

3-4. 生命科学グループ

千田 俊哉

物質構造科学研究所放射光科学第二研究系

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

1. 概要

生命科学グループは、構造生物学を軸に、放射線科学からイメージング技術に至る広範な分野を研究対象としている。生命現象を理解するために、分子や生体の構造を解明すると共に、外界の刺激に対する反応を始めとして、どのようにして生命活動が維持されているのかを、分子や原子のレベルで理解することを目的としている。このような目的を達成するために、放射光を利用した研究を推進する。更に、これらの目的を達成するために必要な生化学、分子生物学、生理学的な研究も共同研究を含む形で推進している。

BL・実験ステーション、及び担当者は以下の通り。

| BL・実験ステーション | 担当者 | 備考（ユーザー運営、大学運営など） |
|-------------|--------|-----------------------------|
| BL-1A | 松垣 直宏 | |
| BL-5A | 松垣 直宏 | |
| BL-6A | 五十嵐 教之 | |
| BL-10C | 清水 伸隆 | |
| BL-14C | 兵藤 一行 | |
| BL-15A2 | 清水 伸隆 | |
| BL-17A | 山田 悠介 | |
| BL-27A | 宇佐美 徳子 | |
| BL-27B | 宇佐美 徳子 | |
| AR-NE3A | 山田 悠介 | |
| AR-NE7A | 兵藤 一行 | MAX III（高圧実験装置）ユーザーグループ運営装置 |
| AR-NW12A | 引田 理英 | |

2. 活動内容

タンパク質結晶構造解析分野においては、構造生物学を軸として、タンパク質の発現、精製、結晶化から、回折データ測定、構造決定まで一貫した研究が可能なように、幅広い取り組みを行っている。特に、結晶化ロボット、全自動測定、実験データ用の各種データベースを開発、整備しユーザーに公開するとともに、構造決定の手法としては、Native-SAD法を中心として、結晶の取り扱いも含めた解析手法の開発に取り組んでいる [1, 2]。2016年度はビームラインの基盤整備として共有ネットワークストレージを更新し、増大する実験データを効率的にハンドリングできるよう対応した。これらの測定関連の研究に加え、構造生物学的な研究も推進している。ガンや感染症などの疾病に

関連する研究 [3]、転写・エピジェネティクスに関する研究、代謝に関する研究、難分解性芳香族化合物の分解酵素に関する研究を、上記の測定技術を積極的に活用し推進してきた。ビームラインの産業利用に関しても積極的に進めており、15社近くの企業がタンパク質結晶構造解析用のビームラインを利用している。新施設利用制度が施行され、リモートアクセス実験や代行測定実験による利用が進んだ。また、今年度からは、AR-NW12Aを引田理英博士が担当者することとなった。

小角散乱分野は、主に高分子を中心とするソフトマター材料科学と溶液散乱を中心とした生命科学分野で活発に利用されている。2016年度も主に測定・解析環境の高度化、ハイスループット化を引き続き推進した。装置整備としては、以前より要望の高かった試料の冷却加熱ステージ2タイプ（Linkam社製10002L、Instec社製HSC302-LN190）を導入した。従来のもより利用可能な温度範囲が広がり、また高速な温度制御が可能のため実験効率が飛躍的に向上している。斜入射小角散乱用の試料の事前評価のために光学膜厚計測システム（テクノシナジー社製DF-1045R1）も導入されている。一方、利用の成果公開が積極的に進められており、3本のビームラインを利用した論文は46本登録されている（2017年5月現在）。

X線医学イメージング分野では、BL-14C、AR-NE7Aにおいて吸収コントラストによる微小血管造影法 [4]、位相コントラストによるX線干渉法、Diffraction Enhanced Imaging法などにより具体的疾患の機序解明を目的とした生体試料評価実験等を、引き続き、実施してきた。また、これらの実験ステーションでは、高エネルギーの単色X線（100 keV程度まで）や白色X線を利用できることから、X線光学素子、X線分析法、X線検出器などの開発研究も実施されている。関連することとして、第10回科学技術の「美」パネル展で「X線で光る宝石と岩塩」が最優秀賞に選定された。今年度、BL-14Cはウィグラー光源の故障によりユーザー利用時間の短縮、長期シャットダウンとなった。またNE7Aは、新しい電子ビーム入射路建設・立ち上げのために長期シャットダウンとなった。

放射線生物学分野においては、マイクロビームで細胞の特定の部分を照射し、細胞の放射線応答機構に関する研究に力を入れている。中心が遮蔽されたビームを高速で個々の細胞に照射する手法を開発し（「細胞質のみ」照射）、DNAに直接損傷を起こさない条件での細胞応答に関する知見を得ている。また、東亜合成株式会社との共同研究で、がん細胞の放射線感受性を増大させる合成ペプチドを開発

し、2015年度に特許を出願したが、機能性ペプチドと放射線照射を組み合わせる放射線感受性を制御するための研究を引き続き進めている。

構造生物学研究センターにおいては、上記の研究活動に加え、2016年は、10回のスタッフミーティング、安全に関する意識向上のために、1回の安全ミーティングを開催した。

3. 今後の展望

タンパク質結晶構造解析分野においては、通常の回折データ収集における全自動化を目指して開発を進めると共に、精製タンパク質の溶液散乱、結晶化、回折データ測定における各種データベースの統合によるデータの有効利用を目指し、AI技術の利用も視野に入れつつ開発を進める予定である。また、データ取得後の回折データ処理から構造決定に至る部分に関しても可能な限りの自動化を目指したい。

構造生物学研究においては、引き続き上記の分野の研究を行っていく予定であるが、これらの研究における構造決定部分は、自動化機能を最大限に生かして進めることで、全自動解析技術のアピールと普及に力を入れていきたい。また、立体構造データをゲノムデータ、OMICSデータと組み合わせることで、生体内ネットワークの解析を見据えた方向へ研究展開を行うとともに、バイオインフォマティクス分野などとの共同作業を積極的に進めたい。

小角散乱分野においては、さらに高精度なデータをハイスループットに取得可能な計測システム構築を目指し、引き続き測定環境の高度化整備を進める。一方で、企業はもちろん、アカデミアに関しても小角散乱に関する相談が多数寄せられており、今後も利用支援と共同研究を生命科学分野と材料科学分野の両輪で展開していく計画である。

BL-14C、NE7Aとも2017年秋から運用を再開する予定であり、X線医学イメージング分野については、引き続き、大照射面積の高エネルギーX線が得られる実験ステーションの特性を利用して、X線吸収コントラスト法、X線位相コントラスト法により、具体的疾患を対象とした医学的知見を得ることや生体組織の機序の解明を目的として生体試料評価実験を実施する予定である。関連して既存のCCD検出器の保守、各研究目的に最適な画像情報を得ることができるX線検出器の開発・評価も実施する予定である。

放射線生物分野では、これまで二次元の培養細胞で主に研究されてきたバースタンダー効果（低線量放射線の生物効果の主要なメカニズム）を、生体環境に近い3次元モデル組織を用いた系での研究に拡張するための照射方法の開発に力を入れたい。これにより、新規ユーザーの獲得も見込めると考えている。また、がん細胞で活性化しているシグナル伝達経路の阻害剤と、特定のサイトをターゲットにしたマイクロビーム照射との組み合わせで、がん細胞の悪性化のメカニズムを捉え、がん治療開発への知見としたいと考えている。

引用文献

- [1] D. Liebschner, Y. Yamada, N. Matsugaki, M. Senda and T. Senda, *Acta Crystallogr. D* **72**, 728 (2016).
- [2] M. Senda, T. Hayashi, M. Hatakeyama, T. Takeuchi, A. T. Sasaki and T. Senda, *Cryst. Growth Des.* **16**, 1565 (2016).
- [3] N. Kuwabara et al. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **113**, 9280 (2016).
- [4] S. Fuji et al., *Gen. Thorac. Cardiovasc. Surg.* **64**, 597 (2016).

