源施設計画の推進のために、機構長の求めに応じて設置された委員会ですので、その委員会で審議・承認を受けた提案を行うことで、KEK-PIP 2022 において新しく予算要求するプロジェクトに選定されることを目指します。

過去を少し振り返ってみたいと思います。現行施設 (PF/PF-AR) には複数回の高度化が施されており、40 年前に初ビームを出した当時とは大きく性能が異なります。高度化しても名称に II や III を加えないフォトンファクトリーの先人達の流儀にならない、前述の新光源施設計画の推進を目的とする委員会の名称もフォトンファクトリー計画推進委員会としてもらいました。しかしながら、PF/PF-AR の後継施設の計画が幾度となく頓挫した歴史があることも事実です。直接的に私が知っているだけでも、ERL、KEK-X、KEK-LS の 3 計画が存在しました。ERL と KEK-LS については、それぞれ 2005 年頃と 2015 年頃に物質構造科学研究所の運営会議の下に設置された PF 将来計画検討委員会の報告書が運営会議で承認され、PF の計画に位置づけられました。私も 2 回目の PF 将来計画検討委員会には委員として参加しており、ERL から KEK-LS への計画変更に直接的に関わりました。KEK-LS については、早期実現が困難な状況に至ったことへのお詫びと内部スタッフによって技術的検討を継続することのお知らせが 2018 年 3 月（2017 年度末）に Web で出されています。ERL や KEK-LS の検討の過程で得られた技術面での知見は、現在の新光源施設の検討に活かされていますが、直接的に関わった者として、計画が実現しなかったことに大きな責任を感じています。

2019 年の「PF REBORN」を機に、放射光実験施設長に着任して、PF の使命の長期遂行を可能にする自由度を格段に向上させた新光源施設の実現に向けた取り組みを進めてきました。大学所属の利用者が PF の将来計画に興味を持ち、後に PF に異動して新光源施設の実現に向けて活動する切っ掛けとなったのが、ERL 計画と共存する形でごく短期間だけ存在した KEK-X 計画であることには運命的なものを感じます。

KEK-PIP 2022 の結果について、次回の『施設だより』（2022 年 5 月号）で報告したいと思います。皆さんに良い報告ができるように全力を尽くします。

入射器の現状

加速器第五研究系研究主幹 古川和朗
(2021年10月31日付け)

概要

夏の作業が7月7日から9月16日までの停止期間に行われ、通常の保守作業と並行して、先に報告したようにRF電子銃、パルス電磁石、マイクロ波中電力分配系、電子陽電子分離位置モニタ、劣化導波管、劣化スクリーンモニタ、などに改善作業が行われた。9月17日からRF電子銃を中心として大電力マイクロ波装置のコンディショニングを開始し、24日から入射器全系を立ち上げ、先に立ち上がるPF向けの調整を含めビーム確認は順調に進んだ。立ち上げ時期のSuperKEKBのリング内の作業のためにビーム輸送路の調整が進まなかったのは残念であった。春には手違いから状況を悪化させてしまったRF電子銃の状態について、さまざまな安定化対策が行われたが、特に第2レーザーに導入した回折光学素子が有効となっている。パルス補正電磁石7台を増設し、分散関数の残余低減や航跡場効果によるエミッタンス増大を抑制しやすくなる。また中電力用サブブースタ・クライストロンの複数の半導体増幅器への置き換えを、今年度は第2セクタで進めて、信頼性を向上させている。このような調整を踏まえ、14日からは放射光入射が滞り無く開始された。

SuperKEKB向けの電子はバンチ当たり2 nC、陽電子は3 nCを基本に、少なくとも1バンチ入射においては夏の保守期間以前より電荷量、エミッタンスとも良好な入射が期待できる。今期中には通常のウプシロン中間子T(4S)よりも高い10.75 GeVを中心としたエネルギーでの衝突も予定されており、立ち上げ期間中のエネルギー変更手順の確認も進められている。SuperKEKB加速器評価委員会などから提案されたSuperKEKB国際タスクフォースの入射器サブグループを作成し、参加者を募っているところである。このサブグループにおいては来年度から予定されている入射器の更新について議論を行うことが期待される。

2年前に入射器棟の南端に隣接する加速管組立室において火災が発生し、関係者の献身的な回復作業により、入射器本体は3週間で運転を再開し、その年の夏の保守期間において本格復旧が達成された。しかし、火災発生源となったXバンド技術開発設備Nextefについては、被害が大きく復旧作業が続けられてきた。その結果10月7日に、自動消火装置を含む安全設備の慎重な試験の後、2年半ぶりに高電圧の印加が行われ、実験の再開が可能となった。

SuperKEKB 高度化に向けた入射器の改善作業の検討

KEK電子陽電子入射器は、SuperKEKB素粒子衝突実験とPFリング及びPF-ARでの放射光科学実験の両分野を支

えるために、2019年から4リング同時トップアップ入射を開始し、トップアップ入射開始前後を比較すると237%という比率でSuperKEKB衝突実験の効率を向上させることに成功した。SuperKEKB蓄積リングの特に陽電子リングのビーム寿命が短く、2021年には10分を割るような条件で実験を続けており、この同時トップアップ入射機構は不可欠である。この入射機構を基礎として、入射器は徐々に入射性能を高めており、SuperKEKBの衝突性能の世界記録の達成にも貢献している。

蓄積衝突リングにおいては、衝突性能の向上のためにビームビーム効果が増大するとともに力学口径が小さくなり、ビーム寿命が当初の設計値よりも大幅に小さくなることがわかって来た。ビーム寿命の減少に対抗するために、蓄積ビームの力学口径を広げる努力とともに、入射ビームの大電流化の実現が急がれることになった。単純に入射バンチあたりの電荷を増大させれば、航跡場効果により入射ビームのエミッタンスが急激に悪化し、蓄積リングの入射物理口径を超えてしまうため、並行して低エミッタンス化を進める必要がある。このような蓄積リングにおける衝突性能向上の進展に合わせて、入射器の性能向上を計画しており、装置の改造・増設を含めた計画の概要について述べてみたい。

KEK複合加速器群における入射器

PFリングとPF-ARの2つの放射光実験施設への電子入射を維持しながら、SuperKEKBに向けての入射を実現するために、入射器の改造を2011年から続けてきた。低エミッタンス大電流電子ビームの実現のために、擬似進行波型軸外結合空洞、イリジウム・セリウム合金光陰極、及び大出力個体レーザーを組み合わせて用いたRF電子銃を開発し、その安定化を進めている。電子銃近傍での電流値としてはバンチあたり5 nCも実現しているが、下流でエミッタンスが悪化するため入射ビームとしては現在のところバンチあたり2 nCが最大である。大電流陽電子ビームについては、熱電子銃で発生させた大電流電子ビームをタンダステン標的に照射し、対生成により発生した陽電子をフラックスコンセントレータの約5 Tのパルス高磁場と0.5 Tのソレノイド磁場で捕獲し、大口径Sバンド加速管で減速バンチングした上でダンピングリングまで加速する。当初フラックスコンセントレータの0.2 mm間隙での放電が発生し心配されたが、材質として無酸素銅に変えて銅ニッケル合金を採用することによって問題を解決し、さらに加速管の高周波終端器の改善により電流を増強しよう

表1 入射器に要求されるビーム

Beam	Positron	Electron	
Beam energy	4.0	7.007	GeV
Normalized emittance $\gamma_{e,x,y}$	100/15	40/20	μm
Energy spread	0.16	0.07	%
Bunch charge	4	4	nC
No. of bunches/pulse	2	2	
Repetition rate		50	Hz

としている。

SuperKEKB 入射の要求仕様を表1に示す。生成された電子陽電子ビームの特性、特にエミッタンスとエネルギー拡がり、縦方向横方向の航跡場効果やコヒーレント放射光によって悪化させずに蓄積リングまで導いて入射させるためには、バンチあたりの電荷の大きさにより工夫が必要となる。既に低い電荷においても悪化現象は生じており、これまでの研究成果を適用して影響を最小限に抑える必要がある。放射光科学実験を継続しながら SuperKEKB 向けの入射ビームを改善することは容易ではないが、同時入射機構を最大限活用することによって、放射光実験への影響を与えずに運転中にビーム開発を行うことも可能となる。

低エミッタンス保持

先に述べたように、大電流のビームの低エミッタンスビームを長距離導くためには、エミッタンスを悪化させる要因を取り除いておく必要がある。ビームが加速管の中心を通過しなかった場合の航跡場による横方向エミッタンス悪化が評価されており、加速管のアライメントの誤差を短距離区間では 0.1 mm に、長区間では 0.3 mm に抑える必要がある。東日本大震災によって 1 cm 以上アライメントがずれてしまった後、精力的に測定と補正が行われ、現在では、アライメントは改善されてきた。下流区間ではエネルギー差を補正する必要からパルス電磁石の設置が進んでいるので、4リング同時トップアップ入射時のビーム軌道も比較的整っているが、特に上流部では加速管の中心から 1 mm 以上の軌道のずれがあり、パルス電磁石の増設による改善が必要と考えられる。

ビーム軌道の悪化の一つの要因としては、建物の歪みが疑われている。入射器の建物はエクспанション・ジョイントで接合された 8 つの区域から構成されているが、年間を通した測量により、ジョイント部で年間 1-2 mm の主に垂直方向の位置偏差が観測されている。

また、ビーム光学関数の誤差により、思わぬ位置で分散関数が大きくなってしまい、加速によりエミッタンスの増大を招く場合がある。特に、180度アーク部、入射器・ダンピングリング接合部、エネルギー圧縮システムなどで誤差をできるだけ抑制し、エミッタンスの悪化を防ぐ努力を続けている。

ビーム輸送路では、航跡場効果が無視できるのでエミッタンス増大が小さいと期待されていたが、現在のところ大

きく増大してしまっている。陽電子輸送路では、KEKB での入射エネルギーの 3.5 GeV から SuperKEKB の 4 GeV へ変更になったために、偏向電磁石の間隙を狭めることによって磁場の増強が行われた。この際に上下対称に修正できなかったために、発生した 6 極成分がエミッタンスを悪化させていることがわかり、ビームの観測結果を用いて、永久磁石による補正が行われている。

電子輸送路では偏向電磁石の修正は行われていないが、エミッタンスの悪化が大きい。エミッタンス測定上の障害により、ビームサイズが正しく測定できていなかったことがわかり一部は説明がついたが、未だ大きな食い違いが解明されていない。期待しない R56 の値によりビームバンチが圧縮され、コヒーレント放射光 (CSR) によるビーム不安定が引き起こされているとの指摘もあるが、暫定的な実験では確認できておらず、検討を続けている。蓄積リングの入射効率も低く、エミッタンスの悪化だけでは説明が付かないと思われ、入射点においても何か解明できていないことがあると考えられている。

さらに、1パルス内2バンチの運転においても、96 ns 離れた2バンチ目の入射効率が悪く、この解明も急がれる。1バンチ目の作る航跡場の影響が観測されており、両バンチの軌道差を抑える方策も必要となる。上流の適当な場所でマイクロ波のタイミングを調整し、エネルギー差を積極的に付けることで軌道を揃え、入射器終端での両バンチの均質化を図ってはいるが、この方策だけでは安定な運転は困難と思われる。

現在のところ衝突調整が続いており要求ビーム電流が仕様値の半分程度であるために、これらの課題は致命的にはなっておらず、衝突実験データ取得に時間を割くことが優先されているが、遠くない将来解決が必要である。

パルス電磁石

入射器内の下流部分においては、4つの蓄積リング加速器の入射エネルギーが、2.5 GeV から 7 GeV と大きく異なり、ビーム光学整合を取るためには異なるビーム収束力が必要となるため、パルス四重極電磁石の運用が重要となる。ちなみに KEKB 計画時には蓄積リングの入射条件が厳しくなかったために、入射器内では曖昧な光学条件でビーム輸送を行い、各蓄積リングへのビーム輸送路に別れてから光学整合を確立し直していた。しかし、SuperKEKB の入射光学条件の精度要求が高く、さらに航跡場の影響も避けなければならず、KEKB 時と同じ戦略を取ることはできない。

SuperKEKB 運転開始時には、バンチあたりの電荷が小さかったため、まずは下流部のビームサイズの小さい領域で、ボア径が小さい、つまりインダクタンスの小さく設計できるパルス四重極電磁石を 30 台ほど、軌道補正を行うパルス補正電磁石を 40 台ほど設置した。しかし、電流が徐々に大きくなるに従い、エネルギー差の小さい上流部においてもビーム整合やビーム軌道の精度を上げる必要があり、パルス電磁石の増設を進めている (図1)。ビーム光学整合の精度が高くないと、ビーム分散関数の設計値から



図1 入射器に設置されたパルス電磁石



図2 入射器向けに開発された架台駆動機構

差異によって、予想以上のビームエミッタンスと軌道への影響が現れることがある。上流部においてはビームサイズが大きいため、ボア径が大きくインダクタンスも大きな電磁石に対応する電源が開発された。

当面の設計目標の4 nCのビームについて、エミッタンスを悪化させないためには、100 μm 以下の精度でビーム軌道を制御する必要がある。さまざまな機器の安定性から軌道の変動が観測されており、パルス電磁石の増設によりビームの安定化が計画されている。

高速補正電磁石

パルス電磁石は20 ms間隔の入射器のビームパルス毎に異なる磁場を発生し、ビームの光学整合や軌道を制御するために用いられる。そのため、パルス幅約1 msの磁場を発生する（四重極電磁石については、電力の80%がパルス毎に回収されている）。一方、1パルス2バンチの加速運転において、2バンチ目の軌道を制御するためには、さらに高速のキッカー補正電磁石が必要となる。そこで、PF入射用に開発された技術の協力をいただき、セラミクス埋め込み電極を用いるキッカー電磁石とパルス電源の開発を始めている。96 ns間隔の2バンチを区別して補正するために、100 ns程度の立ち上がりを期待している。

架台駆動機構

先に述べたように、エクспанション・ジョイントでの年間2 mmに及ぶ装置の偏差は影響が大きいと考えられ、電磁石による軌道補正を施しても、影響が残るかもしれない。そこで、加速管と収束電磁石の架台を1 μm 精度で5軸を遠隔操作する駆動架台を内製して用意している（図2）。今後、必要性を見極めながら設置を進める予定である。

このようにKEKの電子陽電子入射器は、今後も複数装置の更新を行いながら、素粒子物理と放射光科学の両分野の実験を支えていく予定である。

光源リングの運転状況

今年度も夏期の停止期間中に、各種装置の定期的な点検保守を行ないながら、PFリングおよびPF-ARに両リングにおいて改造作業を行った。PFリングにおいては、ビーム入射路に垂直ステアリング電磁石2台を追加した。また、入射路のプロファイルモニターのカメラをアナログカメラからデジタルカメラに全数交換した。リングでは冷却水量低下の課題があった入射点に設置しているK2アブソーバーを交換した。今年度大気暴露した区間は、K2アブソーバーを含む入射点近傍の短い区間だった。PF-ARにおいては、次節で詳述するが、南実験棟に展開するテストビームライン建設に関する約3ヶ月間に渡る大がかりな作業が実施された。

図1に、PFリングにおける立ち上げ日10月14日9:00～10月24日9:00までの蓄積電流値の推移を示す。立ち上げ調整は、順調に行われた。リングの真空度を確認しながら、徐々に電流値を上げていき、初日に450 mAに到達し、真空光焼きだしとなった。2日目以降の調整も順調で、予定されていたスケジュール通り、10月19日9:00からの光軸確認後ユーザー運転が開始された。ユーザー運転は順調に進み、10月24日9:00までビームダンプは一度も発生していない。また、K2アブソーバーの冷却水量低下も起こっていない。

PFリングの立ち上げ後の真空光焼きだし状況を図2に示す。夏期停止期間中に入射点付近の短区間を大気暴露したが、光焼出しによる真空度回復は順調で、10月19日

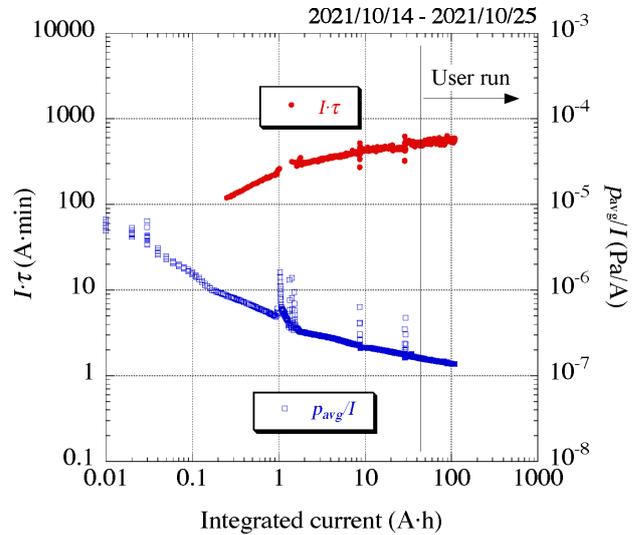


図2 PFリングにおける光焼きだし状況として、10月14日から10月25日までの積分電流値に対する電流値とビーム寿命の積 ($I \cdot \tau$) と電流値当たりのリング平均真空度 (P_{avg}/I) を示す。

のユーザー運転開始までに、規格化圧力 P_{avg}/I はおよそ 1.6×10^{-7} Pa/A に到達し、ビーム電流値と寿命の積 ($I \cdot \tau$) も 500 A·min を超えた。

PF-AR は、10月25日9:00から立ち上げ作業が開始された。

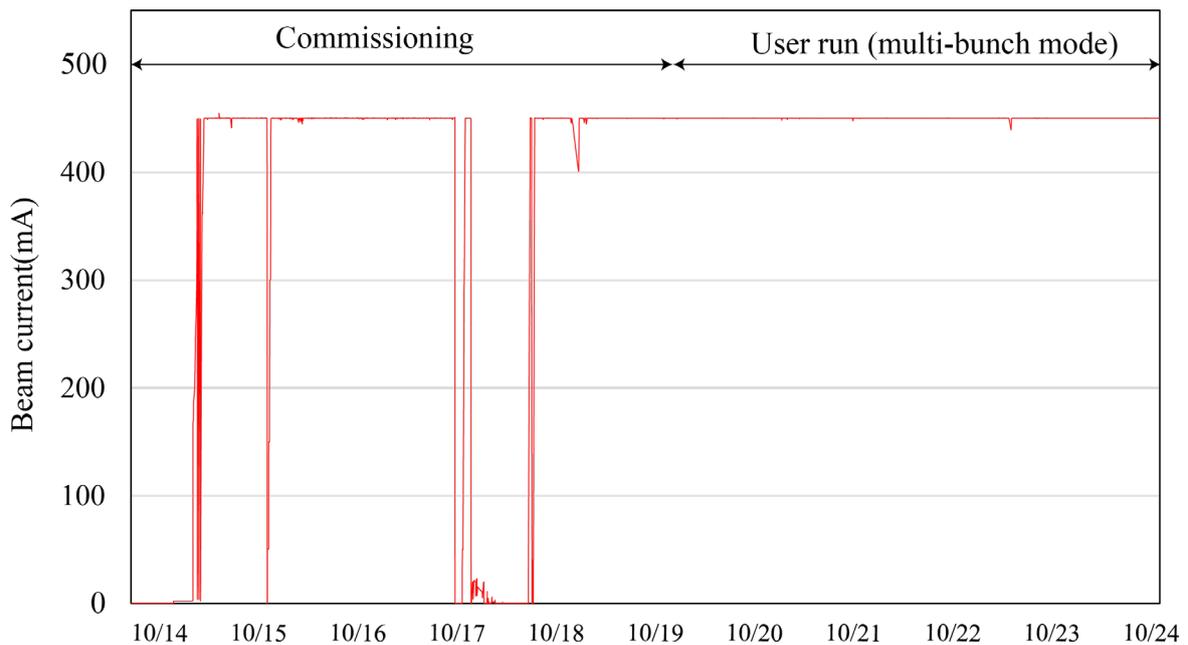


図1 PFリングの立ち上げ日10月14日9:00～10月24日9:00までの蓄積電流値の推移を示す。

PF-AR における測定器開発テストビームラインについて

(1) 概要

PF-AR では、GeV オーダーの素粒子物理実験用測定器開発のためのテストビームライン（測定器開発テストビームライン：仮称）建設計画を先端加速器推進部・測定器開発室と協同で進めている。測定器開発室を主とした計画の発足は 2014 年に遡ることになるが、2020 年度の予算化を皮切りに大きく計画が進み、2021 年度夏の停止期間中に各種装置の設置作業が実施された。2020 年度に設計検討、工事計画の立案、機器調達・製作を完了させており、2021 年度秋以降のビーム生成試験を目標に計画が進んでいる。PF-AR では放射光実験運転時間が 2016 年以前に比較し半減している。PF-AR の放射光以外の 2 次利用の計画は放射光実験との共存が図られれば、PF-AR の利用価値が高まり運転の継続性の確保につながると放射光利用側からも期待がされている。建設場所は PF-AR で唯一残っていたビームライン新設可能スペースである南実験エリアである（図 3）。

照射実験に使用する GeV オーダーの電子ビームを生成する手順は、PF-AR に蓄積している電子ビームの裾（ハロー部）とワイヤーターゲット（WT）との制動放射を使ってガンマ線を生成し、それを銅コンバーターに当て電子陽電子対生成した後、単純な測定器開発テストビームラインの光学系輸送路と偏向電磁石により単色電子ビームを得るというものである。WT に、 0.1ϕ カーボンファイバーを想定すればビーム中心から 5.4σ の位置に WT を置くと、 10^9 個 / s の電子ビームが衝突し、蓄積電子ビームエネルギー（5 GeV）を cut-off とするエネルギー広がり光子の発生が得られる。WT 位置はターゲットとの衝突で失われる電子損失が $\tau=20$ h の電子寿命時の損失と同等となるように設定される。銅コンバーターの厚みを 16 mm とすると 1 GeV/c の電子ビームへの最大変換率はおおよそ 14% となる。WT システムは PF-AR リング南直線部アーク部短直線下流の 4 極電磁石の直上流に設置され、コンバーターはさらにその下流偏向電磁石の真空ダクトを新造し設置される。

WT とコンバーターを本計画の設計の基軸とし、①測定

器開発室によるコンバーターより下流の測定器開発テストビームラインの光学系の最適化と②加速器第 6 研究系による放射光ユーザーとの共存のためのリング側課題の検討（WT とコンバーターの設計を含む）と測定器開発テストビームライン建設の 2 つに分担を切り分け、効率的に計画を進めた。建設後 WT からコンバーターまではリング付随の設備とし加速器の管理下に置かれるが、測定器開発テストビームラインから下流全体のシステムは加速器が建設を行った後、測定器開発室側へ管理を引き継いでもらうことで合意している。これは放射光ビームライン（BL）と加速器との切り分けに近い管理方法であり、測定器開発テストビームラインも AR 放射光 BL の 1 つであるような体制とする。測定器開発室側が担う、WT の材質によるガンマ線生成率、コンバーター変換率の算出、コンバーターから測定器開発テストビームライン輸送路の光学系電磁石配置の最適化に基づき、加速器側は備えるべき要素の設計と肉付けを進め、電磁石、真空、RF、モニター、安全の各グループの横断的な協力で設計の具体化に取り組んだ。

真空機器としては、冷却機構及び放射光アブソーバーも含むコンバーターを備えた新たな偏向電磁石ダクトの設計、ワイヤー駆動システムの設計、熱解析で判明したターゲット材の放射光照射による発熱に対応するためのワイヤー選定（熱伝導と取り扱いやすさの観点から）と除熱設計、WT 挿入治具の蓄積ビームによる電界集中を緩和するためのインピーダンス解析と設計が真空グループ、RF グループとの連携で進められた。真空機器についての詳細は後述する。加速器運転の観点からはビームハロー以上の電子ビームコアの損失を抑制するように Top-Up 運転時の蓄積ビーム振動スキームの確立スタディー、入射ビームの WT での損失の見積もりが早い段階から電磁石グループにより計画的に進められた。電磁石機器としては、測定器開発テストビームラインの電磁石群（偏向電磁石 1 台（水冷）、4 極電磁石 7 台（空冷）：ちなみにこれら電磁石は全て KEK-BT の再利用）、垂直補正電磁石 2 台（PF-BT の再利用）これらの設置アライメント、架台製作、ケーブル・冷却水配管付帯設備の整備、電源室の整備、四極・補正電

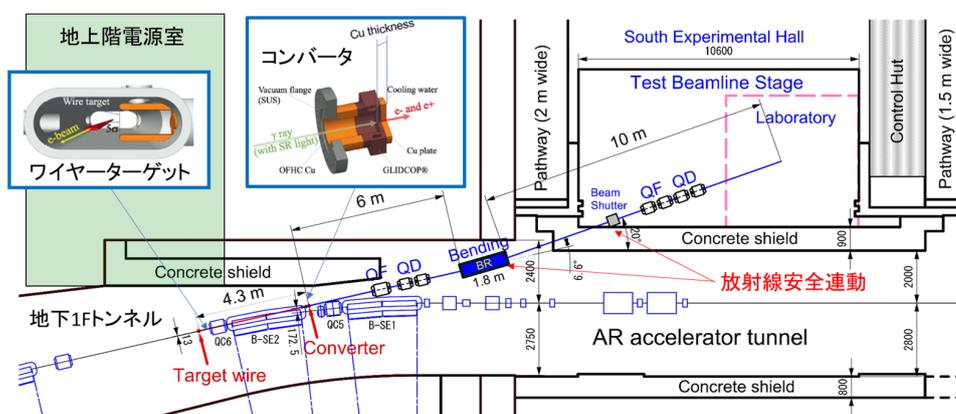


図 3 PF-AR における測定器開発テストビームライン全体像俯瞰図

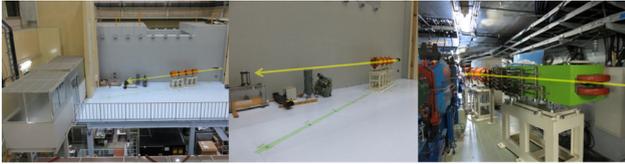


図4 測定器開発テストビームライン電磁石設置状況（粗アライメント後，8/30の状況）

磁石電源調達，リサイクル偏向電磁石電源整備，電流値精密計測用 DCCT システム，電源制御システム（プログラム整備は素核研所掌），電磁石機器保護連動インターロック及び測定器開発テストビームラインでの放射線管理上の条件破綻時の安全バンド（単色電子ビームとする偏向電磁石）の停止・加速器ビームダンプの安全連動システムの設計整備が工事に向け電磁石グループにより進められた。加速器運転に際しては，WTで生じる電子ビームロスの管理も疎かにできないため，ビームロスモニターがモニターグループにより整備された。これらの準備が整いすべてをインストールする建設工事が7月上旬より開始され，停止期間3カ月中に完了した。測定器開発室の照射実験室の設置される南棟中2階となるステージは今年3月に完了しており，電磁石電源室の整備は加速器運転期間中の6月の早くに始められ工期の短縮を図った。工事開始直後には，測定器開発テストビームラインが加速器リング外側に位置するため，測定器開発テストビームラインの電磁石搬入路確保，また WT システム挿入，偏向電磁石ダクトのコンバーター付随ダクトへの入れ替えのため，アーク部上下流では加速器既設リングの解体作業が行われた（図4）。電磁石付帯ケーブル敷設作業，WT，コンバーターシステムの配管及び制御構築，真空粗排気，測定器開発テストビームライン電磁石群の精密アライメント，総合動作試験，放射線検査すべて運転開始前まで完了した。

(2) 真空機器について

真空チェンバー内でガンマ線を発生させるワイヤーターゲット（WT）には同時に放射光も照射され，ターゲットの温度の上昇がみこまれる。また，発生したガンマ線を通すように切り欠きを設けたクロッチアブソーバーやガンマ線を電子-陽電子対に変換するコンバーターにもそれぞれ放射光が照射される。有限要素法解析ソフトウェア ANSYS（ANSYS 社製）を用いて，ガンマ線を発生させるターゲット，銅合金製アブソーバー，銅合金製コンバーターへの放射光照射と冷却機構による温度分布をシミュレーションした。

(2.1) ワイヤーターゲット（WT）

蓄積リングを周回している電子ビームの裾（ハロー部）に WT を配置し，制動放射によりガンマ線を発生させる。このとき WT には同時に放射光が照射され加熱されるため，放射光の吸収率が小さな原子量の小さい物質が有利である。一方，原子量の大きな物質ほど制動放射によるガン

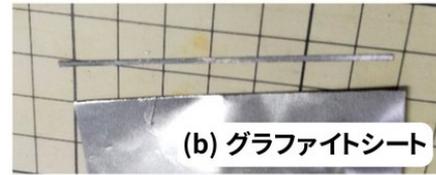
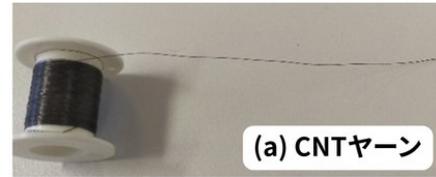


図5 ターゲットに選定した純炭素マテリアル

マ線の発生確率が増す。真空中でガス放出が小さく，化学的に安定で，物理的に適切な強度をもつことも当然要求される。以上を勘案し，ターゲット物質として炭素を選定した。炭素には黒鉛，炭素繊維，ダイヤモンドなど様々なマテリアルが存在する。また，実際に設置するにあたり，強度および屈曲性も必要であり，さらに不純物がなく炭素のみで構成されている必要がある。計画当初は一般的な炭素繊維が想定されていたが，取り回しが困難な点が多く，探索の結果，CNTヤーン（カーボンナノチューブ紡糸）及びグラファイトシートを用いることとした。CNTヤーン（村田機械製）は，基板上にサブミリ単位の長さで成長させたCNTを，分子間力で紡いで糸状にしたマテリアルである（図5(a)）。一般的な「糸」と同様に，結んだり編んだりできるほど屈曲性が高く，また機械的な強度も有する。熱伝導率も鉄と同等の値を持つ。糸状に加工されるにあたり，原材料を固定するための樹脂や芯材などの他素材が一切使用されておらず（バインダレス），炭素の純度は99%以上である。本計画では現行の紡績装置の上限に近い，太さ0.1mmのものを使用した。グラファイトシート（カネカ製「グラフィニティ」）は，グラフェン（1原子の厚さの sp^2 結合炭素原子のシート状物質）を積層して作製された，シート状のマテリアルである（図5(b)）。こちらも機械的な強度に優れると同時に，1万回以上の折り曲げテストをクリアしている。さらに，面内の熱伝導率が， $1500 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ とグラファイトの上限に近い値であり，放熱の面で有利と言える。一方，面直方向の熱伝導率は $5 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ と非常に小さく，熱伝導においても異方的な性質を示す。こちらも炭素の純度は99%以上である。今回，厚さ0.04mmのシートを1mm幅程度でカットしたものを，二つ目のターゲットマテリアルとして選定した。これらは本計画で新規に製作され，加速器リングに設置されたターゲット挿入機構に装着されており，試運転を待つばかりである。今回，これらのWTについて，銅製の取り付け治具に装着した状態で伝熱解析し，温度分布を見積もった（図6）。CNTヤーンについては，最高温度は 285°C となり，CNTの分解および昇華温度に比べて十分低い。グラファイトシートについては，シートをビーム進行方向（ \approx 放射光照射方向）と平行に配置したため，放射光が照射される

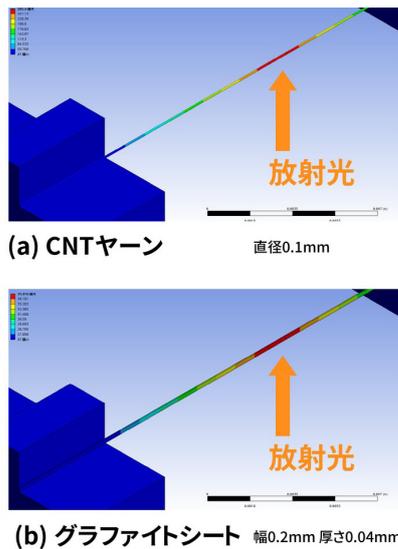


図6 カーボンターゲットの温度分布。(a) CNT ヤーン (b) グラファイトシート。

面積が小さく、また面内の高い熱伝導率を反映して温度は低いものと計算され、最高 35°C となった。非常に低い値であるが、あくまで数値計算結果であるため、実際の運転時に十分な注意が必要であることに変わりはない。

