

# 現 状

## 入射器の現状

電子・陽電子入射器  
 加速器第三研究系主幹 榎本收志

### 概況

7～9月の運転日程は以下の通りであった。

7月 1日 夏期保守開始

9月 1日 入射器立上げ

9月 22日 PF 入射開始

10月 1日 PF-AR 入射開始

夏期運転は電力の問題もあり、保守は昨年、今年と7月初めから始まった。一方、入射器立上げは、昨年は8月16日とあわただしかったが、今年は、PF 運転開始3週間前の9月1日から始まった。これは、衝突点検出器の更新などでKEKB 運転開始が10月半ばとなったためである。入射器保守、立上げは予定通り進められた。

### 夏期保守

入射器の保守は例年行っている保守が中心で、特に大きな工事などはなかった。KEKB 用電子銃およびPF 用電子銃保守、クライストロン交換5台（管不良は1本）、高周波窓3個交換。高周波電源の点検・保守、IVR 交換11台、サイラトロン10本交換。陽電子集束用パルスコイルの交換、8電極プロファイルモニタの設置、計算機保守などを2ヶ月の間に完了した。

入射器保守と並行して、施設関係では、ギャラリー空調、低速陽電子空調工事、雨水漏れ補修、床塗装などの工事を行った。工事期間に時間的制限があり、施設部にはずいぶんお骨折りいただき、大変感謝している。

### RF 源の大電力調整 –レンジングとディップ法–

9月1日から9月15日の一般公開まではRF 源の大電力調整を主に行った。RF 源の大電力保守の中で、夏に必ず行っていることのひとつが、通称、サイラトロンの「レンジング」と呼ばれる作業である。これは、約60台あるRF 電源で大電力パルススイッチとして用いるサイラトロンと呼ばれる電子管の調整のことである。KEKB 開始以前は夏期の一般保守のあと1か月程度の期間をとって、レンジングを行っていたが、KEKB 開始後は、RF 電源が増える一方、保守期間が短くなったため、24時間体制で保守期間を短縮して実行している。

また、今夏から、クライストロンのカソードの寿命を調査するためにディップ法とよばれる方法を新たに採用した。これは、クライストロンに高電圧をかけた状態で、1分程度の短時間ヒータ電源を遮断してカソード電流の変化（ディップ＝へこみが生じる）をみる方法である。従来の方法は、少しずつヒータの電流を変えながら、カソード電

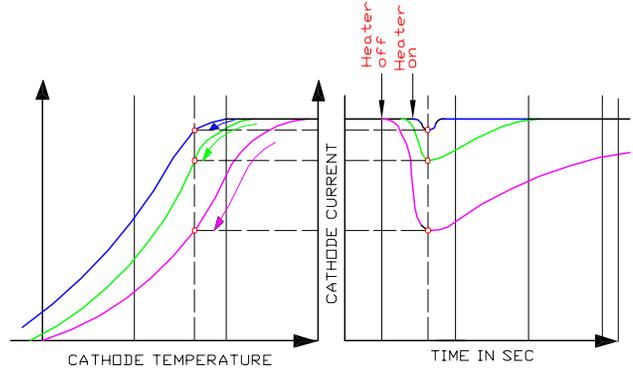


図1 左が従来のクライストロン陰極のエミッション試験のグラフで、横軸が陰極温度、縦軸が陰極電流を示す。右が短時間ヒータ電流を切るディップ法のグラフで、横軸が時間、縦軸が陰極電流である。陰極が劣化するとディップが深くなっていく。

流の変化をみる方法で、温度が安定するまで時間がかかった。これまではクライストロン1本分のデータをとるために数時間を要したが、ディップ法ならばあっという間に測定できるのが特長である。一方、これまで採用してこなかったのは、ヒータを切ると電流が減って、電圧が上昇するため、クライストロンを痛める心配があったからである。この方法は、数十年前の古い論文にみられるが、これは小電力の電子管に関するもので、われわれの知る限り、大電力クライストロンで行っているという話は聞かない。しかし、最近、使用済みのクライストロンを利用して予備試験を行った結果、十分安全な試験条件で、カソードの劣化を判定できることがわかったため、採用に踏み切った訳である。今夏、この方法を用いて全数のクライストロンの寿命を調査した結果、入射器上流部で1本、余命の少ないと思われるクライストロンを発見した。このクライストロンは既に3万8千時間使用しており、目標の運転時間を越えていたが、ひきつづき運転に用いることにした。クライストロンの交換には3～4日かかるが、このクライストロンの場合、最悪スタンバイ（待機）状態でも運転続行が可能と判断したためである。尚、ディップ法の大電力クライストロンでの応用は、今年の第28回リニアック技術研究会で、入射器の中尾克巳氏によって発表された。