BL-1A：タンパク質結晶構造解析ステーション

松垣 直宏^{1,3}, 山田 悠介^{1,3}, 平木 雅彦^{2,4}, 引田 理英^{1,3}, 千田 俊哉^{1,3}

¹ 物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ² 共通基盤研究施設機械工学センター,

³ 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,

⁴ 総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻

1. 概要

BL-1AはPFおよびPF-ARにある5本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。ターゲットタンパク質研究プログラム(2007-2011)のもと建設され2010年よりユーザー公開されている。4 keV近傍の低エネルギービームを利用したNative SAD法による位相決定(タンパク質に本来含まれるイオウ等の軽原子の異常散乱を利用した位相決定)を効率よく遂行できるビームラインとして整備・開発が行われている。短周期アンジュレータ光源と非球面集光光学系により試料位置で10ミクロン程度の大きさの高輝度ビームが利用可能であるため、微小結晶の回折実験に適したビームラインとなっている。また、測定を完全なヘリウム雰囲気で行えるなど、低エネルギービームを用いた実験に最適化されている。検出器は高いフレームレートを有するピクセルアレイ型検出器(Dectris社製Eiger X4M, 有効面積155×163 mm, 2台)である。

2. 整備開発および運用状況

ミニカップゴニオメータの利用をユーザーに公開した。ユーザーインターフェースから κ - Φ 角を随時変更可能となっている。試料をマウントしてから数分間程度試料位置が10 μ m程度ドリフトするという問題があったが、磁石付き台座をアルミニウム製に変更することで解消された(図1)。一方、ピクセルアレイ型検出器Eiger X4M(Dectris社製)2台をV字配置にしての高分解能測定も、ユーザーの要望があれば対応できるように、ソフトウェア・ハードウェアを整備した。



図1 試料位置周辺。コリメーションシステム更新、アニーリングスクリーンの導入、ミニカップゴニオメータの改良を行った。

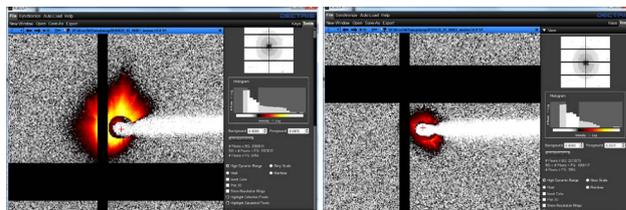


図2 低エネルギー利用時のビームストッパー周辺の寄生散乱。左：従来。右：コリメーションシステム更新後。

要望が多かった試料のアニーリングスクリーンを導入した(図1)。試料周辺の機器と干渉しないよう設計されている。また、コリメーションシステムを更新し低エネルギー利用時に問題となっていたビームストッパー周辺の寄生散乱を低減することに成功した(図2)。従来は200 μ m径のコリメータのみであったが、100 μ m径のピンホールと150 μ m径のコリメータのダブルコリメーティングシステムとした。ヘリウムチャンバー内のコリメーションシステムの位置調整は、ピエゾステージによって精密かつ遠隔で制御できる。

試料周辺を微小ビームでスキャンし、得られた回折像から試料位置を特定する「回折スキャン」を改良した。特にゴニオメータの動きを見直すことで高速スキャン(100 Hz程度のフレームレート)でも正確な位置特定が可能となった。

サンプルチェンジャーのデューワーヒータを改良し、霜の発生を低減した。サンプルカセットの自動チェック、サンプルピンのバーコード読み込み等の実装が行われ、他のビームラインと同等となった。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、主に微小ビームを必要とするユーザーに配分が行われた。低エネルギービームの利用は依然少ない。一般課題による利用、施設利用・民間共同研究による利用の他、創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業に他ビームラインよりも大きな割合(30~40%)でビームタイムを配分した。ここでは支援のためのビームタイムに加えNative SAD法の手法開発等を目的とした高度化ビームタイムとして利用された。

4. 今後の展望

微小ビームと高フレームレート検出器の特性を生かし、

微小結晶の効率的なビームスキャンの高度化を進める。微小結晶からの構造解析の可能性を高めるため、多数の微小結晶から得られた部分データをマージして効率的にデータセットを得るための測定・解析法を開発する。また、2台の検出器をV字配置することによる高分解能測定やミニカップ・ゴニオメータを用いた測定等と組み合わせることで、Native SAD法による位相決定の適用範囲の拡大と一般化につながると考えられる。

BL-5A：タンパク質結晶構造解析ステーション

松垣 直宏^{1,3}, 山田 悠介^{1,3}, 平木 雅彦^{2,4}, 引田 理英^{1,3}, 千田 俊哉^{1,3}

¹ 物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ² 共通基盤研究施設機械工学センター,

³ 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,

⁴ 総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻

1. 概要

BL-5A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。文部科学省科学技術振興調整費および文部科学省新世紀重点創生研究プラン (RR2002) タンパク 3000 プロジェクトの予算により建設され 2004 年度よりユーザー公開されている。多極ウィグラーを光源とし、前置鏡、二結晶分光器、および疑似トロイダルミラーによる光学系により 7~17 keV の幅広い波長範囲で 100~200 ミクロンサイズの高フラックスビームが利用できる。回折計横にはサンプルチェンジャーが常設されており、200 ~ 300 個の凍結試料を自動で交換することが出来る。また当初から大面積の X 線 CCD 検出器 (ADSC 社製 Quantum 315, 有効面積 315 × 315 mm) や高精度のゴニオメータを備えている (図 1)。様々な原子種からの多波長異常分散法による位相決定や、平均サイズのタンパク質結晶からのハイスループット測定等に適したビームラインである。

2. 整備開発および運用状況

実験ハッチの空調に使用されていたエアコンが故障した。運用年数も長く修理費も高額であったため、新規にエアコンを導入した。従来エアコンからの気流が試料を冷却する低温ガス気流を乱すという問題があったため、ソックスダクト付きのエアコンを選定し設置した (図 2)。

2016 年度は、PF-AR において秋および冬運転が停止であったため、AR-NE3A に設置されていたピクセルアレイ型検出器 Pilatus 2MF (Dectris 社製) を一時的に BL-5A に移設してユーザー利用に供した。高速なデータ収集が



図2 ソックスダクト付きエアコン

可能となり、ユーザーの多くが結果に満足した。2017 年 3 月の運転停止後、Pilatus 2MF は AR-NE3A へ戻し、Quantum315r を再設置した。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、主に標準的な大きさ (100~200 ミクロン以上) の結晶を持つユーザーに配分が行われた。一般課題による利用、施設利用・民間共同研究による利用の他、創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業の支援にもビームタイムが配分された。

4. 今後の展望

試料の観察系を他ビームライン同様 X 線ビームと同軸方向から可能とし、より簡便で正確な試料のセンタリング (試料とビームの位置合わせ) を実現する。同時に、試料の湿度コントロールができるよう、10 年以上使用してきた回折計を一新したい。

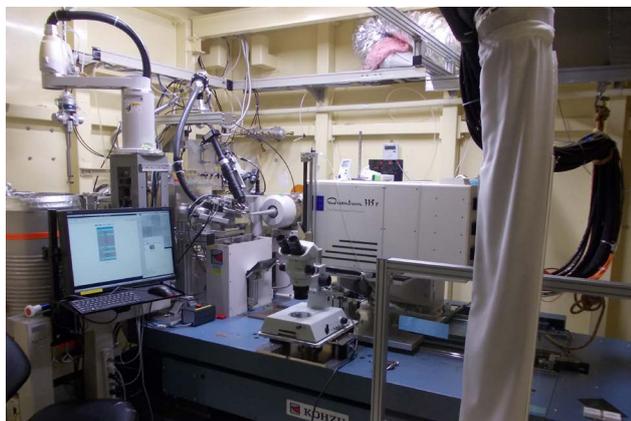


図1 BL-5A エンドステーション全景

BL-6A : X線小角散乱ステーション

五十嵐 教之^{1,4}, 森 丈晴², 高木 秀彰², 永谷 康子¹, 大田 浩正³,
西條 慎也², 米澤 健人², 谷田部 景子², 高橋 正剛², 小菅 隆¹, 清水 伸隆^{2,4}

¹物質構造科学研究所放射光科学第一研究系, ²物質構造科学研究所放射光科学第二研究系,

³三菱電機システムサービス(株) 加速器技術センター,

⁴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

1. 概要

BL-6Aは偏向電磁石を光源とするX線小角散乱(SAXS)ビームラインで,最大で100 nm程度までの構造情報を得ることができる。測定X線波長は1.5 Å固定で,カメラ長は250, 500, 1000, 2000, 2500 mmから選択することができるが,別途,高角散乱(WAXS)用のチャンバを利用する事も可能である[1-2]。測定試料分野は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っているが,2016年度では,ビームタイムの49.6%が材料科学(ソフト&ハード),28.7%が脂質・生体繊維試料,13.1%がBioSAXS(タンパク質X線溶液散乱)での利用となっている。測定形態としては,材料科学系の試料に「加熱」や「冷却」といった外部変調を加えたIn-situ時分割測定が主に実施されている。ビーム性能に関して他の小角散乱ビームラインBL-15A2, BL-10Cと比較した場合,輝度に関しては挿入光源ビームラインであるBL-15A2には及ばないが, BL-10Cよりは2倍程度となっている。一方,光学系配置に依存してビームの発散度が大きいため,小角分解能に関してはカメラ長が長くなるにつれて他の2本よりもやや劣る性能となっている。性能の詳細は小角散乱ビームラインのHP(<http://pfwww.kek.jp/saxs/>)にて公開している[1-2]。