(2.2) クロッチアブソーバー

偏向電磁石内のチェンバー (B チェンバー) の内部には、強力な放射光からチェンバーやベローズ部分を守る、アルミナ分散銅製のクロッチアブソーバーが装着されている。今回、ターゲット部で発生したガンマ線を通過させるために、切り欠きが設けられたものに交換される。この切り欠き部は当然放射光も通過させる。照射される放射光の強度分布を見積もり、ANSYS 伝熱解析により計算した温度分布を図7に示す。アブソーバー内部の冷却水による熱伝達係数 (冷却能力) は、最も一般的な Dittus-Boelter の式を用いて見積もった。計算された最高温度は 319°C であり、これは交換前の切り欠きのないアブソーバーと同様、十分冷却できているものと見積もられる。

(2.3) コンバーター部

最後に、ターゲット部で発生し、クロッチアブソーバー

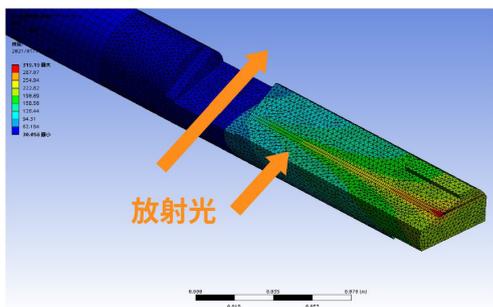


図7 クロッチアブソーバーの温度分布

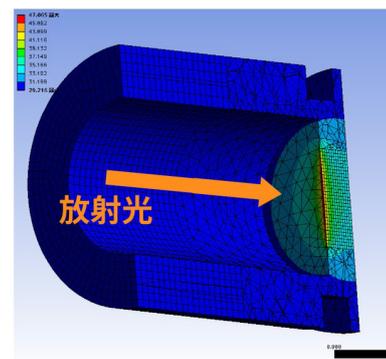


図8 コンバーターの温度分布

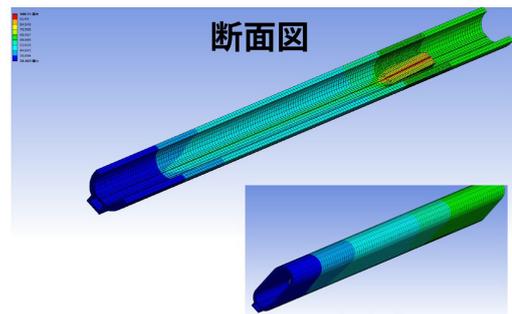


図9 典型的な Q ダクトにおける温度分布

部を通過したガンマ線を、電子 - 陽電子対に変換するコンバーター部について述べる。コンバーターにて発生し、大気中に放出された電子と陽電子は、電子輸送系にて電子または陽電子のみが測定ビームラインへと導かれる。材質はアルミナ分散銅である。クロッチアブソーバー部の切り欠きをガンマ線とともに通過した放射光により加熱されるが、その入射パワー分布に基づいた計算結果を図8に示す。外側の凹部分は冷却水路の壁面である。最高値は 47°C であり、この設計で十分な冷却が行われていると考えられる。これら今回の計画で新規に製作されたコンポーネントに加え、旧来の偏向電磁石や4極電磁石用の真空ダクトの冷却と温度分布についての解析も進めている (図9)。これらの標準ダクトは過去の設計を踏襲した形で設計・製造され、現在も問題なく運転に供されているが、系統的なシミュレーションでの温度分布の見積もりはいままでなされていなかった。現時点の計算結果では、各部が十分冷却されており、従来の設計の妥当さが示されたといえる。

加速器第6研究系内の人の動きについて

光源第2グループの山本尚人助教が、10月1日付けで准教授に昇任されました。山本さんには、引き続き PF リングおよび PF-AR の高周波加速システムの保守・維持・管理ならびに開発研究を中心に業務を担当していただくとともに、次期放射光源施設計画において中核的な役割を担っていただきたいと思っております。

前号の放射光実験施設の現状の原稿で予告した通り、本号では「3次元X線ズーム顕微鏡の開発」について紹介します。

「3次元X線ズーム顕微鏡の開発」 (プロジェクト責任者：平野馨一)

現在、基盤技術部門X線光学チームが中心となって3次元X線ズーム顕微鏡の開発が進められています。従来のX線イメージング・顕微鏡では主として固定倍率の光学系が用いられてきたため、試料内の関心領域を最適の倍率で観察するのが容易ではないという問題がありました。本プロジェクトでは光学系にズーム（可変倍率）機能を組み込むことでこの問題の解決を図ることを目指しています。

本プロジェクトは2019年9月頃から本格的に活動を開始しました。1) 大視野X線イメージング班、2) X線結像顕微鏡班、3) 画像処理・解析班、4) X線光学素子班、という四班体制で相互に連携しつつ進めています。ここでは各班の状況について報告します。

1) 大視野X線イメージング班

Photon Factoryでは高フラックスX線を用いた大視野イメージングが盛んに行われてきました。特に、1990年代以降、X線の位相情報を利用して像を得る位相コントラストイメージングが飛躍的に発展しました。さらに最近では、極小角散乱（USAXS）コントラストイメージングが普及しつつあり、X線イメージングの世界にマルチコントラスト化の潮流が生じつつあります。

X線マルチコントラストイメージングにはいくつかの方法がありますが、この班ではアナライザー結晶を用いる方

法（Analyzer-Based Imaging, 略称ABI）に着目しました。ABIには、光学系が比較的単純であること、広範な試料に適用可能であること、といった利点があり、放射光で広く利用されています。この班では、アナライザーに回転傾斜配置の非対称結晶を導入することにより、ズーム機能を実現することに挑んでいます。

BL-14Bで行ったX線ズームABIの検証実験の結果の一例を図1に示します。試料として、直径約3mmのプラスチックチューブに繊維を詰めたものを使用しました。x1とx6の二つの倍率で、試料の吸収像・位相像・USAXS像の断層像が得られました。現在、光学系のさらなる高性能・簡略化に向けた取り組みを進めています。

2) X線結像顕微鏡班

X線顕微鏡は高輝度放射光X線源の最も重要な利用法の一つです。すでに、様々な光学系や撮像手法が開発されていますが、この班ではフレネルゾーンプレート（FZP）を用いたX線結像顕微鏡にズーム機能をもたせることに取り組んでいます。

FZPを用いたX線ズーム結像顕微鏡の最も単純な光学系は、FZPを一枚だけ使うタイプの光学系です。FZPの後焦点面にナイフエッジ等のフィルターを置くことにより、試料の吸収像だけでなく、位相像や屈折像も得ることができます。しかし、倍率を変化させるためには、試料～FZP間の距離と、FZP～カメラ間の距離を調節する必要があります。また、高い倍率を得るには長いカメラ距離が必要です。これらの問題を解決するため、FZPを二枚組み合わせた二レンズ光学系の開発を進めています。この二レンズ光学系も、単レンズ光学系と同様、FZPの後焦点面にフ

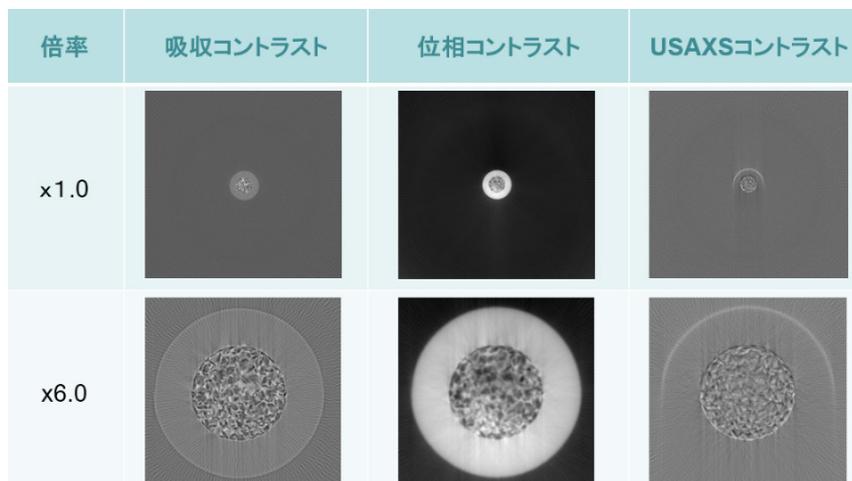


図1 X線ズームABIによるマルチコントラスト断層像。試料は直径約3mmのプラスチックチューブ。

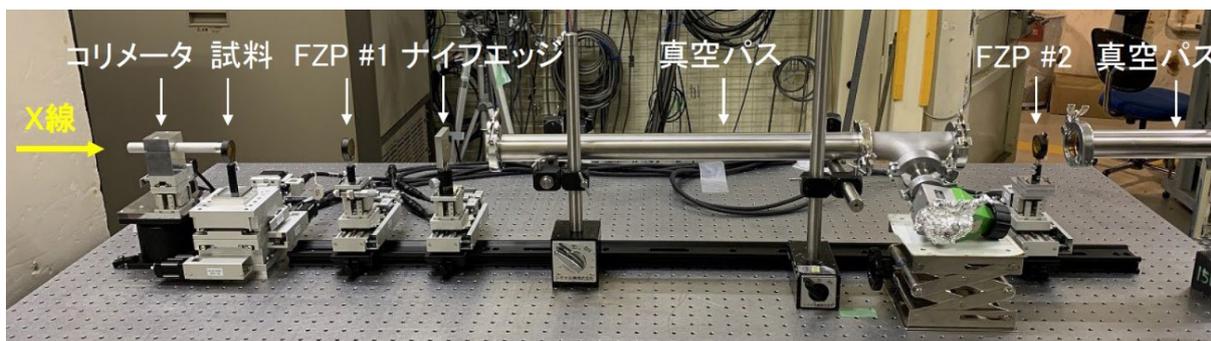


図2 AR-NE1Aに設置されたX線ズームング結像顕微鏡の写真。定盤のサイズは1200 mm×1800 mm。カメラはFZP#2の下流(写真外)に設置されている。

フィルターを置くことにより、試料の吸収像・位相像・屈折像を得ることができます。

例として、AR-NE1Aに設置した二レンズ光学系の写真を図2に示します。光学系には、ビームラインの二結晶分光器で単色化されたX線が入射します。光学系は上流から(図2の左側から)、コリメーター、試料、FZP#1、ナイフエッジ、FZP#2、カメラという順番で並んでいます。検証実験もすでに何回も行われており、10 keVで30～300倍の拡大像を得ることに成功しており、40 nmピッチのLine & Spaceパターンを解像できています。また、生体試料などの観察や、X線回折法への応用等も行われつつあります。

3) 画像処理・解析班

X線イメージングの大きな特徴の一つは、物質内部を非破壊で観察できることです。この特徴を最大限に活用する道を拓いたのが、1972年にハウズフィールドによって開発されたコンピュータ断層撮影法(computed tomography, 略称CT)です。現在、X線CTは理学・工学・医学・薬学・考古学等の非常に多岐にわたる分野で活躍しています。

X線CTは非常に強力な手法ですが、試料全体がカメラの視野に収まっていなければならない、という制約があります。そのため、X線イメージングにズーム機能を組み込む時、この制約によって可変倍率域が狭まってしまうという大きな問題に直面することになります。そこで、この問題の解決を図るために、この班では従来のCTのアルゴリズムの改良・拡張を図ることに取り組んでいます。すでに、CTの基本的なプログラムは完成しており、さらなる改良・開発(インターナルCT, ラミノグラフィ、トモシンセシス等)を進めています。

また、X線CTのプログラム開発の他にも、X線結像顕微鏡で位相像を得るための新しいアルゴリズムの開発にも取り組んでいます。

4) X線光学素子班

放射光X線イメージングでは、様々な光学素子が像形成に関わっています。そこで、この班ではX線イメージングに関わる光学素子の開発・改良・評価に取り組んでいます。

その一例として、Be窓の評価が挙げられます(PF NEWS Vol. 38 No. 1 MAY 2020 p31-32 参照)。Be窓によるスペックルはSPring-8では初期の頃から問題になっており、研磨Be窓の導入がなされてきましたが、「PFのような低コヒーレンスなX線源では問題にならない」とこれまで長く考えられてきました。しかし、BL-20Bで低エネルギー(5～6 keV)のX線を用いて結像顕微鏡の実験を行ったところ、かなり強烈なスペックルが観測され、これまでの常識が覆されることになりました。低エネルギーのX線を用いてイメージング実験を行う際は、PFでも研磨Be窓の導入を検討する必要があります。

本プロジェクトで開発した実験装置や要素技術は、順次、公開していく予定です。本プロジェクトに興味・関心がある方がおられましたら、プロジェクト責任者まで、ご連絡ください。

運転・共同利用関係

2021年度第2期ですが、PFは10月14日に、PF-ARは10月25日に、それぞれ運転を開始しました。PFのハイブリッドモードは11月26日から12月23日を予定しています。PF-ARは5 GeVで運転を開始して、11月18日から12月7日まで6.5 GeVで運転を行います。第3期ですが、PFは1月31日から3月24日まで、PF-ARは2月7日から3月7日までの運転とすることが決まりました。現在、運転モードについての調整を行っています。

PF-PACの全体会議が9月29日にWeb会議方式で開催され、建設の進む測定器開発テストビームライン(AR-SE2A)の課題審査、その他が協議されました。詳細については、本誌記事をご参照ください。

人事異動

最後に、放射光実験施設に関する人事異動を報告します。10月1日付けで、実験施設長秘書として石川裕子さんが着任しました。また、10月31日付けで、PF-UA事務局などを担当された林陽子さんが任期満了により退職されました。新しい職場は筑波大学とのことです。

はじめに

放射光科学第一研究系（表面科学研究部門，固体物理学研究部門）では，放射光を始めとする量子ビームを駆使して先端的な研究を行っています。今回はその一部として，現在実施中のPFのS型課題のうち，放射光科学第一研究系のメンバーが深く関わっているものを紹介します。もちろん，これらの他にも，G型課題や優先施設利用などのPF利用課題や理論計算を含めて様々な研究を行っていますので，今後，順次紹介していく予定です。

2019S2-003: 軟X線深さ分解 XAFS/XMCD 法によるスピントロニクス材料研究の夜明け

表面科学研究部門の雨宮が実験責任者です。軟X線領域の深さ分解 XAFS/XMCD 法は，雨宮や群馬大学の鈴木真粧子さん（物構研客員准教授）がPFにおいて世界に先駆けて開発してきた手法で，磁性薄膜の化学状態，磁気状態の深さ方向の分布を，ナノメートルを切る深さ分解能で元素選択的に観察できる，世界的に見てもユニークなものです。これまで，この手法を様々な磁性薄膜に応用し，磁気的性質の鍵を握る界面の観察への有効性を示すとともに，手法の高度化，測定・解析の効率化を進めてきました。このS2型課題は，磁性薄膜を用いたスピントロニクス材料の開発において革新的な成果をあげている研究者を結集し，深さ分解 XAFS/XMCD の応用を飛躍的に進めることによって，世界を先導する研究成果をPFから創出することを目的としています。スピントロニクス材料の機能発現においては，磁性薄膜の界面の状態が決定的な役割を果たしており，まさに深さ分解 XAFS/XMCD が威力を発揮する分野と言えます。さらに，最近開発に成功した磁場・電場中での深さ分解 XAFS/XMCD 法を駆使したオペランド測定を用いて，磁性薄膜の界面をより動作中に近い状態で観察することによって，次世代スピントロニクス材料の開発につなげることを目指しています。

2020S2-001: 有機エレクトロニクス材料開発のための構造物性

固体物理学研究部門の熊井玲児さんが実験責任者です。有機分子集合体の物性は，分子そのものもつ性質に加えて，分子間の相互作用によって大きく変化します。有機分子集合体は，それらが示す多彩な物性から，学術的な観点のみならず，近年では応用面でも注目されています。一方で，その集合様式の予測が容易ではないため，新規材料の探索における分子設計には大きな困難が伴います。このS2型課題では，新規材料探索のために，データ科学，計算科学と実験科学を融合させ，理論的に得られた構造・機能予測をもとに合成された材料の構造決定を行い，試料作

製および新たな分子設計へフィードバックします。また，得られた構造的知見を迅速にデータ科学・計算科学へフィードバックする体制を構築することを目指しています。このサイクルを効率よくすすめることで，新規有機エレクトロニクス材料の探索が加速することが期待されます。

2021S2-004: トポロジカル磁性体における位相欠陥と拡張多極子の動的構造可視化

物質・材料研究機構の山崎裕一さん（物構研客員准教授）が実験責任者で，固体物理学研究部門の中尾裕則さんと協力して実施しています。物質中の磁性と電気特性の結合は多彩な創発物性を生み出し，デバイス材料への応用が期待される機能の宝庫です。トポロジカル磁性体では実空間や運動量空間においてトポロジカル数で定義されるスピントクチャーが多彩な電磁応答を生み出すことが知られています。このS2型課題では，トポロジカル磁性体における創発物性を微視的な観点から解明することを目指しています。特に，高輝度な放射光軟X線のコヒーレント特性，可変偏光特性，エネルギー可変性といった特性を最大限活用し，トポロジカル磁性体に内在する位相（トポロジカル）欠陥や拡張多極子の動的構造可視化を通じて創発物性との相関に迫ります。具体的には，磁気スキルミオン運動の電流，光，熱流による制御・応答のオペランド計測，異常ホール効果（トポロジカルホール効果）における異方的磁気双極子項の役割，磁気スキルミオン格子の位相欠陥から発生する光渦検波と非平衡状態ダイナミクスの解明，磁性トポロジカル絶縁体やワイル磁性体のエッジやドメイン壁の電子状態観測などを行います。X線が光として有している特性を極限まで活用し，放射光でしか明らかにできない創発物性の未踏測定領域や新しい物性の解明を目指す課題です。

2021PF-S003: 軟X線領域のコヒーレンスを利用したイメージング手法の技術開発

最後に，PF-PACの課題ではありませんが，今年度新設されたPF-S課題（PFスタッフが申請でき，PFとしての重点研究の推進を目的とするもの）の一つとして採択された課題を紹介します。実験責任者は中尾さんです。軟X線領域のコヒーレンスを利用したイメージング手法は，まだまだ未開拓で，様々な可能性を秘めている測定手法です。このPF-S課題では，これまでにPFにおいて実証してきたコヒーレント軟X線回折イメージング，マルチスケール軟X線回折顕微鏡，軟X線ホログラフィといった手法に加え，結像型軟X線顕微鏡・トポロジカルナンバーイメージングなど，まだ試していない測定手法も含めた先端的な手法開発を推進し，PFらしい，「測定してみても初めて明らか

になるような発見」を目指しています。様々な測定手法を利用してより、観測対象にマッチした測定手法を明らかにすることができ、その後の利用展開に向けた重要な指針を得ることが可能になります。

TGF- β シグナル伝達系に見られる転写因子複合体の構造多様性とその制御

宮園健一, 田之倉優

東京大学大学院農学生命科学研究科

Structural Diversity of Transcription Factor Complexes in TGF- β Signaling and Their Regulations

Ken-ichi MIYAZONO, Masaru TANOKURA

Department of Applied Biological Chemistry, Graduate School of Agricultural and Life Sciences, The University of Tokyo

Abstract

TGF- β は、細胞の様々な機能を制御する多機能性のサイトカインで、その機能不全はがんや線維症といった疾病の原因となる。TGF- β のシグナルを受けた細胞では、転写因子 SMAD2/3 の活性化とともに多様な遺伝子発現の活性化・抑制が起きる。SMAD2/3 の機能は多数の別のタンパク質（補因子）によって制御されている。本研究では、SMAD2/3 を中心とする多様な転写因子複合体がどのような基盤に基づいて構築されるかを解明し、その制御を通じて TGF- β シグナルの調節が可能であることを提唱した。

1. はじめに

トランスフォーミンググロースファクター- β (TGF- β) は、細胞の増殖・分化、細胞死、免疫、血管新生、細胞外マトリックス産生等の制御を担う多機能性のサイトカインであり、そのシグナル伝達系は脊椎動物において極めて高く保存されている [1, 2]。TGF- β のシグナルは生体の形成や維持に欠かせないものであり、その機能不全は、がんや線維症といった重篤な疾病や、マルファン症候群に代表される様々な遺伝性疾患の原因となることが知られている [3-5]。そのため、TGF- β シグナル伝達系の理解は、これらの疾病の発症メカニズムを理解するために欠かせない。

TGF- β の刺激は、二種類のセリンスレオニンキナーゼ型受容体 (T β RI, T β RII) によって細胞内に伝達される。TGF- β の刺激によって活性化された受容体複合体は、receptor regulated-SMAD (R-SMAD) と呼ばれる転写因子 SMAD2 および SMAD3 (以降 SMAD2/3 と省略) をリン酸化する。リン酸化された SMAD2/3 は、common mediator SMAD (Co-SMAD) と呼ばれる SMAD4 と 2 対 1 のヘテロ三量体 (R-SMAD 2 分子と Co-SMAD 1 分子) を形成した後、核内へ移行し様々な遺伝子発現の制御を行う (SMAD 経路, Fig. 1(a)) [6]。TGF- β の刺激は、SMAD 経路の他に SMAD を介さない経路 (non-SMAD 経路) によっても伝達されるが [7]、本稿では SMAD 経路に関して議論する。

SMAD2/3 は、細胞内 TGF- β シグナル伝達系のハブとして作用する転写因子である。SMAD2/3 は、N 末端側に配列特異的な DNA 結合能を持つ Mad homology 1 (MH1) ドメインを、C 末端側に SMAD4 をはじめとする多様な他タンパク質との相互作用に使われる MH2 ドメインを持

つマルチドメインタンパク質で、これら 2 つのドメインは天然変性領域と予想されるリンカーによってつながっている (Fig. 1(b))。SMAD2 と SMAD3 のアミノ酸配列の相同性は極めて高く、その MH2 ドメインでは 97% のアミノ酸配列の同一性がある。一方 MH1 ドメインの機能は SMAD2 と SMAD3 で若干異なり、SMAD2 の配列特異的な DNA 結合能は SMAD3 のそれと比較して低い。TGF- β シグナルを受けた細胞内では、SMAD2/3 のリン酸化依存的に SMAD2/3-SMAD4 のヘテロ三量体 (SMAD2-SMAD2-SMAD4, SMAD2-SMAD3-SMAD4, SMAD3-SMAD3-SMAD4) が MH2 ドメインを介して形成され (Fig. 1(cd))、シグナルに応じた転写の制御が行われる。

多くのタンパク質は他のタンパク質と相互作用することによって機能を発揮することが知られており、タンパク質分子間相互作用の解明は生命現象の理解のために欠かせない。本研究で着目する転写因子 SMAD2/3 も、多様なタンパク質分子間相互作用を形成する。SMAD2/3 の機能は別のタンパク質 (SMAD2/3 補因子) との相互作用によって厳密に制御されているが、SMAD2/3 は「配列の相同性を持たない多数のタンパク質と特異的に相互作用できる」という風変わった特徴を有する。SMAD2/3 は 450 アミノ酸程度からなるそれほど大きくないタンパク質であるが、タンパク質分子間相互作用のデータベース BioGRID4.2 [8] によると、SMAD2 および SMAD3 は、それぞれ 322 種および 379 種のタンパク質と相互作用することが報告されている。しかしながら、その中には共通する SMAD2/3 結合性のモチーフはほとんど保存されておらず、なぜ SMAD2/3 が多様な補因子と特異的に相互作用できるのか

は不明であった。SMAD2/3 補因子の多様性は、TGF- β シグナルの多機能性と強く関係している。SMAD2/3 を中心とした転写因子複合体の構造多様性の基盤解明は、TGF- β シグナルの伝達機構の理解にとどまらず、TGF- β シグナル関連疾患の発症メカニズムの解明や新規治療法の開発に欠かせない知見となる。

SMAD2/3 補因子の多くは、MH2 ドメインに対して結合することが知られている。そこで本研究では SMAD2/3 の MH2 ドメインに着目し、MH2 ドメインを介して形成される多様な SMAD2/3- 補因子複合体の結晶構造解析を行った。その結果、多様な転写因子複合体の形成を可能とする、SMAD2/3 に特有な分子間相互作用形成機構「SMAD cofactor code」の存在が明らかになった [9]。SMAD2/3 と補因子間の特定の相互作用を阻害することによって、TGF- β シグナルを制御することが可能であり、がんをはじめとする TGF- β 関連疾患の新規治療法開発への応用が期待される。

2. SMAD2/3- 補因子複合体の結晶構造

2-1. SMAD2/3 の MH2 ドメインの構造

SMAD2/3 の MH2 ドメインは 200 残基程度からなる領域で、three-helix bundle region, β -sandwich region, loop-helix region に細分される (Fig. 1(c)). Three-helix bundle region と β -sandwich region の間にはヒンジが存在しており、TGF- β のシグナルによって誘導される SMAD4 とのヘテロ三量体形成の際にわずかに屈曲する。TGF- β のシグナルによる SMAD2/3 のリン酸化は、SMAD2/3 の C 末端に存在する Ser-X-Ser モチーフで起こり、活性化した受容体によって 2 つのセリン残基がリン酸化を受ける。リン酸化された Ser-X-Ser モチーフは、ヘテロ三量体中の別の分子との相互作用に利用される (Fig. 1(d)). SMAD2/3 に結合する各補因子は、非リン酸化状態 (単量体状態) もしくはリン酸化状態 (三量体状態) に対し結合する。「くの

字」型に屈曲した SMAD2/3 MH2 ドメインの凹面の領域は他の SMAD との三量体化に使われるのに対し、凸面の領域は補因子との結合に利用される。これまでに、MH2 ドメインにおける SMAD2/3- 補因子複合体の構造として、SMAD2/3-SARA 複合体 [10, 11], SMAD3-FOXH1 複合体 [9], SMAD2-SKI 複合体 [9], SMAD2-CBP 複合体 [12], SMAD2-MAN1 複合体 [13] の構造が明らかにされている (SMAD2/3-SARA 複合体以外の構造は、我々のグループの研究成果である)。以下に、各 SMAD2/3- 補因子複合体構造の特徴に関して簡単に紹介する。

2-2. SARA 複合体

SARA は膜にアンカリングするタンパク質で、TGF- β のシグナルによって活性化された受容体に SMAD2/3 を提示することによって、SMAD2/3 のリン酸化を促進する働きを持つ。SARA は、SMAD binding domain (SBD) と呼ばれる 57 残基の領域を用い SMAD2/3 に対して結合する [10, 11]。SARA の SBD は、それ自身では特定の三次構造をとらず、引き伸ばされた構造で SMAD2/3 に対して結合する (Fig. 2(a)). SARA の SBD は N 末端側から、プロリン残基に富んだコイル構造、両親媒性の α ヘリックス、SMAD2/3 MH2 ドメインの N 末端領域と逆平行 β シートを形成する β ストランドを形成しており、それぞれ、SMAD2/3 の H2 ヘリックス近傍、 β -sandwich region の表面、three-helix bundle region の H3-H5 面に対して結合する。SARA は SMAD2/3 のリン酸化を促進するタンパク質であり、リン酸化されていない単量体状態の SMAD2/3 に対し結合する。

2-3. FOXH1 複合体

FOXH1 は、フォークヘッド型の DNA 結合ドメインを持つ転写因子で、幹細胞の分化を制御する。哺乳動物において、SMAD2-FOXH1 複合体は、*goosecoid* プロモータ

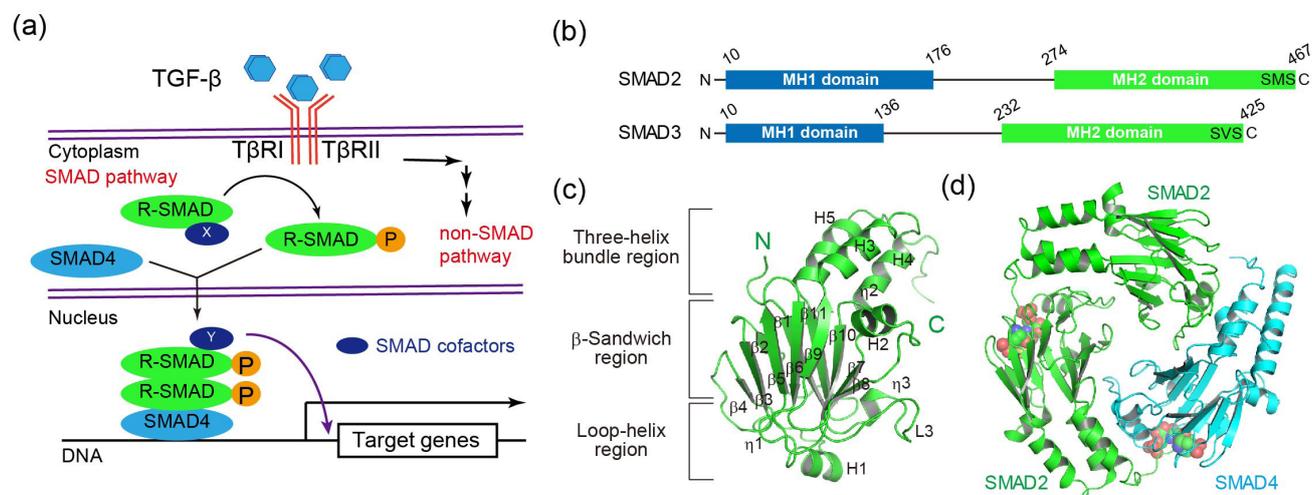


Figure 1 TGF- β signaling in cell. (a) Schematic diagram of TGF- β signaling in cell. (b) Domain structures of human SMAD2 and SMAD3. (c) MH2 domain structure of SMAD2. (d) Heterotrimeric structure of SMAD2-SMAD4 complex. The complex consists of two SMAD2 MH2 domains (green) and one SMAD4 MH2 domain (cyan). Phosphorylated Ser-X-Ser motifs are shown by sphere models.

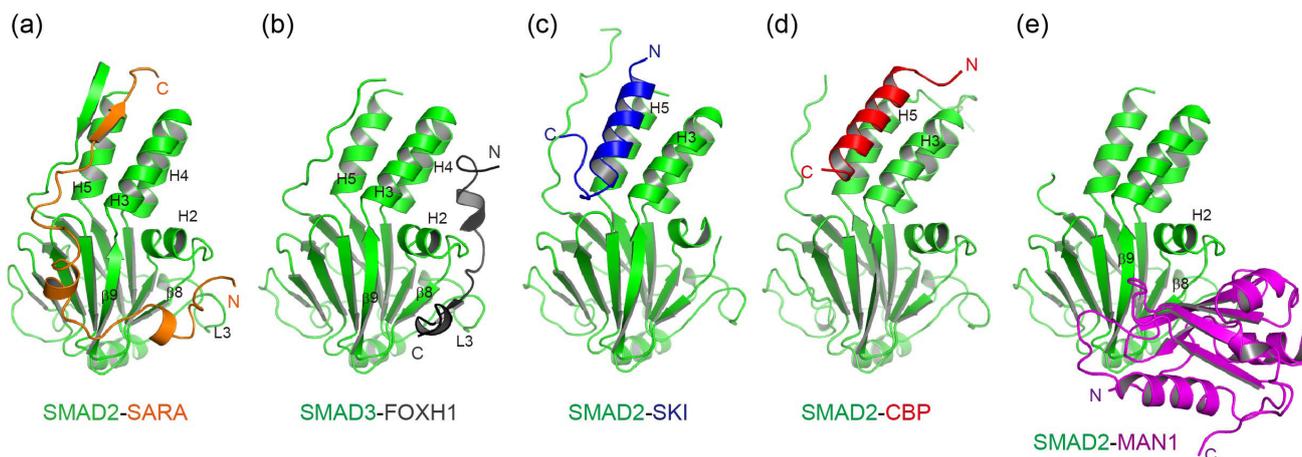


Figure 2 Crystal structures of the SMAD2/3-cofactor complexes: (a) the SMAD2-SARA (orange) complex, (b) the SMAD3-FOXH1 (gray) complex, (c) the SMAD2-SKI (blue) complex, (d) the SMAD2-CBP (red) complex, and (e) the SMAD2-MAN1 (magenta) complex.

