

「X線自由電子レーザー利用装置提案課題」

## 液体ビームをターゲットとする XFEL 単粒子回折装置の導入

真船文隆 (東京大学大学院総合文化研究科), 河野淳也 (学習院大学理学部),

武田佳宏 (コンポン研究所), 登野健介 (高輝度光科学研究センター)

### 研究の概要

我々は、理化学研究所で開発した SACLA および X 線回折光の検出器と、真空中に連続の液体流を導入するための液体ビーム法とを組み合わせて、単一分子 (粒子) からの回折光を検出し、その構造解析をすることを目標としている。本年度は、液体ビームを導入する汎用装置 MAXIC の立ち上げと、その中で液体ビームを形成することを第一の目標とした。また、SACLA に対して離れた場所からターゲットの液体ビームの位置を微調整する機構、および液体ビームを観測する機構を導入した。これらの成果を踏まえて、平成 24 年度からは SACLA のマシンタイムを得て、照射実験を開始する予定である。

### 研究の目標

蛋白質の構造解析には、X 線結晶解析法が極めて有効であり、これまで数多くの蛋白質分子の構造が決められてきた。一方で、膜蛋白を一例とする蛋白質に関しては、結晶化が極めて困難であり、X 線結晶解析が適用できない。

X 線自由電子レーザー (XFEL) は、X 線領域の光源として極めて高輝度であり、かつパルス幅も短い。蛋白質は、高輝度の X 線の照射によって、クーロン爆発が引き起こされ解離するが、十分パルス幅が短ければ解離する前に X 線パルスが通り抜けるため、1 個の蛋白質からの回折パターンが得られると期待される。

この条件を実現するためには、XFEL の照射領域に 1 個の蛋白質を真空中に用意すること、望ましくは蛋白質が機能を有する Native な構造を保ったまま真空中に導入できることが必要である。そのためには、溶液中に溶けたまま、蛋白質分子を真空中に導入する方法が考えられるが、真空中に液体を導入するのは極めて困難である。

我々のグループは、1989 年から、真空中に液体を導入する液体ビーム法 (液体分子線法) を開発してきた。特に、液体表面に着目し、液体表面分子の特異な溶媒和構造を、レーザーによる多光子イオン化法、光電子分光、電子脱離分光法などを用いて調べ多くの成果をあげてきた。また、液体ビーム法を液体と質量分析とのインターフェースとして応用するために、液体を赤外レーザーで急速加熱する方法を開発し、そのダイナミクスを明らかにした。液体ビームは、単一粒子の X 線回折を目指す XFEL のターゲットとして最適である。

本提案では、液体ビームを XFEL のターゲットとして、単一分子 X 線回折を可能とする装置の立ち上げを行うことを目的とした。XFEL 光源、検出器に関しては、理化学研究所のグループが先導的に開発している。我々は、ターゲットを液体ビームに焦点を絞り、これに光源、検出器を組み合わせた装置を立ち上げることを目的とした。

## 研究の内容

### 1. MAXIC の立ち上げ

年度当初の提案課題の採択に当たり、液体ビームを用いる実験は、SACLA のビームラインと検出器を結ぶ線上に真空チャンバー MAXIC を設置し、その中に液体ビームを導入することとなった。そこで本年度の上半期は、本 MAXIC の設計に参与した。特に、液体ビームを導入するにあたり、導入部（真空チャンバー上部のスペースの確保）と、液体窒素トラップ部（真空チャンバー下部のスペースの確保）の構成、および液体ビームを外から見こむ窓、また将来的に赤外レーザーを導入する可能性を考え、レーザー導入窓を設置した。

図 1 は、完成した MAXIC の写真である。向かって右側の窓の裏側のセンターの位置に、上方から液体ビームを導入することができる。図 2 は内部の写真である。向かって左側には、SACLA をコリメートするために微動ステージ上のった光学系が取り付けられている。右側の空間に液体ビームが導入される構造になっている。

### 2. MAXIC への液体ビームの組み込み

本年度は、ビームタイムの割りあてがなかったため、我々はオフラインで MAXIC 内で液体ビームができることを確認した。図 3 に我々が用いた液体ビームのノズルの写真をしめす。ガラスキャピラリーの先端が細く加工されたものをノズルとして用いた。また液体ビームを導入した状態で、真空チャンバーの真空度を高真空に保つため、チャンバー全体をターボ分子ポンプで排気すると同時に、ビームの下流域に液体窒素で冷却したコールドトラップを設け、高い真空度に保てるようにした。

図 4 に液体ビーム導入時の MAXIC 内の圧力を示す。ノズルの直径を 15 ミクロンにした場合、流速を毎分 0.04~0.2 mL にすれば液体ビームが安定して形成されることがわかった。また、その際の真空度は、約 0.2~1 Pa になった。ノズルの直径を 8 ミクロンにした場合は、流速を毎分 0.02~0.1 mL にすれば液体ビームが安定して形成されることがわかった。また、その際の真空度は、約 0.08~0.2