2. 整備開発および運用状況

BL-6Aでは,2016年9月にファイルサーバーを更新した。これまで利用していたサーバーは2011年に導入したもののだが,2014年度より検出器が高速・大面積のPILATUS3 1Mに更新された影響で,測定スピードやデータ容量に問題が生じていた。さらに,2015年秋頃よりネットワーク接続に時々不具合が発生し,その間のデータを損失するなどのトラブルも発生していた。そこで今回,容量を2.7TBから12TBに増加させ,読み出し/書き込み速度も向上させた。その結果,不具合も無く安定にデータ収集できる状況に復旧した。また,これまでBL-6Aには微量分光光度計が常設されておらず,利用する場合はBL-15A2等から借りてきて使用するなど,やや不便な状況であった。そこで利用頻度の高いBL-10Cに新しく微量分光光度計を導入し,これまでBL-10Cで利用していた装置Astra Gene(Astranet)をBL-6Aに移設した。

BL-6Aは他の2本の小角散乱ビームラインと共に共同運用されているため,各所の高度化などは共通で実施して

いる。以下は3ビームライン共通の高度化・整備状況である。以前より要望の高かった試料の冷却加熱ステージ2タイプ(Linkam Scientific社製10002L, Instec社製HSC302-LN190)を新たに導入した。Linkam社製ステージは-190~600°C, Instec社製ステージは-190~400°Cの範囲で同様に高速に温度調整が可能である。特徴として, Linkam社製ステージは試料をステージ内部に封入するのに対し, Instec社製ステージでは既存の溶液用試料セルなどを位置再現良く抜き差ししながら利用することが可能である。なお,このInstec社製ステージはSPRING-8のBL40B2より紹介をされた装置である(2011年度SPRING-8年報,P87を参照)。両ステージ共に,導入当初より活発に利用されている。試料でのビーム透過率を評価するために, Si-PIN フォトダイオードを内包したダイレクトビームストッパーを導入している。これまでのタイプはビームストッパーを支えるために柄が生えており,その柄の裏側をフォトダイオードからの信号線を隠すように通していた。そのような形状のため,計測される2次元画像データには必ず柄の陰があり,測定する試料によっては計測したい回折パターンがこの影によって削られてしまうといった問題が生じていた。そこで今回,直径0.025 mmのAl-Si(1%)のワイヤーを信号線として利用し,フォトダイオードを内包したビームストッパーを0.0125 mmのKaptonフィルムに貼り付けることで支え,計測する全方位を遮らないで計測可能なフライングビームストッパーを導入した(図1)。ビームストッパーからはフォトダイオードからの信号線が伸

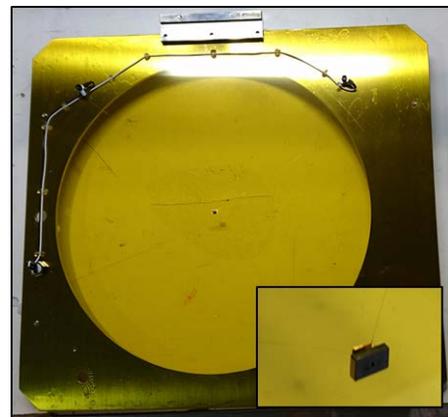


図1 Si-PIN フォトダイオードを仕込んだフライングダイレクトビームストッパー。写真のビームストッパーは縦4×横6 mm。

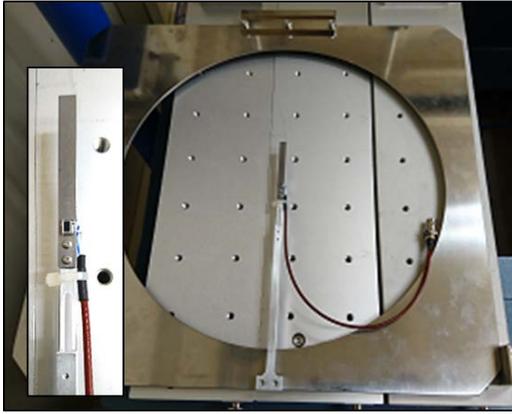


図2 Si-PIN フォトダイオード付き GISAXS 用ビームストッパー

びているが 0.025 mm と極めて細いため、データ上でその影響を観測することは無い。なお、同ワイヤーは SPring-8 の BL45XU より紹介頂いたものである。斜入射小角散乱 (GISAXS) 用には、試料面のビームに対するアライメント調整を行うために新たにフォトダイオードを仕込んだビームストッパーを導入した (図2)。GISAXS ではダイレクトビーム面より鉛直下側のデータは使用しないため、データに影響の無いように信号線は下側に配線している。このフォトダイオードはアライメント調整時にダイレクトビーム位置に移動させ、調整後に実際に計測する際には、鉛直下側に待避して使用する。試料前後のビーム強度を計測するために μ イオンチャンバや上記のフォトダイオードを利用しているが、そこから出力される電流値を計測するために、これまでは Keithley 社製の微小電流計 Model6485 を利用してきた。今回、ダークレベルの調整機能を重視して、これを低ノイズタイプの電流アンプ (DLPCA-200 (FEMTO Messtechnik)) に置き換えた。その結果、SAnGler [3] で処理する際にはダークレベルを差し引く必要はあるが、ビームの積分強度の直線性が向上したため、より微弱な散乱強度領域のデータ処理を高精度に実施することが可能となった。また、GISAXS で計測する薄膜試料の膜厚を X 線測定とは別に評価するために、2017 年 2 月に光学膜厚計測システム DF-1045R1 (テクノ・シナジー) を生理試料準備室に導入した。今後、SAXS 測定前の試料の事前評価に活用されると期待している。

3. ビームタイム利用状況

BL-6A のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-10C, 15A2 と一体で日程配分を行なっている。基本的に評点に基づく傾斜配分を行なっており時期によって異なるが、1 課題に対して最大で 72 時間、続いて 48, 24, 12 時間の順でビームタイム時間を配分している。いずれのビームラインも現在非常に混雑している。ビームタイム開始時のセットアップは、休日平日に関係無く基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などは、自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-6A は光学系やスペースの問題から、測定波長が固定など他の 2 本と比較して利用環境に幾つか制限がある。しかし、その性能に合わせて構築された実験系・装置系では不都合は無く、また、トライアル利用などにも活用するなど、今後も高精度なデータを安定に計測できる測定環境を提供する計画である。

引用文献

- [1] N Shimizu, T Mori, N Igarashi, H Ohta, Y Nagatani, T Kosuge and K Ito. J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 202008 (2013).
- [2] H. Takagi, N. Igarashi, T. Mori, S. Saijyo, H. Ohta, Y. Nagatani, T. Kosuge, N. Shimizu. AIP Conf. Proc. **1741**, 030018 (2016).
- [3] N. Shimizu, K. Yatabe, Y. Nagatani, S. Saijyo, T. Kosuge and N. Igarashi. AIP Conf. Proc. **1741**, 050017 (2016).

BL-10C : X線小角散乱ステーション

清水 伸隆^{1,4}, 西條 慎也¹, 大田 浩正², 永谷 康子³, 高木 秀彰¹,
森 丈晴¹, 米澤 健人², 谷田部 景子¹, 高橋 正剛¹, 小菅 隆³, 五十嵐 教之^{3,4}

¹物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ²三菱電機システムサービス(株)加速器技術センター,

³物質構造科学研究所放射光科学第一研究系, ⁴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

1. 概要

BL-10Cは偏向電磁石を光源とするX線小角散乱(SAXS)ビームラインで、最大で150 nm程度までの構造情報を得ることができる。利用可能な測定X線波長は0.89～1.77 Åの範囲で、カメラ長は250, 500, 1000, 2000, 3000 mmから選択する事ができるが、別途、高角散乱(WAXS)用のチャンバを利用する事も可能である。測定試料分野は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っているが、2016年度では、ビームタイムの29.1%が材料科学(ソフト&ハード)、8.2%が脂質試料、54.1%がBioSAXS(タンパク質X線溶液散乱)での利用となっている。上記割合の通り、BioSAXS利用に向けて測定装置や試料環境などが中心的に整備されている。ビーム性能に関して他の小角散乱ビームラインBL-15A2, BL-6Aと比較した場合、輝度に関しては挿入光源ビームラインであるBL-15A2はもちろん、BL-6Aにもやや劣っている(BL-6Aの1/2程度)。一方、2013年度末に実施したビームラインの大規模高度化によって波長変更が可能となり、ビームの発散度を抑えつつカメラ長を伸ばした効果で計測可能な小角分解能が1.5倍に増加し、またWAXS計測系も導入されている。従って、フルタイムで利用できないBL-15A2の状況から、PFの小角散乱ビームラインの中では最も汎用度が高いビームラインと位置づけている。性能の詳細は小角散乱ビームラインのHP(<http://pfwww.kek.jp/saxs/>)にて公開している。