一に結合し、原条（胚発生の初期の胞胚に形成される線状の構造）の形成に参与する [14]。また、iPS 細胞を作る際に、FOXH1 はヒト線維芽細胞の初期化を促進することが知られている [15]。FOXH1 は、SMAD interaction motif (SIM) と呼ばれる 21 残基の領域で SMAD2/3 に結合する [9]。SMAD3-FOXH1 複合体において、FOXH1 は SARA と同様引き伸ばされた構造をとり SMAD3 に対して結合する (Fig. 2(b))。FOXH1 の SIM は、N 末端側から両親媒性のヘリックス、 β ストランド、疎水性のヘリックスを形成し、SMAD3 の three-helix bundle region における H3-H4 面、H2 ヘリックスと L3 ループの間の溝、 β -sandwich region の側面に対して結合する。FOXH1 は核内で作用するタンパク質であり、シグナル依存的に形成された三量体状態の SMAD2/3 に対して結合する。

2-4. SKI 複合体

SKI は転写抑制因子の一種で、TGF- β シグナル伝達系を負に制御する。TGF- β は細胞増殖抑制作用を持つため、SKI の過剰発現によって TGF- β シグナル伝達系が阻害されるとがんの成長が促進される。実際多くのがんにおいて SKI の過剰発現が観察されており、その抑制により腫瘍の増殖が抑えられることが知られている [16]。SKI は、N 末端側に存在する 25 残基の領域で SMAD2/3 に対して結合するが、その領域に変異が生じると TGF- β シグナルの増強を通じてシュプリンツェン・ゴールドバーグ症候群が発症する [17]。SKI の SMAD2/3 結合領域は両親媒性の α ヘリックスを形成し、SMAD2 の three-helix bundle region における H3-H5 面、及び three-helix bundle region と β -sandwich region の間にできた疎水性の溝に対して結合する (Fig. 2(c)) [9]。SMAD2 との相互作用には、フェニルアラニンやロイシンなどのかさ高い疎水性アミノ酸が利用される。SKI は核内で作用するタンパク質であり、シグナル依存的に形成された三量体状態の SMAD2/3 に対して結合する。

2-5. CBP 複合体

CBP は転写活性化因子の一種で、TGF- β のシグナルに応答して三量体化した SMAD2/3 に結合し、シグナル依存的な転写の活性化を促す。CBP は、C 末端側に SMAD2/3 結合領域を持ち SMAD2/3 に対して結合する。CBP と前述の SKI の間にアミノ酸配列の相同性は全くないが、CBP と SKI は競合して SMAD2/3 に対して結合する。SMAD2-CBP 複合体において、CBP は SKI と同様に両親媒性の α ヘリックスを形成し、SMAD2 の three-helix bundle region における H3-H5 面に結合する (Fig. 2(d)) [12]。しかし SKI とは異なり、CBP はアラニンやバリンなどのかさの低い疎水性アミノ酸を利用し、SMAD2 と密な分子間相互作用を形成する。

2-6. MAN1 複合体

MAN1 は、核膜にアンカリングされているタンパク質で、脱リン酸化酵素 PPM1A による SMAD2/3 の脱リン酸化を促すことにより、TGF- β シグナルを負に制御する。MAN1 に機能喪失性突然変異が起こると、骨斑紋症やブッシュケオレンドルフ症候群などの遺伝性疾患が発症する [18]。これまでに紹介してきた SARA, FOXH1, SKI, CBP とは異なり、MAN1 は特定の三次構造を有したドメインを用い SMAD2 に対して結合する (Fig. 2(e))。MAN1 の C 末端側に存在する U2AF homology motif (UHM) ドメインはその直前に存在する U2AF ligand motif (ULM) と相互作用し、それによって形成される MAN1 の分子表面が SMAD2 の H2 ヘリックスの近傍に結合する [13]。

3. SMAD2/3 の MH2 ドメインによる補因子の認識メカニズム

これまで述べてきたように、SMAD2/3 とその補因子の結合様式は実に多様であり、どの補因子も異なる構造基盤を用いて SMAD2/3 に対して結合する (Fig. 3(a))。一般的に、一対多のタンパク質分子間相互作用を行うタンパク質

では、その結合に共通した結合モチーフが利用されるが、SMAD2/3のMH2ドメインに結合する補因子の中には、そのような共通するモチーフがほとんど保存されていない。わずか200残基程度のSMAD2/3 MH2ドメインでみられるこのような多岐にわたる分子間相互作用は、非常に独自性の高いSMAD2/3に特徴的なものであるといえる。

SMAD2/3-補因子複合体の構造を精査すると、SMAD2/3のMH2ドメイン上には、補因子が結合する可能性のある疎水性の小領域(patch)が6か所(patch A1, A2, A3, B1, B2, B3)存在することが見て取れる(Fig. 3(b))。各補因子は、これらの疎水性小領域の1つないし複数を選択し、それらをつなぎ合わせることによって、SMAD2/3に対し結合している(Fig. 3(c))。このような、SMAD2/3に特徴的にみられるタンパク質分子間相互作用様式を、遺伝子暗号(genetic code)に倣って、「SMAD cofactor code」と呼称している[9]。遺伝暗号では、4つの塩基の中から3つの塩基を選択することにより、多様なアミノ酸への翻訳が可

能となっているが、SMAD cofactor codeでは、6か所の疎水性小領域から、1つないし複数を選択することにより、SMAD2/3と補因子の間の特異的な相互作用が可能となっている。空間的な配置の制約があるものの、各疎水性小領域の組み合わせは多様であり、このような特徴的なタンパク質分子間相互作用形成機構が、SMAD2/3の補因子多様性、ひいてはTGF- β シグナルの多機能性に関与しているものと考えられる。

ここで重要なことは、同一の疎水性小領域に結合する補因子の構造は、必ずしも同一である必要はないということである(Fig. 3(a))。例えば、patch A1に対してはCBPやSKI, SARAが結合するが、その相互作用に係わる構造基盤はそれぞれ全く異なる。多彩な結合様式は他の疎水性小領域でも観察されており、patch B3では、Pro-Pro-Asn-Lys配列からなる β ストランドの認識だけでなく、MAN1でみられるようなループ状の構造の認識も可能である。一般的な分子間相互作用では一定の構造基盤を利用して分子同

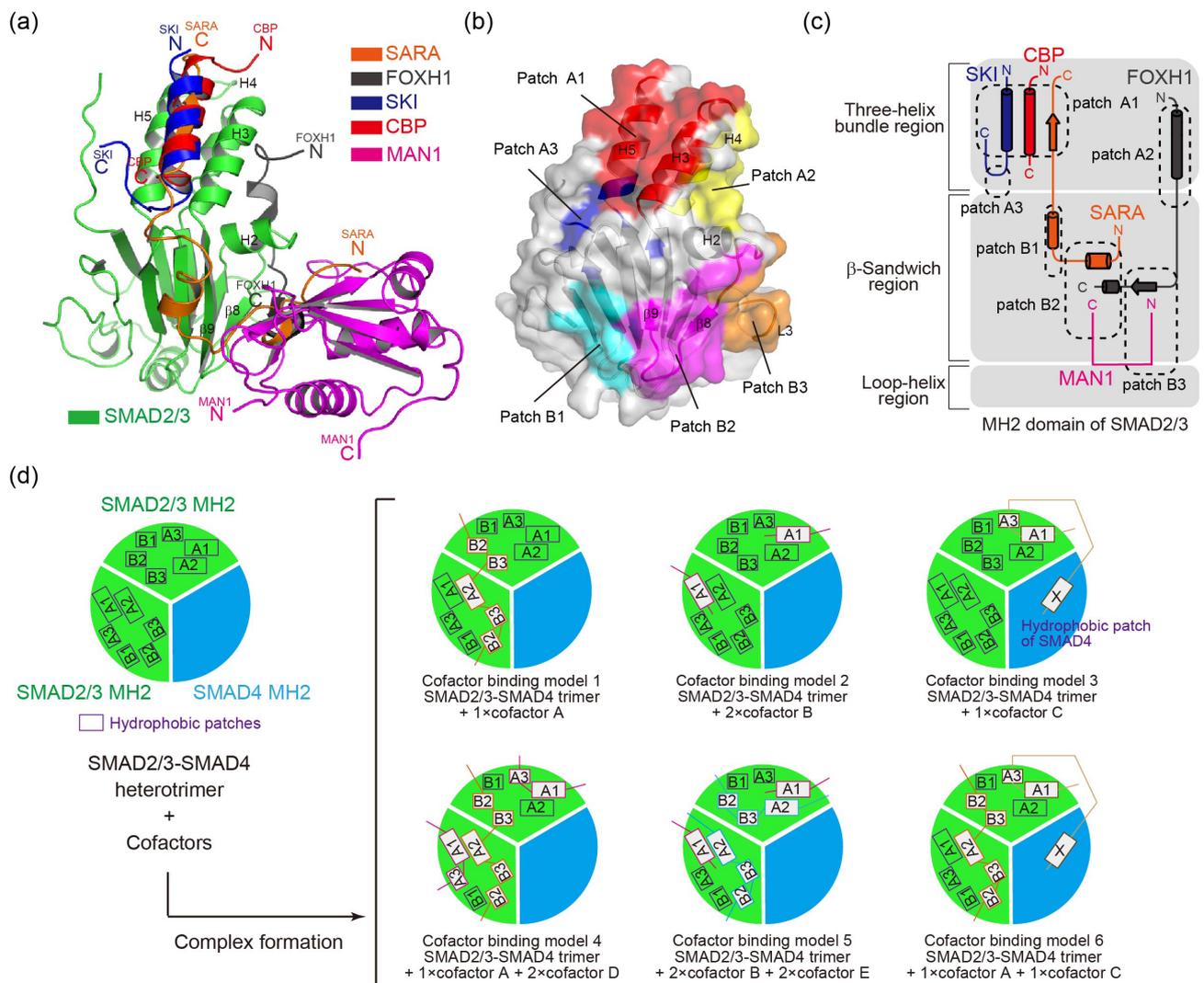


Figure 3 Cofactor binding mechanism of SMAD2/3. (a) Superposition of the SMAD2/3-cofactor complexes. The cofactors are shown in different colors as indicated. (b) Hydrophobic patches of the SMAD2/3 MH2 domain. (c) Schematic diagram of the interaction between the SMAD2/3 MH2 domain and cofactors. Secondary structures of the cofactors are shown by cylinders (helices) and arrows (β strands). (d) Proposed cofactor-binding mechanism of the SMAD2/3-SMAD4 heterotrimer complexes.

士が結合するが、SMAD2/3 MH2 ドメインの分子表面上では、構造のバリエーションに富んだ分子間相互作用がそれぞれの疎水性小領域で形成される。各疎水性小領域単独での相互作用はそれほど強固ではないが、SMAD2/3 補因子は各疎水性小領域で形成される弱い相互作用をつなぎ合わせることによって、SMAD2/3 に対し強固に結合する。

ここまでは、1つのSMAD2/3 MH2 ドメインと補因子の間の相互作用に関して論じてきた。しかしながら、補因子の多くはシグナル依存的に活性化された（三量体化した）SMAD2/3 に対し結合することが知られている。SMAD2/3-SMAD4 ヘテロ複合体には、SMAD2/3 が二分子含まれるため、SMAD2/3-SMAD4 ヘテロ複合体に結合する補因子は、2つのSMAD2/3 が持つ疎水性小領域の中から自由に結合部位を選ぶことができると考えられる (Fig. 3(d))。実際に、いくつかのSMAD2/3 補因子は、複数のSMAD結合ドメインを持つことが知られており、各補因子はより複雑な様式でSMAD2/3-SMAD4 ヘテロ三量体に結合すると考えられる [9]。

4. SMAD2/3- 補因子複合体形成阻害による TGF-β シグナルの制御

TGF-β のシグナルは多様な疾病の発症と強く関係している。例えば TGF-β の異常な活性化はがん悪性化（浸潤や転移など）や線維症の発症と関係していることが知られている。そこで、本研究によって得られた SMAD2/3-補因子複合体構造を基に、TGF-β シグナルの制御が可能か否かを評価した。TGF-β/SMAD 経路の活性化には、転写活性化因子である CBP が必要であることが知られている。そこで、本来細胞内で起こりうる SMAD2/3-CBP 複合体の形成阻害を通じて、TGF-β シグナルを抑制できないかを検証した。TGF-β シグナルの活性化をレポーターアッセイにて評価したところ、SMAD2/3 に対する結合力を増

強させた CBP 変異体 (E1963L) 断片 (CBP の SMAD2/3 結合領域のみを切り出したもの) を利用することにより、TGF-β 依存的なシグナルの応答を抑制できることが示された (Fig. 4) [12]。この CBP 断片は、SMAD2/3 の patch A1 面に対して結合するため、他の疎水性小領域に対して結合し SMAD2/3 の機能を制御する補因子とは競合しない。SMAD2/3- 補因子間の分子間相互作用を特異的に制御することによって、中和抗体や受容体阻害剤とは作用機序の異なる新規 TGF-β シグナル制御法を開発できると期待される。

5. おわりに

SMAD2/3- 補因子間の多様な相互作用を可能とする「SMAD cofactor code」は、既知のタンパク質分子間相互作用では見られない、SMAD2/3 の MH2 ドメインにおける新奇なタンパク質分子間相互作用機構である。TGF-β のシグナルは生命の維持のために欠かせない一方、その機能不全はがんや線維症を誘導する。そのため、TGF-β シグナル伝達系は、これらの疾病の治療の重要な創薬ターゲットとみなされている。タンパク質分子間相互作用は、次世代の創薬標的として注目を集めており、本研究の成果を元に、特定の SMAD2/3- 補因子間相互作用を阻害する物質を開発できれば、多岐に分岐するシグナルの下流での制御を可能とする、特定の生命現象（疾病）に対し高い特異性を持つシグナル調節剤となることが期待される。

6. 謝辞

本稿で紹介した研究は、奈良先端科学技術大学院大学の栗崎晃教授、産業技術総合研究所の浅島誠名誉フェローとの共同研究によるものです。本研究で行ったX線回折実験は、すべてPFのビームラインにて行いました（課題番号2015G033, 2016G650）。ビームラインスタッフの皆様方に

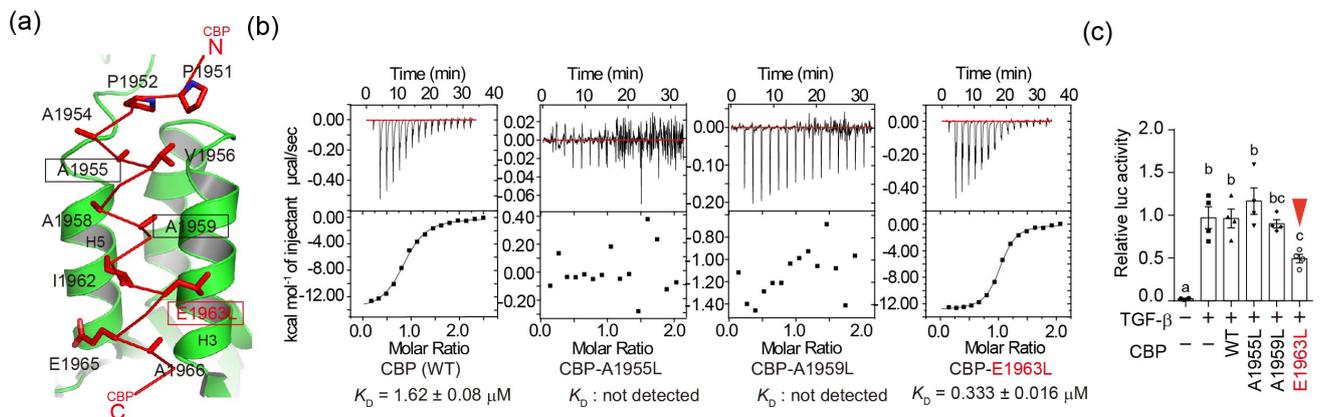


Figure 4 Regulation of TGF-β signaling by inhibiting SMAD2/3-cofactor interaction. (a) SMAD2 (green)-CBP (red) binding interface. CBP residues used for SMAD2 binding are shown by stick models. (b) Isothermal titration calorimetry experiments of the CBP mutants (indicated by open squares in (a)). Dissociation constants (K_D) are the mean \pm SEM from 3 independent experiments. (c) Luciferase reporter assays with CBP mutants. Data are the mean \pm SEM ($n = 4$ independent experiments). Bars sharing the same letter are not significantly different (one-way analysis of variance (ANOVA) with Tukey's multiple comparison test, $P < 0.05$).

は、大変お世話になりました。心より御礼申し上げます。本研究は、JSPS 科研費 (15K14708, 17K19581, 23228003, 20H02910), および創薬等支援技術基盤プラットフォームの助成を受けて行われました。

引用文献

- [1] J. Massagué, *Nat. Rev. Mol. Cell Biol.* **13**, 616 (2012).
- [2] Y. Zhang, P. B. Alexander, and X.-F. Wang. *Cold Spring Harb. Perspect. Biol.* a022145, (2016).
- [3] H. Ikushima, and K. Miyazono. *Nat. Rev. Cancer* **10**, 415 (2010).
- [4] X.-M. Meng, D. J. Nikolic-Paterson, and H. Y. Lan. *Nat. Rev. Nephrol.* **12**, 325 (2016).
- [5] E. R. Neptune, P. A. Frischmeyer, D. E. Arking, L. Myers, T. E. Bunton, B. Gayraud, F. Ramirez, L. Y. Sakai, and H. C. Dietz. *Nat. Genet.* **33**, 407 (2003).
- [6] J. Massagué, J. Seoane, and D. Wotton. *Genes Dev.* **19**, 2783 (2005).
- [7] Y. E. Zhang, *Cell Res.* **19**, 128 (2009).
- [8] A. Chatr-Aryamontri, R. Oughtred, L. Boucher, J. Rust, C. Chang, N. K. Kolas, L. O'Donnell, S. Oster, C. Theesfeld, A. Sellam, C. Stark, B.-J. Breitkreutz, K. Dolinski, and M. Tyers. *Nucleic Acids Res.* **45**, D369 (2017).
- [9] K. Miyazono, S. Moriwaki, T. Ito, A. Kurisaki, M. Asashima, and M. Tanokura. *Sci. Signal.* **11**, ea07227 (2018).
- [10] G. Wu, Y. G. Chen, B. Ozdamar, C. A. Gyuricza, P. A. Chong, J. L. Wrana, J. Massagué, and Y. Shi. *Science* **287**, 92 (2000).
- [11] B. Y. Qin, S. S. Lam, J. J. Correia, and K. Lin. *Genes Dev.* **16**, 1950 (2002).
- [12] K. Miyazono, T. Ito, Y. Fukatsu, H. Wada, A. Kurisaki, and M. Tanokura. *Sci. Signal.* **13**, eabb9043 (2020).
- [13] K. Miyazono, Y. Ohno, H. Wada, T. Ito, Y. Fukatsu, A. Kurisaki, M. Asashima, and M. Tanokura. *Nucleic Acids Res.* **46**, 12139 (2018).
- [14] E. Labbé, C. Silvestri, P. A. Hoodless, J. L. Wrana, and L. Attisano. *Mol. Cell* **2**, 109 (1998).
- [15] K. Takahashi, K. Tanabe, M. Ohnuki, M. Narita, A. Sasaki, M. Yamamoto, M. Nakamura, K. Sutou, K. Osafune, and S. Yamanaka. *Nat Commun* **5**, 3678 (2014).
- [16] K. Kiyono, H. I. Suzuki, Y. Morishita, A. Komuro, C. Iwata, M. Yashiro, K. Hirakawa, M. R. Kano, and K. Miyazono. *Cancer Sci.* **100**, 1809 (2009).
- [17] A. J. Doyle, J. J. Doyle, S. L. Bessling, S. Maragh, M. E. Lindsay, D. Schepers, E. Gillis, G. Mortier, T. Homfray, K. Sauls, R. A. Norris, N. D. Huso, D. Leahy, D. W. Mohr, M. J. Caulfield, A. F. Scott, A. Destrée, R. C. Hennekam, P. H. Arn, C. J. Curry, L. Van Laer, A. S. McCallion, B. L. Loeys, and H. C. Dietz. *Nat. Genet.* **44**, 1249 (2012).
- [18] J. Hellems, O. Preobrazhenska, A. Willaert, P. Debeer,

P. C. M. Verdonk, T. Costa, K. Janssens, B. Menten, N. Van Roy, S. J. T. Vermeulen, R. Savarirayan, W. Van Hul, F. Vanhoenacker, D. Huylebroeck, A. De Paepe, J.-M. Naeyaert, J. Vandesompele, F. Speleman, K. Verschueren, P. J. Coucke, and G. R. Mortier. *Nat. Genet.* **36**, 1213 (2004).

(原稿受付日: 2021年9月11日)

著者紹介

宮園健一 Ken-ichi MIYAZONO



東京大学大学院農学生命科学研究科
特任准教授

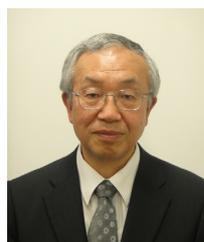
〒113-8657 東京都文京区弥生 1-1-1

e-mail: amiyaz@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

略歴: 2008年東京大学大学院農学生命科学研究科博士課程終了, 2008年東京大学大学院農学生命科学研究科特任助教, 2017年東京大学大学院農学生命科学研究科特任准教授。農学博士。

最近の研究: タンパク質複合体の構造解析とその制御法の開発

田之倉優 Masaru TANOKURA



東京大学大学院農学生命科学研究科
特任教授

〒113-8657 東京都文京区弥生 1-1-1

e-mail: amtanok@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

略歴: 1979年東京大学大学院理学系研究科博士課程修了, 1980年大分医科大学医学部助手, 1988年順天堂大学医学部講師, 1989年東京大学理学部講師, 1993年東京大学大学院理学系研究科助教授, 1994年東京大学生物生産工学研究センター教授, 1998年東京大学大学院農学生命科学研究科教授, 2017年同特任教授。理学博士。

最近の研究: 構造生物化学とその応用

Chaetomium thermophilum 由来 Hsp104 脱凝集酵素のスプリット構造

篠原恭介¹, 野口恵一², 養王田正文¹

¹東京農工大学大学院工学府生命工学専攻, ²東京農工大学 学術研究支援総合センター機器分析施設

Split conformation of *Chaetomium thermophilum* Hsp104 disaggregase

Kyosuke SHINOHARA¹, Keiichi NOGUCHI², Masafumi YOHTA¹

¹ Department of Biotechnology and Life Science, Tokyo University of Agriculture and Technology,

² Instrumentation Analysis Center, Tokyo University of Agriculture and Technology

Abstract

好熱性真菌 *Chaetomium thermophilum* 由来の Hsp104 (CtHsp104) の構造を、X線結晶構造解析、クライオ電子顕微鏡、原子間力顕微鏡により解析した。CtHsp104 のコンフォメーションは、Flat Ring, Staggered Ring, Intermediate Ring, Split Ring の4つの構造に分類された。基質である変性タンパク質が存在すると、コンフォメーション変化が促進され、Split Ring 構造の頻度が高まることがわかった。Split Ring 構造が CtHsp104 の分解時のオフパスウェイの状態であり、基質の捕捉や放出に適応した構造である可能性がある。

1. はじめに

1990年代後半、著者の一人の養王田は、東京工業大学の吉田賢右先生らと共同で好熱菌 *Thermus thermophilus* の DnaK オペロンの配列を解析した。DnaK, DnaJ, GrpE の他に、DafA という *Thermus* DnaK・DnaJ 複合体形成に必要な因子の遺伝子も存在することを明らかにし、論文を発表している [1]。このオペロンの解析を進めると、下流に ClpB の遺伝子が存在することが分かった。ClpB とその真核生物型である Hsp104 も AAA+ タンパク質ファミリーに属する分子シャペロンである。1994年、Lindquist たちは、酵母において Hsp104 が凝集したタンパク質の再生を行うことを報告している [2]。ClpB が DnaK と同一のオペロンに存在することから、ClpB が DnaK システムと共同で機能していることが予想された。その後、吉田先生たちが研究を進め、ClpB と DnaK システム (DnaK, DnaJ, GrpE) が、高温で変性し凝集した蛋白質の再可溶化 (脱凝集) と再生に協調して働いていることを明らかにした [3]。Lindquist たちも、酵母の Hsp104 が Hsp70 システムと協調して脱凝集することを実証した [4]。細胞には様々な分子シャペロンが存在するが、凝集したタンパク質の脱凝集することができるのは、Hsp104/ClpB のみである。このため、タンパク質凝集病の治療への可能性などから注目を集め、多くの研究が行われている [5]。*T. thermophilus* の ClpB は Tsai たちに渡り、X線結晶構造が解明された [6]。Hsp104/ClpB は、AAA1, AAA2 と呼ばれる ATP を結合・加水分解するドメインと、N ドメイン、M ドメインと呼ばれる補助ドメインからなり、リング状の6量体を形成して機能する。これまでの研究から、Hsp104/ClpB は ATP のエネルギーを利用

し、リング中央の孔に凝集したタンパク質をほぐしながら通すことで脱凝集するといわれている。しかし、Tsai たちの構造も含め、X線結晶解析では6量体の構造は解析されていなかった。私たちは分子シャペロンの研究は行っていたが、Hsp104/ClpB の研究は行っていなかった。2014年頃、養王田が好熱性真菌 *Chaetomium thermophilum* の Group II 型シャペロニン (Chaperonin Containing TCP-1) に関する研究を行っている時に、余っていたゲノムを用いて大学院生の一人に *C. thermophilum* の Hsp104 (CtHsp104) の遺伝子のクローニングをしてもらったことが、この研究のスタートであった。機能解析からX線結晶構造解析までは順調に進んだが、機能単位である6量体の構造が解明できないという問題から一時的に頓挫していた。この問題などについて、著者の一人である篠原が取り組み、クライオ電子顕微鏡や原子間力顕微鏡などによる解析を行うことで合理的な解釈が可能となり、本年 *Structure* 誌に論文を発表することができた [7]。

2. CtHsp104 の X 線結晶構造解析

大腸菌で発現、精製した CtHsp104 は、*C. thermophilum* の DnaK システムと協調して脱凝集活性を示した。ヌクレオチドが存在しない条件ではモノマーであったが、ATP や ADP を添加することで6量体を形成した。ClpB は ATP 存在下のみで6量体を形成する。ATP 存在下では、加水分解の伴う動的構造変化状態であることが6量体の構造解析が困難である原因であると考え、ADP 存在条件で CtHsp104 の6量体の構造解析を行うことにした。N 末端の N ドメインが Flexible であり、脱凝集活性には必要がないことか

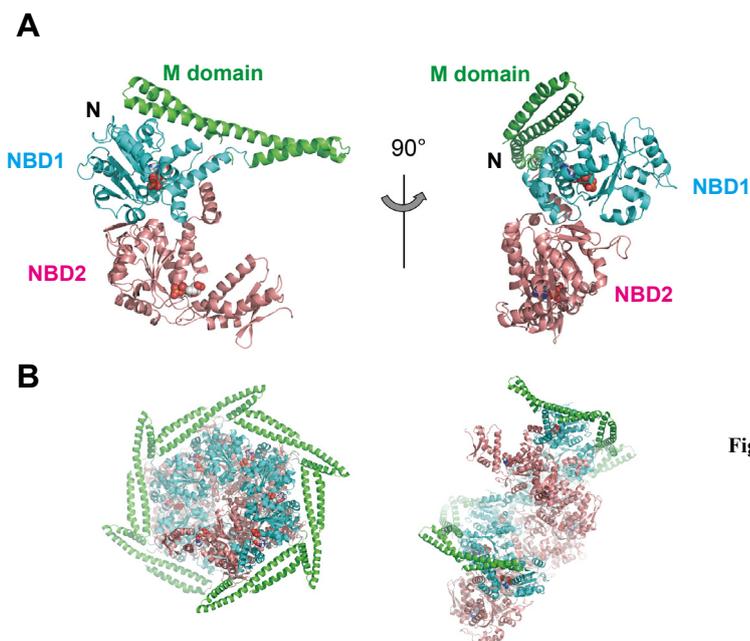


Figure 1 Crystal structure of CtHsp104ΔN. (A) The monomer structure of CtHsp104 is shown as a ribbon model, in which NBD1, MD, and NBD2 are shown in cyan, green, and salmon, respectively. The bound ADP molecules are shown as sphere models. (B) The hexameric structure of CtHsp104 in the crystal structure. The hexamer shows a left-handed spiral structure along the crystallographic 6_3 -screw axis.

ら、N末端欠損体 (CtHsp104ΔN) の結晶構造解析を行なった。CtHsp104ΔN と ADP との複合体の結晶構造を 2.7Å の分解能で決定した (Fig. 1)。この結晶構造では、機能的に重要な残基の側鎖とヌクレオチドの位置がすべて明確に観察された。以前に解析された Hsp104 と ClpB の構造モチーフをよく反映している。nucleotide-binding domain (NBD)1 では、Walker A (Lys229, Thr230) と Walker B (Asp295, Glu296) のモチーフがヌクレオチド結合ポケットを形成している。NBD2 では、Walker A (Lys640, Thr641), Walker B (Asp706, Glu707), Sensor 1 (Asn748), Sensor 2 (Arg849) がヌクレオチド結合ポケットを形成している。結晶中のヌクレオチド結合領域の周辺には、第 2 の相同性領域 (SRH) モチーフがよく確認されている。NBD1 では、酵母由来 Hsp104 で提案されているアルギニンフィンガー Arg333 と Arg334 に対応する Arg349 と Arg350 が、隣接するプロトマーのヌクレオチド結合ポケットの近くに配置されている。また、NBD2 では、ClpB で提案されているアルギニンフィンガー Arg765 に対応する Arg788 が、ヌクレオチド結合ポケットの近くに配置されている。得られた構造は 6_3 左巻フィラメント構造であり、その構造単位は 6 量体であった。しかし、6 量体単位で会合していない分割した構造 (Split Conformation) であった。この結果は、CtHsp104 がヌクレオチドの存在下で安定した 6 量体として存在していることと矛盾する。分割された 6 量体は安定的に存在するとは考えられない。より小さなオリゴマーやモノマーに簡単に解離することができる。また、大きなオリゴマーに変化する可能性もある。

3. クライオ電子顕微鏡による構造解析

CtHsp104 の 6 量体に Split Conformation が実際に存在するかどうかを調べるために、クライオ電子顕微鏡で CtHsp104 の構造を解析した。単粒子解析により、ADP

存在下で CtHsp104ΔN の構造を決定した。その結果、CtHsp104 では、Staggered Ring と Split Ring という 2 種類の異なる 6 量体構造が得られた (Fig. 2)。Split Ring 構造

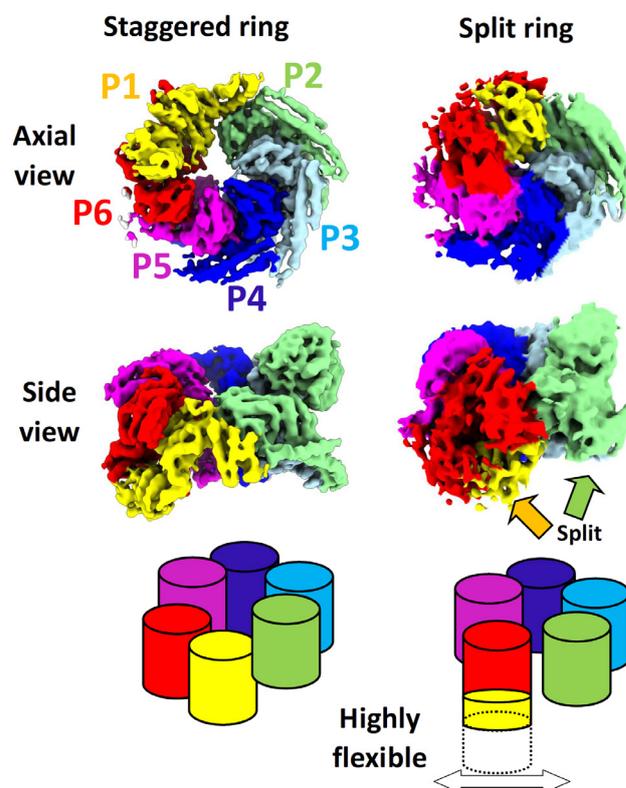


Figure 2 Cryo-EM structure of CtHsp104ΔN in the presence of ADP. Cryo-EM structures of CtHsp104ΔN. Yellow, green, cyan, blue, purple, and red represent P1, P2, P3, P4, P5, P6 in the CtHsp104 hexamer. Volumes denote the 3D structure of the staggered ring (at a spatial resolution of 7.9 Å) and the split ring conformation (at a spatial resolution of 6.2 Å) of CtHsp104ΔN, respectively.