### 低速陽電子源

低速陽電子利用実験施設は、来年度からの全国共同利用に向けて、運用の安全なシステムの確立、制御システムの整備、実験のための運用などを放射光研究施設と協力して進めている。9月24日から、月曜から金曜まで週5日、朝9時から夜21時までの予定で、運用を開始した。入射器の担当は、陽電子生成用の専用リニアックの運転、維持となっている。

### Cバンド加速管の設置

KEKB の将来計画（Super KEKB）が始動した場合、電子陽電子のエネルギーをシフトし、陽電子のエネルギーを現在の3.5 GeVから8 GeVにする可能性があることを受けて、

陽電子加速部のエネルギーを2倍化するためのR&Dを行っている。その方法としてはいろいろ考えられるが、入射器の技術開発要素として意義のある課題として、加速周波数を2倍にして加速効率を上げる方法を取り上げ、昨年度から、本格的に研究開発を開始した。

昨年度はRF源の開発を進めた。パルス電源（モジュレータ）は充電部にインバータ方式のコンパクトなDC電源を用いたものである。インバータ電源方式は、リニアコライダやATF用として先行開発されてきたものであるが、サイクロトロン等のノイズによる誤作動があり、安定性の面ではまだ完成されたものではない。また、現用の入射器電源を有効利用して改造できるように考慮して、新規設計を行った。Cバンド大電力クライストロンはリニアコライダ用として開発され、既に商業製品となっているものを採用した。駆動用のRF源としては、将来8本程度の大電力クライストロンを駆動することを考え、商用の小電力クライストロンの周波数を調整して、クライストロンを新作した。

今年度に入って、この電源を用いて、RFフランジと導波管、RF窓、ダミーロード、電力分配器、加速管などの重要なコンポーネントの開発を順調に進め、7月半ばから加速管の大電力試験を行った。入射器は夏期保守中も、日中と準夜の運転シフトをつづけ、8月末、現在の入射器の加速電界の2倍にあたる40 MV/mに相当するフルパワーの導入を達成した。

これまでの大電力試験はすべてベンチで行われてきたが、9月に入り、高周波電源をクライストロンギャラリーに、また、加速管をビームラインに設置し、新しいCバンド加速モジュールを構築した。場所は、ただ一つ空白となっていた、第4セクターの4番目の加速モジュールの位置である。10月1日に初めてRFを投入し、現在順調にコンディショニング中でまもなく加速試験を行うことが可能になると思われるが報告は次回にゆずる。