2. 整備開発および運用状況

BL-10Cでは、2016年4月にファイルサーバーを更新した。これまで利用していたサーバーは2009年に導入したものだが、2014年度より検出器が高速・大面積のPILATUS3 2Mに更新された影響で、測定スピードやデータ容量に問題が生じていた。そこで今回、容量を2.7TBから12TBに増加させ、読み出し/書き込み速度もより高速なタイプに変更した。その結果、データ格納期間が延長されるだけでなく計測後の画像データの表示速度が向上するなど、ユーザー利用に恩恵があった。BL-10CではBioSAXS利用が多いため、溶液試料の濃度評価に利用する微量分光光度計の利用頻度が最も高い。そこでAstra Gene II(AstraNet)をBL-10Cに新たに設置し(図1)、これまで利用していた同じAstra Geneの旧型をBL-6Aに移設した。また、BL-10Cには溶液試料用の分注機が常設されているが、同機は試料部に温調機構が無く、また専用の

コントローラから分注条件を一つ一つ入力する必要があるなど、利用上不利な条件があった。そこで、試料部に温調機構を導入し、96穴プレートだけではなく0.5 mlのチューブ24本にも分注できるように改造を行った(図2)。さらに、専用コントローラを廃止し、BL-15A2のサンプルチェンジャーと同じソフトウェアでPCから制御する形式に変更した。その結果、多数の分注条件をcsvファイルで一度に作成し、ソフトウェアに読み込ませて連続実行させることが可能となった。一方で不具合対応としては、2016年6月に動作が不調となっていたゲートバルブVC2を交換した。また2017年2月にはDSSに動作不良が発生し、原因である圧空供給用の電磁弁を交換した。

BL-10Cは他の2本の小角散乱ビームラインと共に共同運用されているため、各所の高度化などは共通で実施している。以下は3ビームライン共通の高度化・整備状況である。以前より要望の高かった試料の冷却加熱ステージ2タイプ(Linkam Scientific社製10002L, Instec社製HSC302-

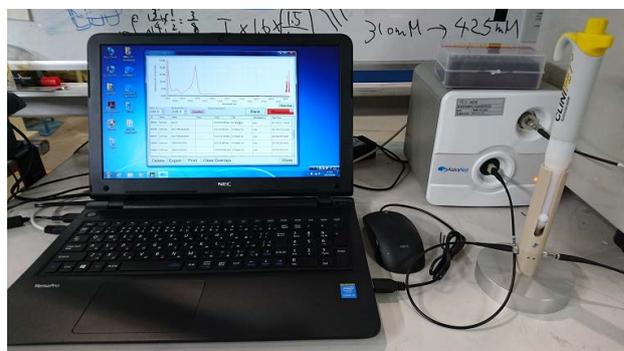


図1 BL-10Cに導入された微量分光光度計 Astra Gene II (AstraNet)



図2 高度化された分注機(日京テクノス)

LN190) を新たに導入した。Linkam 社製ステージは -190 ~ 600°C, Instec 社製ステージは -190 ~ 400°C の範囲で同様に高速に温度調整が可能である。特徴として、Linkam 社製ステージは試料をステージ内部に封入するのに対し、Instec 社製ステージでは既存の溶液用試料セルなどを位置再現良く抜き差ししながら利用することが可能である。なお、この Instec 社製ステージは SPring-8 の BL40B2 より紹介をされた装置である (2011 年度 SPring-8 年報, P87 を参照)。両ステージ共に、導入当初より活発に利用されている。試料でのビーム透過率を評価するために、Si-PIN フォトダイオードを内包したダイレクトビームストッパーを導入している。これまでのタイプはビームストッパーを支えるために柄が生えており、その柄の裏側をフォトダイオードからの信号線を隠すように通していた。そのような形状のため、計測される 2 次元画像データには必ず柄の陰があり、測定する試料によっては計測したい回折パターンがこの影によって削られてしまうといった問題が生じていた。そこで今回、直径 0.025mm の Al-Si(1%) のワイヤーを信号線として利用し、フォトダイオードを内包したビームストッパーを 0.0125mm の Kapton フィルムに貼り付けることで支え、計測する全方位を遮らないで計測可能なライティングビームストッパーを導入した。ビームストッパーからはフォトダイオードからの信号線が伸びているが 0.025mm と極めて細いため、データ上でその影響を観測することは無い。なお、同ワイヤーは SPring-8 の BL45XU より紹介頂いたものである。斜入射小角散乱 (GISAXS) 用には、試料面のビームに対するアライメント調整を行うために新たにフォトダイオードを仕込んだビームストッパーを導入した。GISAXS ではダイレクトビーム面より鉛直下側のデータは使用しないため、データに影響の無いように信号線は下側に配線している。このフォトダイオードはアライメント調整時にダイレクトビーム位置に移動させ、調整後に実際に計測する際には、鉛直下側に待避して使用する。試料前後のビーム強度を計測するために μ イオンチャンバや上記のフォトダイオードを利用しているが、そこから出力される電流値を計測するために、これまでは Keithley 社製の微小電流計 Model6485 を利用してきた。今回、ダークレベルの調整機能を重視して、これを低ノイズタイプの電流アンプ (DLPCA-200 (FEMTO Messtechnik)) に置き換えた。その結果、SAngher [1] で処理する際にはダークレベルを差し引く必要はあるが、ビームの積分強度の直線性が向上したため、より微弱な散乱強度領域のデータ処理を高精度に実施することが可能となった。また、GISAXS で計測する薄膜試料の膜厚を X 線測定とは別に評価するために、2017 年 2 月に光学膜厚計測システム DF-1045R1 (テクノ・シナジー) を生理試料準備室に導入した。今後、SAXS 測定前の試料の事前評価に活用されると期待している。

3. ビームタイム利用状況

BL-10C のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-6A, 15A2 と一体で日程配分を行なっている。

基本的に評点に基づく傾斜配分を行なっており時期によって異なるが、1 課題に対して最大で 72 時間、続いて 48, 24, 12 時間の順でビームタイム時間を配分している。いずれのビームラインも現在非常に混雑しているが、3 本の中で BL-10C の利用希望が突出している。ビームタイム開始時のセットアップは、休日平日に関係無く基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などは、自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-10C は最も汎用度が高く様々な試料分野に活用されているが、BioSAXS 利用が増加しており HPLC などの利用と相まって、今後もこの傾向が続くと推測される。

引用文献

- [1] N. Shimizu, K. Yatabe, Y. Nagatani, S. Saijyo, T. Kosuge and N. Igarashi. AIP Conf. Proc. **1741**, 050017 (2016).

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

兵藤 一行

物質構造科学研究所放射光科学第二研究系
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

1. 概要

本ステーションは、ウィグラー光源から発生する縦偏光放射光を利用でき、必要に応じて白色X線または単色X線を実験ハッチに導入することができる。実験ハッチの上流側には、図1、図2に示すように14Cメインハッチが設置されていて、縦偏光放射光に対応した二結晶分光器、DSS (Down Stream Shutter) が設置されている。単色X線利用時にはこのDSSを閉じるだけで実験ハッチに入室できる設計になっていて、二結晶分光器の光学素子 (Si(220)) に常時放射光が照射されることで光学素子が熱的に安定な状態で実験を遂行することができる。単色X線は、8 keV程度から80 keV程度まで利用可能であり、17-50 keVの単色X線が多用されている。実験ハッチ内上流側には汎用定盤が設置されていて、吸収コントラスト、位相コントラストを用いたX線イメージング実験、X線検出器やX線線量計の開発・評価実験などが実施されている。実験遂行に必要な精密ゴニオメータ、X線スリット、試料位置調整装置、パルスモータードライバー、制御系等の基本的実験機器は常備されているが、独自の実験機器を搬入して使用することも可能である。実験ハッチ内下流側には大型の分離型X線干渉計 (図3) が常設されていて、位相コントラストを用いたX線イメージング実験が実施されている。本ステーションは、縦偏光、縦長の放射光を利用できることから、光学素子、実験機器の水平面内での展開が可能であり、X線イメージング実験、特に大型の分離型X線干渉計を用いた実験遂行に最適なステーションとなっている。実験ハッチは、実験に影響を与える環境温度変化を小さくするために内側全面に断熱材を貼っている。