は、これまで報告されている Hsp104 の構造とは大きく異なっていた。Split Ring 構造では、末端のサブユニット (P1) の半分以上の電子密度が欠けており、移動性が高いことが示唆されている。Staggered Ring 構造では P1 と反対側の末端のサブユニット (P6) との結合が確認されているが、Split Ring 構造では P1 と P6 の結合が失われている。Split Ring 構造と X 線結晶構造は異なるが、いずれも 6 量体の P1 と P6 の結合が解離した Split Conformation である。

4. ヌクレオチドに依存した構造変化

次に、原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて CtHsp104 オリゴマーの構造変化のヌクレオチド依存性を調べた。His タグを付加した CtHsp104 オリゴマーを作成し、コバルトで覆われた雲母の表面に固定化し、AFM で観察した (Fig. 3)。6 量体のリング状構造が観察されたが、リング内でのサブユニットの間での高低差があった。最高位のサブユニットと最低位のサブユニットの深さ方向の位置の差から、Staggered Ring, Intermediate Ring, Flat Ring と定義した。CtHsp104 Δ N では、オリゴマーの 81% が Staggered Ring/Intermediate Ring であり、残りの 19% は Flat Ring であった。一方、ATP の加水分解されないアナログである ATP γ S の存在下では、61% が Flat Ring で、39% が Staggered Ring/Intermediate Ring であった。以上の結果から、CtHsp104 は、ATP 依存性サイクルにおいて、Staggered Ring/Intermediate Ring と Flat Ring を含む、少なくとも 2 つの異なるコンフォメーションを持つことが示唆された。しかし、結晶構造やクライオ電子顕微鏡構造で見られた Split Ring 構造は、AFM では観察されなかった。

5. 高速原子間力顕微鏡による CtHsp104 の構造ダイナミクスの解析

Split Ring 構造が反応サイクル中に実際に存在することを調べるために、ADP または ATP の存在下で CtHsp104 の構造ダイナミクスを高速原子間力顕微鏡 (HS-AFM) で観察した。いずれの条件でも、Split Ring 構造が観察された。ATP 存在下では、CtHsp104 が主に Flat Ring として存在していることを明確に示しており、ATP γ S 存在下での静的 AFM 観察結果と一致している。ADP 存在下では、主に Staggered Ring/Intermediate Ring 構造であり、時折 Split Ring 構造に変化した。CtHsp104 の ATP 加水分解活性は基質である変性タンパク質により活性化される。モデル基質であるカゼインを加えることで、ATP 存在下での HS-AFM 観察で大きな変化が見られた。カゼインの添加によって動的な構造変化が誘発され、Staggered Ring の頻度と Split Ring の頻度が大幅に増加した (Fig. 4)。

6. まとめ

本研究では、X 線結晶構造解析、クライオ電子顕微鏡、AFM、HS-AFM を用いて、CtHsp104 のコンフォメーションの柔軟性を解析した。CtHsp104 の構造は、Flat Ring, Staggered Ring, Intermediate Ring, Split Ring の 4 つに分類された。ATP 存在下では、CtHsp104 は主に Flat Ring 構造で存在していたが、時折、Staggered Ring などの他構造に変化していた。ADP 存在下では Staggered Ring が主要なコンフォメーションであり、他の構造への変化も観察された。Split Ring への転移の頻度は、ATP 存在下の場合よりも少し大きかったが、頻度は限られていた。モデル基質であるカゼインを加えることで、ATPase が活性化され動的な構

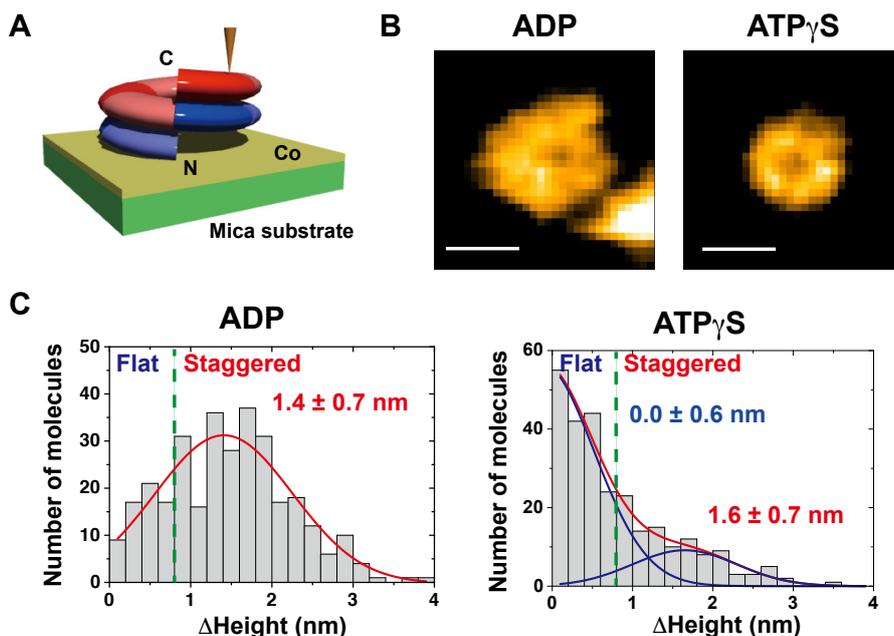


Figure 3 AFM imaging of His-tagged CtHsp104 Δ N in the defined orientation. (A) Schematic image of the orientation-controlled AFM. (B) AFM images of CtHsp104 Δ N in the presence of ADP (Left) and ATP γ S (Right). (C) Histograms of height differences between the top and bottom subunits of CtHsp104 Δ N in the presence of ADP (Left) and ATP γ S (Right). Scale bar 10 μ m.

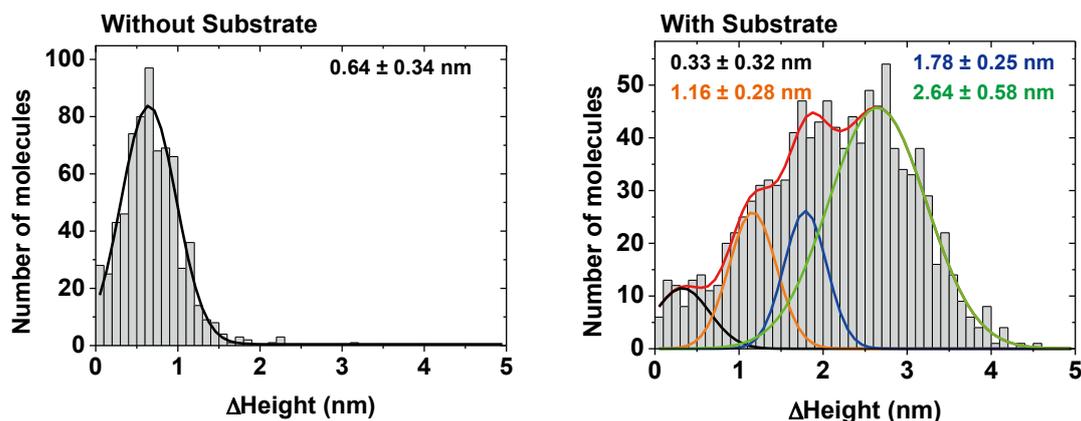


Figure 4 Histogram of height differences between the topmost subunit and the bottommost subunit of CtHsp104 in the presence of ATP with (Right) or without model substrate (Left) in HS-AFM observation. Black, orange, blue, and green solid lines represent fitting curves for Flat Ring, Staggered Ring, Intermediate Ring and Split Ring, respectively.

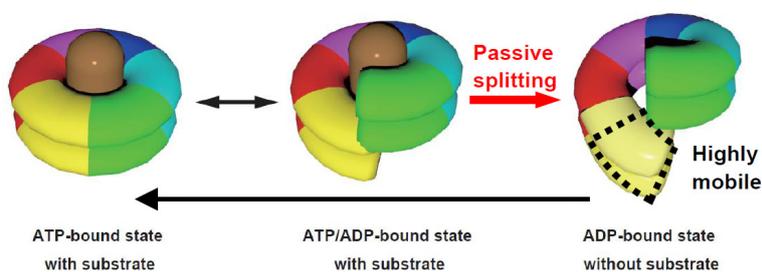


Figure 5 A model of conformational change of CtHsp104.

造変化が誘発され、Staggered Ring の頻度と Split Ring の頻度が大幅に増加した。我々の結晶構造とクライオ電子顕微鏡構造は、それぞれが6量体ユニットのP1とP6の間の解離したSplit Conformationであるという点で類似した特徴を持っている。結晶構造では安定したP1サブユニットが示されているのに対し、低温電子顕微鏡構造では非常に動きやすい柔軟なP1サブユニットが示されている。このことから、Split Ring 構造は準安定状態であり、結晶パッキングによって無限のスパイラルとして安定化したものと考えられる。

以上の観察結果に基づき、我々は以下のようなCtHsp104の構造変化モデルを提案する (Fig. 5)。CtHsp104は、ヌクレオチドがない状態ではモノマーとして存在する。CtHsp104の単量体はヌクレオチドの結合により6量体に集合する。ATPの存在下では、主にFlat Ringを形成する。ATPが加水分解されると、各サブユニットのコンフォメーション変化により、ヘキサマー構造がStaggered Ringに変化する。基質があるとATP加水分解活性が刺激され、動的な構造変化が誘導される。ATP加水分解による基質の貫通後、ADP結合したCtHsp104の確率的な運動により、ヘキサマーの受動的な分裂が起こる。おそらくこの開裂した状態は基質の相互作用する前の待機している状態 (Off-pathway state) であると予想している。このSplit Conformationは、基質の捕捉や放出に適応した構造である可能性がある。

謝辞

本研究は課題番号2012G697とおよび2014G599の支援を受け実施した。共同研究者一同を代表し厚く御礼を申し上げる。

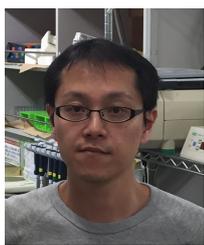
引用文献

- [1] K. Motohashi, M. Yohda, I. Endo, and M. Yoshida, *J. Biol. Chem.* **271**, 17343 (1996).
- [2] D. A. Parsell, A. S. Kowal, M. A. Singer, and S. Lindquist, *Nature*. **372**, 475 (1994).
- [3] K. Motohashi, Y. Watanabe, M. Yohda, and M. Yoshida, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*. **96**, 7184 (1999).
- [4] J. R. Glover, and S. Lindquist, *Cell*. **94**, 73 (1998).
- [5] E. A. Sweeny, and J. Shorter, *J. Mol. Biol.* **428**, 1870 (2016).
- [6] S. Lee, M. E. Sowa, Y. Watanabe, P. B. Sigler, W. Chiu, M. Yoshida, and F. T. Tsai, *Cell*. **17**;115, 229 (2003).
- [7] Y. Inoue, Y. Hanazono, K. Noi, A. Kawamoto, M. Kimatsuka, R. Harada, K. Takeda, R. Kita, N. Iwamasa, K. Shibata, K. Noguchi, Y. Shigeta, K. Namba, T. Ogura, K. Miki, K. Shinohara, and M. Yohda, *Structure*. **29**, 721 (2021).

(原稿受付日：2021年9月12日)

著者紹介

篠原恭介 Kyosuke SHINOHARA



東京農工大学 大学院工学府 生命工学
専攻 准教授

〒184-8588 東京都小金井市中町

e-mail: k_shino@cc.tuat.ac.jp

略歴：2007年東京大学大学院工学
研究科博士課程修了，博士（工学）。
2008年日本学術振興会特別研究員
PD。2011年大阪大学大学院生命機能

研究科博士研究員。2012年大阪大学大学院生命機能研究
科助教。2015年東京農工大学 特任准教授，2020年准教授
（テニユア取得）。

最近の研究：運動繊毛の分子基盤，分子シャペロンの構造
解析。

趣味：テニス

野口恵一 Keiichi NOGUCHI



東京農工大学 学術研究支援総合セン
ター機器分析施設 教授

〒184-8588 東京都小金井市中町

e-mail: knoguchi@cc.tuat.ac.jp

略歴：1991年3月東京農工大学大
学院工学研究科博士前期課程修了，
1993年3月東京農工大学大学院工学

研究科博士後期課程中退，1993年5月東京農工大学工学
部物質生物工学科助手，1999年3月東京農工大学機器分
析センター講師，2007年4月東京農工大学機器分析セン
ター准教授，2020年10月東京農工大学学術研究支援総合
センター教授。博士（工学）。

最近の研究：生体高分子構造

趣味：読書

養王田正文 Masafumi YOHDA



東京農工大学 大学院工学府 生命工学
専攻 教授

〒184-8588 東京都小金井市中町

e-mail: yohda@cc.tuat.ac.jp

略歴：1987年東京大学工学研究科博
士課程 退学。1988年工学博士。

1987年旭硝子(株)中央研究所研究員。

1991年理化学研究所研究員。1998年

東京農工大学工学部助教授。2003年東京農工大学大学院
教授。

最近の研究：分子シャペロンの構造と機能，嗅覚受容体
を用いた嗅覚センサーの開発，バイオレメディエーション，
遺伝子解析の自動化。

趣味：テニス

ZrB₂(0001) 薄膜表面上の二次元 Ge 二重三角格子

深谷有喜¹, 吉信淳², アントワーヌ・フロランス³, 高村(山田)由起子³

¹日本原子力研究開発機構先端基礎研究センター, ²東京大学物性研究所,

³北陸先端科学技術大学院大学マテリアルサイエンス系

Two-dimensional Ge bitriangular lattice on a ZrB₂(0001) thin film surface

Yuki FUKAYA¹, Jun YOSHINOBU², Antoine FLEURENCE³, Yukiko YAMADA-TAKAMURA³

¹Advanced Science Research Center, Japan Atomic Energy Agency, ²Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo,

³School of Materials Science, Japan Advanced Institute of Science and Technology (JAIST)

Abstract

Ge(111) 単結晶を基板として成長した ZrB₂(0001) 薄膜表面には、基板材料からの拡散・表面偏析により二次元 Ge 層が自発的に形成される。本稿では、PF における高分解能内殻光電子分光, SPF における全反射高速陽電子回折, 及び、第一原理計算を協奏的に用いることでその結晶構造が明らかとなった二次元 Ge 二重三角格子の研究を紹介する。二重三角格子にはフラットバンドが発現することが理論的に予測されているが、本研究により、そのような構造が実存しうることが初めて実験的に示された。

1. はじめに

近年、原子 1 つ分程度の厚みしか持たない二次元物質が精力的に研究されている。炭素原子が sp^2 混成軌道により結合したグラフェンはその代表である。黒鉛から機械的に剥離して得られるグラフェンはその電子状態に線形のエネルギー分散関係を持つディラックコーンを有し、極めて高いキャリア移動度や熱伝導度、優れた機械剛性など、従来のバルク物質には見られない特異な物性を発現する。2010 年にグラフェンの研究に対してノーベル物理学賞が授与されてからこの 10 年余りで自然界に存在しない二次元物質の創製研究が進んだ。例えば、グラフェンの炭素原子を Si, Ge または Sn の原子で置き換えた二次元物質はそれぞれシリセン、ゲルマネン、スタネンと呼ばれる。これらの二次元物質では、グラフェン様の性質はもちろんのこと、 sp^3 混成軌道に伴う座屈（バックリング）配置に起因する電場誘起トポロジカル相転移や強いスピン軌道相互作用に伴う二次元トポロジカル絶縁体の発現などが期待されている。最近では、電子状態にディラックコーンを有するハニカム構造に留まらず、カゴメ格子やリープ格子などディラックコーンと対極をなすフラットバンドの出現が予測される二次元格子を骨格とする多彩な構造を持つ二次元物質へと研究対象が広がりがつつある [1]。

2012 年に著者であるフロランス及び高村らは、Si(111) 基板上に成長した ZrB₂(0001) 単結晶配向薄膜表面でシリセンが実在しうることを示した [2]。ここでのシリセンの作製方法は特徴的であり、基板からの Si の表面偏析により自発的にシリセンが形成される。ZrB₂(0001) 上のシリセンはバックルしたハニカム構造であることが判明してい

る [2]。Si より格子定数が 4.5% 大きい Ge(111) 基板上でも ZrB₂(0001) 単結晶配向薄膜を成長することが可能であり、同様に表面偏析により二次元 Ge 層が形成される [3]。しかし、その構造はシリセンとは大きく異なっていた。本稿では、この二次元 Ge 層が、フラットバンド発現が期待される特異な結晶構造を持つことを明らかにした経緯を紹介する。

2. 実験

高分解能内殻光電子スペクトルは、高エネルギー加速器研究機構 (KEK) 物質構造科学研究所放射光実験施設 (PF) の BL-13 ビームライン (当時) に設置された半球型アナライザー (SCIENTA SES200) で測定した。

全反射高速陽電子回折 (TRHEPD) 実験は、物質構造科学研究所低速陽電子実験施設 (SPF) にて実施した。実験の詳細はレビュー論文を参照されたい [4]。入射陽電子ビームのエネルギーは 10 keV に設定した。ロッキング曲線の測定では、視射角を 0.1° ステップで 6° まで変化させた。測定は全て室温で行った。

試料となる ZrB₂(0001) 単結晶配向薄膜は、北陸先端大の超高真空化学気相エピタキシー装置を用い、加熱により自然酸化膜を除去した後に 650°C に保たれた Ge(111) 表面に Zr(BH₄)₄ ガスを供給して成長した。作製した薄膜試料は各実験施設に搬送され、超高真空下での加熱により酸化膜の除去と二次元 Ge 層の再生が行われた。Fig. 1(a) と 1(b) はそれぞれ、 $[1\bar{1}00]$ と $[11\bar{2}0]$ 方位で測定した TRHEPD パターンである。回折パターンの観測から、最表面に形成された二次元 Ge 層は、ZrB₂(0001) 表面の単位格子に対して (

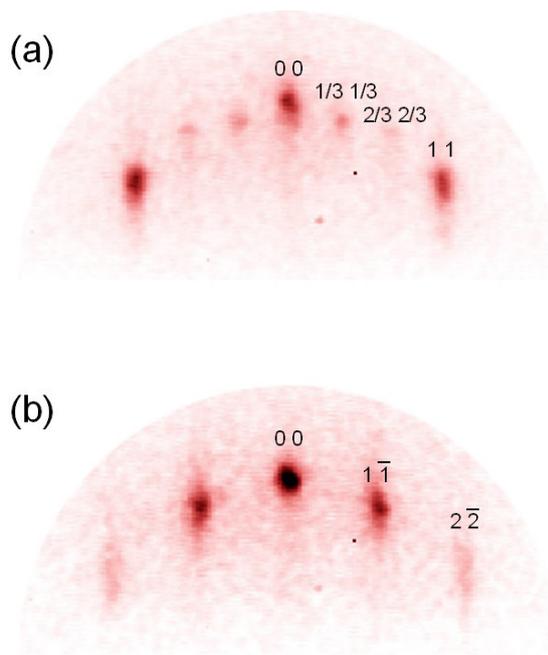


Figure 1 TRHEPD patterns for 2D Ge bitriangular lattice on $ZrB_2(0001)$ surface at (a) the $[1\bar{1}00]$ and (b) $[11\bar{2}0]$ azimuths. The glancing angle is set at 5.0° .

$\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 周期を持つ超構造を形成していることが見て取れる。この超構造は著者の一人により走査トンネル顕微鏡でも観察されている [3]。

3. 結果と考察

Fig. 2(a) および (b) は、それぞれ PF で測定された $Zr3d$ と $Ge3d$ の光電子スペクトルである。超高真空チャンバーに導入した直後のスペクトルでは酸化された Zr や B が観測され、Ge の信号強度は非常に弱い (黒のスペクトル)。この試料を超高真空チャンバーにおいて 770°C で 2 時間加熱したあとに測定すると (赤のスペクトル)、酸化物由来するピークは無くなり、 $B1s$ は単一成分、 $Zr3d$ は 2 つの成分を持つスペクトルとなる。 178.89 eV のピークは ZrB_2 バルク、 179.05 eV のピークは Ge 層と界面を形成する、Zr で終端された表面と同等した。一方、 $Ge3d$ のピークは非常に大きくなり、加熱後、Ge が表面に析出したことを示している。

下地となる ZrB_2 表面が Zr 終端面である点はシリセンの場合と同様である [2]。 $Zr3d$ のスペクトルは見かけ上単純であるが、ピーク形状はやや非対称である。シリセンの場合、 $Si2p$ スペクトルには $ZrB_2(0001)$ 上のバククルしたハニカム構造由来の 3 組のスピンスplitした 2 重項ピーク成分が観測された [2]。Si と Ge の化学的類似性から今回の二次元 Ge 層においてもハニカム格子を基本構造とした原子配置が予想されたが、高分解能内殻光電子分光の結果は、シリセンの場合とは大きく異なる、より単純な構造の形成を示唆している。したがって、同じ $ZrB_2(0001)$ 上の二次元構造であっても、Si と Ge の場合では異なる構造モデル

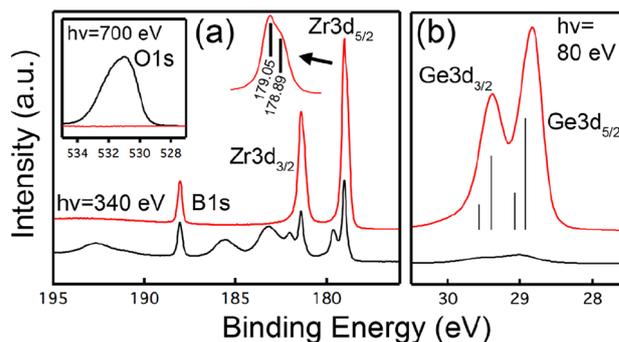


Figure 2 High resolution core-level spectra of (a) $Zr3d$, $B1s$, and $O1s$ and (b) $Ge3d$ from 2D Ge bitriangular lattice on $ZrB_2(0001)$ surface. The vertical bars at energies of 29.56, 29.40, 29.07, and 28.92 eV indicate calculated energies and the relative theoretical spectral weights of the $Ge3d$ peaks of the structure of Fig. 4. Figure and caption adapted from ref. [3].

を考える必要があった。

$ZrB_2(0001)$ 上二次元 Ge 層の構造に関する先行研究は存在しない。そこで、考慮すべき構造パラメータの数をできるだけ少なくするため、最表面すなわち二次元構造に敏感な TRHEPD を用いてその詳細な原子配置の決定を試みた。Fig. 3(a) と 3(b) の白丸はそれぞれ、 $[1\bar{1}00]$ と $[11\bar{2}0]$ 方位における TRHEPD ロッキング曲線の測定結果である。Ge の平均内部ポテンシャルを 15.6 eV と仮定すると、スネルの式により全反射の臨界角は 2.3° と見積もられる。すなわち、視射角 2.3° 以下の回折強度は、下地の $ZrB_2(0001)$ を除く最表面の二次元 Ge 層からのものに対応する。

上記の高分解能内殻光電子分光測定の結果を基にして、TRHEPD による構造解析を実施した。強度計算は動力学的回折理論に基づいて行った [5]。いくつかの異なった構造モデルを仮定して強度計算を行ったところ、比較的単純な二次元構造であるカゴメ格子が有力な構造モデルの一つと考えられた。そこでカゴメ格子に着目し、実験で得られたロッキング曲線を再現しうる最適な原子位置を探索した。しかし TRHEPD による構造解析では、真空側に少なくとも高さが 1.8 \AA 程度緩和した Ge 原子が存在すること、実験値に一致させるためにはカゴメ格子から大きな面内の原子変位を必要とすることから、単純なカゴメ格子の可能性が排除された。この構造解析結果を第一原理計算にフィードバックしたところ、 $ZrB_2(0001)$ 上では二重三角格子が安定構造であることが判明した。Fig. 4 は第一原理計算により決定された $ZrB_2(0001)$ 上の二次元 Ge 二重三角格子の結晶構造である。二次元 Ge 二重三角格子は、Zr 終端面上に形成されたベースとなる三角格子と $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ 周期を持つアダトムから構成され、それぞれの Ge 原子は下地の B 原子と Zr 原子の直上に位置する。

この第一原理計算で得られた二重三角格子構造をさらに TRHEPD の構造解析にフィードバックしなおすと、Fig. 3(a) と 3(b) で見られる複雑なロッキング曲線のピーク位置

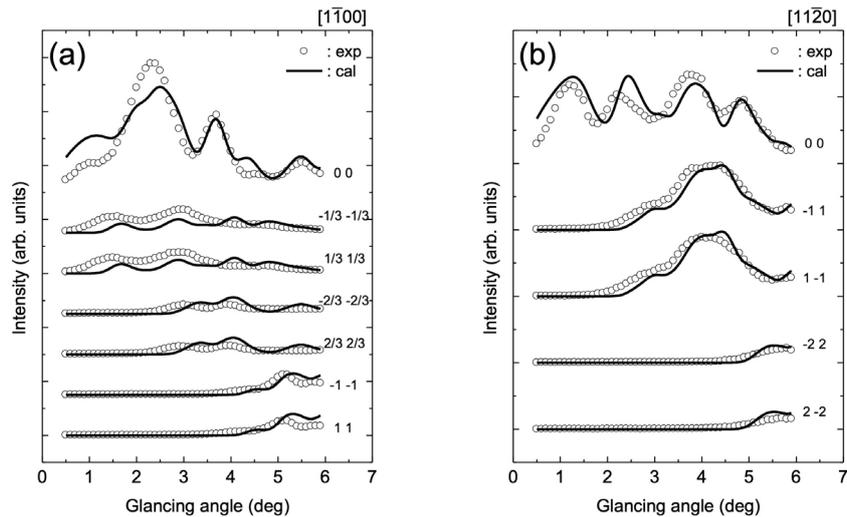


Figure 3 TRHEPD rocking curves for 2D Ge bitriangular lattice on $\text{ZrB}_2(0001)$ surface along (a) the $[1\bar{1}00]$ and (b) $[11\bar{2}0]$ directions. Open circles indicate the experimental curves. Solid lines are the curves calculated using the optimum atomic positions. Figure and caption adapted from ref. [3].

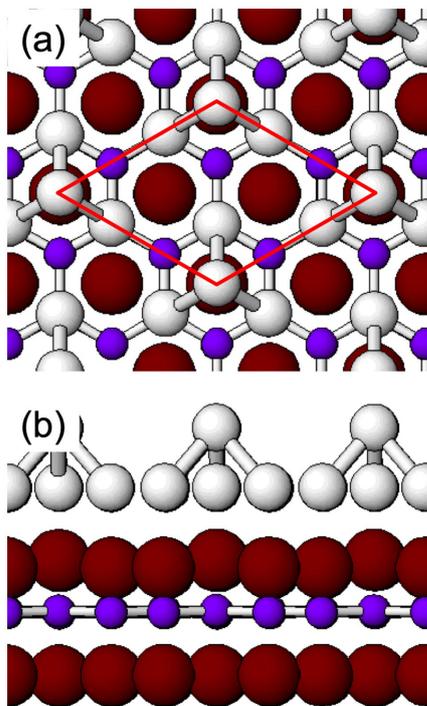


Figure 4 Structure model of 2D bitriangular lattice on $\text{ZrB}_2(0001)$ surface determined by first-principles calculations ((a) top view and (b) side view). Gray, brown, and purple circles denote Ge, Zr, and B atoms, respectively.

を再現できることがわかった。そこで、第一原理計算で得られた構造を基にして、信頼度 (R) 因子 [6] を用いて実験と計算のロックンク曲線が一致するように各原子位置を最適化した。Fig. 3(a) と 3(b) の実線は最適な原子位置を用いて計算したロックンク曲線である。各パラメータの詳細は、原著論文を参照されたい [3]。一部ピーク強度がずれているところはあるものの、全体的なロックンク曲線の形

状をよく再現していることが見て取れる。今回の構造解析で決定した各原子位置の値は、第一原理計算で得られたものと実験誤差範囲内でよく一致することがわかった。さらに、この二重三角格子を用いて計算した $\text{Ge}3d$ の結合エネルギーの絶対値は、実験結果と良く対応することもわかった (Fig. 2(b))。本稿では紹介しなかったが、この二重三角格子を用いて計算した電子バンド構造は、角度分解光電子分光 (ARPES) の測定結果ともよく一致している [3]。

4. まとめ

現在、二次元物質研究は急速に進展・拡大しており、グラフェン様のハニカム格子以外の構造を持つ二次元物質群もこれまで以上に注目されている。本稿で紹介した二次元 Ge 層の二重三角格子構造には、これまで研究されてきたフラットバンドを有する二次元格子にはないアドアトムがあり、二次元フラットバンド物質研究の対象を一気に拡大した [7]。

今回、実験と計算の両方を駆使することにより未知の結晶構造を突き止めることが可能となった。実験科学者と計算科学者の間の協奏的研究がうまくかみ合って成果に結びついた一例といえる。

5. 謝辞

本稿で紹介した成果は、李啓正、ライナー・フリードライン、吉本真也、向井孝三、山根宏之、小杉信博、尾崎泰助の各氏との共同研究によるものである。本研究は PF-PAC 課題番号 2009S2-007, 2017G639, 2019G684 のもとで行われた。また、本研究の一部は JSPS 科研費 JP20H00328 の助成を受けたものである。

引用文献

- [1] C.-C. Lee, A. Fleurence, Y. Yamada-Takamura, and T. Ozaki, Phys. Rev. B **100**, 045150 (2019).
- [2] A. Fleurence, R. Friedlein, T. Ozaki, H. Kawai, Y. Wang, and Y. Yamada-Takamura, Phys. Rev. Lett. **108**, 245501 (2012).
- [3] A. Fleurence, C.-C. Lee, R. Friedlein, Y. Fukaya, S. Yoshimoto, K. Mukai, H. Yamane, N. Kosugi, J. Yoshinobu, T. Ozaki, and Y. Yamada-Takamura, Emergence of nearly flat bands through a kagome lattice embedded in an epitaxial two-dimensional Ge layer with a bitriangular structure, Phys. Rev. B **102**, 201102(R) (2020), <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.102.201102>.
- [4] Y. Fukaya, A. Kawasuso, A. Ichimiya, and T. Hyodo, J. Phys. D: Appl. Phys. **52**, 013002 (2019).
- [5] A. Ichimiya, Jpn. J. Appl. Phys. **22**, 176 (1983).
- [6] Y. Fukaya, A. Kawasuso, K. Hayashi, and A. Ichimiya, Phys. Rev. B **70**, 245422 (2004).
- [7] T. Ogata, M. Kawamura, and T. Ozaki, Phys. Rev. B **103**, 205119 (2021).