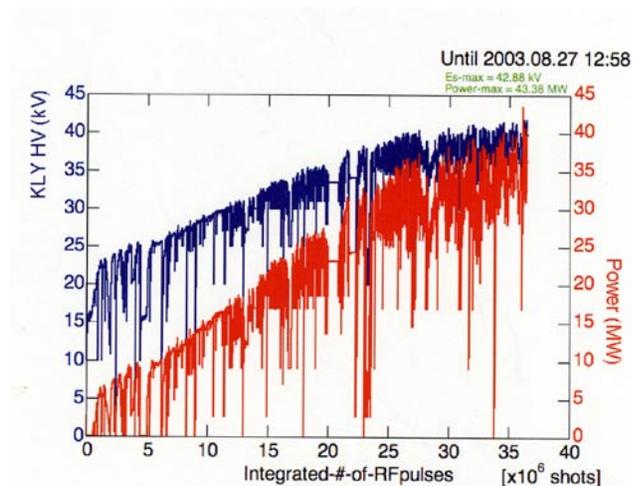


図2 加速管の大電力試験。横軸は投入したRFパルス（幅500ナノ秒）の数。下側のグラフと縦軸右はRFのピーク電力を示す。

## PF 光源研究系の現状

放射光源研究系主幹 小林正典

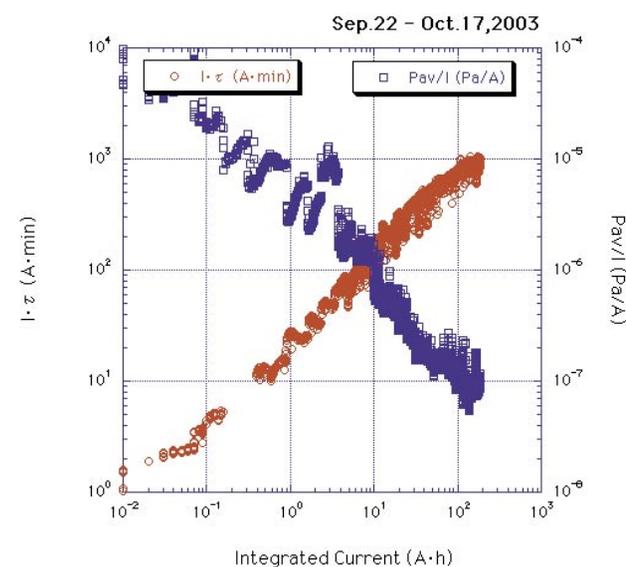
### PF リング

連休明けの5月6日（火）から運転を開始した春のユーザー運転は6月30日（月）朝に終了し、夏のシャットダウンに入った。この期間中の中の主要な作業は(1)通常のメンテナンス作業の他に、(2)PFリングの最後の直線部に挿入光源を新たに設置すること、(3)PFリング直線部増強計画を前進させることである。増強計画については機構からの特別経費の措置により4極電磁石を製造することを進めているが、PF内部の努力によって集めた予算を使ってリング内部の改造を進めた。

9月18日（木）午後からの総合動作試験を経て、9月22日（月）9:00からPFリングの立ち上げを開始した。9月29日（月）9:00からは光軸確認を行い、引き続いて2.5GeV マルチバンチモードのユーザー運転に入った。12月15日（月）からは3.0GeV 運転を行い、12月24日（水）朝に運転を終了する予定である。今回の立ち上げは、夏季シャットダウンでの真空を破っての作業範囲が広がったことを反映して $I_t$ の値はいつになく小さい。ユーザー運転当初は1日2回の入射をせざるをえなかったが、 $I_t$ も順調に増加し、10月7日以降は1日1回入射となっている。

### 夏の作業

この夏の作業については4-5直線部に挿入光源を設置したが、この新挿入光源の搬入・設置にあたって、#28の円偏光アンジュレーターと基幹チャンネルBL-27の一部を一時撤去し、新光源搬入後に円偏光アンジュレーターとBL-27を元の状態に復旧させた。また、4-5直線部に挿入光源を設置するスペースを生み出すために、4-5直線部にある4極電磁石位置を偏向電磁石よりにシフトさせる必要



PF 立ち上げにおける  $I_t$  の変化

があった。旧4極電磁石の搬出、ベースプレートの新設、新4極電磁石の設置作業を行った。この区間にある真空ダクトを新造せずに使用中のダクトを現場で切断し、新たなQ用ダクトを現場溶接する作業を行った。リングの対称点にある18-19直線部においても同様の作業を行った。基幹チャンネルBL-18、28について改造作業を行った。

これらの改造計画の全貌については前号で「直線部増強計画の進捗状況と今後の予定」として報告されている。先に述べたように、計画で必要とする新4極電磁石の量産を機構特別経費によって進めている。また偏向電磁石～4極電磁石の間に設置される新型真空ダクト1本を内部努力による経費で量産に先行して製造している。それに付属するRFシールド付きベローズの一部も製造している。必要な残り予算を獲得して、直線部増強計画の現場作業（およそ6ヶ月の運転停止が必要）をいつから始められるかを可能な限り速やかにユーザーに示すようにしていきたい。

### PF-AR リング

5月8日に運転再開したPF-ARリングの運転を6月30日朝まで行った後、夏のシャットダウンに入った。前期の運転で不調となった西側APS型RF空洞#3はデチューンしてパワーを投入しないで運転していたが、シャットダウン期間中に内部を内視鏡で調査した。疑わしいものとして多連のチューナーの一部に、放電によるものか、変色していたものが見つかった。これを予備品と交換し、本来の4台運転が可能なように導波管を組み替える作業を行った。空洞に設置されていて排気速度が減少していたスパッタイオンポンプの保守を行い排気速度の確保を行った。この作業のために西側RF区間を大気開放したが、その後の排気は順調に進んだ。

10月1日（水）からPF-ARリングの立ち上げを開始したが、入射エネルギー3.0GeV、60mAで西側RF空洞のコンディショニングを進めている。6.5GeVまで加速した場合に、前期の運転で経験した周期的放電現象が改善されたか否かを見極めて、予定どおり4台の空洞で運転をするか、前期と同様に変則3台の空洞で運転するかを判断することにしていた。しかし残念ながら放電の回数を減少させることはできなかったため、変則3台運転でユーザー運転を行うことにした。ビームラインNE-5でのBBSベローズからのリークは部品交換によって対応を済ませている。