図2 BL-14C 外観



図3 BL-14C X線イメージング用実験装置

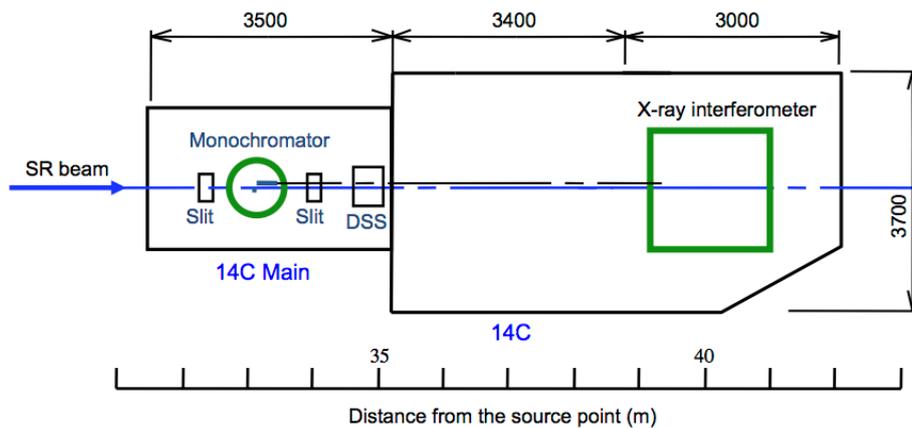


図1 BL-14C 平面図

2. 整備開発および運用状況

2016年度は、ウィグラー光源の故障（電子ビームダクトからの真空リーク等）により、第一期ユーザー利用実験開始の遅れと5-6月期ビームタイム配分の再調整、第三期ユーザー利用実験停止となり、BL-14全体の運用時間が大幅に短くなった。立ち上げ・調整の時間帯には、前年度に引き続き、ビームラインに設置した二結晶分光器（図1参照）から得られる単色X線強度の安定化を目的としてピエゾ素子を用いた光学素子（Si(220)）間の角度調整（ $\Delta\theta$ ）用自動フィードバック機構の調整、運用確認を実施した。前年度に実施した精密ゴニオメータ用Z軸ステージ二台の保守により、実験ハッチ内にユーザーが設置するX線光学素子を、より安定して高精度で制御することができるようになっていて、長時間のX線照射が必要なCT実験などの場合に効果が得られていることを再確認できた。単色X線と白色X線の切り替えは、ユーザー実験遂行に最適なタイミングで実施できるように、ユーザーと日時調整をして実施している。

3. ビームタイム利用状況

本ステーションでは、常設の大型X線干渉計を用いた実験、位相コントラストを用いた実験（タルボ干渉計、小型X線干渉計、DEI, DFI）、吸収コントラストを用いた実験、X線検出器やX線線量計の開発・評価実験などを遂行する実験グループがあり、ビームタイム配分は、実験課題の放射光共同利用実験審査委員会（PF-PAC）評点に対応した配分を実施している。X線イメージング実験では、S2型課題1件、MP課題1件が実施されている。また、X線イメージング実験に関する共同研究、CUPAL実習も実施した。

5. 今後の展望

ウィグラー光源故障修理作業は2017年度に実施される予定であり、2017年度第二期ユーザー利用実験ではBL-14の運用が再開される予定である。

今後も、世界的に貴重な縦偏光、縦長の白色放射光、高エネルギー単色X線の特性を利用した共同利用研究を推進する予定である。分離型X線干渉計は、生体試料の場合、軟部組織中の微小な変化を描出する能力が他のX線イメージング法に比較して特に優れていて、生体試料に関する積極的な利用推進が予定されている。また同様に干渉計イメージングの特長を利用したガスハイドレートや燃料電池などのエネルギー分野の利用などの産業応用も予定されている。単色X線強度変動や実験ハッチ環境（振動ノイズ、温度環境など）などは、分離型X線干渉計を用いたイメージング実験が遂行可能な状況であれば、他の実験への影響はほとんどないと考えられ、今後も引き続き、より安定した状態での分離型X線干渉計実験遂行のための対応を行う予定である。

BL-15A2：高輝度X線小角散乱実験ステーション

清水 伸隆^{1,4}, 高木 秀彰¹, 永谷 康子², 西條 慎也¹, 谷田部 景子¹,
森 丈晴¹, 大田 浩正³, 米澤 健人², 高橋 正剛¹, 小菅 隆², 五十嵐 教之^{2,4}

¹物質構造科学研究所放射光科学第一研究系, ²物質構造科学研究所放射光科学第二研究系,

³三菱電機システムサービス(株)加速器技術センター

⁴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

1. 概要

BL-15A2は短周期アンジュレータを光源とするX線小角散乱(SAXS)ビームラインで、最大で300nmを超える構造情報を得ることができる。実験ハッチ内には2つの測定系が直列に配置されており、上流側にはTender領域(2.1~5.4 keV)の低エネルギーX線を利用した斜入射小角散乱(GISAXS)装置、下流側には汎用のX線エネルギー(5.7~15 keV)を利用したSAXS, GISAXS測定が可能な長尺実験定盤が設置されている。低エネルギーGISAXS装置のカメラ長は830mm固定だが、2.4 keVの利用では220nmの小角分解能となる。一方で汎用長尺定盤では、カメラ長は250, 500, 1000, 1500, 2500, 3500mmから選択する事ができるが、別途、高角散乱(WAXS)用のチャンバを利用する事も可能である。測定試料分野は生体試料を含むソフトマテリアルからハードマテリアルまで多岐に渡っているが、2016年度では、ビームタイムの41.9%が材料科学(ソフト&ハード)、5.6%が脂質・生体試料、25.8%がBioSAXS(タンパク質X線溶液散乱)での利用となっており、また、ユーザー利用時間の13.3%を施設利用や民間共同研究で企業が利用している。PFの3本の小角散乱ビームラインでは最も高輝度なビームを利用する事が可能であり、その光の性能を有効に活用するため、溶液サンプルチェンジャーによるハイスループット測定システム等が整備されている。また、ビームの平行度も高いため、検出器面上での角度分解能も良好で、他の2本では不可能な近接したピークを分離することが可能である。性能の詳細は小角散乱ビームラインのHP(<http://pfwww.kek.jp/saxs/>)にて公開している[1-2]。

2. 整備開発および運用状況

BL-15A2は他の2本の小角散乱ビームラインと共に共同運用されているため、各所の高度化などは共通で実施している。以下は3ビームライン共通の高度化・整備状況である。以前より要望の高かった試料の冷却加熱ステージ2タイプ(Linkam Scientific社製10002L, Instec社製HSC302-LN190)を新たに導入した(図1)。Linkam社製ステージは-190~600°C, Instec社製ステージは-190~400°Cの範囲で同様に高速に温度調整が可能である。特徴として、Linkam社製ステージは試料をステージ内部に封入するのに対し、Instec社製ステージでは既存の溶液用試料セルなどを位置再現良く抜き差ししながら利用することが可

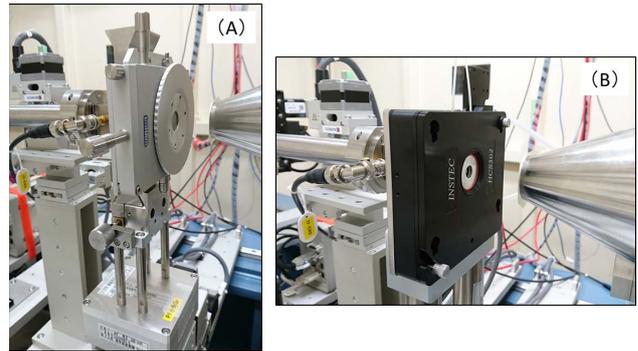


図1 冷却加熱ステージ。(A) 10002L (Linkam Scientific Instruments)。(B) HSC302-LN190 (Instec Inc)

能である。なお、このInstec社製ステージはSPring-8のBL40B2より紹介をされた装置である(2011年度SPring-8年報, P87を参照)。両ステージ共に、導入当初より活発に利用されている。試料でのビーム透過率を評価するために、Si-PINフォトダイオードを内包したダイレクトビームストッパーを導入している。これまでのタイプはビームストッパーを支えるために柄が生えており、その柄の裏側をフォトダイオードからの信号線を隠すように通していた。そのような形状のため、計測される2次元画像データには必ず柄の陰があり、測定する試料によっては計測したい回折パターンがこの影によって削られてしまうといった問題が生じていた。そこで今回、直径0.025mmのAl-Si(1%)のワイヤーを信号線として利用し、フォトダイオードを内包したビームストッパーを0.0125mmのKaptonフィルムに貼り付けることで支え、計測する全方位を遮らないで計測可能なフライングビームストッパーを導入した。ビームストッパーからはフォトダイオードからの信号線が伸びているが0.025mmと極めて細いため、データ上でその影響を観測することは無い。なお、同ワイヤーはSPring-8のBL45XUより紹介頂いたものである。斜入射小角散乱(GISAXS)用には、試料面のビームに対するアライメント調整を行うために新たにフォトダイオードを仕込んだビームストッパーを導入した。GISAXSではダイレクトビーム面より鉛直下側のデータは使用しないため、データに影響の無いように信号線は下側に配線している。このフォトダイオードはアライメント調整時にダイレクトビーム位置に移動させ、調整後に実際に計測する際には、鉛直下側に待避して使用する。試料前後のビーム強度を計測するため