(原稿受付日：2021年9月27日)

著者紹介

深谷有喜 Yuki FUKAYA



日本原子力研究開発機構先端基礎研究センター 研究主幹
〒319-1195 茨城県那珂郡東海村大字白方2-4
e-mail: fukaya.yuki99@jaea.go.jp
略歴：2003年日本原子力研究所（現日本原子力研究開発機構）入所。博士（理学）。

最近の研究：新規二次元物質の創製と構造解析

吉信淳 Jun YOSHINOBU



東京大学物性研究所 教授
〒277-8581 千葉県柏市柏の葉5-1-5
e-mail: yoshinobu@issp.u-tokyo.ac.jp
略歴：1997年東京大学物性研究所助教授として着任，2007年同教授。理学博士。

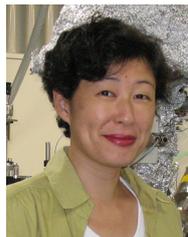
最近の研究：表面におけるハイドロジェノミクス。モデル触媒の作製と反応。オペラント光電子分光。輻射場による表面反応の駆動。

アントワーヌ・フロランス Antoine FLEURENCE



北陸先端科学技術大学院大学マテリアルサイエンス系 講師
〒923-1292 石川県能美市旭台1-1
e-mail: antoine@jaist.ac.jp
略歴：2009年から現所属にて研究に従事。2018年から現職。博士（物理学）。最近の研究：二次元材料の表面科学的な手法による解析

高村（山田）由起子 Yukiko YAMADA-TAKAMURA



北陸先端科学技術大学院大学マテリアルサイエンス系 教授
〒923-1292 石川県能美市旭台1-1
e-mail: yukikoyt@jaist.ac.jp
略歴：2006年から現所属にて研究室を主宰。博士（工学）。最近の研究：基板上二次元材料の創製

X線の短パルス性を用いた化学結合形成過程の直接観測

野澤俊介^{1,2}, 足立伸一^{1,2}

¹ 高エネルギー加速器研究機構, ² 総合研究大学院大学

Direct observation of chemical bond formation process using short pulse nature of X-rays

Shunsuke NOZAWA^{1,2}, Shin-ichi ADACHI^{1,2}

¹ High Energy Accelerator Research Organization, ² The Graduate University for Advanced Studies

Abstract

本研究では、電子蓄積リングとX線自由電子レーザー (X-ray free electron laser: XFEL) を用いて、光によって励起される金-金の原子間の共有結合形成過程をリアルタイムで可視化した。時間分解X線溶液散乱法によって測定されたX線分子動画により、溶液中の光化学反応で生じる構造変化を詳細かつリアルタイムに追跡することが可能であることが示された。

1. はじめに

化学反応とは、原子間の結合の生成、あるいは切断等によって異なる物質を生成する現象として定義される [1]。現在では、化学反応に伴う電子状態・分子構造の変化を可視化するために、電子顕微鏡や近接場顕微鏡等の様々なアプローチがなされているが、本記事では近年急速に発達しているX線時間分解測定による動的分子構造解析法について紹介する。

2. 時間分解X線測定の進歩

2-1. 加速器を利用した時間分解X線測定

本研究における時間分解計測はポンプ・プローブ法を用いている。プローブ光に原子スケールの波長を持つX線を用いて時間分解測定を実施すれば、超高速構造変化を原子レベルで可視化することが可能となる。ここで蓄積リングから得られる放射光と自己増幅自発放射 (Self-Amplified Spontaneous Emission: SASE) を利用したXFELにおけるX線の発生原理の違いと、それらのX線パルス幅について簡単に説明する。

2-2. 蓄積リングにおけるピコ秒パルスX線発生

放射光は、電子蓄積リング中の電子の軌道が磁場によって曲げられることで円運動の接線方向に放出される電磁場であるが、電子は放射光発生によって失うエネルギーを加速空洞の高周波数電場から補っている。特定の位相周りで加速空洞を通過する電子のみがリング内を安定に回り続けることができるため、結果として電子は長さ数 cm 程度の電子バンチを形成する。電子バンチが磁場によって加速運動すると、その空間的広がりに対応した時間幅を持つ電磁波 (放射光パルス) が発生する。放射光パルスの時間

的性質は高周波加速の周波数、蓄積リング中の電子ビームサイズ、電子バンチあたりに蓄積された電子数などの条件によって異なるが、パルス時間幅は半値幅で概ね 50 ピコ秒から 100 ピコ秒程度である [2]。したがって放射光のパルス性を利用すれば、ピコ秒スケールの時間分解X線実験が可能となる [3]。

2-3. XFEL におけるフェムト秒パルスX線発生

一方、現在、理研・播磨のSACLAのようなXFELは、線形加速器とSASEの原理を用いている。光電放出や電界電子放出を用いて電子銃から良質なパルス電子ビームを取り出し、線形加速器によってほぼ光速に加速させ、アンジュレーターに入射させる。アンジュレーターの中を蛇行する電子の動きは、お互いに強い相関を持ち、各電子の出す光が干渉することによりX線領域の自由電子レーザーがSASEとして発光する。リング型加速器とは異なり、XFELでは電子を蓄積させる必要が無いため、加速器内における進行方向の電子バンチ圧縮が容易となる。進行方向位置に相関したエネルギー変調を高周波電場によって付けることで線形加速器内においてバンチ圧縮が実現され、最終的には数ミクロン程度まで電子バンチは圧縮される。したがってXFEL施設では100フェムト秒以下の高強度パルスX線を用いた物性研究を行うことが可能となる [4]。

3. 化学反応の可視化

3-1. 拡散律速と時間分解測定

計測面から見ると、結合を切る瞬間を観測することに比べ [5]、結合ができる瞬間を観測することは非常に難しい。その理由は、結合形成は複数分子が関与する反応であり、分子が拡散する速度で反応速度が律速される溶液中におい

では、それよりも高速な時間分解能で結合形成過程を追跡していくことが難しいためである。そこで本研究では、弱い分子間力で複数の分子が結びついた会合状態を始状態として持つサンプルを用いた。会合体は、始状態の分子構造や、反応に寄与する分子数等を反応前にあらかじめ調整することができるため、反応過程研究においては理想的である。

3-2. ジシアノ金の光反応

金イオンにシアノ化物イオンが配位した、ジシアノ金錯体は金-金イオン間に弱い分子間力が働き、溶液中では濃度に依存した大きさの会合体が形成される [6]。この会合体は励起波長や会合数に応じて多様な発光特性を持つことが知られており、分子センシング機能や液晶性発光材料といった応用面においても注目を集めている。この会合体の最低励起状態では、結合性 σ 軌道が占有されるため、パルスレーザー光によって溶液中サンプルを光励起すると、会合体中で程よい距離にいるジシアノ金同士が光励起直後に共有結合を形成して、新しい分子が生成されることが予想される。従って、拡散に律速されることなく、光をトリガーとして化学結合が生成する過程を直接観測するために、この会合体をサンプルとして、X線時間分解測定を実施した。

3-3. 超高速光学測定による先行研究

光学レーザーを用いたジシアノ金錯体の超高速光学測定は、富山大学の岩村らによって報告がなされており [7]、フェムト秒～ピコ秒の時間スケールの過渡吸収スペクトルにおいて、600 nm 付近に出現するピークは強度上昇を伴った、極めて複雑なピークシフトを示す。Density functional theory (DFT) 計算による励起状態の分子構造変化に起因した過渡吸収ピークの応答の考察では、折れ曲がった分子構造が直線型になるとピーク強度上昇を伴ったレッドシフトが起きることが示唆されているが、金原子間の距離が減少しても同じくレッドシフトが起きるため、可視域の過渡吸収応答と構造変化について明確な対応関係を見出すことは難しい。

したがって、会合体から化学結合が形成され、新しい分子が生まれる瞬間に起こる詳細な構造変化を示すには、この実験系に時間分解X線測定を適用し、分子構造変化を直接的に観測する必要がある。加えて、ナノ秒の時間スケールでは、500 nm 付近に新たな発光ピークが出現することが観測されている。この過渡的な発光色変化はこの材料の光機能性をもたらしているが、濃度と拡散係数の関係から、この時間スケールでは励起三量体が励起単量体と衝突し、それらが励起四量体へと構造変化することで、新しい発光色を生み出していることが示唆されている。これについても時間分解X線測定を用いれば、励起三量体から励起四量体への分子構造変化を直接的に観測することが可能である。これらの事前予測に基づき、ピコ～ナノ秒スケールの反応ダイナミクスについては KEK つくばキャンパス内

の放射光施設 PF-AR [8] で、フェムト～ピコ秒スケールの反応ダイナミクスについては兵庫県 SPring-8 キャンパス内のXFEL施設であるSACLA [4] で、それぞれ時間分解X線測定を行った。

3-4. 時間分解X線溶液散乱

蓄積リング型の放射光施設において発展してきた時間分解X線溶液散乱 (Time-resolved X-ray solution scattering: TRXSS) は、溶液サンプル中の溶解している分子の光誘起構造変化を追跡することができる画期的な動的構造解析法である [9]。波長が sub-Å の硬X線を用いた散乱シグナルは、原子レベルの構造情報を持つが、X線は電子によって散乱されるので、ジシアノ金錯体からの散乱シグナルは、主に金原子間の距離情報を与える。照射によって溶液サンプルの中で現れる効果として、目的とする溶質の構造変化に加え、溶媒の熱膨張と、溶媒-溶質間相互作用であるケージ効果を考慮する必要がある。これらは別途行われる溶媒の熱膨張測定と、ケージ効果を考慮した分子動力学計算によって求められ、それらを測定シグナルから除去することにより、目的とする溶質の構造変化のみが抽出される。

実際の測定では、試料への放射線・レーザー照射による損傷を回避するために、溶液循環式ポンプを用いて、溶液試料を循環させており、溶液循環サイクルの途中に設置したジェットノズルから噴出する試料に合わせて、時間同期したX線とレーザー光を同一位置に照射している (Fig. 1)。試料の損傷状態もX線散乱シグナルを用いて測定中、定期的に確認されている。

サンプルであるジシアノ金錯体は、金原子にシアノ基が2つ直線的に配位した分子構造を持つ。溶液中の錯体濃度が高くなると、分子間力によって金-金原子が結びつき金原子で弱くつながった分子集合体 (会合体) を形成する。今回測定を行った試料濃度 0.3 M では、ジシアノ金分子が1つの単量体、2つ集まった二量体、3つ集まった三量体の混合系になっている。しかしながら、チタン・サファイアレーザーの3倍波である波長 267 nm で励起した場合、それぞれの会合体のX線散乱差分強度への寄与は、三量体からの成分が支配的であり、その他の会合体からの寄与は無視できる [11]。本研究では励起波長 267 nm を用いたジシアノ金 $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ 三量体について動的構造解析を行う (Fig. 2)。

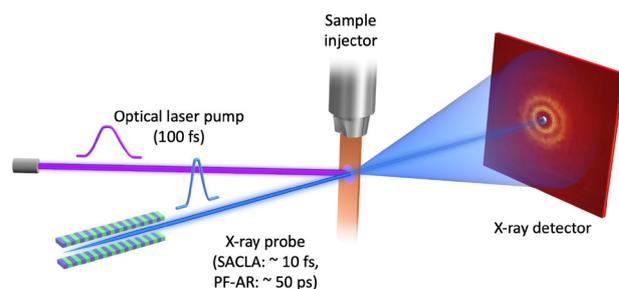


Figure 1 Schematic of time-resolved X-ray solution scattering at the storage ring and the XFEL facilities.

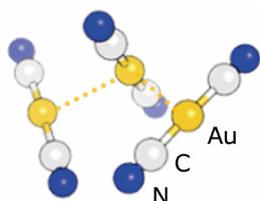


Figure 2 Schematic of $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ trimer.

4. 分子生成過程の可視化

4-1. 金原子間構造と結合性質の光誘起変化

試料の光励起後のX線溶液散乱の差分信号を時間分解計測した結果を Fig. 3 に示す。この図はレーザー光と放射光の遅延時間をマイナス 800 フェムト秒（励起前の参照時刻）から 300 ナノ秒まで系統的に変化させたときの一連の散乱差分信号の時間変化を示しており、遅延時間マイナス 800 フェムト秒から 100 ピコ秒までの速い時間域については SACLA で、遅延時間 100 ピコ秒から 300 ナノ秒までの時間域については PF-AR で計測し、両施設で計測したデータを遅延時間 100 ピコ秒で接続した。

次にこのX線散乱の差分信号の数値演算後にフーリエ変換することによって得られる動径分布関数の時間変化を Fig. 4 に示す。励起前のマイナス 800 フェムト秒から 100

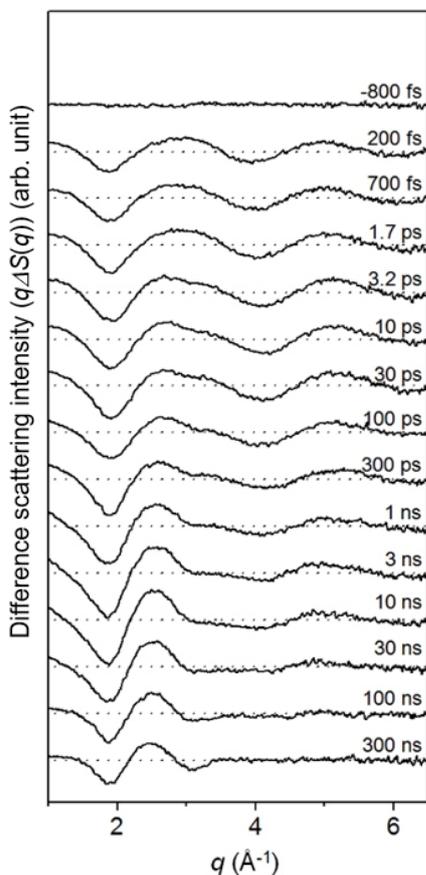


Figure 3 Experimental difference scattering curves, $q\Delta S(q,t)$, in the entire time range from -800 fs to 300 ns.

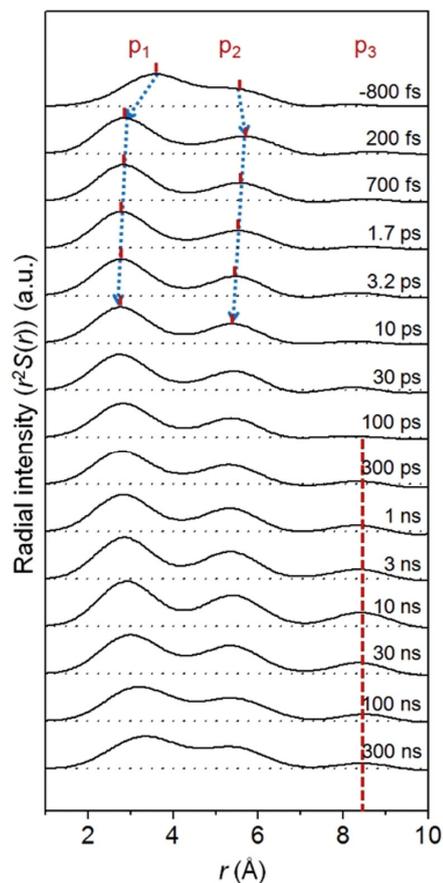


Figure 4 Radial distribution functions, $r^2S(r)$, obtained by sine-Fourier transformation of $q\Delta S(q)$ after subtracting solvent contributions.

ピコ秒の時間域では、第一近接 (P1) および第二近接 (P2) の金 - 金原子間距離に由来するピークが明瞭に観測されている。励起前マイナス 800 フェムト秒では、約 3.5 Å 付近に第一近接ピーク位置が観測され、金原子間の親和性に特有の弱い相互作用を反映した金 - 金原子間距離となっている。励起後 200 フェムト秒では、第一近接ピーク位置が 2.8 Å 付近にシフトしていることから、レーザー光照射により励起された電子が結合性軌道に占有されて、金 - 金原子間に強固な共有結合が生じたことを明確に示している。第一近接ピークの線幅を励起前後で比較すると、励起後では線幅が狭くなっており、励起前は弱い相互作用で結合していたものが、励起後に強い共有結合が形成されたことが分かる。一方、300 ピコ秒以降 10 ナノ秒にかけて新たに出現する第三近接 (P3) ピークは、四量体が生成していることを示す直接的な証拠であり、この構造変化が過渡的な発光色変化の起源である。

4-2. 分子生成過程に観測される複雑な構造変化

Fig. 4 の結果を元にして、一連の動径分布関数に対し特異値分解 (Singular Value Decomposition: SVD) 法を適用し、詳細な反応中間体の構造解析を行った (Fig. 5)。さらに各動径分布関数に対して、それぞれの金 - 金間結合距離をパ

ラメータとして構造精密化を行うことにより、基底状態構造と3つの反応中間体構造 (Fig. 6) を決定した。

Fig. 6をみると、まず三量体の基底状態 (S_0) は屈曲した分子構造を持っていることがわかる。また、これまで、過渡吸収差分スペクトルのDFT計算による解釈から屈曲構造を取ることが示唆されていた、励起直後に生成される中間体 T_1' は、動径分布関数の第二近接ピークの位置 (5.63 Å) が、第一近接ピークの位置 (2.81 Å) のちょうど2倍になっていることから、既に直線状の分子構造へと変化していることが分かった。その後、1.6ピコ秒の寿命で T_1' は消失し、新たに中間体 T_1 が生成する。 T_1' と T_1 の構造変化は、第一近接ピークは2.81 Åから2.70 Åへ、第二近接ピークは5.63 Åから5.41 Åへと短くなり、三量体分子は直線状を保ったまま、分子結合距離が4%程度短くなり、よりコンパクトな分子へと変化する。この構造変化

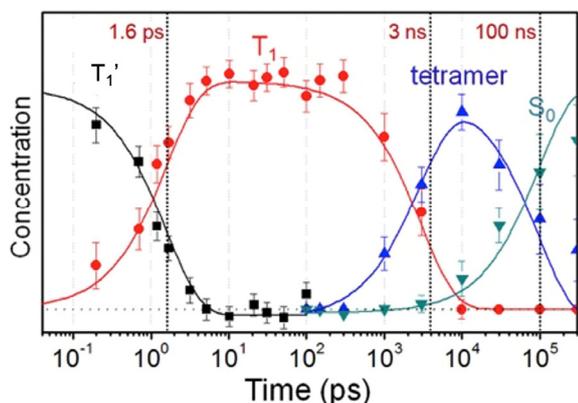


Figure 5 Time-dependent concentrations of the four states and their transition kinetics. The name of each species is indicated above each trace.

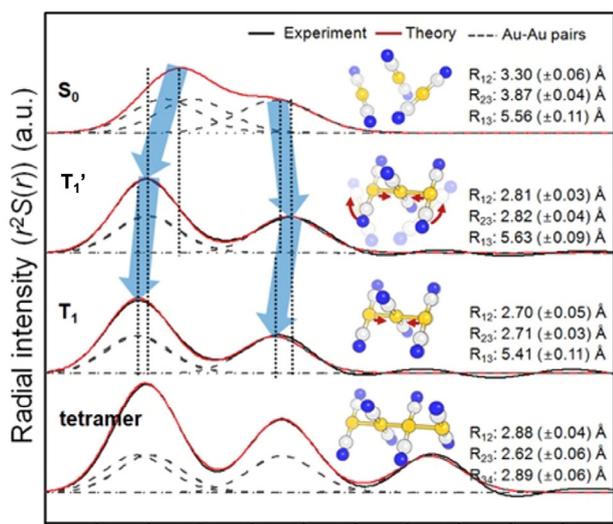


Figure 6 Species-associated RDFs of the four structures obtained from the SVD and PCA analyses and their fits using model structures containing multiple Au-Au pairs. As fitting parameters, we considered three Au-Au pairs for S_0 , T_1' , and T_1 state and six Au-Au pairs for tetramer.

から、金原子に配位したシアニオン隣の隣接分子間における立体障害は、ピコ秒オーダーで解消されることが示唆される。この後、3ナノ秒の時間スケールにおいて、励起状態の三量体分子は溶液中の単量体と衝突して四量体 (tetramer) 分子になる。この時間スケールは溶液濃度で説明できるため、 T_1 から tetramer への反応は拡散律速反応であると言える。

5. 波束振動の軌跡追跡による反応経路の可視化

5-1. タイミング計測による時間分解能の向上

ここまでは蓄積リングの放射光とXFEL光を相補的に利用することで、ピコ~ナノ秒の幅広い時間スケールにおいて、有限の寿命を持つ準安定構造の可視化を行ってきた。しかし、パルス幅約10フェムト秒のXFELの性能を極限まで利用すると、アト秒スケールで電子状態が光励起された後、その電子状態変化を感じて原子が動き出す瞬間を観測することができる。XFELの繰り返し周波数は数十Hzと比較的遅いため、アライバル・タイミング・モニター (Arrival Timing Monitor) 法という計測手法を用いて1ショット毎にサンプルに入射する励起レーザーとX線のタイミングを計測する事が可能であり、得られたデータを時間軸で規格化すると100フェムト秒以下の実験時間分解能を得ることができる。ここでは光によって原子が動き出す瞬間から、分子に内在する分子振動を介して結合が形成されていく様子について解説する。

5-2. 波束振動の軌跡

分子振動は、反応座標に沿った原子の動きをもたらすため、化学反応の進行に重要な役割を果たしていると考えられており、反応ダイナミクスを解釈する際の重要なパラメータとして議論されている。フェムト秒時間分解実験では、超短パルスレーザーによって、分子振動のコヒーレントな重ね合わせ、すなわち波束振動が生成される。その波束の運動は、分子のダイナミクスを記述する際にも用いることができる。

5-3.3 原子分子生成過程における反応経路

反応座標に沿った波束振動の時間発展 (すなわち軌跡) は、計算または想像上のポテンシャルエネルギー表面 (PES) 上に描かれるのが一般的だが、多次元核座標で記述しなければならないような多原子分子の場合、実験的にそのような波動振動の軌跡を追跡することは容易ではない。実際、ほとんどの実験的研究において、波束振動は実際の時間に依存した位置ではなく、通常モードで近似された周期的な運動の周波数として解釈されている。そのため、単純な多原子分子である3原子分子でさえ、波束振動の軌跡は実験的に測定されていない。例えば、 $A-B + C \rightarrow A + B-C$ という、3つの原子と2つの共有結合を含む、ありふれた二分子反応は、多くの教科書において R_{AB} と R_{BC} の2つの核座標による反応経路 (Fig. 7a) で示されているが、この反応経路を実験的に観測した例は今まで

無かった。ここで、 $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ 三量体における光誘起結合形成は、3章で述べたように金三量体錯体が3つの金原子からなる3原子分子として近似できるため、3つの原子と2つの結合が関与するもう1つのタイプの単純な反応、 $\text{A} + \text{B} + \text{C} \rightarrow \text{A-B-C}$ を研究するための優れたモデル系となる。

$\text{A} + \text{B} + \text{C} \rightarrow \text{A-B-C}$ の反応における、3つの軌道の候補をFig. 7bに示す。この図において、軌道の始点はフランク・コンドン (FC) 領域と呼ばれ、光によって電子系は励起されているが原子は動き出す前の状態であり、基底状態と同じ構造を持つ (Fig. 7bにおける "Reactants" の座標位置)。そのため、基底状態での平衡構造は、励起状態でのFC領域の位置を決定し、FC領域で生成される励起状態の波束は、3つの原子と2つの結合を含む反応の反応物 ($\text{A} + \text{B} + \text{C}$) と考えることができる。この波束振動は、2つの等価な共有結合である Au-Au 結合を持つ生成物 (A-B-C) である T_1' の平衡構造に向かって移動する (Fig. 7bにおける "Products" の座標位置)。Fig. 7cの左に示した Reactants 構造のように、FC領域が、 R_{AB} が R_{BC} よりも短い位置にある場合、FC領域と T_1' の平衡構造を結ぶ最短経路は、協奏的な結合形成に対応する経路2である。また、他の経路も考えられる。例えば、経路1と経路3のように、2つの共有結合が時間的に順次形成される (つまり非同期的に形成される) 場合である。経路1と経路3の違いは共有結合の形成順序であり、経路1はAとBの間の共有結合が先に形成される経路、経路3はBとCの間の結合が先に形成されるもう一つのケースである。FC領域の位置や、協奏的または非協奏的な結合形成の候補の中から反応経路を決定するためには、多次元 PES 上でFC領域から出発した波束振動の初期運動を直接観察する必要がある。

Fig. 8aは、-1ピコ秒から2.2ピコ秒までの光励起前後の差分散乱カーブを2次元プロットした図である。Fig. 3

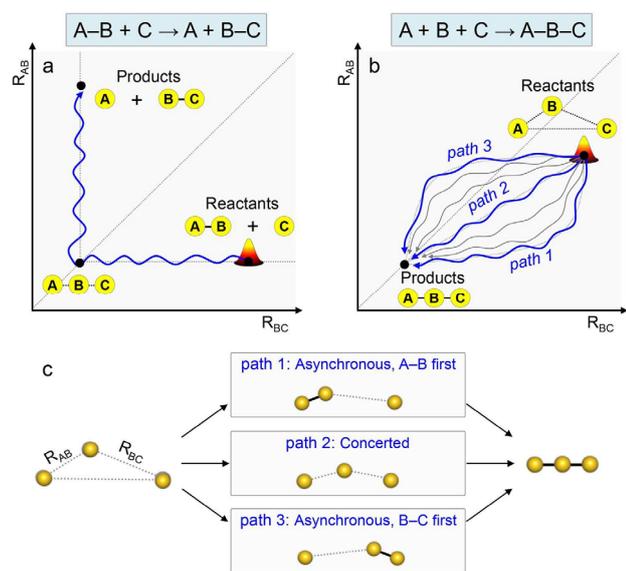


Figure 7 Schematic of reaction mechanisms for reactions involving three atoms and two bonds.

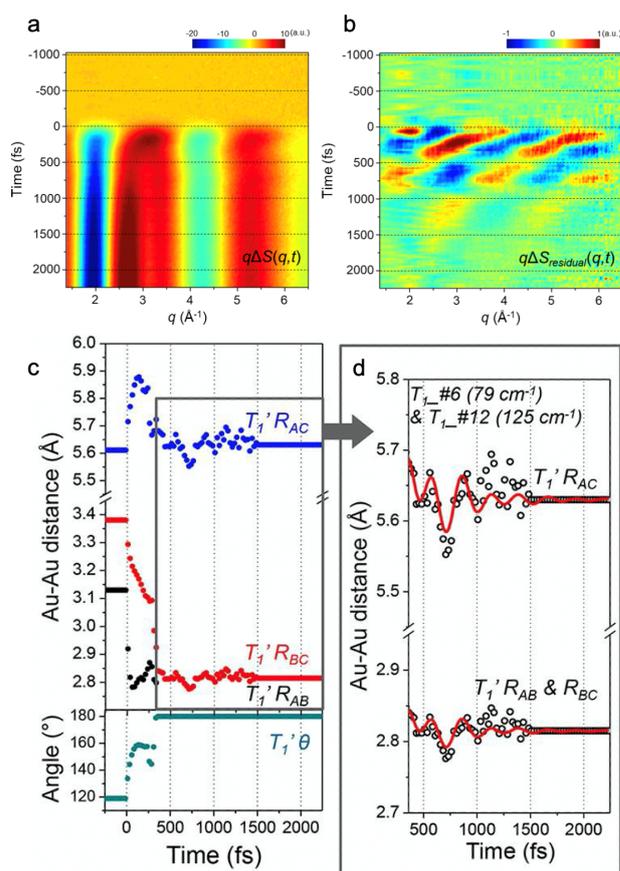


Figure 8 (a) The difference scattering curves. (b) The residual difference scattering curves created by removing the transition dynamics from T_1' to T_1 and the contribution of solvent heating from (a). (c) Time-dependent Au-Au distances, $R_{AB}(t)$, $R_{BC}(t)$, and $R_{AC}(t)$, and Au-Au-Au angle, θ , of T_1' . (d) Magnified views of the late time range (> 360 fs).

の時間分解能を上げ、25フェムト秒ステップで示した図である。この時間領域では、Fig. 5で示したように、光励起結合形成による S_0 から T_1' への構造変化と、 T_1' から T_1 への構造緩和 (寿命: ~ 1 ピコ秒) が起きる。この中に存在する波束振動の軌跡を抽出するために、Fig. 8aからSVD法により「 $T_1' - T_1$ の構造緩和成分」と「溶媒の熱膨張成分」を抽出し、それら成分をFig. 8aから差し引いた図を差分残差散乱カーブとしてFig. 8bに示す。Fig. 8bでは縞状のパターンが観測できるが、これが時間に依存した波束振動位置の変化を表している。すでに分かっている S_0 , T_1' , T_1 の構造を使いDFT計算によって内在する振動モードを解析すると、Fig. 8bで観測されるパターンは S_0 と T_1' における波束振動成分を重ね合わせると説明できることがわかった。よって本実験における波束振動成分は、励起状態のみならず、基底状態にも起因している。そこで、各時間点において励起状態、基底状態における各3つの金原子間距離をパラメータとしてグローバル・フィッティング解析を行った。ここでは紙幅の都合上、励起状態の波束振動と、その軌跡について詳しく解説していく (基底状態の波束振動成分については、引用論文 [12] を参照

のこと)。Fig. 8cに、構造解析から得られた構造パラメータ R_{AB} , R_{BC} , R_{AC} , Au-Au-Au角 (θ) の時間変化を示した。これらの構造パラメータの時間変化から、波束振動の軌跡を、 R_{AB} vs. R_{BC} vs. Au-Au-Au角度 (θ) という多次元核座標で再構成することができ、金三量体の3つのAu原子の相対的な位置を理論計算に頼ることなく、純粋に実験データに基づいて記述することができる。

5-4. 非同期的な結合形成

波束振動の軌跡は、(i) 初期の時間帯 (< 360 フェムト秒) における、FC領域から始まる T_1' の PES 上での波束振動の初期運動と、(ii) 後期の時間帯 (> 360 フェムト秒) における、 T_1' の平衡構造の周りでの調和振動、といった2つの時間領域で記述することができる。初期の時間帯 (< 360 フェムト秒) では、波束振動が PES 上を移動し、平衡構造に近づく。まず、結合形成の反応メカニズムを調べるために、共有結合の形成と、屈曲から直線への構造変化の進行に対する初期の波束振動の動きを調べた。具体的には、Fig. 9a に示すように、励起状態の波束は、FC領域 ($R_{AB} = 3.13 \text{ \AA}$, $R_{BC} = 3.38 \text{ \AA}$, $\theta = 119^\circ$) で波束が生成され、 T_1' の PES 上を移動して T_1' の平衡構造 ($R_{AB} = 2.82 \text{ \AA}$, $R_{BC} = 2.82 \text{ \AA}$, $\theta = 180^\circ$) へと向かう。 T_1' の励起状態の波動振動は、 θ の座標に沿って、FC領域 ($\theta = 119^\circ$) から始まり、335 フェムト秒で平衡状態の T_1' ($\theta = \sim 180^\circ$) に到達して、屈曲から直線へ構造変化する。共有結合形成の進行状況は、Fig. 9b に示すように、励起状態の波束の軌跡を R_{AB} - R_{BC} 平面に投影することで、より明確に可視化することができる。励起状態の波束の軌跡を見ると、2つの共有結合の形成は、協調的かつ同期的には起こらないことがわかる (例えば、Fig. 7b の経路2)。それどころか、 R_{AB} は 35 フェムト秒で平衡状態の T_1' の共有結合の長さ (2.82 \AA) まで急速に減少し、60 フェムト秒ではさらに短くなって、軌道全体で最小の長さに達する。この初期の軌跡は、FC領域の PES の形状が、 R_{BC} 軸よりも R_{AB} 軸に沿って急峻になっていることを示している。その後、 R_{BC} は減少し続け、 R_{AB} は 97 cm^{-1} の周波数で平衡結合長の周りを振動し、最終的に R_{BC} が 360 フェムト秒で平衡結合長に達することから、非同期的な結合形成のメカニズムが裏付けられた。具体的には、基底状態の短い Au-Au 対で共有結合が早く形成されており、Fig. 7b に示した経路1の軌跡のように反応が進行していることがわかる。

5-5. 結合形成を媒介する対称伸縮モード

また、 R_{BC} の時間的变化は R_{AB} の時間的振動と相関していることも理解できる。0 フェムト秒から 60 フェムト秒の間に R_{AB} は 0.35 \AA , R_{BC} は 0.16 \AA , それぞれ急速に減少している。一方、60 フェムト秒から 260 フェムト秒までの時間領域では R_{AB} は 0.09 \AA , R_{BC} は 0.16 \AA 増加した。つまり R_{BC} の減少率は、それ以前の時間帯に比べてはるかに低い。その後 260 フェムト秒から 360 フェムト秒にかけて R_{AB} は 0.03 \AA , R_{BC} は 0.25 \AA 減少し、 R_{BC} の減少率は初期

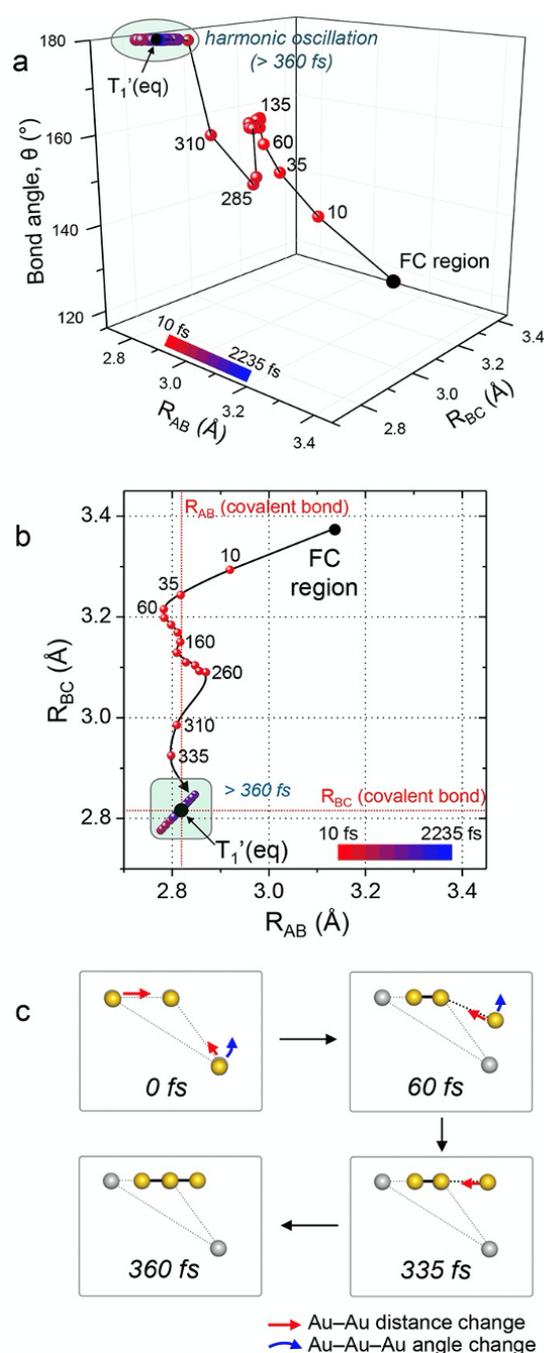


Figure 9 Trajectories of the excited-state wave packets determined from TRXSS data.