## 物質科学第一・第二研究系の現状

物質科学第二研究系主幹 野村昌治

### 運転・共同利用実験

平成15年度第二期（9～12月）の運転は9月18日にインターロック総合動作試験を行った後、2.5GeV PFリングは9月22日から運転を再開し、29日に光軸確認後共同

利用を再開した。またPF-ARリングは10月1日から運転を再開し、同様に10月6日から実験を再開した。PFリングは夏の停止期間中に大きな作業を行ったため当初はビーム寿命が短く、1日2回の入射を余儀なくされたが、運転を継続するとともに真空も改善し、10月7日からは従前通り1日1回の入射となった。

夏の停止期間中にはPF光源棟の冷却水系統の改修、光源棟1、2階トイレの改修等の工事が行われ、9月中旬からは研究棟1、2階のトイレ改修工事が行われている。研究設備だけでなく、研究アメニティについてもバランスを見ながら順次改修を進めていきたいと考えているのでユーザーの皆様の意見を聞かせて頂きたい。

マルチポールウィグラーを光源とする構造生物学研究用のビームラインBL-5が建設され、安全確認のための光導入試験後、立ち上げ作業が順調に進んでいる。11月には実験装置も設置され、調整、テストの後、来年度から一般公開される予定である。

前号で紹介したBL-28の更新作業は順調に調達手続きが進んでいる。このビームラインで使う実験装置設計に関連したPF研究会が12月19、20日に予定されている。

本誌20巻4号に記したように既存のビームラインについてそのカテゴリー分け作業を進めている。この状況については研究棟から光源棟へ行く廊下に掲示をし、PF-PACでも御議論頂いているが、一般ユーザーの方々からもご意見を頂きたい。残念ながらビームラインの中には需要や成果としての報文が極端に少ないものも見受けられる。最近、総合科学技術会議では「費用対効果を厳格に検証した上で、ビッグサイエンスの実施や継続の適否について、専門家的な立場からとともに、国民的な観点も踏まえて判断し、我が国の発展の源泉となるものについて、効果的・効率的に推進する。」という議論がなされている。PF、PF-ARはSPring-8の数分の1の予算、要員で運用されており、効率性という面では高いが、国民に対する成果のアピールという面ではまだまだ不足していると認識している。PFとしては検討を基に限られた資源から最高最大のアウトプットを出せるよう努めたい。また同様の責務はユーザーの皆さんにも課されていることを認識して頂きたい。更にPFと共同して成果を国民にアピールする努力もお願いしたい。

8月5日にはPFの将来計画に関するユーザーミーティングが開催された。当日の様子については別稿を参照して頂きたいが、厳しい予算、マンパワーの中で、少しでも高度の研究を出来る環境を構築したいと努力している。特にPFリングの直線部増強を行い、アンジュレーターを光源とするビームラインを整備するに当たっては多数のビームラインの移設、改造が必要となることに理解を賜りたい。

### 人の動き

公募番号物構研02-4の結果については本誌21巻1号で報告している、足立伸一氏が8月1日付で着任され、既にNW2を中心に外部ユーザーと協力しながら常時シングルパンチ運転されているPF-ARの特徴を生かした時分割X

線回折の立ち上げ作業がスタートしている。

9月1日には間宮一敏さんが研究機関研究員として着任された。今後小出常晴氏とともに軟X線領域に於ける偏光を駆使したナノスケール磁性体等の研究をして頂く。本公募は時間的制約から本誌に掲載することが出来なかった。今後も同様の事はあり得るのでPFの人事公募に関心のある方はwebに注意して頂きたい。

一方で、伊藤健二氏と原子分子の光電離過程の研究を行っていた彦坂泰正さんが7月31日で任期を終了された。9月末まで協力研究員として引き続き研究を行った後、10月1日付けで分子科学研究所 UVSOR 施設助手として着任された。今後も放射光科学の発展に邁進されることと期待する。

### おねがい

最近、日本の大企業での事故が多発しているが、これらはPFにとっても他人事ではない。一度大事故が起これば日本の放射光利用研究にも大きな影響を与えることが避けられない。機構では10月21日に防災訓練を実施したが、これに参加できなかった方も避難路の確保、確認に注意して頂きたい。また、加速器を使う施設では火災、感電等をはじめとする電気事故に特段の注意を払う必要がある。日頃からブレーカー容量より大きな許容電流の配線をする、蛸足配線をしない、ベーキング前に絶縁の確認をする、配線には行き先、配線元を明示する等気を付けて安全確保に努めて頂きたい。