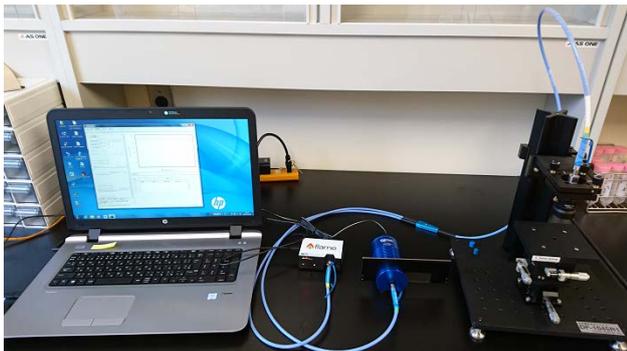


図2 光学膜厚計測システム DF-1045R1 (テクノ・シナジー)。3本のビームライン共通で利用するため生理試料準備室に設置している。

に μ イオンチャンバや上記のフォトダイオードを利用しているが、そこから出力される電流値を計測するために、これまでは Keithley 社製の微小電流計 Model6485 を利用してきた。今回、ダークレベルの調整機能を重視して、これを低ノイズタイプの電流アンプ (DLPCA-200 (FEMTO Messtechnik)) に置き換えた。その結果、SAngler[3] で処理するにはダークレベルを差し引く必要はあるが、ビームの積分強度の直線性が向上したため、より微弱な散乱強度領域のデータ処理を高精度に実施することが可能となった。また、GISAXS で計測する薄膜試料の膜厚を X 線測定とは別に評価するために、2017 年 2 月に光学膜厚計測システム DF-1045R1 (テクノ・シナジー) を生理試料準備室に導入した (図 2)。今後、SAXS 測定前の試料の事前評価に活用されると期待している。

3. ビームタイム利用状況

BL-15A2 のビームタイムは、他の 2 本の小角散乱ビームライン BL-6A, 10C と一体で日程配分を行なっている。基本的に評点に基づく傾斜配分を行なっているが、BL-15A2 に関しては 1 課題で最大でも 48 時間、通常は 24 時間、もしくは 12 時間のビームタイム配分となっている。いずれのビームラインも非常に混雑しているが、BL-15A2 に関しては利用希望者の 3 分の 1 程度が第 2 希望の他のビームラインに回らざるを得ない状況となっており、慢性的にビームタイムが不足している。年間の運転時間が 3000 時間程度の場合は、BL-15A1 との共同運用のため、15A2 側は 1 年間において 6 月の 1 ヶ月、11 月後半～12 月半ばの 1 ヶ月、2 月の 2 週間程度のビームタイム期間になると推測される。ビームタイム開始時のセットアップは、休日平日に関係無く基本的に施設スタッフが対応している。エキスパートユーザーに関しては、ビームタイム中のセットアップ変更などは、自身で行なうことも可能である。

4. 今後の展望

PF の 3 本の小角散乱ビームラインは一体で運用されており、その高度化・整備に関しても同様である。BL-15A2 は PF 小角散乱のフラグシップであり、特に Tender 領域の

X 線を利用した GISAXS 測定に関しては現状国内唯一の実験設備である。従って、アカデミア、企業利用共に BL-15A2 に関する問い合わせは多く、利用希望は益々増加すると期待される。

引用文献

- [1] N. Igarashi, N. Shimizu, A. Koyama, T. Mori, H. Ohta, Y. Niwa, H. Nitani, H. Abe, M. Nomura, T. Shioya, K. Tsuchiya and K. Ito, J. Phys.: Conf. Ser. **425** 072016 (2013).
- [2] N. Igarashi, H. Nitani, Y. Takeichi, Y. Niwa, H. Abe, M. Kimura, T. Mori, Y. Nagatani, T. Kosuge, A. Kamijyo, A.Koyama, H. Ohta and N.Shimizu, AIP Conf. Proc. **1741**, 050021 (2016).
- [3] N. Shimizu, K. Yatabe, Y. Nagatani, S. Saijyo, T. Kosuge and N. Igarashi, AIP Conf. Proc. **1741**, 050017 (2016).

BL-17A：タンパク質結晶構造解析ステーション

山田 悠介^{1,3}, 松垣 直宏^{1,3}, 平木 雅彦^{2,4}, 引田 理英^{1,3}, 千田 俊哉^{1,3}

¹物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ²共通基盤研究施設機械工学センター

³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

⁴総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻

1. 概要

BL-17A は PF および PF-AR にある 5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。短周期アンジュレータを光源とし、試料位置で 20 ~ 50 μm 角程度のサイズのビームを利用することが可能で、主に小さな結晶からのデータ収集を行うことを目的としたビームラインである。

2. 整備開発および運用状況

ビームライン機器の技術的な開発は in-situ 測定のための開発を中心に行われた。BL-17A の回折計には 2 つのゴニオメータが備わっており、通常のクライオ実験と in-situ 測定とではゴニオメータを切り替える必要がある。この切り替えを約 1 分で自動的に行うソフトウェアを開発し、ユーザーが自身のビームタイム中に自由に切り替えられる環境を整備した。これにより in-situ 測定の利用は微増ながら着実に増えてきている。また、in-situ 測定を待つ結晶化プレートを保管する自動インキュベータを整備し、その内部にオフラインの結晶化ドロップ観察装置を導入した。これにより、回折計と同じ構成で結晶化ドロップの観察が可能になり、実験前に測定試料を選別することなどが容易となった。

2015 年に行われた大幅な光学系レイアウトの変更によりビームタイム切り替え時に行う、ビーム性能チェックと軽微な光学系パラメータの修正が複雑となってしまったが、これを半自動的に行えるようなシステムを開発した。これにより運転期間を通じて高い品質のビームを維持できるようになった。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5 本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、その中で微小ビームが必要とするユーザーに配分が行われた。ビームタイムの利用形式としては大学・公的研究機関からの一般課題による利用のほか、創薬等基盤技術支援プラットフォーム事業の支援としての利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。

各ビームタイム期の中盤には 1 週間ほどセットアップビームタイムを確保し、スタッフによる光学系の調整や in-situ 測定のための開発に用いた。

4. 今後の展望

ビームの微小化に伴い、実験装置周辺の振動がビーム強度に影響を及ぼすことが様々なところで顕在化しており、それらについて一つずつ対処し、より安定な微小ビームの供給を目指す。その上で、より微小なビームを生成するための集光ミラーの調整や、波長 2.1 \AA よりも長い波長領域が利用可能となるように高次光カットミラーの利用などを進める。

また、in-situ 測定をより効率的に行うためのユーザーインターフェースの改良や、データ処理パイプラインの整備、オフライン結晶化ドロップ観察等の環境整備を進めて行く。



クライオピンモード



プレートモード

BL-27A：放射性試料用軟X線実験ステーション

宇佐美 徳子

物質構造科学研究所放射光科学第二研究系

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

1. 概要

BL-27A は、偏向電磁石を光源とする軟X線ビームラインであり、ブランチのX線ビームラインBL-27Bとともに非密封RI管理区域（放射光アイソトープ実験施設）内に設置され、放射性物質および核燃料物質を試料として用いることができる。非密封RI管理区域と通常の放射線管理区域（実験ホール）との境界として、ビームライン内にメッシュで裏打ちされたカプトン（ポリイミド膜）があるため、1.8 keVより低いエネルギーの軟X線は実用的な強度では得られない。

上流側には生物用単色軟X線照射装置、下流側には光電子分光装置（日本原子力研究開発機構（JAEA）所有）と、2つの装置（実験ポート）がタンデムに設置されていて、切り替えて使用している。上流の生物用単色軟X線照射装置は、軟X線ビームを空気中に取り出して使うことができる差動排気系、カプトン窓、放射線シールド（ハッチに準ずる）を持ち、真空中に入れることのできない生物試料や溶液試料に単色軟X線を照射することができる。ビームサイズより広い面積の試料にも均一に照射できるように試料スキャン機構を有している。また、このポートを利用して、Heガス置換が可能なグローブボックスを設置し、大気圧で溶液試料の軟X線蛍光XAFS実験が可能である（JAEA所有装置、図1）[1]。下流側では、光電子分光（XPS）実験の他、XAFS、PEEM実験が可能である。

2. 整備開発および運用状況

BL-27Aは外部ステーションではないが、ビームライン建設時からJAEA（当時：日本原子力研究所）所有装置が

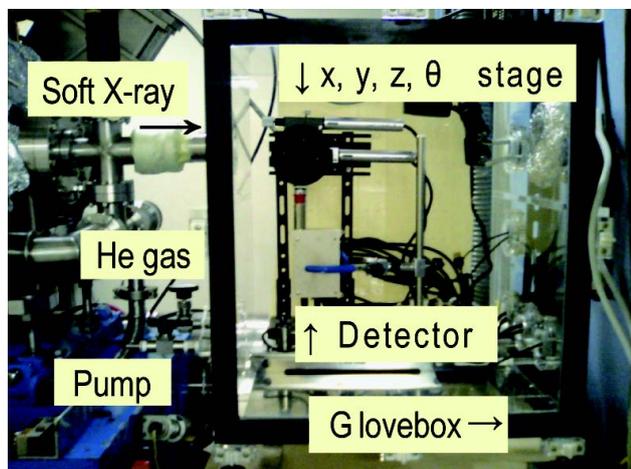


図1 大気圧下軟X線蛍光XAFS測定装置

常設されていることもあり、ビームラインの維持費、マンパワー、および生物実験以外のユーザーサポートはJAEAから提供を受けている。

ビームラインとして新たな整備開発はしていないが、機器の故障（主に老朽化によるもの）には応急的に対処している。

3. ビームタイム利用状況

2016年度は放射線生物分野の課題はなく、全てXPS、XAFS課題に配分した。年間平均配分率は80%弱である。生物照射ポートを利用した大気圧下の蛍光XAFS利用が増えてきており、大気圧下での軟X線利用は約30%程度である。