値に戻った。この R_{AB} と R_{BC} の正の相関は、金三量体の対称的な伸縮モードの振動が結合形成を媒介していることを示している。 T_1' の PES 上での初期波束振動の動きに伴う金三量体複合体の詳細な構造変化を Fig. 9c にまとめた。

5-6. 直線平衡構造周りにおける調和的な振動

波束振動は後半の時間帯 (> 360 フェムト秒) で平衡構造の周りを振動している。Fig. 8d に、360 フェムト秒の時間遅延後の構造パラメータの時間的变化を示す。すべての構造パラメータは、平衡値の周りで単純に振動していることがわかる。後半の時間領域におけるこれらの振動を特

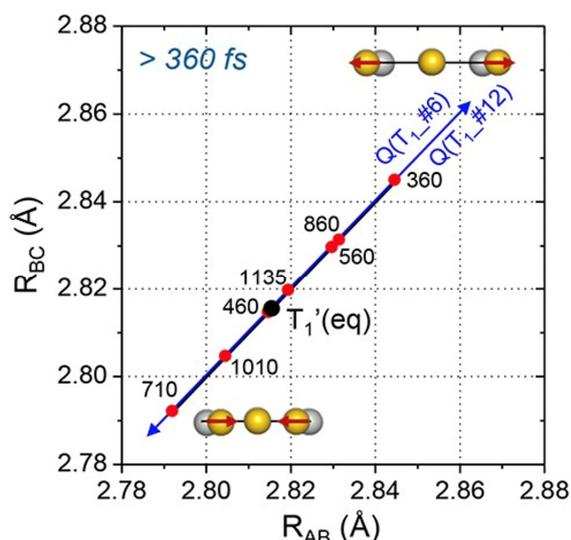


Figure 10 Harmonic oscillations of excited-state wave packets in the late time range.

徴づけるために、構造解析で得られた T_1' の $R_{AB}(t)$, $R_{BC}(t)$ および $R_{AC}(t)$ を、さまざまな振動ノーマルモードの組み合わせでフィッティングした。 T_1' では、Fig. 8d に示すように、 79 cm^{-1} と 125 cm^{-1} の周波数を持つ2つの対称的な伸縮モードの和が、Au-Au 距離の時間的変化に満足のいくフィットを与える。したがって、 79 cm^{-1} と 125 cm^{-1} の周波数を持つ2つの振動は、 T_1' の2つの対称的な伸縮モード、 $T_{1_#6}$ (理論周波数 = 63 cm^{-1}) と $T_{1_#12}$ (理論周波数 = 92 cm^{-1}) にそれぞれ割り当てられた。

後半の時間領域 (> 360 フェムト秒) における T_1' の波束振動の軌跡を、 R_{AB} 対 R_{BC} の核座標で Fig. 10 に示す。平衡構造からの波束振動の変位は、活性化された振動モードの2つの法線座標 ($T_{1_#6}$ と $T_{1_#12}$) に沿った構造変化の総和で表される。Fig. 10 に示すように、波束振動は、活性化された振動モードの法線座標に対して振動し、最終的には振動が干渉し合い、互いにキャンセルして平衡構造に近づく。したがって、後半の時間領域では、波束振動が、平衡構造の周りで調和的な振動をしていると結論づけることができる。ここで重要なことは、X線溶液散乱の信号には、振動モードの振動数と原子レベルの動きのパターンの情報が含まれているため、波束振動の動きによって現れたこれらの調和振動は、特定の通常モードに明確に割り当てることができるということである。

5-7. 結合形成過程の X 線分子動画

第5章で説明してきた内容の X 線分子動画は YouTube の KEK チャンネルにアップロードされている (Fig. 11)。ぜひ図中の QR コードからアクセスして頂きたい。「百聞は一見に如かず」のことわざのように、光励起によって原子が動き出す瞬間から、分子に内在する分子振動を介して結合が形成されていく様子が、一見で分かりやすく理解して頂けると思う。

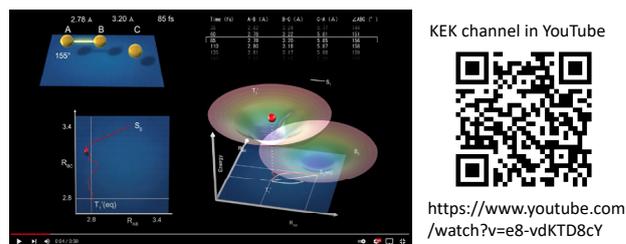


Figure 11 X-ray molecular movie of the bond formation process (<https://www.youtube.com/watch?v=e8-vdKTD8cY>).

6. おわりに

本研究では蓄積リング光源と XFEL 光源を相補的に利用することで、フェムト〜ピコ〜ナノ秒の幅広い時間スケールで、ジシアノ金錯体の光反応における構造変化の全貌を可視化した [10,12]。実際に得られた構造変化は、これまで考えられてきたものとは異なり、光によって共有結合が形成されると三量体は直ちに強固な直線構造になることがわかった。さらには、 $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ 三量体の波束振動の軌跡をリアルタイムで追跡した。その結果、光励起された $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ 三量体の反応機構が、3つの核座標に沿って直接的に可視化され、光化学反応の進行に参与する分子振動が、これまでにない高い精度で同定された。本研究では、結合形成反応を駆動する振動運動について、反応の機構的な要素を正確にタイミングよく捉えることで、詳細な反応メカニズムの理解を可能にしている。

本研究では、原子散乱因子が大きい金原子の運動のみをモニターしたが、原理的には、炭素や窒素などの軽い原子の運動を可視化することも可能である。PF-AR におけるサブ MHz オーダーの高繰り返し放射光源や、LCLS-II HE のような次世代の高周波数 XFEL 光源を用いることで、より高効率な測定が可能になれば、軽元素を含んだ動的構造解析も盛んに実施されてくると考えられる。化学反応式において分子の「結合」や「解離」といった過程は、これまで形式的に矢印一つで記述されてきた。本測定手法をこれらの観測に応用することで、今後は隠れた中間状態が可視化され、光反応経路設計に活かされることが期待される。

7. 謝辞

本研究は、韓国 KAIST, IBS の Hyotcherl Ihee 教授の研究グループ、国立研究開発法人理化学研究所の石川哲也センター長、矢橋牧名グループディレクター、佐藤亮洋博士 (現・SLAC)、(公財) 高輝度光科学研究センターの片山哲夫博士、登野健介博士、富樫格博士らとの共同研究である。また本研究は、KEK 放射光共同利用実験 (2011G655, 2012G778, 2012G779), SACLA 重点戦略課題 / 一般課題 (2016A8035, 2016A8055, 2016B8056, 2016B8073, 2017A8043, 2017A8053, 2017B8029), 文部科学省 X 線自由電子レーザー重点戦略研究課題, JST さきがけ「光エネルギーと物質変換」, 科学研究費助成事業 (25107527, 26102014, 15H00890, 17H06141, 17H06438, 19H05782)

の支援を受けて実施された。本研究の測定は、PF-ARのNW14AとSACLAのBL3(EH2)において行った。両施設の光源・ビームラインのスタッフ、関係者に深く御礼申し上げます。

引用文献

- [1] P. L. Houston, "Chemical Kinetics and Reaction Dynamics", Dover Publications (2001).
- [2] 足立伸一, 田中義人: 増補版 放射光ビームライン光学技術入門 第12章 光の時間構造を使う (日本放射光学学会 大橋治彦, 平野馨一編, 2013) 283.
- [3] H. Ihee, M. Lorenc, T. K. Kim, Q. Y. Kong, M. Cammarata, J. H. Lee, S. Bratos, and M. Wulff, *Science* **209**, 1223 (2005).
- [4] T. Ishikawa, H. Aoyagi *et al.*, *Nature Photon.* **6**, 540 (2012).
- [5] K. H. Kim, J. H. Lee, J. Kim, S. Nozawa, T. Sato, A. Tomita, K. Ichianagi, H. Ki, J. Kim, S. Adachi, and H. Ihee, *Phys. Rev. Lett.* **110**, 165505 (2013).
- [6] M. A. Rawashdeh-Omary, M. A. Omary, H. H. Patterson, and J. P. Fackler, *J. Am. Chem. Soc.* **123**, 11237 (2001).
- [7] M. Iwamura, K. Nozaki, S. Takeuchi, and T. Tahara, *J. Am. Chem. Soc.* **135**, 538 (2013).
- [8] S. Nozawa, S. Adachi, S. Koshihara *et al.*, *J. Synchrotron Rad.* **14**, 313 (2007).
- [9] K. H. Kim, H. Ki, K. Y. Oang, S. Nozawa, T. Sato, J. Kim, T. K. Kim, J. Kim, S. Adachi, and H. Ihee, *ChemPhysChem*, **14**, 3687 (2013).
- [10] K. H. Kim, J. G. Kim, S. Nozawa, T. Sato, H. Ihee, and S. Adachi *et al.*, *Nature* **518**, 385 (2015).
- [11] S. H. Sohn, W. Heo, C. Lee, J. Kim and T. Joo, *J. Phys. Chem. A* **123**, 6904 (2019).
- [12] J. G. Kim, S. Nozawa, S. I. Adachi, H. Ihee *et al.*, *Nature* **582**, 520 (2020).

(原稿受付日: 2021年10月18日)

著者紹介

野澤俊介 Shunsuke NOZAWA



高エネルギー加速器研究機構(KEK)・物質構造科学研究所, 総合研究大学院大学・高エネルギー加速器科学研究科・物質構造科学専攻, 准教授
〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
e-mail: noz@post.kek.jp
略歴: 2002年東京理科大学理学研究科物理学専攻博士課程修了, 2002年

名古屋産業科学研究所研究補助員, 2003年KEK物構研研究機関研究員, 2004年科学技術振興機構ERATO腰原非平衡ダイナミクスプロジェクト研究員, 2009年KEK物構研特別助教, 2012年KEK物構研准教授。理学博士。

最近の研究: 人工光合成系における光励起状態

足立伸一 Shin-ichi ADACHI



高エネルギー加速器研究機構 理事,
総合研究大学・高エネルギー加速器科学研究科・物質構造科学専攻, 教授
〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
e-mail: shinichi.adachi@kek.jp

略歴: 1992年京都大学大学院工学研究科分子工学専攻博士課程終了, 1992年日本学術振興会特別研究員(高エネルギー物理学研究所), 1993年理化学研究所生体物理化学研究室研究員, 2003年KEK物構研助教授, 2010年KEK物構研教授, 2021年KEK理事。博士(工学)。
最近の研究: 光化学反応の構造可視化

放射光でついに見えた磁気オクタポール ～熱を電気に変える新たな担い手～

2021年9月22日
東北大学金属材料研究所
東北大学大学院理学研究科
東北大学国際放射光イノベーション・
スマート研究センター
高輝度光科学研究センター
高エネルギー加速器研究機構
京都大学複合原子力科学研究所
東京大学大学院理学系研究科

■概要

物質中の電子が持つスピンを起源とする高い熱電変換効率や大きな異常ホール効果は、これまで電子スピンの揃った状態でのみ起こると考えられてきました。その一方で、スピンの互いに打ち消し合うように整列した反強磁性と呼ばれる状態でも、大きな効果が報告されており、スピンは打ち消し合っているにも関わらず、何らかの状態が打ち消し合わずに向きを揃えていると考えられていました。これは、「磁気八極子」として理論的に予測されていましたが、実験的には検出されていませんでした。

東北大学金属材料研究所の木俣基准教授、野尻浩之教授と高輝度光科学研究センター（JASRI）の雀部矩正博士研究員、小谷佳範主幹研究員、横山優一博士研究員、東北大学大学院理学研究科の栗田謙亮大学院生、是常隆准教授、物質・材料研究機構の山崎裕一主幹研究員、高エネルギー加速器研究機構（KEK）物質構造科学研究所の中尾裕則准教授、雨宮健太教授、京都大学複合原子力科学研究所の田端千紘助教、東京大学大学院理学系研究科の中辻知教授、東北大学国際放射光イノベーション・スマート研究センターの中村哲也教授らの研究グループは、磁石のミクロな起源である電子スピンの互いに打ち消しあう反強磁性と呼ばれる状態の中に潜んだ「磁気八極子（磁気オクタポール）」を放射光X線実験から明らかにしました。

今回検出された磁気八極子は、従来のスピンよりも高速制御が可能で、スピントロニクスデバイスなどの大幅な高速化にも貢献すると期待されています。本研究の成果は新規なスピントロニクスや熱電変換機能を生み出す起源を探る新たな手法の提案であるとともに、放射光を用いたX線磁気分光や共鳴X線散乱の新たな可能性を拓くものです。

本成果は2021年9月22日10:00（英国時間）に、Nature Communications 誌にオンラインで公開されました（この記事の続きは <https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/09/PR20210922r.pdf> をご覧ください）。

極めて安定な天然赤色色素を分解できる バクテリアを発見 ～新たな糖代謝酵素の同定～

2021年9月30日
筑波大学
高エネルギー加速器研究機構

■概要

カルミン酸は、コチニールカイガラムシという甲虫の一種が作る天然の赤色色素で、食品や化粧品、医薬品の着色に広く利用されています。この色素は、糖が炭素-炭素（C-C）結合した化合物群 C-配糖体の一つで、その C-C 結合は極めて安定なため、自然環境中でどのように分解されているのかは不明でした。

本研究では、筑波大学周辺の土壌から、カルミン酸を分解するバクテリアを発見しました。このバクテリアは、まずカルミン酸の糖を酸化し、その後、C-C 結合を分解します。その際の酸化反応を触媒する酵素を同定し、CarA と名付け機能解析を行いました。

CarA は、糖を酸化する酵素のグループに属し、C-配糖体を基質とする新規な酵素でした。また、CarA 以外に、別のバクテリアから遺伝子クローニングした2種類のホモログ（複数の生物種で類似する）酵素についても、同様の働きが見られることを明らかにしました。データベース検索により、さまざまな微生物が CarA ホモログを有することが判明し、C-配糖体代謝において、C-配糖体3'-オキシダーゼ（CarA ホモログ）による糖の酸化が、初発反応として広く一般的に見られることが示唆されました。さらに、これらのホモログ酵素の一つについてのX線結晶構造解析により、このC-配糖体3'-オキシダーゼの反応機構が立体構造に基づいて提唱されました。

今後、他の代謝酵素も同定することにより、C-配糖体代謝の全容を解明していく予定です（この記事の続きは <https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/09/PR20210930.pdf> をご覧ください）。

昆虫のさやばね内部に十字型の影をもつ球 晶構造を発見

2021年10月5日
筑波大学
高エネルギー加速器研究機構

■概要

タマムシやオサムシ、コガネムシなど昆虫の外骨格は美しい構造色（微細構造によって光の干渉や散乱が生じて発

色する現象)を示します。これは、主としてさやばねが、らせん構造をもつコレステリック液晶のような規則的な構造を持つことに由来します。このような材料は、柔らかさと固さを併せ持っており、さらに表面は、虹色に輝いたり、金色もしくはエメラルドグリーン of 金属反射が見られたりすることから、生体模倣材料などへの応用も期待されています。

本研究では、外骨格を有する昆虫であるカナブン類のさやばねについて、透過型および反射型の顕微鏡観察を同時に行い、構造を調べました。その結果、さやばね内部に、表面の構造色の反射だけでなく、マルターゼクロスと呼ばれる十字型の影をもつ球状の構造(球晶)を発見しました。昆虫においてマルターゼクロスが観察された報告は、本研究が初めてとなります。この構造は、オサムシの場合、整然と列をなして並んでいます。タマムシでは、不規則に存在しています。また、コメツキムシでは楕円上のマルターゼクロスの配列がみられました。これは、甲虫の種類に応じて、同様の液晶性構造からマルターゼクロスを形成したためだと考えられます。つまり、この現象は、タマムシやオサムシ、コメツキムシが同じ種類の生物から進化したことと関わっている可能性があります(この記事の続きは<https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/10/pr20211005.pdf>をご覧ください)。

岡山県産鉱物「逸見石」が示す新奇な磁性特徴的な結晶構造が量子力学的なゆらぎを生み出す

2021年10月18日

東北大学

岡山大学

東京工業大学

高エネルギー加速器研究機構

福井大学

神奈川県立産業技術総合研究所

■概要

我が国ではこれまで140種類を超える多くの新鉱物が発見されていますが、サンプルの稀少さから、固体物理学の視点で物性研究をした例は多くありません。東北大学多元物質科学研究所 山本孟助教、坂倉輝俊助教、木村宏之教授らの研究グループは、岡山県高梁市布賀鉱山で産出する逸見石が量子力学的なゆらぎの強い磁性体であることを、放射光や理論計算、極低温物性測定を用いて発見しました。高い精度で結晶構造を解析できる放射光X線回折により、逸見石が従来の報告とは異なる結晶構造を持つことが明らかとなりました。今回決定した結晶構造と理論計算から、逸見石は量子力学的なゆらぎが強く現れる磁気スピン格子の性質を持つことが分かりました。この発見は、稀少さのために磁性研究の舞台に上がることが少なかった「日本産新

鉱物」に注目するという、新しい視点を持った研究成果です。

本成果は2021年10月13日(米国時間)にPhysical Review Materials誌でオンライン公開されました(この記事の続きは<https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/10/pr20211018.pdf>をご覧ください)。

金属が破壊する瞬間に出現する不思議な原子配列を発見

2021年10月27日

高エネルギー加速器研究機構

■概要

大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構(KEK)物質構造科学研究所の丹羽尉博技師、高橋慧博士研究員、一柳光平研究員、阿部仁准教授、木村正雄教授、European XFEL 佐藤篤志 シニア・サイエンティストからなる研究グループは、レーザー衝撃による金属銅の破壊に伴う原子構造の変化を、放射光を用いたX線吸収分光とX線回折を併用して調べ、破壊する瞬間に不思議な原子配列が出現することを初めて見いだしました。

レーザー照射された銅は時間とともに、(i)弾性変形(時間 $t=0\sim 20$ ナノ秒)、(ii)塑性変形($t=20\sim 50$ ナノ秒)を経て、(iii)近接する原子間の構造は大きく乱れているのに、数100個の原子列全体では結晶の特定方位での配列が揃っているという不思議な原子配列状態("short-range-disorder-only" stateと命名)($t=50\sim 320$ ナノ秒)が出現し破壊に至ることが本研究により明らかになりました。

本研究のアプローチ法および得られた情報は、社会インフラ構造材料として信頼性が求められる金属系材料の破壊メカニズムの理解と制御に重要な知見を与える(工学的重要性)とともに、従来の材料科学分野ではほとんど例の無い不思議な原子配列状態("short-range-disorder-only" state)を見いだした(学術的重要性)という両面で今後の展開が期待できます。

この研究成果は、10月26日にMaterials Science & Engineering Aに掲載されました(この記事の続きは<https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/10/pr20211027.pdf>をご覧ください)。

新しい半導体物質「硫化ホウ素シート」の生成に成功

2021年10月28日

筑波大学

東京工業大学

高知工科大学

東京農工大学

名古屋大学

高エネルギー加速器研究機構

■概要

硫化ホウ素シートは、ホウ素と硫黄から構成される原子4層の厚みの二次元状に広がった物質で、優れた熱電特性や水素吸蔵特性を示すことが理論的に予測されていました。しかしながら、これまでに実際に合成あるいは観測された報告はありませんでした。本研究では菱面体硫化ホウ素という層状の物質の表面を剥離することにより、硫化ホウ素シートの生成に成功しました。

分析の結果、この硫化ホウ素シートは、ホウ素と硫黄が共有結合した半導体であり、このシートを重ね合わせることで、バンドギャップが最大で1.0 eV（エレクトロンボルト）程度変化することが分かりました。これは、太陽電池やトランジスタなどの電子デバイス部品や、光触媒として用いる上で重要な特性です。さらに、電子の有効質量が軽いという性質を持ったn型半導体であることが計算により示されました。

今後、理論予測されていた熱電材料や水素貯蔵材料としての応用に加え、電子デバイスの半導体部品としての利用や、光触媒としての応用、光に反応するセンサー材料など、幅広い分野への展開が期待されます（この記事の続きは <https://www.kek.jp/wp-content/uploads/2021/10/pr20211028.pdf> をご覧ください）。

フォトンファクトリー同窓会主催「フォトンファクトリーの礎を築いた先生方を記念する講演会」開催報告

フォトンファクトリー同窓会事務局

8月28日(土)午後、フォトンファクトリー同窓会主催で「フォトンファクトリーの礎を築いた先生方を記念する講演会」がオンライン形式で開催されました。最初に太田俊明先生司会のもと、この講演会に先立って午前中に開催されたフォトンファクトリー同窓会における規約制定と会長、副会長、幹事の選出に関して2019年のフォトンファクトリー同窓会発足時からの代表世話人雨宮慶幸先生から説明がありました。今後は、共同利用者を含む広くフォトンファクトリーに関わった方々や同窓会活動に賛同していただける方などへのフォトンファクトリー同窓会への参加を呼びかけることになりました。同窓会役員は以下の先生方が選出されました(敬称略、五十音順)。

会長: 太田俊明

副会長: 雨宮慶幸, 北村英男, 齊藤芳男, 宮原恒昱

幹事: 加藤博雄, 小山篤, 佐々木聡, 設楽哲夫, 下村理, 中川敦史, 芳賀開一, 三国晃, 山崎裕一

講演会のセッションI「フォトンファクトリー誕生の頃」では、太田俊明先生司会のもと、初代放射光実験施設長、初代三主幹の先生方のご功績、放射光に対する熱き思いやお人柄について、以下の4名の先生方のご講演がありました(敬称略)。

高良和武先生: 放射光実験施設・初代施設長(雨宮慶幸)
田中治郎先生: 放射光入射器研究系・初代主幹(榎本収志)
富家和雄先生: 放射光光源研究系・初代主幹(北村英男)
佐々木泰三先生: 放射光測定器研究系・初代主幹(宮原恒昱)

講演会のセッションII「フォトンファクトリーの現状と将来」では、雨宮慶幸先生司会のもと、船守展正放射光実験施設・施設長から放射光実験施設の現状と将来計画に関して、高橋嘉夫 PF ユーザーアソシエーション (PF-UA) 会長からは放射光実験施設への今後の期待に関してご講演がありました。

最後に新しくフォトンファクトリー同窓会会長に就任された太田俊明先生からフォトンファクトリー同窓会の今後の活動方針の説明、フォトンファクトリーの今後の活動に関する期待の言葉があり閉会となりました。



座長と講演者の先生方。
(上段左より) 太田先生, 雨宮先生, 榎本先生, 北村先生, 宮原先生, 船守放射光実験施設・施設長, 高橋 PF-UA 会長。

当日は、若手を含め100名以上の参加者があり、参加者一同、フォトンファクトリー誕生の頃の先生方の熱き思いを改めて心に刻むとともに放射光科学の発展に関して思いを新たにすることができました。

<https://www2.kek.jp/imss/notice/2021/08/241100.html>

Changing times in structural biology A personal view from a long-term fellow at KEK

Vincent Olieric
KEK Long-Term Invited Fellow

In November 2020, I was quarantined in my hotel in Narita as part of the prevention measures against COVID-19 when I read the news in the journal *Nature*: “It will change everything: (Google) DeepMind’s artificial intelligence (AI) makes a gigantic leap in solving protein structures”¹. Eight months later, on July 22, 2021, DeepMind and the European Molecular Biology Laboratory announced the AlphaFold² database—likely the most important contribution of AI to the advancement of science to date—giving researchers free and open access to ~365,000 protein structure predictions and making their algorithm available. Not only for individual proteins but machine learning systems also provide accurate predictions for both protein-protein complexes and nucleic acid structures.

What is certainly going to be transformative in structural biology arrives only a couple of years after the cryo-electron microscopy (cryo-EM) “resolution revolution”³. Structural biology is changing fast.

I entered the field of structural biology in 2001 at the onset of the dominance of macromolecular X-ray crystallography (MX) at synchrotron radiation as a tool for obtaining structural information of macromolecules. Since 2009, I have been in charge of the protein crystallography X06DA-PXIII beamline at the Swiss Light Source (SLS) at Paul Scherrer Institut (PSI), Switzerland, which just passed 2,000 entries in the Protein Data Bank (PDB). In 2021, I joined KEK as a long-term invited fellow in the Structural Biology Research Center (SBRC) group headed by Pr. Senda, aiming at preparing the future of X06DA-PXIII associated with the SLS2.0 upgrade, as well as training myself in cryo-EM.

Changing practice in structural biology

Knowledge of the structure of large biological molecules, crucial as their function depends on their 3D shape, is addressed by three main techniques. While nuclear magnetic resonance (NMR) is restricted to small macromolecules (< 40 kDa) and cryo-EM thus far limited to low-resolution structures, MX has been the leading method for the structural investigation of large molecules over the past decades. Instrumental in the success of MX were the constant technological advances at synchrotron beamlines to the point that many structures are nowadays generated within minutes in a fully automated manner. However,

cryo-EM has made revolutionary progress in recent years owing to tremendous developments in electron detectors and image processing. Without the need for crystals, cryo-EM single-particle analysis now provides high-resolution detail rather than molecular blobs and is growing as the method of choice for structure determination.

During my stay at KEK, I had the chance to practice and experience the power of cryo-EM by screening my samples at the TARA facility at Tsukuba University with help of Dr. Aramaki, at the SBRC cryo-EM facility with Dr. Adachi and Dr. Kawasaki, as well as by following Dr. Shinoda at the new cryo-EM facility in Hokkaido University. Seeing the donut shape structure of the small bacterial sliding clamp—my 81 kDa benchmark protein but also my very first crystallographic structure—on the electron micrographs was remarkable.

The end of the phase problem in crystallography?

The computation of electron density requires phases for the diffracted waves, but diffraction measurements only provide amplitudes—this is known as the “phase problem” in crystallography. With the growth of the PDB, molecular replacement (MR) was developed and became the predominant route to macromolecular structure determination. However, MR requires an accurate search model, so structures without homologs in the PDB were traditionally derived experimentally by finding the positions of heavy atoms that have been added or are intrinsically present in the macromolecules—the so-called experimental phasing method. At least, this was the situation before AlphaFold and the era of highly accurate structure prediction.

My colleagues at SLS and myself have developed experimental phasing at the beamline X06DA-PXIII over the past 10 years, with a particular interest in low energy. The method comes with its own challenges, especially for ways of dealing with absorption. How these have been addressed at X06DA-PXIII and BL-1A at the Photon Factory at KEK, headed by Dr. Matsugaki (Fig. 1) are very different, but triggered a long-term collaboration between the two teams.

Since 2012, we visited KEK on several occasions to evaluate the unique capabilities and incremental developments for low-energy experimental phasing at BL-1A, namely, 3.75 keV with helium atmosphere to reduce absorption, the mini-kappa goniometer for high-completeness measurements with true multiplicity, and the V-shape detector configuration to catch high-angle reflections. In addition, with the help of Dr. Hikita, we shaped crystals as spheres and cylinders using a deep-UV laser to reduce sample absorption. We later identified that the new PSI JUNGFRU detector, initially developed for X-ray



Figure 1 Dr. Matsugaki and his team adjusting the position of the PSI JUNGFRAU detector (BL-1A, Photon Factory, March 28, 2021)



Figure 2 Traveling in times of COVID-19 (ZRH-NRT, November 21, 2020)

free-electron laser (XFEL) applications, performs well at low energy and we were excited to validate our finding at BL-1A in Spring 2020.

The COVID-19 pandemic forced us to revise our plan on shipping the JUNGFRAU to KEK. The conditions to enter Japan became more stringent and I also had to give up on my attempt to come to KEK in the summer of 2020 for cryo-EM experiments. Japan finally reopened its borders on October 1, 2020, but for long-term VISA holders only. In the meantime, Dr. Wang, head of the MX team at PSI, had fully supported my plan for a 1-year stay at KEK, and together with my Japanese colleagues, we started the VISA application process—a daunting experience in the time of COVID. Here I want to thank the dedicated administrative support from Sukegawa-san and Zeniya-san from SBRC, Arimoto-san, and Katsuki-san from the KEK international office, as well as Sugaya-san from the user office.

In November 2020, my colleague Dr. Leonarski shipped the JUNGFRAU detector, a 323 kg package worth 677,920 CHF of equipment. With negative COVID PCR tests, my colleague Dr. Tomizaki and I traveled to Japan on an empty airplane (Fig. 2). After 2 weeks' quarantine, we started our beamtime at BL-1A with remote support from Switzerland—online communication tools imposed by the pandemic are here to stay. Thanks to the generous commissioning beamtime, we kept the JUNGFRAU at BL-1A for an additional 6 months! Overall, the experiments were very successful as we could solve many crystal structures experimentally. In August 2021 however, we found out that all those structures could also be solved by MR with AlphaFold generated models—for us, the impact of structure predictions with AlphaFold was immediate.

Structural biology in the era of structure prediction

Computational methods are expected to play a major role now that structure predictions have reached the accuracy of experimentally determined models. They will ease solving structures, by facilitating at the front-end crystallization with the design of stable protein constructs, and at the back-end by helping MR and model building. But how long will researchers still attempt to determine structures experimentally, independent of the method used? These advances are going to transform structural biology and broader life science research similarly to the release of the human genome sequence 20 years ago. We are entering an era where every biologist is a structural biologist.

The future of MX is certainly worth thinking about at the time where most synchrotrons around the world upgrade to fourth-generation designs. Crystallography remains highly suited to yield precise atomic coordinates of macromolecules under a few hundred kDa in size and facilitate the development of new therapeutics. At both new synchrotron sources and XFELs, time-resolved methods will be used to capture high-resolution dynamic information along reaction pathways as a function of time, temperature, pressure, and other perturbations. Visualizing molecular movies of drugs in action will be one of the next challenges.

From the increased throughput of crystallographic structure determination with enhanced remote capabilities to the resolution revolution in cryo-EM, the advent of cryo-electron diffraction or the prospect of using cryo-electron tomography to study the structure of macromolecules in situ—realizing the Cell Atlas at the structural level—and lately, the development of AI tools that can predict structure with high accuracy, structural biology is undergoing radical changes at a fast pace!

My time in Japan has been both scientifically and personally very rewarding. Knowing that the Japanese borders only opened two months from March 2020, I feel extremely fortunate and privileged to have had the opportunity to spend 2021 in Tsukuba. I very much enjoyed living at the Ninomiya house from where I commuted to KEK by bike. While missing gatherings and other events with colleagues, the COVID-19 pandemic made me discover Japan with a unique perspective. I often felt as if I were the only foreigner in the country! I want to warmly thank all the people, both in Switzerland and in Japan, who helped me with this unforgettable experience!

References

1. Callaway, E. 'It will change everything': DeepMind's AI makes gigantic leap in solving protein structures. *Nature* **588**, 203–204 (2020).
2. Jumper, J. *et al.* Highly accurate protein structure prediction with AlphaFold. *Nature* **596**, 583–589 (2021).
3. Kühlbrandt, W. Biochemistry. The resolution revolution. *Science* vol. 343 1443–1444 (2014).