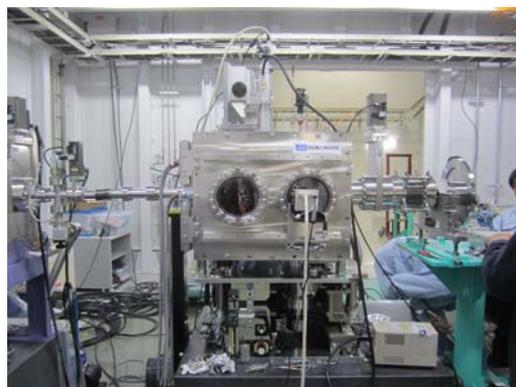


図 1. ビームライン上に設置された MAXIC の写真。MAXIC は、平成 23 年度の上半期に設計製作され、下半期になって理化学研究所に納入された。

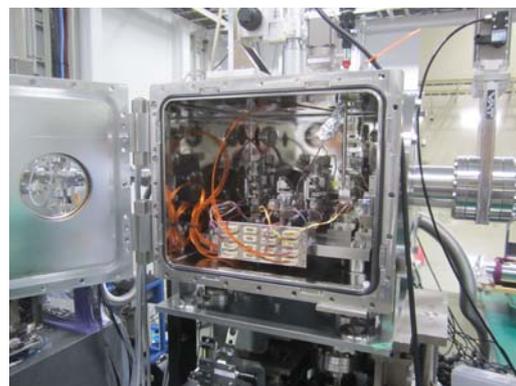


図 2. MAXIC の内部の写真。

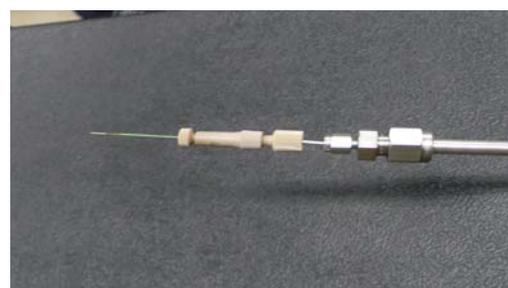


図 3. 液体ビームノズルの写真

Pa になった。このように、液体ビームの形成、およびその際の真空度はガラスキャピラリーノズルの直径に依存した。直径を小さくするほど、必要な液体量は減少し、その結果、真空度も向上した。一方、これまで、我々が実験室で検証した際には、ノズルの直径を 15 ミクロンにした場合 0.2 mL の液体導入で、 $10^{-3}$  Pa が実現されている。この違いは、液体窒素トラップの形状にある。より高真空条件を求めるならば、面積の広いコールドトラップを導入する必要がある。しかし、本研究では、それほどの真空度を求めないので、現在の構成で実験を進める予定である。

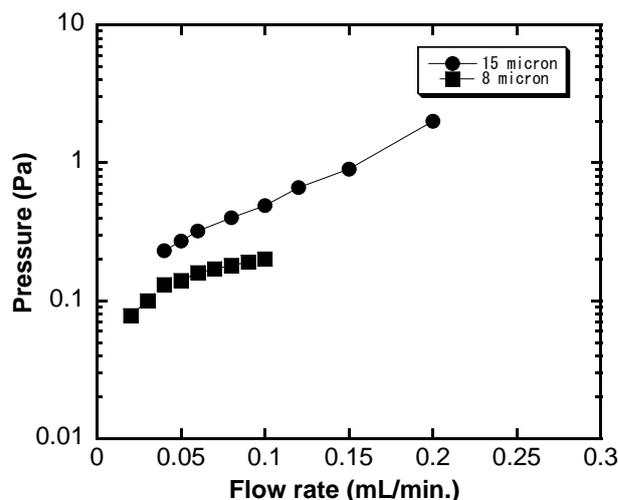


図 4. 液体ビームの生成条件と、MAXIC 内の真空度の流速依存性

### 3. 液体ビームの可視化

SACLA の実験では、SACLA 照射時には実験ハッチのドアが施錠されるため、液体ビームを直接目視できない。しがたって、長焦点のレンズを組み込んだ CCD カメラで観測するが、金属のワイヤーと異なり基本的に透明な液体ビームを観測するのは難しい。カメラで観測するためには、液体ビームによる光の反射を正確に用いる必要がある。

本研究では、光学系を組んで、He-Ne レーザーを液体ビームに照射し、液体ビームの位置を正確に可視化するようにした。また、図 6 にあるように、チャンバー内部を斜めの方向から覗きこめる窓を設置した。

### 4. まとめ

平成 23 年度のオフラインの実験を通して、MAXIC に対して液体ビームを安定に導入できることがわかった。平成 24 年度からのマシンタイムでは、液体ビームへの SACLA の照射実験を行う。



図 5. 長焦点レンズ付 CCD カメラ



図 6. MAXIC の内部を斜め方向から覗く窓