4. 今後の展望

BL-27Aはエネルギー領域がCs、Srなど原発事故後の環境汚染で問題になっている元素のL殻吸収端を含むため、廃棄物や汚染土壌の減容化や再利用等を視野に入れた課題が増加している。2016年10月にはBL-27A、Bのユーザーを中心に、PF研究会「福島環境回復を目指した放射光研究の現状と今後の課題」を開催し、放射性試料を扱えるビームラインが、原発事故後の諸問題（環境回復、廃炉、低線量生物影響など）に様々なアプローチで寄与できることを確認した。今後も、大気圧下での軟X線分光・照射実験、放射性試料（環境試料も含めて）の利用など、このビームラインの特徴を活かした研究を中心に共同利用を推進する。

引用文献

- [1] M. Honda, Y. Baba, I. Shimoyama and T. Sekiguchi, Rev. Sci. Instrum. **86**, 035103 (2015).

謝辞

日本原子力研究開発機構の下山巖博士、本田充紀博士には、図および装置の情報を提供していただきました。心より感謝申し上げます。

BL-27B：放射性試料用X線実験ステーション

宇佐美 徳子

物質構造科学研究所放射光科学第二研究系

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

1. 概要

BL-27Bは、偏向電磁石を光源とするX線ビームラインであり、ブランチの軟X線ビームラインBL-27Aとともに非密封RI管理区域（放射光アイソトープ実験施設）内に設置され、放射性物質および核燃料物質を試料として用いることができる。

実験ハッチ内には上流側にXAFS測定装置、生物用単色X線照射装置、下流側にマイクロビーム細胞照射装置が常設されており、簡単な作業で3つの装置を切り替えて使用することができる。マイクロビーム細胞照射装置は、蛍光顕微鏡自動ステージ上の細胞試料にX線を下方から照射できるように、シリコン結晶の(311)面を利用してX線を上方にはね上げている（図1）。そのため、X線のエネルギーは5.35 keVに限られている。マイクロビームは、試料直前に設置した精密スリットでビームを成形することに

より作成しているため、任意のサイズの矩形のビームが得られる。最小サイズは5 μm 角であり、通常の培養細胞の細胞核の大きさより十分小さく、細胞の一部を局所的に狙った照射も可能である。また、ビームの中心を遮蔽するX線マスクを併用することにより、細胞核にはX線が当たらず細胞質にのみ照射できる（中心が遮蔽された）矩形のビームを作ることができる（図2）[1]。

生物用単色X線照射装置は、ディッシュ等に播種した細胞に均一にX線を照射するためにスキャン機構を備えている。スキャンパターンの設定により、大面積の試料にも照射可能である。

XAFS測定装置は、透過法のセットアップの他に、JAEA（当時：日本原子力研究所）所有の多素子SSD検出器により蛍光XAFSの測定も可能となっている。

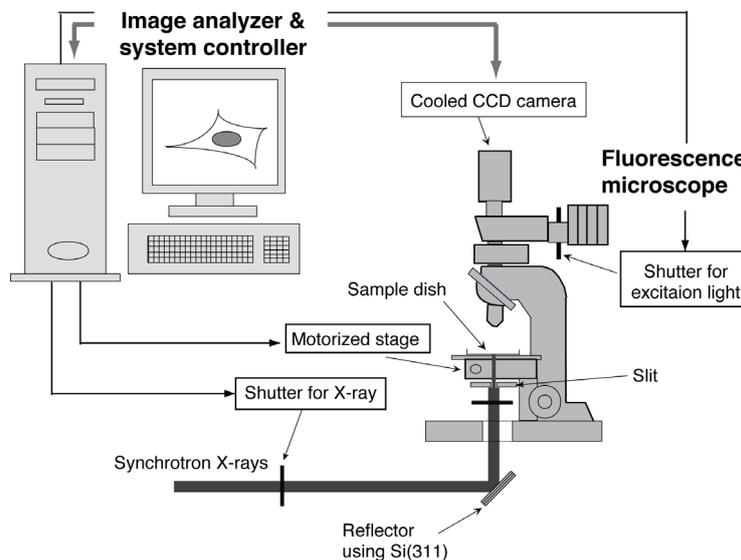


図1 放射光マイクロビーム細胞照射装置の模式図

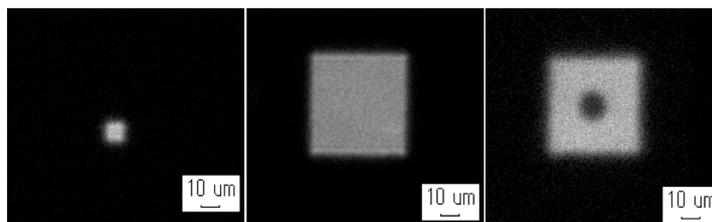


図2 矩形マイクロビームの例。左から、10 μm 角（細胞核照射用）、50 μm 角（細胞全体照射用）、50 μm 角+マスク（細胞質照射用）。

2. 整備開発および運用状況

昨年度に作成した細胞核遮蔽用のX線マスク、ホルダーと、装置へ導入するためのシステム一式の性能評価を行なった。スーパーインバー製のアームを導入したことにより熱膨張によるマスク位置の変動が改善された。また、装置立ち上げやX線マスクの交換が迅速に行えるようになった。

BL-27Bは外部ステーションではないが、ビームライン建設時からJAEA所有装置が常設されていることもあり、ビームラインの維持および生物実験以外のユーザーサポートはJAEAから提供を受けている。ビームライン建設から20年以上を経過し、老朽化による機器の故障には応急的に対処している。

3. ビームタイム利用状況

年間平均配分率は90%弱で、ほぼ希望通りの配分ができてきている。全ビームタイムのうち、マイクロビーム細胞照射実験マイクロビームが約1/3で、残りの2/3がXAFS実験である。RI・核燃を利用する実験は、2課題で合計5日実施した。

4. 今後の展望

放射線生物学はユーザーが多い分野ではないが、放射光を用いたマイクロビーム細胞照射装置は世界的にもユニークなものであり、実験条件にも柔軟に対応できる装置なので、ユーザー拡大を図る。XAFS分野では、核燃料、放射性廃棄物（模擬試料を含む）、原子炉材料、セシウムの化学状態分析など、原発事故後に多くの課題を抱える我が国にとって、社会的ニーズの高いテーマが多い。2016年10月にはBL-27A、Bのユーザーを中心に、PF研究会「福島環境回復を目指した放射光研究の現状と今後の課題」を開催し、放射性試料を扱えるビームラインが、原発事故後の諸問題（環境回復、廃炉、低線量生物影響など）に様々なアプローチで寄与できることを確認した。引き続き、マイクロビーム細胞照射および原子力関連の研究を、ビームラインの特徴を活かした実験として推進する。

引用文献

- [1] Y. Kobayashi *et al.*, J. Radiat. Res. **50**, A29 (2009).

AR-NE3A：タンパク質結晶構造解析ステーション

山田 悠介^{1,3}, 松垣 直宏^{1,3}, 平木 雅彦^{2,4}, 引田 理英^{1,3}, 千田 俊哉^{1,3}

¹物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ²共通基盤研究施設機械工学センター

³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

⁴総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻

1. 概要

AR-NE3AはPFおよびPF-ARにある5本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つである。2009年にアステラス製薬株式会社(アステラス製薬)からの受託研究により建設された本ビームラインは、創薬研究のためのビームラインとして多量の試料からの回折データセットを全自動で取得することを目的として開発、運用がなされている。

2. 整備開発および運用状況

PF-ARの直接入射路建設工事のため、2016年秋および冬は運転が停止していたため、ビームラインの運用も停止していた。この間、新たな全自動測定システムの開発を進めた。新しいシステムでは複数枚の画像を元に作成したサンプルループの3次元モデルに基づき、様々な会社から販売されている多種多様のループを正確に認識できるループセンタリング技術を開発した。またその認識したループ領域をX線スキャンして、得られる回折像を評価することで、ループ内の結晶位置を同定するX線センタリング技術も開発し、これらを組み合わせてより高い確度で全自動測定を行うことが出来るようになった。この新しいシステムは今後のコミショニングを経てユーザー実験へと供する予定である。