PF トピックス一覧 (8月～10月)

PF のホームページ (<https://www2.kek.jp/imss/pf/>) では、PF に関する研究成果やイベント、トピックスなどを順次掲載しています。各トピックスの詳細は PF ホームページをご覧ください。

2021年8月～10月に紹介されたPFトピックス一覧

8. 20 【トピックス】遠隔的に剥離・解体可能な光応答性エラストマーの開発 —貼って繋げて光ではずせるゴム状新素材—
8. 27 【物構研トピックス】計算を中心としたバイオ分野の筑波大-KEK 連携セミナーを初めて開催しました
9. 15 【プレスリリース】KEK 一般公開 2021 をオンライン開催しました
9. 22 【プレスリリース】放射光でついに見えた磁気オクタポール～熱を電気に変える新たな担い手～
9. 27 【物構研トピックス】物構研ロゴ商標登録のお知らせ
9. 27 【トピックス】日本鉄鋼協会 2021 年澤村論文賞を総研大の原野貴幸氏、木村正雄教授らが受賞しました
9. 30 【プレスリリース】極めて安定な天然赤色色素を分解できるバクテリアを発見
10. 5 【プレスリリース】昆虫のさやばね内部に十字型の影をもつ球晶構造を発見
10. 6 【トピックス】KEK 一般公開特設ページに Q & A を追記しました
10. 7 【物構研トピックス】2021 年夏の研究系技術職員仕事体験をオンライン開催しました
10. 14 【物構研トピックス】第 9 回対称性・群論トレーニングコースをハイブリッド開催しました
10. 14 【物構研トピックス】KEK 公開講座「生命の謎を探る“ハイテクな顕微鏡たち”」を開催しました
10. 18 【プレスリリース】岡山県産鉱物「逸見石」が示す新奇な磁性 特徴的な結晶構造が量子力学的なゆらぎを生み出す
10. 27 【プレスリリース】金属が破壊する瞬間に出現する不思議な原子配列を発見
10. 28 【プレスリリース】岡新しい半導体物質「硫化ホウ素シート」の生成に成功

令和3年度第1回 PF-UA 幹事会・運営委員会 議事録

日時：令和3年9月28日

9:30 - 10:00 (幹事会)

10:00 - 12:15 (幹事会・運営委員会)

場所：Zoom 会議

出席者：[幹事会] 高橋嘉夫(会長), 阿部善也*, 田中信忠(庶務), 佐藤友子*, 久保友明* (会計), 北島昌史*, 藤井健太郎(行事), 山本勝宏(広報), 朝倉清高*, 若林裕助(戦略・将来計画), 田中万也, 山崎信哉(推薦・選挙管理), 清水敏之*, 上久保裕生(共同利用), 上野聡, 吉田真明(教育), 船守展正 [同委任状] 植草秀裕*, [*運営委員兼任] [運営委員会] 一國伸之, 稲田康宏, 海野昌喜, 奥田浩司, 金安達夫, 小林寿夫, 近藤寛, 手塚泰久, 橋本博, 平井光博, 山口博隆, 横谷明德, 吉田鉄平, 米山明男, 雨宮健太, 千田俊哉, 小林幸則, 兵藤一行, 小杉信博, [同委任状] 朝倉清高(幹事会のみ出席), 今井英人, 鍵裕之, 齋藤智彦, 清水伸隆

・会長挨拶(高橋 会長) ・定足確認(阿部 庶務幹事)

【挨拶・自己紹介】

・幹事・運営委員からの自己紹介
・所長挨拶

【報告事項】

- ・庶務報告(阿部 幹事)
小委員会の編成について報告した。
- ・会計報告(佐藤 幹事)
2020年度 PF-UA 会計最終報告を行い、承認した。
- ・行事報告(北島・藤井 幹事)
JSR2022(第35回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム)および2021年度量子ビームサイエンスフェスタに関して報告した。
- ・広報報告(山本 幹事)
「PF-UA だより」でのUG紹介の状況およびPF-UA ホームページの英語化の進捗状況を報告した。
- ・戦略・将来計画検討報告(若林 幹事)
ユーザー集団の研究推進に関して、小委員会の指針を報告した。
- ・推薦・選挙管理報告(阿部 前幹事)
次期会長選挙, 次期運営委員会選挙の日程について報告した。
- ・共同利用報告(上久保 幹事)
活動報告書と継続申請書兼趣意書の提出に関する案内を報告した。
- ・教育報告(上野・吉田 幹事)

「PF-UA 夏の学校」の開講を目指した小委員会の指針を報告した。

・施設報告(船守 施設長)

PF 施設報告, PF 将来計画について報告した。

【協議事項】

- ・2021年度予算案について(佐藤 幹事)
草案を提示し、ホームページ英語化に関わる費用等を支出項目に追加することとした。また、繰越金から学生支援を目的とした支出の計上(後述)について確認した。
- ・JSR2022における「PF-UA のつどい」に関して(北島 幹事)
昨年度は中止となった「PF-UA のつどい」に関して、開催の是非を議論した。ユーザーのつどいではなく、PF を用いた研究事例の紹介などの形も含め、引き続き協議する。
- ・動画配信による研究紹介について(高橋 会長)
YouTube などの動画配信サービスを利用した動画配信(オンライン講演を収録したものを利用)の可能性について協議した。
- ・PF を利用する学生の研究サポート(高橋 会長)
比較的潤沢な繰越金から、PF を利用する学生への金銭的サポートを行う方針について協議した。論文投稿費や英文校閲代など実費の形で支払う方式のほか、「PF News」との連携した学生への有償執筆依頼など、今後も引き続き議論を行う。

【次回日程について】

第2回幹事会・運営委員会は JSR2022 内、2022年1月9日を予定

人事異動・新人紹介

	発令年月日	氏 名	現 職	旧 職
(昇任)	2021. 10. 1	山本尚人	加速器研究施設 加速器第六研究系 准教授	加速器研究施設 加速器第六研究 系 助教
(退職)	2021. 10. 31	小山恵史		物構研 放射光実験施設 研究員

(入学)

RILLERA, Angelo, Perez (出身：Philippines)



1. October 1st, 2021
2. PhD student (SOKENDAI, Department of Materials Structure Science) D3
3. Instructor of Physics, University of the Philippines, Senior Engineer, Western Digital Storage Technologies Inc. (Philippines)
4. X-ray absorption spectroscopy of semiconductors with optoelectronic applications
5. To be trained as a scientific researcher, contribute to science, and jumpstart my scientific career

- | |
|---|
| 1. 着任日 2. 現在の所属・職種 3. 前所属・職種
4. 専門分野 5. 着任に当っての抱負 6. モットー
7. 趣味 (写真, 5番～7番の質問は任意) |
|---|

NGUYEN, Le, Thi My (出身：Vietnam)



1. October 1st, 2021
2. PhD student of MEXT scholarship (SOKENDAI, Department of Material Structure Science) D1
3. Physics of atomic, nuclear and high energy at Vietnam National University Ho Chi Minh City, University of Science
4. To develop of time-resolved X-ray diffraction technique to measure the dynamical processes of photoinduced phase transitions
5. To install a high-repetition-rate laser system and a high-speed control X-ray detector and to reconstruct the time-resolved X-ray diffraction experimental system
6. If you try your best, you can always be better.
7. travel and reading

2021年度量子ビームサイエンスフェスタ (第13回 MLF シンポジウム / 第39回 PF シンポジウム) 開催のお知らせ

量子ビームサイエンスフェスタ実行委員会
委員長 川崎卓郎
副委員長 中尾裕則

2021年度量子ビームサイエンスフェスタ(第13回 MLF シンポジウム/第39回 PF シンポジウム)を2022年3月7日(月)~9日(水)の日程で開催を予定しておりますが、今年度も新型コロナウイルス感染拡大防止のため、オンラインで開催することとなりました。

このシンポジウムは、施設側スタッフ、ユーザーの皆様が一堂に会することのできる機会ですので、是非ご参加下さいませようお願い申し上げます。

詳細が決まり次第ホームページやPFニュース等で皆様にお知らせ致します。

<開催概要>

主催: KEK 物質構造科学研究所,
J-PARC センター,
総合科学研究機構 (CROSS),
PF ユーザーアソシエーション (PF-UA),
J-PARC MLF 利用者懇談会

会期: 2022年3月7日(月)~9日(水)

会場: オンライン開催

ホームページ: <https://mlfinfo.jp/sp/qbs-festa/2021/>

問い合わせ先: 量子ビームサイエンスフェスタ事務局
Email: qbsf2021-office@ml.j-parc.jp

2021年度量子ビームサイエンスフェスタ実行委員:

岩野薫 (KEK), 大井元貴 (JAEA), ◎川崎卓郎 (JAEA), 神田聡太郎 (KEK), 北島昌史 (PF-UA, 東工大), 武市泰男 (KEK), 巽一徹 (JAEA), ○中尾裕則 (KEK), 中野岳仁 (MLF 利用者懇談会, 茨城大), 藤井健太郎 (PF-UA, QST), 増井友美 (MLF 利用者懇談会, 住友ゴム), 町田真一 (CROSS), 松浦直人 (MLF 利用者懇談会, CROSS), 松本忍 (CROSS), 三島賢二 (KEK), 山崎大 (JAEA), 山崎高幸 (KEK), 山田悟史 (KEK), 山田悠介 (KEK), 和田健 (KEK) (◎委員長, ○副委員長, 50音順, 敬称略)

「2021年度タンパク質結晶構造解析初心者向け講習会」開催および参加者募集のお知らせ

放射光科学第二研究系 加藤龍一
放射光実験施設 松垣直宏

タンパク質結晶構造解析は、タンパク質やその複合体の立体構造を決定するのに最も広く使われている技術です。その進歩により、良質のタンパク質を精製してその結晶を得ることができれば比較的迅速に立体構造を決定することができ、原子レベルでの生物学研究を展開できる時代になっています。しかし、多くの生命科学系の研究者にとって、タンパク質の立体構造の決定は実際以上に難しいものと考えられています。

構造生物学研究センターでは、タンパク質の立体構造決定に興味を持つ初心者の方を主な対象として、講習会を開催します。これからタンパク質の構造解析を始めたいと思われる方に、どのようにして結晶化を行うか、どのように放射光ビームラインでデータを収集し構造解析を行うか、について講義と参加型体験を行って頂きます。また、創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム (BINDS) 事業を有効活用する方法についても概説します。

<開催概要>

開催日: 2022年2月3-4日 (所内に宿泊施設があります)

開催場所: KEK つくばキャンパス

募集対象: 本講習会は、X線結晶構造解析のご経験がないか、ほとんどない方を対象としています。主に BINDS 事業で行う、タンパク質の結晶化と X線結晶構造解析の支援にご興味をお持ちの研究者の方に参加頂けることを期待していますが、大学院生や学部学生等で X線結晶構造解析に興味をお持ちの方もお申し込み下さい。なお、学生の方は指導教員に了解を得て頂きますようお願いいたします。結晶構造解析のご経験者で BINDS での支援の詳細をお知りになりたい方におかれましては、本講習会へのお申し込みではなく、下記問い合わせ先まで連絡下さい。

募集人数: 15人程度

(基本的に先着順ですが、応募者多数の場合など、できるだけ本企画の趣旨に沿うよう、こちらで参加希望者の調整をさせて頂く場合があります。新型コロナウイルス感染の状況によって、オンライン開催あるいはプログラム内容に変更があるかもしれませんので、ご承知おき下さい。)

参加費: 無料 (交通費、宿泊費および食費は別途必要となります)

申込方法: 講習会ホームページ (<http://pfwww.kek.jp/tanpaku/shokyu/10th.html>) の「参加申込フォーム」からお

申込みください。

問い合わせ先：

加藤龍一 電話：029-864-5200 内線 4357

e-mail：ryuichi.kato@kek.jp

松垣直宏 電話：029-864-5200 内線 4340

e-mail：naohiro.matsugaki@kek.jp

主催：

- ・ 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所
構造生物学研究センター
- ・ AMED 創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム事業
(BINDS)

2022年4月入学 物質構造科学専攻 博士課程（5年一貫制）及び3年次編入 学の最終募集のお知らせ

総研大高エネルギー加速器科学研究所
物質構造科学専攻長 熊井玲児

物質構造科学専攻では2022年4月入学の博士課程（5年一貫制）及び3年次編入学の最終募集を行ないます。いずれも願書は12月9日（木）から12月15日（水）必着で、書類選考と面接で選抜します（面接日は2022年1月25日（火）～26日（水）です）。興味のある方は是非ご検討下さい。詳細は<http://kek.soken.ac.jp/sokendai/admission/general/> をご覧下さい。

2022年度前期 フォトンファクトリー研究会の募集

放射光実験施設長 船守展正

物質構造科学研究所放射光実験施設（フォトンファクトリー）では放射光科学の研究推進のため、研究会の提案を全国の研究者から公募しています。この研究会は放射光科学及びその関連分野の研究の中から、重要な特定のテーマについて1～2日間、高エネルギー加速器研究機構のキャンパスで集中的に討議するものです。年間6件程度の研究会の開催を予定しております。

つきましては研究会を下記のとおり募集致しますのでご応募下さいますようお願いいたします。

記

1. 開催期間 2022年4月～2022年9月
2. 応募締切日 2021年12月17日（金）
〔年2回（前期と後期）募集しています〕
3. 応募書類記載事項（A4判、様式任意）
 - (1) 研究会題名（英訳を添える）
 - (2) 提案内容（400字程度の説明）

(3) 提案代表者氏名、所属及び職名（所内、所外を問わない）

(4) 世話人氏名（所内の者に限る）

(5) 開催を希望する時期

(6) 参加予定者数及び参加が予定されている主な研究者の氏名、所属及び職名

4. 応募書類送付先（データをメールに添付して送付）

放射光実験施設 PF 秘書室

Email:pf-sec@pfiqst.kek.jp TEL: 029-864-5196

なお、旅費、宿泊費等については実施前に詳細な打ち合わせのうえ、支給が可能な範囲で準備します（1件当り上限30万円程度）。開催日程については、採択後、放射光実験施設長までご相談下さい。また、研究会の報告書をKEK Proceedingsとして出版していただきます。

※感染症対策として、開催時期の変更やビデオ会議での開催をお願いする場合も考えられます。予めご承知おき下さい。

予 定 一 覧

2021 年

- 12月 7日 PF-AR 2021 年度第二期ユーザー運転終了
- 12月 17日 2022 年度前期フォトンファクトリー研究会応募締切
- 12月 23日 PF 2021 年度第二期ユーザー運転終了

2022 年

- 1月 7～9日 第 35 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム
- 2月 4日 PF 2021 年度第三期ユーザー運転開始
- 2月 10日 PF-AR 2021 年度第三期ユーザー運転開始
- 2月 3～4日 2021 年度タンパク質結晶構造解析初心者向け講習会 (KEK つくばキャンパス)
- 3月 7日 PF-AR 2021 年度第三期ユーザー運転終了
- 3月 7～9日 2021 年度量子ビームサイエンスフェスタ／第 13 回 MLF シンポジウム／第 39 回 PF シンポジウム
- 3月 24日 2021 年度第三期ユーザー運転終了

※最新情報は <http://pfwww.kek.jp/spice/getshtxt> をご覧ください。
新型コロナウイルスの感染拡大状況により予定が変更になる場合もあります。

運転スケジュール(Dec. 2021~Mar. 2022)

E : ユーザー実験 **B** : ボーナスタイム
M : マシンスタディ **T** : 立ち上げ
MA : メンテナンス **HB** : ハイブリッド運転
I : 産業利用促進日

12月	PF	PF-AR	1月	PF	PF-AR	2月	PF	PF-AR	3月	PF	PF-AR
1(水)		B (6.5GeV)	1(土)			1(火)			1(火)	E (6.5GeV)	E (6.5GeV)
2(木)		M	2(日)			2(水)	T/M		2(水)	B (6.5GeV)	B (6.5GeV)
3(金)			3(月)			3(木)		STOP	3(木)		M
4(土)	HB	E (6.5GeV)	4(火)			4(金)			4(金)		E (6.5GeV)
5(日)			5(水)			5(土)			5(土)	E (6.5GeV)	
6(月)		E(I) (6.5GeV)	6(木)			6(日)	E		6(日)		E(I) (6.5GeV)
7(火)			7(金)			7(月)			7(月)		
8(水)			8(土)			8(火)		T/M	8(火)	M	
9(木)	M		9(日)			9(水)	B		9(水)		
10(金)			10(月)			10(木)			10(木)		
11(土)			11(火)			11(金)			11(金)		
12(日)			12(水)			12(土)			12(土)		
13(月)	HB		13(木)			13(日)	E	E (5GeV)	13(日)	HB	
14(火)			14(金)			14(月)			14(月)		
15(水)			15(土)	STOP	STOP	15(火)			15(火)		
16(木)			16(日)			16(水)	B	B (5GeV)	16(水)	B HB	
17(金)			17(月)			17(木)	M		17(木)	M	
18(土)		STOP	18(火)			18(金)			18(金)		STOP
19(日)			19(水)			19(土)		E (5GeV)	19(土)	HB	
20(月)	HB (I)		20(木)			20(日)	E		20(日)		
21(火)			21(金)			21(月)			21(月)		
22(水)			22(土)			22(火)		M	22(火)	HB (I)	
23(木)			23(日)			23(水)	B		23(水)		
24(金)			24(月)			24(木)			24(木)		
25(土)			25(火)			25(金)			25(金)		
26(日)			26(水)			26(土)	E	E (6.5GeV)	26(土)		
27(月)	STOP		27(木)			27(日)			27(日)		
28(火)			28(金)			28(月)			28(月)	STOP	
29(水)			29(土)						29(火)		
30(木)			30(日)						30(水)		
31(金)			31(月)	T/M					31(木)		

スケジュールは変更されることがありますので、最新情報はPFホームページ(<https://www2.kek.jp/imss/pf/>)の「PFの運転状況／長期スケジュール」(<https://www2.kek.jp/imss/pf/apparatus/schedule/>)をご覧ください。

放射光共同利用実験審査委員会速報

放射光実験施設運営部門 君島堅一
兵藤一行

2021年9月29日(水)に、放射光共同利用実験審査委員会(PF-PAC)全体会議が、オンライン会議形式で開催されました。放射光実験施設報告やPF-PAC制度など実験施設運営に関する重要事項の報告・協議・審議がなされました。今回は、2021年度第2回目の全体会議になります。

報告事項

放射光実験施設報告(船守実験施設長)

予算編成・要求の方針、運転時間、フォトンファクトリー計画推進委員会設置準備、次期放射光源計画、開発研究多機能ビームライン、ビームラインR&D計画、加速器R&D計画、審査システムの改修・運用などについて報告がなされました。また、KEK 50周年式典の案内がありました。

審議事項

1. 課題採択の基準評点について

課題採択の基準評点を固定とする提案がありました。内容について審議を行ない、了承されました。

2. 条件付き採択時の採択条件について

課題採択について分科会から条件付き採択と提案する場合は、全体会議で報告するとともに、分科会の施設内担当者が責任を持って条件の文案を準備する、との提案がなされ了承されました。

協議事項

主に以下の6つの事項について協議されました。

- ・測定器開発室ビームライン(AR-SE2A)の課題審査について
(協議事項の内、外部組織との調整の必要のない以下の事項については次回以降に結論を出すこととされました。)
- ・実験課題責任者の資格について
- ・S2課題の運用について
S2型課題へのビームタイム配分について他の課題とのバランスを考慮して配分をおこなう運用案をベースに、前回の全体会議から引き続き検討が行われました。
- ・S1/S2・U型・T型課題の評価方法について
評価の結果が、評価される側に適切にフィードバックされるような方法、評価する側の負担のあり方などについて、議論されました。今年度のサイエンスフェスタについては、従来の方針で評価を行うこととなり、次回の全体会議以降引き続き検討することになりました。

- ・課題再申請の条件について
- ・重要課題の発掘について

その他

インドビームライン(BL-18B)の協定延長の準備を進めていること、実験課題審査の分科会審査における分科会委員やレフェリーの専門分野について、課題審査におけるレフェリーによる「総合評価」廃止の影響について改正後2年が経過する来年度に事後評価を行いたいこと、などの報告がありました。

次回PF-PAC全体会議は2022年1月の開催を予定しています。

第137回物質構造科学研究所運営会議議事次第

日時：2021年9月28日(火) 15:00～

開催方法：Web会議

【1】 前回議事要録について

【2】 審議

- (1) 2021年度後期ミュオン共同利用S型実験課題審査結果について
- (2) 2021B期J-PARC/MLFにおける大学共同利用中性子実験課題(一般・産業利用)の審査結果について
- (3) 2021B期J-PARC/MLFにおける大学共同利用ミュオン実験課題(一般・産業利用)の審査結果について
- (4) 物構研の人事方針等について
- (5) 教員人事(物構研21-1・放射光・准教授もしくは特別助教若干名)
- (6) 教員人事(物構研21-2・放射光・准教授もしくは特別助教若干名)
- (7) 教員人事(物構研21-3・中性子・教授1名)
- (8) 教員人事(物構研21-4・中性子・准教授1名)
- (9) 教員人事(物構研21-5・ミュオン・特別助教1名)
- (10) 特定有期雇用職員の雇用計画について(特定人事・放射光・特別教授1名)

【3】 報告事項

- (1) 人事異動
- (2) 博士研究員の選考結果について
- (3) 2021年度後期放射光共同利用実験課題審査結果について(条件解除)
- (4) 2020年度および2021年度放射光共同利用実験課題審査結果について(P型)

【4】 研究活動報告(資料配布のみ)

- (1) 物質構造科学研究所報告
- (2) 素粒子原子核研究所報告

- (3) 加速器研究施設報告
- (4) 共通基盤研究施設報告

物構研コロキウム

日時：2021年9月13日（月） 16:15～（オンライン）
題名：#36 ミュオンは超伝導の研究にどう役立ってきてどう役立っていくか
講師：足立匡氏（上智大学・理工学部）

日時：2021年10月11日（月） 16:00～（オンライン）
題名：#37 北大創薬センターにおける新型コロナウイルス治療薬開発に向けた取り組み
講師：前仲勝実氏（北大・大学院薬学研究院）

「PF ニュース」からのお知らせ

平成 24 年度からの PF-UA の発足に伴い、PF ニュースはウェブが主体となりましたが、引き続きご愛読を賜り感謝致します。今後も新しい企画記事の連載など誌面の充実につとめ、PF ニュースをより魅力あるものにしていきます。PF ニュースウェブページには、冊子版では白黒となっている図等もオリジナルのカラーのものを掲載しています。ウェブ版もお楽しみ頂ければと思います。

ウェブ掲載時にはメールでお知らせするシステムも運用しています。希望される方は、どうぞ登録下さい。PF ニュースウェブページにフォームを掲載しています（※ KEK の共同利用者支援システムでユーザー登録をされた皆様には、PF メルマガが配信され、そちらにも PF News 発行のお知らせが載りますので、その方はお知らせメールの登録は必要ありません）。

PF ニュース編集委員一同

投稿のお願い

【最近の研究から】

PF で行われた実験、研究の成果をお寄せ下さい。

【建設・改造ビームラインを使って】

特にビームラインの改良点、他のビームラインとの比較、要望等を是非お聞かせ下さい。

【ユーザーとスタッフの広場】

PF での実験の成果等が認められ受賞された方、海外放射光施設に滞在、訪問された方、国際会議等に参加された方、修士論文等、どうぞ投稿下さい。また PF に対するご意見等がありましたら是非ご投書下さい。

詳細は事務局または PF ニュース HP をご覧下さい。

宛 先

〒 305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
高エネルギー加速器研究機構
物質構造科学研究所 放射光実験施設内
PF ニュース編集委員会事務局
TEL : 029-864-5196 FAX : 029-864-3202
E-mail : pf-news@pfqst.kek.jp
URL : <https://www2.kek.jp/imss/pf/pfnews/>

編集後記

最近「procrastination」という英単語を覚えた。意味は「先延ばしにする」こと。小学生の頃を思い返すと、高学年のころから夏休みの宿題は最終週にこなしていた。特に苦手な図工や読書感想文が最後まで残っていた。結局はやらないといけないのだが、気乗りしないことほど先延ばしにする癖が幼少期からついている。何故そうなったのか理由は分からない。歳を重ねて様々な人と関わると真逆のタイプで嫌な事ほど先に終わらせる人もいるようで procrastination に対して「precrastination」というらしい。羨ましい。染みついた悪癖はどうにも治る気配がなく、老化に伴ってその傾向がよりひどくなっている。しかし、今まではなんとかこなしてきたが、最近は破綻しつつある感がある。論文投稿の追試を procrastination していたら、コロナ禍で実験が止まったことがあった。未来を想像するのは難しい。だからこそ precrastination が望まれるのだろうと反省し、元来の悪癖の寛解を目指しつつ編集委員の任期を全うしたいと思う。最後に、この記事の提出がぎりぎりになってすみませんでした。(S.Y.)

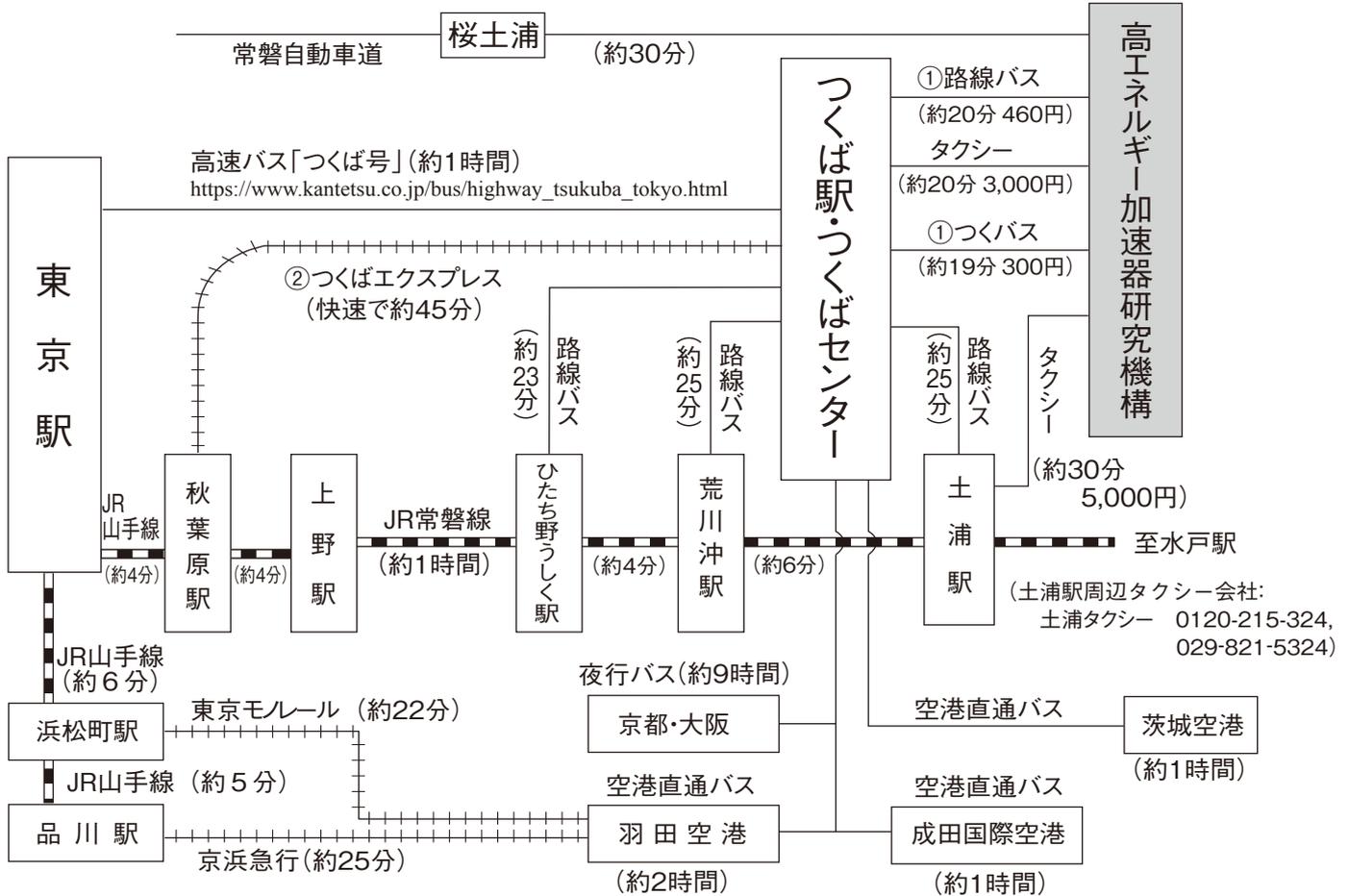
* 2021 年度 PF ニュース編集委員 *

委員長	清水 伸隆	物質構造科学研究所			
副委員長	古賀 舞都	産業技術総合研究所			
委員	井口 翔之	東京工業大学物質理工学院	石田 明	東京大学大学院理学系研究科	
	岩波 睦修	ENEOS (株) 中央技術研究所	岩野 薫	物質構造科学研究所	
	宇佐美徳子	物質構造科学研究所	門林 宏和	物質・材料研究機構	
	北村 未歩	物質構造科学研究所	木村 正雄	物質構造科学研究所	
	芝田 悟朗	東京理科大学理学部	高木 宏之	加速器研究施設	
	中村 顕	学習院大学理学部生命科学科	野澤 俊介	物質構造科学研究所	
	引田 理英	物質構造科学研究所	山崎 信哉	筑波大学数理物質系	
事務局	高橋 良美	物質構造科学研究所			

新型コロナウイルスの影響により、運休、運転時刻や営業時間の変更があるので、必ず直前に確認して下さい。

巻末情報

KEK アクセスマップ・バス時刻表



(KEK周辺タクシー会社：大曾根タクシー 0120-000-302, 029-864-0301)

つくば～空港直通バス：
<https://www.bus-ibaraki.jp/hwbus/highway.html>

①つくばセンター ↔ KEK (2021年10月1日改定)

関東鉄道バス 所要時間 約20分 運賃 460円 (KEK～土浦駅間の料金は800円) つくばセンター乗り場5番

18系統：土浦駅東口～つくばセンター～KEK～つくばテクノパーク大穂 C8系統：つくばセンター～KEK～つくばテクノパーク大穂
71系統：つくばセンター～(西大通り)～KEK～下妻駅 (筑波大学は経由しません)

つくバス 所要時間 約20分 運賃 300円 つくばセンター乗り場3番
HB/HA (北部シャトル)：つくばセンター～KEK～筑波山口 (筑波大学には停まりません)

下り (×は土曜・休日運休、○は土曜・休日運転)

系統	つくばセンター	KEK	系統	つくばセンター	KEK	系統	つくばセンター	KEK	系統	つくばセンター	KEK
HB	7:00	7:21	HB	10:10	10:31	71	15:15	15:36	71	× 19:10	× 19:31
HB	7:20	7:41	HB	10:45	11:06	HB	15:45	16:06	HB	19:20	19:41
C8	× 7:20	× 7:42	C8	× 10:55	× 11:10	HB	16:15	16:36	HB	20:00	20:21
HB	7:50	8:11	71	11:00	11:21	C8	× 16:25	× 16:40	HB	20:30	20:51
C8	× 7:50	× 8:12	HB	11:25	11:46	71	× 16:35	× 16:56	HB	21:10	21:31
18	× 8:12	× 8:34	HB	11:50	12:11	HB	16:50	17:11	HB	21:50	22:11
HB	8:25	8:46	HB	12:25	12:46	C8	× 17:00	× 17:15	HB	22:30	22:51
71	8:50	9:11	HB	13:00	13:21	HB	17:30	17:51			
71	× 9:07	× 9:28	HB	13:35	13:56	71	17:50	18:11			
HB	9:15	9:36	C8	× 14:00	× 14:15	C8	× 17:55	× 18:10			
HB	9:40	10:01	HB	14:00	14:21	HB	18:10	18:31			
71	× 9:55	× 10:16	HB	14:35	14:56	C8	× 18:30	× 18:45			
C8A	× 10:00	× 10:15	HB	15:10	15:31	HB	18:45	19:06			

18系統の土浦駅東口→つくばセンターは20分間です。

上り (×は土曜・休日運休、○は土曜・休日運転)

系統	KEK	つくばセンター	系統	KEK	つくばセンター	系統	KEK	つくばセンター	系統	KEK	つくばセンター
HA	6:19	6:50	71	10:18	10:45	71	× 15:28	× 15:55	HA	19:44	20:20
71	× 6:28	× 6:55	HA	10:44	11:15	HA	15:29	16:00	HA	20:29	21:00
HA	6:39	7:10	C8	× 10:55	× 11:19	HA	16:04	16:35	HA	21:04	21:35
HA	7:04	7:35	HA	11:09	11:40	HA	16:44	17:20	HA	21:49	22:20
HA	7:04	7:35	HA	11:44	12:15	71	16:58	17:25			
71	○ 7:28	○ 7:55	C8	× 11:50	× 12:10	HA	17:14	17:50			
71	× 7:28	× 8:00	HA	12:19	12:50	C8	× 17:20	× 17:45			
HA	7:39	8:15	HA	12:54	13:25	C8	× 17:50	× 18:15			
HA	8:29	9:05	HA	13:19	13:50	HA	17:54	18:30			
C8	× 8:50	× 9:14	HA	13:54	14:25	71	× 17:58	× 18:30			
HA	8:54	9:30	71	14:28	14:55	HA	18:24	19:00			
C8	× 9:25	× 9:49	HA	14:29	15:00	C8	× 18:45	× 19:15			
HA	9:24	9:55	C8	× 14:50	× 15:10	HA	19:09	19:45			
HA	9:59	10:30	HA	15:04	15:35	18	× 19:30	× 19:50			

18系統のつくばセンター→土浦駅東口は22分間です。

②つくばエクスプレス

(2020年3月14日改定)

所要時間 つくば駅-秋葉原駅(快速)約45分 [1,210円]

普通回数券(11枚綴り), 昼間時回数券(12枚綴り), 土・休日回数券(14枚綴り)あり

詳細はホームページ <http://www.mir.co.jp/> をご参照下さい。

平日・下り					
秋葉原発	つくば着	秋葉原発	つくば着	秋葉原発	つくば着
* 5:08	6:06	9:13	10:06	19:19	20:14
* 5:30	6:28	○ 9:29	10:14	△ 19:30	20:21
○ 5:50	6:36	9:43	10:36	19:40	20:36
6:05	6:58	○ 10:00	10:45	19:49	20:44
6:16	7:09	10:13	11:06	△ 20:00	20:51
○ 6:27	7:12	○ 10:30	11:15	20:10	21:06
* 6:29	7:27	10:43	11:36	20:19	21:15
6:40	7:34	(10時~16時まで同じ)		△ 20:30	21:20
6:50	7:45	○ 17:00	17:45	20:40	21:35
7:00	7:54	17:10	18:04	20:49	21:45
7:06	8:02	17:19	18:13	○ 21:00	21:47
7:16	8:12	△ 17:30	18:21	21:16	22:11
7:24	8:22	17:40	18:36	21:29	22:24
7:36	8:31	17:49	18:45	21:41	22:36
7:43	8:40	△ 18:00	18:51	○ 22:00	22:46
7:56	8:51	18:10	19:06	22:16	23:11
8:01	8:58	18:19	19:14	22:30	23:25
8:13	9:09	△ 18:30	19:21	22:45	23:40
8:23	9:21	18:40	19:36	○ 23:00	23:46
8:36	9:31	18:49	19:44	23:16	0:10
○ 8:47	9:34	△ 19:00	19:51	23:30	0:23
9:01	9:56	19:10	20:06	* 23:45	0:43

平日・上り							
つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着
5:06	5:59	8:46	9:39	18:10	19:04	22:29	23:22
○ 5:26	6:11	8:58	9:51	○ 18:28	19:13	* 22:42	23:40
5:32	6:25	○ 9:22	10:07	18:32	19:26	22:58	23:51
5:50	6:45	9:28	10:23	18:41	19:34	* 23:14	0:12
6:02	6:55	* 9:41	10:40	○ 19:00	19:45		
6:12	7:05	9:51	10:44	19:02	19:55		
6:23	7:20	○ 10:11	10:56	19:11	20:04		
6:33	7:32	10:20	11:13	○ 19:30	20:15		
6:40	7:41	○ 10:41	11:26	19:32	20:25		
6:52	7:51	10:50	11:43	19:41	20:35		
7:01	7:58	(10時~15時まで同じ)		○ 20:01	20:46		
7:09	8:08	○ 16:11	16:56	20:03	20:56		
7:18	8:15	16:20	17:13	○ 20:30	21:15		
7:27	8:25	16:31	17:26	20:38	21:31		
7:36	8:34	16:41	17:35	20:50	21:43		
7:45	8:44	16:50	17:43	○ 21:09	21:54		
7:52	8:49	17:02	17:55	21:12	22:06		
7:59	8:57	17:11	18:04	21:25	22:19		
* 8:07	9:09	17:20	18:13	21:40	22:33		
8:17	9:12	○ 17:42	18:27	21:52	22:45		
8:27	9:20	17:50	18:43	22:02	22:55		
8:36	9:31	18:02	18:56	22:17	23:10		

土曜/休日・下り					
秋葉原発	つくば着	秋葉原発	つくば着	秋葉原発	つくば着
* 5:08	6:06	8:45	9:38	○ 23:00	23:45
* 5:30	6:28	○ 9:00	9:45	23:15	0:08
○ 5:50	6:35	9:13	10:06	23:30	0:23
6:04	6:57	○ 9:30	10:15	* 23:45	0:43
6:16	7:09	9:43	10:36		
○ 6:30	7:15	○ 10:00	10:45		
6:45	7:38	10:13	11:06		
○ 7:00	7:45	○ 10:30	11:15		
7:15	8:08	10:43	11:36		
○ 7:30	8:15	(10時~21時まで同じ)			
7:45	8:38	○ 22:00	22:45		
○ 8:00	8:45	22:15	23:08		
8:15	9:08	22:30	23:23		
○ 8:30	9:15	22:45	23:38		

土曜/休日・上り							
つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着	つくば発	秋葉原着
5:06	5:59	7:28	8:21	○ 10:11	10:56	21:46	22:39
○ 5:26	6:11	○ 7:45	8:30	10:20	11:13	○ 22:10	22:55
5:32	6:25	7:50	8:43	○ 10:41	11:26	22:15	23:09
5:51	6:44	8:04	8:57	10:50	11:43	22:30	23:24
6:02	6:56	○ 8:25	9:10	○ 11:11	11:56	* 22:41	23:39
6:13	7:07	8:32	9:25	11:20	12:13	22:58	23:52
6:25	7:18	8:47	9:40	○ 11:41	12:26	* 23:14	0:12
6:38	7:32	○ 9:11	9:56	11:50	12:43		
○ 6:57	7:42	9:18	10:11	(11時~20時まで同じ)			
7:02	7:56	○ 9:41	10:26	○ 21:11	21:56		
○ 7:24	8:09	9:50	10:43	21:20	22:13		

○: 快速

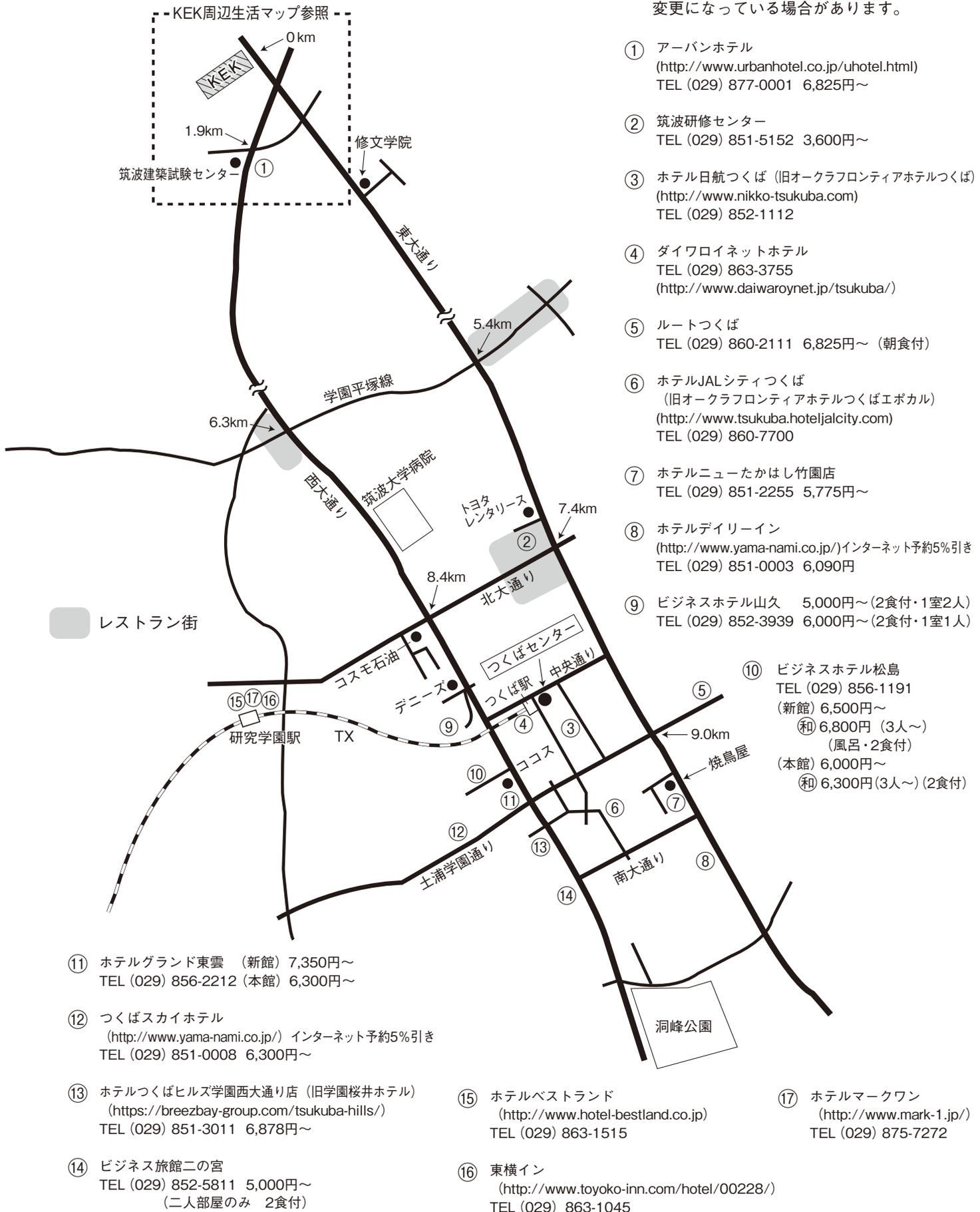
△: 通勤快速(研究学園駅にも停まります。)

無印: 区間快速 * : 普通

つくば市内宿泊施設

※料金は参考値です。

※新型コロナウイルスの影響により、情報が変更になっている場合があります。

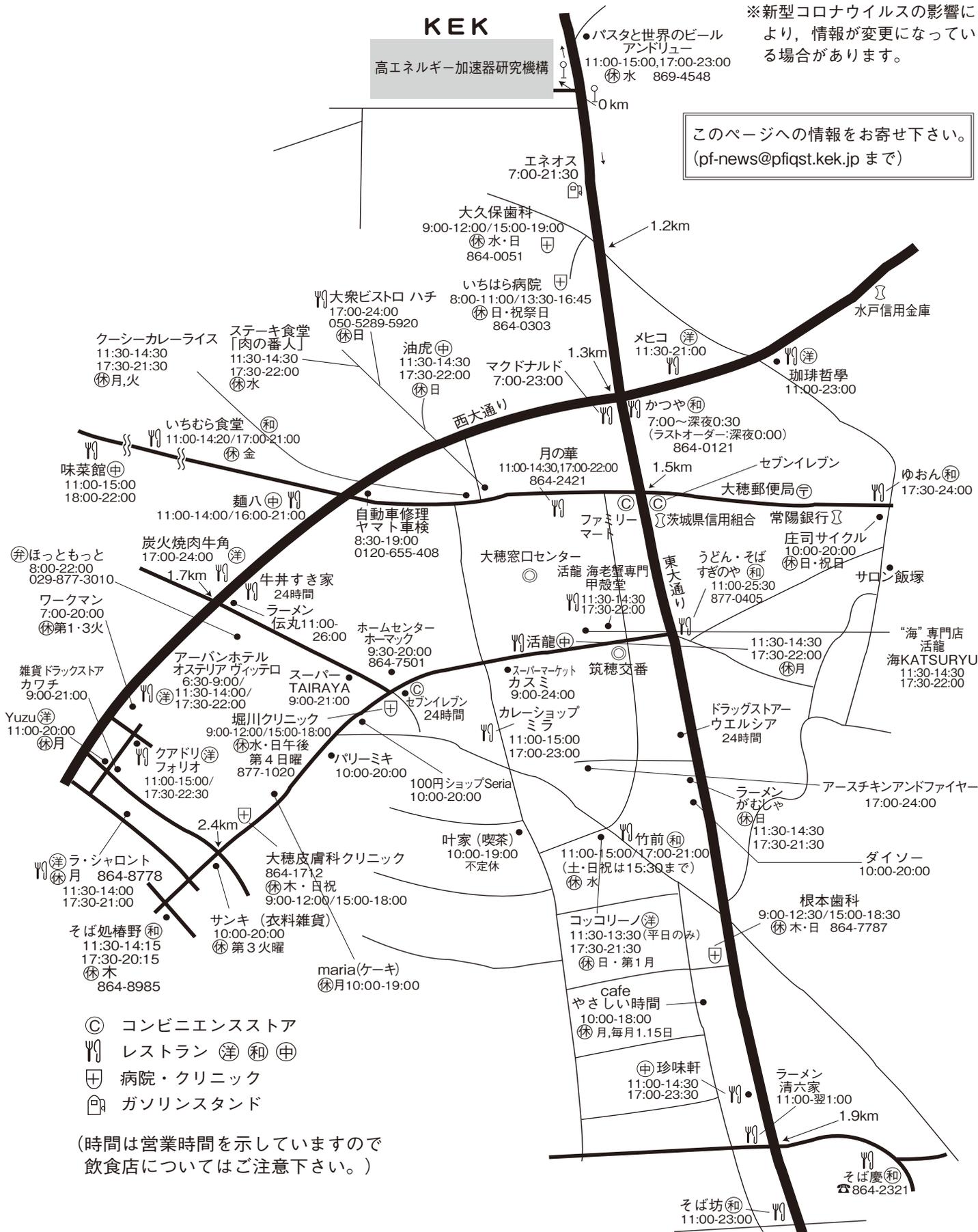


KEK 周辺生活マップ

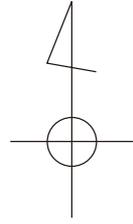
放射光実験施設研究棟，実験準備棟より正面入口までは約 800 m

※新型コロナウイルスの影響により、情報が変更になっている場合があります。

このページへの情報をお寄せ下さい。
(pf-news@pqjst.kek.jp まで)



KEK周辺広域マップ



KEK内福利厚生施設

ユーザーの方は、これらの施設を原則として、機構の職員と同様に利用することができます。各施設の場所は裏表紙の「高エネルギー加速器研究機構平面図」をご参照下さい。

＜新型コロナウイルスの影響により、営業時間等が変更になる場合がありますので、ご注意下さい。＞

- 共同利用研究者宿泊施設（ドミトリー）
（管理人室 TEL/FAX:029-864-5574 PHS:2920）
シングルバス・トイレ付き 2,200円
シングルバス・トイレなし 1,700円
- ドミトリーは夜の22時から朝の8時までは施錠されます。また、この時間帯は管理人が不在ですので、22時以降にドミトリーに到着される方はインフォメーションセンター（029-864-5572, PHS:3398）でドミトリーの部屋の鍵を受け取って下さい。
- 支払いはユーザーズオフィスにて、現金の他、クレジットカード、デビットカードが利用可能です。また宿泊が週末等になり、ユーザーズオフィスで支払えない場合は銀行振込または管理人による現金での領収（土、日、祝のみ）も可能です。

- 図書室（研究本館1階 内線3029）
開室時間：月～金 9:00～17:00
閉室日：土、日、祝、年末年始、夏季一斉休業日
機構発行のIDカードがあれば開室時間以外でも入館可能。

- 健康相談室（医務室）（内線 5600）
勤務時間中に発生した傷病に対して、応急処置を行うことができます。健康相談も行っていますので、希望者は事前に申し込んでください。
場 所 先端計測実験棟
開室時間 8:30～12:00/13:00～17:00
（月曜日～金曜日）

- 食 堂（内線 2986）
営 業 月～金 ただし祝日及び年末年始は休業
昼食 11:30～13:30 夕食 17:30～19:00

- 喫茶室 Suzu Cafe（スズカフェ）（内線 3910）
10月19日（火）から12月23日（木）までの間、下記のとりの営業時間となります。

【平日】
朝食 8:00～9:30まで（完全予約制 注1）
昼食 11:30～15:00まで（注2）
喫茶 15:00～18:00まで（注3）
夕食 18:00～21:00まで（ラストオーダー20:30）

【土・日・祝日】
朝食 8:00～9:30まで（完全予約制 注1）
昼食 11:30～15:00まで（注2）
喫茶 15:00～17:00まで（注3）
夕食 17:00～20:00まで（ラストオーダー19:30）

- （注1）朝食の予約について
朝食については、完全予約制となり、予約がない場合は閉店となります。
*予約は前日17時までに、ご連絡ください。
なお、土日祝及び休み明けの朝食については、直前の平日17時までに、ご連絡ください。
*予約の際に氏名、所属、連絡先、メニュー（和定食or洋定食）をお伝えください。
*当日キャンセルは、キャンセル料（料金分）を頂きます。

- （注2）サンドウィッチの販売について
サンドウィッチの販売は予約制となります。
予約：当日の午前11時まで
お持ち帰り：午前11時30分～12時までのお渡し
*当日キャンセルは、キャンセル料（料金分）を頂きます。

- （注3）喫茶時間の営業について
喫茶時間は、飲み物及び軽食（カレー、スパゲッティ）のみの提供となります。

- 売 店（ニューヤマザキデイリーストア）（内線 2987）
弁当、パン、食料品、軽食、菓子類、日用品、タバコ、お酒、雑誌、切手等、KEKオリジナルグッズの販売等。
月～金 8:00～19:00（年末年始、夏季一斉休業日は除く）
土日祝 10:00～15:00（運転期間中のみ営業）

- 宅配便（宅配荷物室はPF研究棟1階）
★荷物は基本的に置配となります（冷蔵便・冷凍便含む）。
★shipping@pfqst.kek.jp宛のご連絡は不要となりました。

- ★荷物の発送はご自身でお願いいたします。
宅配荷物室に設置したファイルで、業者への発送依頼方法を必ずご確認ください。

- ★伝票の記載方法
〒305-0801 茨城県つくば市大穂1-1
高エネルギー加速器研究機構 放射光実験施設
【PFで荷物を受け取る場合】PF宅配荷物室
BL-〇〇（ステーション名）+受取人名
【PF-ARで荷物を受け取る場合】PF-AR共同
研究棟 N〇〇〇（ステーション名）+受取人名
※電話番号は、受取人の携帯電話番号等を記入してください。
PF事務室の電話番号は記入しないようお願いいたします。

- 自転車貸出方法（受付〔監視員室〕内線3800）
・貸出は実験ホール入口の監視員室で行う。
・貸出は一往復とし、最長でも半日とする。
・使用後は所定の自転車スタンドへ戻し、鍵は監視員室へ速やかに戻す。
（PF-ARでも自転車を10台用意していますので利用したい方はビームライン担当者または運転当番〔PHS 4209〕に連絡して下さい。）
ユーザーズオフィスでも自転車の貸出を行っていません（約50台）。

- 郵便ポスト（計算機棟正面玄関前）
収集時間：10:30（平日・土曜）、10:00（休日）

- ユーザーズオフィスについては、<https://www2.kek.jp/usersoffice/>をご覧ください。
Tel : 029-879-6135, 6136 Fax : 029-879-6137
Email : usersoffice@mail.kek.jp

ビームライン担当一覧表 (2021. 11. 1)

ビームライン	光源	BL担当者
ステーション	形態 ステーション/実験装置名 (●共同利用, ○建設/立ち上げ中, ◇所外, ☆教育用BL, ★UG運営ST)	担当者 担当者 (所外)
BL-1	U	松垣
BL-1A	● タンパク質結晶構造解析ステーション	松垣
BL-2	U	北村
BL-2A/B	● MUSASHI: 表面・界面光電子分光, 広エネルギー帯域軟X線分光	北村
BL-3	U (A) / B M (B, C)	中尾
BL-3A	● 極限条件下精密単結晶X線回折ステーション	中尾
BL-3B	●★ VUV 24m球面回折格子分光器 (SGM)	間瀬 枝元 (立教大) 吉信 (東大)
BL-3C	● X線光学素子評価/白色磁気回折ステーション	平野
BL-4	B M	中尾
BL-4A	●★ 蛍光X線分析/マイクロビーム分析	丹羽 宇尾 (東京医科歯科大)
BL-4B2	●★ 多連装粉末X線回折装置	中尾 植草 (東工大)
BL-4C	● 精密単結晶X線回折ステーション	中尾
BL-5	M P W	松垣
BL-5A	● タンパク質結晶構造解析ステーション	松垣
BL-6	B M	五十嵐
BL-6A	● X線小角散乱ステーション	五十嵐
BL-6C	●★ X線回折/散乱実験ステーション	中尾 八方 (広島市大)
BL-7	B M	雨宮 (岡林: 東大)
BL-7A (東大・スペクトル)	◇● 軟X線分光 (XAFS, XPS) ステーション	雨宮 岡林 (東大)
BL-7C	● 汎用X線ステーション	杉山
BL-8	B M	佐賀山
BL-8A	● 多目的極限条件下ワンセンベルグカメラ	佐賀山
BL-8B	● 多目的極限条件下ワンセンベルグカメラ	佐賀山
BL-9	B M	阿部
BL-9A	● XAFS (高強度) 実験ステーション	阿部
BL-9C	● XAFS (その場) 実験ステーション	阿部
BL-10	B M	清水
BL-10A	●★ 垂直型四軸X線回折装置	熊井 吉朝 (熊本大)
BL-10C	● X線小角散乱ステーション	清水
BL-11	B M	北島
BL-11A	● 軟X線斜入射回折格子分光ステーション	北島
BL-11B	● 軟X線2結晶分光ステーション	北島
BL-11D	● 軟X線光学素子評価装置用ステーション	間瀬
BL-12	B M	仁谷
BL-12C	● XAFS (ハイスループット) 実験ステーション	仁谷
BL-13	U	間瀬
BL-13A/B	● 表面化学研究用真空紫外軟X線分光ステーション	間瀬
BL-14	V W	平野
BL-14A	● 単結晶構造解析・検出器開発ステーション	佐賀山
BL-14B	● 精密X線光学実験ステーション	平野
BL-14C	● X線イメージングおよび汎用X線実験ステーション	平野
BL-15	U	五十嵐
BL-15A1	● XAFS (セミマイクロビーム) 実験ステーション	武市
BL-15A2	● 高輝度X線小角散乱実験ステーション	高木 (秀)
BL-16	U	雨宮
BL-16A	● 可変偏光軟X線分光ステーション	雨宮

BL-17		U	山田
BL-17A	●	タンパク質結晶構造解析ステーション	山田
BL-18		B M	熊井
BL-18B(インド・DST)	◇●	Multipurpose Monochromatic Hard X-ray Station	熊井 MANNA, Gouranga (JNCASR)
BL-18C	●★	超高压下粉末X線回折計	船守 鍵 (東大)
BL-19		U	山下
BL-19A/B	●	軟X線顕微鏡/分光実験ステーション	山下
BL-20		B M	足立 (純)
BL-20A	☆●	3 m直入射型分光器	足立 (純) 北島 (東工大)
BL-20B	●	白色・単色 X線トポグラフィ/X線回折実験ステーション	杉山
BL-27		B M	宇佐美
BL-27A	●★	放射性試料用軟X線実験ステーション	宇佐美 横谷 (量研機構)
BL-27B	●★	放射性試料用X線実験ステーション	宇佐美 岡本 (原研機構)
BL-28		H U	北村
BL-28A/B	●	可変偏光 VUV・SX 不等間隔平面回折格子分光器 高分解能角度分解光電子分光実験ステーション	北村
PF-AR			
AR-NE1		E M P W	船守
AR-NE1A	●	レーザー加熱超高压実験ステーション	船守
AR-NE3		U	山田
AR-NE3A	●	タンパク質結晶構造解析ステーション	山田
AR-NE5		B M	船守
AR-NE5C	●	高温高压実験ステーション /MAX80	船守
AR-NE7		B M	平野
AR-NE7A	●	X線イメージングおよび高温高压実験ステーション	平野
AR-NW2		U	丹羽
AR-NW2A	●	時間分解 DXAFS / X線回折実験ステーション	丹羽
AR-NW10		B M	仁谷
AR-NW10A	●	XAFS (高エネルギー) 実験ステーション	仁谷
AR-NW12		U	引田
AR-NW12A	●	タンパク質結晶構造解析ステーション	引田
AR-NW14		U	野澤
AR-NW14A	●	ピコ秒時間分解 X線回折・散乱・分光	野澤
低速陽電子			和田
SPF-A3	●	全反射高速陽電子回折 (TRHEPD) ステーション	和田
SPF-A4	●	低速陽電子回折 (LEPD) ステーション	和田
SPF-B1	●	汎用低速陽電子実験ステーション	和田
SPF-B2	●	ポジトロニウム飛行時間測定ステーション	和田

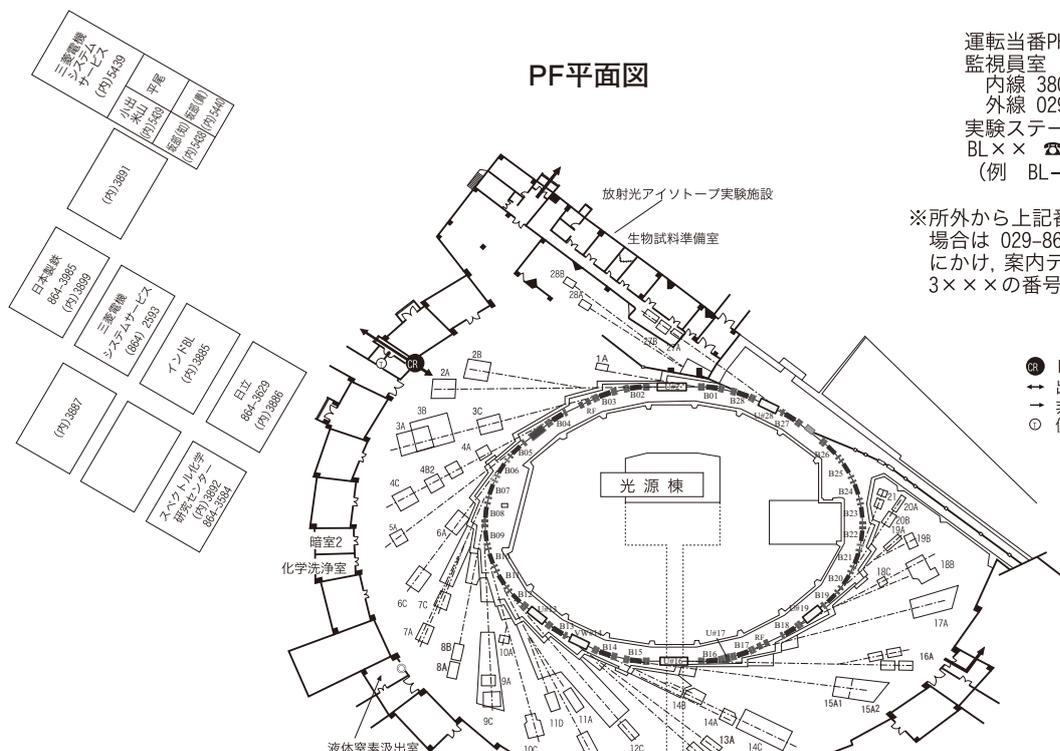
【UG 運営装置】 AR-NE7A 高温高压実験装置 (MAX-III) 久保友明 (九州大)

【所外ビームライン】 BL-7A 東大 RCS 岡林 潤 (東大) jun@chem.s.u-tokyo.ac.jp
BL-18B インド JNCASR MANNA, Gouranga 029-879-6237 [2628] mannag1988@gmail.com

PF平面図

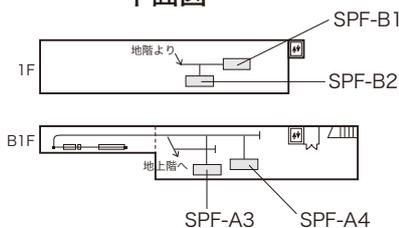
運転当番PHS 4209
 監視員室
 内線 3800
 外線 029-864-5778
 実験ステーション
 BL×× ☎38××
 (例 BL-6 ☎3806)

※所外から上記番号にアクセスする
 場合は 029-864-5200 (代表番号)
 についで、案内テーブルの後に4×××、
 3×××の番号を押して下さい。



- IDカードリーダー
- 出入口
- ⇄ 非常口
- 便所

低速陽電子実験施設 平面図



☎3881
原田 山口(幸)
東 佐々木(洋)
尾崎
☎3880 ☎5630

実験準備室

実験準備室7	実験準備室5	実験準備室3 仮眠室 (男子)	実験準備室1 談話室 2
	☎3874	(閉鎖中)	☎3858
☎5709	☎5708	実験準備室4	実験準備室2 日本アクセス
		☎5650	☎3872

PF-AR平面図

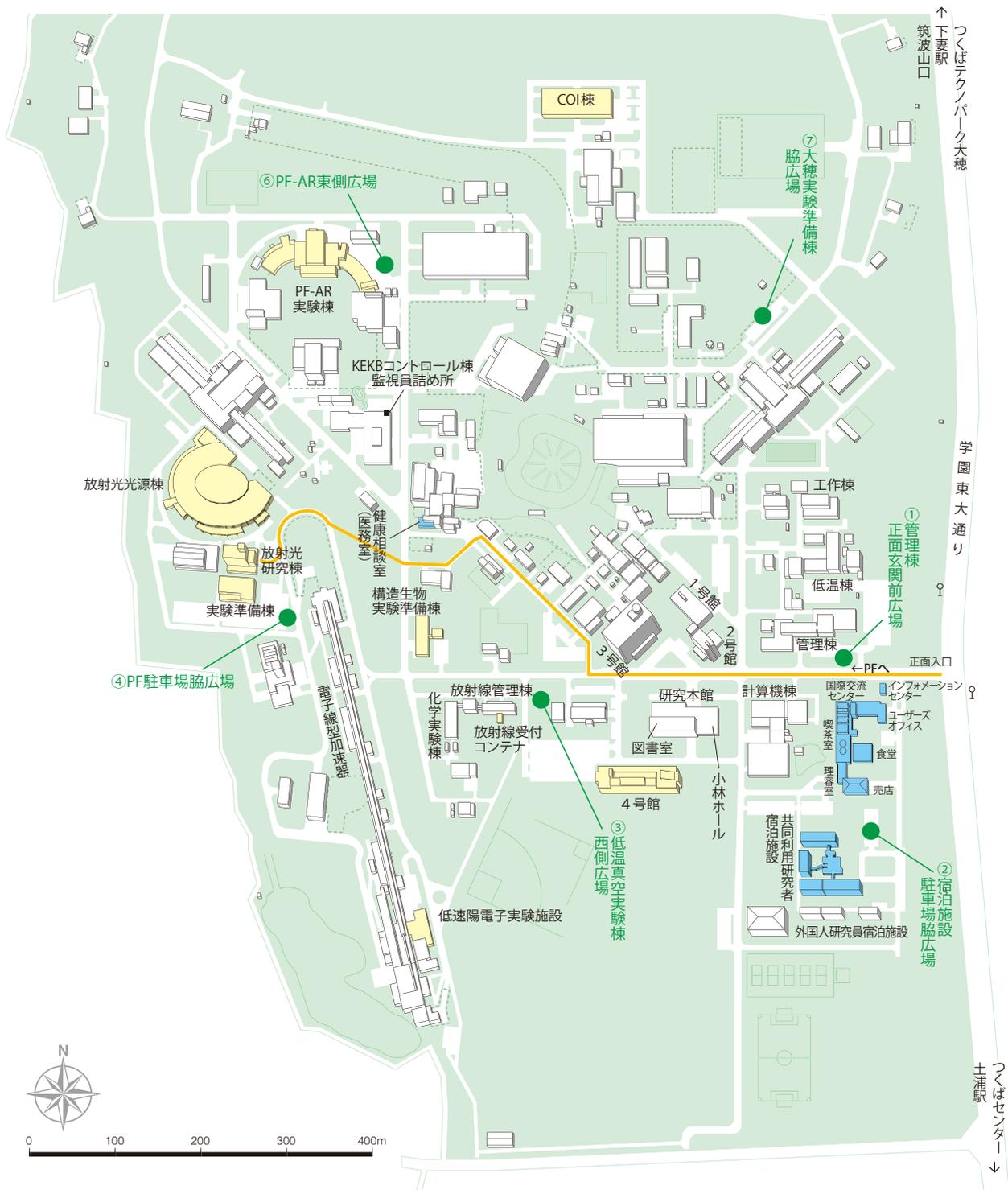


PF-AR実験準備棟

真空装置調整室 ☎3846	結晶加工室 ☎3846	臨床準備室 打ち合わせ室 ☎3847	試料準備室 ☎3847
	光学素子評価室 ☎3846	☎864-5796 FAX兼用	暗室 倉庫

NW 2 ☎3324 NE1 ☎3831
 NW10 ☎3210 NE3 ☎3833
 NW12 ☎3212 NE5 ☎3835
 NW14 ☎3214 NE7 ☎3834

高エネルギー加速器研究機構平面図



— 歩行者・自転車用ルート

● 緊急時避難場所 Emergency Assembly Area

非常の際は、運転当番 4209 インフォメーションセンター 3399

発行 PHOTON FACTORY NEWS 編集委員会(TEL:029-864-5196)

〒305-0801 茨城県つくば市大棟1-1

高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 放射光実験施設 (<https://www2.kek.jp/imss/pf/>)

Vol.39 No.3 2021 TEL:029-864-1171 (機構代表)