3. ビームタイム利用状況

2009年より開始したアステラス製薬株式会社との協定研究による同社の専有利用は本ビームラインを中心に行な

われた。しかしながらPF-ARが休止した秋から冬にかけては、同利用はPFのBL-5Aにて行われた。残りのビームタイムは他の4本のタンパク質結晶構造解析ビームラインと同様に、まとめて利用希望調査および配分がなされた。ビームタイムの利用形態としては大学・公的研究機関からの一般課題による利用のほか、創薬等基盤技術支援プラットフォーム事業の支援による利用、および施設利用・民間共同研究制度を用いた民間企業による利用があった。

4. 今後の展望

AR-NE3Aでは、今後も創薬研究のためのビームラインとして更なるハイスループット化を進めていく予定である。そのために全自動測定システムの開発を継続していく。また、結晶交換ロボットを多用すると試料への霜の付着が大きな問題となるが、この霜を自動で取り除く液体窒素滴下装置を開発し、上記の全自動測定システムへの組み込んでいく予定である。

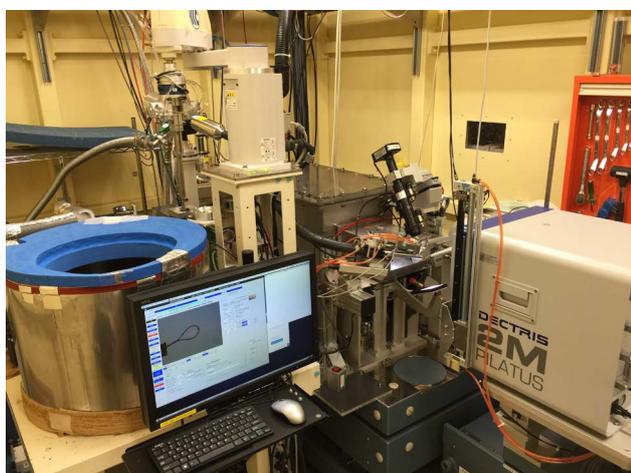


図1 2次元X線検出器 Pilatus 2M-F が設置された AR-NE3A の回折計

AR-NE7A：X線イメージングおよび高温高圧実験ステーション

兵藤 一行^{1,2}, 亀卦川 卓美^{1,2}, 鈴木 昭夫³

¹物質構造科学研究所放射光科学第二研究系,

²総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻, ³東北大学大学院理学研究科

1. 概要

本ステーションは、偏向電磁石から発生する放射光を利用できるステーションであり、必要に応じて白色X線、単色X線（20-90 keV 程度）を実験ハッチに導入することができる。実験ハッチの上流側には、図1に示すようにメインハッチが設置されており、二結晶分光器、ビームシャッター等が設置されている。放射光使用時にはこのビームシャッターを閉じるだけで実験ハッチに入室できる設計になっていて、二結晶分光器の光学素子（Si(111)）に常時放射光が照射されることで光学素子が熱的に安定な状態で実験を遂行することができる。この光学素子表面は、画像データの目的とする空間分解能が確保される程度にSiCで研磨して、得られる単色X線の積分反射強度を増大している。実験ハッチ内上流側には汎用定盤が設置されており、吸収コントラストを用いたX線イメージング実験を中心に、位相コントラストを用いたX線イメージング実験、構造変化の時分割測定法の開発・応用実験、X線検出器の開発・評価実験などが実施されている。また、この汎用定盤は実験ハッチ外に搬出することも可能であり、ユーザー実験グループにより独自の実験定盤、実験装置を搬入、使用することも可能である。実験ハッチ内下流側には高温高圧実験装置（MAX-III）が常設されており、X線回折実験、高圧下でのX線イメージング実験、岩石・鉱物の変形実験が実施されている。

2. 整備開発および運用状況

2016年度は、PF-ARへの直線入射路の建設・立ち上げがあったため、放射光ユーザー実験の実施は4-6月期のみであった。2016年度も、長期シャットダウン期間を利用して本ステーションで共通に使用できる精密ゴニオメータ等の保守を、引き続き、実施した。これにより、ステーションに常備されている基本的実験機器の種類と数を更に増やすことができた。白色X線を用いる実験では、最下流端に設置した真空封止用ベリリウム窓を保護するためにヘリウムガスを供給して、ヘリウムガスを一時的にベリ



図2 NE7Aのハッチ

リウム窓周辺に封止するためにベリリウム窓下流側に設置した穴空きフランジにカプトン膜をアルミニウム фоль (白色X線部分のみ) と共に貼付している。一定の実験時間が経過するとカプトン膜の放射光による損傷が生じるので、ヘリウムガスが逃げないように（ヘリウムガスの流量はビームラインインターロックシステムで監視）、2-3週間程度で、カプトン膜の追加貼付や張替えを実施している。2016年度から高温高圧実験装置MAX-IIIはユーザーグループ運営装置となり、外部ユーザーによって装置が維持されている。また、運営ワーキンググループメンバーの一部が参加している科研費（新学術領域研究）「核-マンツルの相互作用と共進化～統合的地球深部科学の創成～」によって、新式のD111型変形実験装置やX線イメージング装置などがMAX-IIIに導入された。

3. ビームタイム利用状況

本ステーションでは、複数の分科で審査され採択された課題の研究が実施されている。このため、ユーザーからのビームタイム申請について、実験審査委員会（PAC）評点に基づいてビームタイムを配分している。なお、表面構造物性に関するS2型課題1件が実施されている。

4. 今後の展望

2016年度までに、X線スリット位置の遠隔操作、絶対位置の表示が可能となり、それぞれの実験目的に適した状態で実験を遂行できるようになっている。白色X線と単色X線の切り替え、高圧実験とその他の実験の切り替えについては、それぞれ、ビームライン担当者、ビームライン代理者および業務委託業者の作業となっていて、より効率的なユーザー実験遂行のために、より簡便な方法について検討を行ってきた。放射光科学研究施設（PF）予算は限られているが、今後も引き続き検討を行っていく予定である。

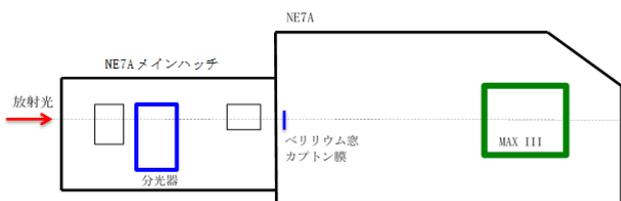


図1 NE7A 平面図

AR-NW12A：タンパク質結晶構造解析ステーション

引田 理英^{1,3}, 山田 悠介^{1,3}, 平木 雅彦^{2,4}, 松垣 直宏^{1,3}, 千田 俊哉^{1,3}

¹物質構造科学研究所放射光科学第二研究系, ²共通基盤研究施設機械工学センター

³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

⁴総合研究大学院大学高エネルギー加速器科学研究科加速器科学専攻

1. 概要

AR-NW12AはPFおよびPF-ARにある5本のタンパク質結晶構造解析ビームラインの一つで、最も早い2003年度から稼働しているビームラインである。光源は真空封止アンジュレータであり、通常利用される12 keV近傍は3次光で、7 keV近傍より低いエネルギーは1次光でカバーする。前置鏡、二結晶分光器、および疑似トロイダルミラーによる光学系により、試料位置では100～200ミクロンサイズの高フラックスビームが利用できる。回折計横にはサンプルチェンジャーが常設されており、200～300個の凍結試料を自動で交換することが出来る。様々な原子種からの多波長異常分散法による位相決定や、平均サイズのタンパク質結晶からのハイスループット測定等に適したビームラインである。また、他ビームラインより試料まわりの

自由度が高く、ダイヤモンドアンビルセルを用いた高圧下での回折実験も行われている。

2. 整備開発および運用状況

2016年秋および冬はPF-ARの直接入射路建設工事のため、運転が停止しており、ビームタイムの運用も停止していた。この間に、現在進めている可視光を利用した分光装置開発の環境整備を行った。既存の実験キャビンの半分をレーザーブースとして改造し、レーザーの設置を行った。設置したレーザーは、Coherent社製のInnova70C-Spectrum、その他レーザー用インターロックの整備、冷却用チラーの設置等を行い、レーザーを使用した分光装置開発を開始した。現在はオフライン分光装置の開発を行っており、2017年秋のビームタイムからユーザーに供する予定である。

3. ビームタイム利用状況

ビームタイム希望調査と配分は、5本のタンパク質結晶構造解析ビームラインでまとめて行われ、主に標準的な大きさ(100～200ミクロン以上)の結晶を持つユーザーに配分が行われた。一般課題による利用、施設利用・民間共同研究による利用の他、創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業の支援にもビームタイムが配分された。

4. 今後の展望

現在開発中のオフライン分光装置を基に、X線と可視・ラマンスペクトルの同時測定が可能な分光装置の開発を行っていく。それに伴い回折計周りの改良も行う予定である。



図1 レーザーブース外観(上)と内観(下)