## PF ユーザーミーティング報告

物質構造科学研究所副所長 松下 正

PFの将来計画に関しては、1997年頃のPF-IIという4GeVリングの可能性の議論を経て、昨年からはEnergy Recovery Linacを光源とする検討が行われ、2003年3月には検討報告書を出版した。ERLはまだ技術的に解決すべき点もあり、今年度は原理実証機のデザインに関する検討を高エネ機構加速器研究施設と協力して開始している。

一方で「極紫外・軟X線高輝度光源計画を東京大学において実現することが困難になった場合にPFとして何を出来るか検討して欲しい」、「VUV・SX域はPFユーザーの15～20%であり、東大案を引き継ぐのではなく、X線領域のユーザーにもメリットがある計画を作る」、「補正予算が付くのであれば積極的に取り組む」という趣旨の小間所長の要請に基づき、PF内に放射光将来計画検討タスクフォースを作り議論を行ってきた。8月5日にユーザーミーティングを開催して、その中間報告を行った。計画の継続性を保つため予算の上限を300億円とする案と補正予算に対応可能な案の二つを検討した。

いくつかの案が検討されたが、仮に新光源を建設する場合には、既設のPFリング、PF-ARリングと新リングの三

つを同時に運転、維持・管理を行っていくことはマンパワー的にも、予算的にも困難が伴うことも予想され、既存リングの一方あるいは双方をシャットダウンする可能性も検討する必要がある。しかしながらPFには2700名強のユーザーがおり、PFのビームライン、実験装置がこれらのユーザーの方々のための重要な研究ツールとして機能していることを考えると、VUV・SX領域のユーザーの方々はもとよりX線領域の放射光を利用するユーザーも含めたPFユーザー全体の皆様と意見を交換することが必要であり、8月5日にユーザーミーティングを開催した。

### 現状

PFにはVSX関係21、X線関係38のステーションがあり（時分割使用はまとめて1とカウント）、その内挿入光源ラインはVSX関係で実効4本、X線関係で実効7本である（タイムシェアを0.5と計数）。第二世代光源であるため挿入光源数が少ない点が改良すべき点である。

PFの特徴として職員数と比較してビームライン数が多いことが上げられ、新光源を含め三つの光源施設を運転し、共同利用に供することは非現実的と考えられる。また、PFは先進的、先端的なハードウェアを持つ施設であると共に物質・生命科学に有用で使い易い施設としての機能も併せ持つ必要がある。

### 新光源案

以下に記すいくつかのケースを想定して検討を行った。

- 東京大学で検討されていたのと同じエネルギーの1.8GeVリングを建設し、既存PFを3GeV化する案、
- 3GeVクラスのリングを建設する案、
- 2.5～3GeVリングを建設し、PF-ARを整備する案、
- 2.5GeV新リングを建設する案、
- PF-ARトンネル内に2GeVリングを建設し、PFを3GeV化する案、
- 既存施設の増強を行いERLへ繋げる案。その結果、2.7GeV、周長383.7mの蓄積リングを提案した。この光源の特徴は限られた周長、予算の中で14.5m×2本、5.5m×14本、2.0m×16本と多数の直線部を配置したことである。このためエミッタンスはやや大きく、当初12.6nm-rad、最終的に約7nm-radとなっている。周長288mのSLSには12本しか直線部がないことと比較して頂きたい。

建屋デザインやコストの詳細を検討するには至っていないが、建屋、加速器、ビームライン等のコスト削減、既設ビームラインの移設、運転当初に稼働出来るビームライン数やその後の整備計画等の課題が残っている。

### 直線部増強

直線部増強については本誌でも何回か紹介され、現在準備作業が進行中であるが、比較的少額の予算で4～6本の直線部を増やすことが出来る。また、既存直線部はその長さを延伸でき、より長い挿入光源を設置することが可能となる。従来はPF単独の計画として進めてきたが、極紫外・軟X線高輝度光源計画の測定器部分の前倒しとして補正予

算で実現する可能性も見込まれたため、物性研と共同作業として進めることを提案した。

PFには7本の直線部があるが、今回は鉛直ウィグラーのBL-14と構造生物用に新設されたBL-5を除く中・長直線部5本(BL-2、13、16、19、28)に極紫外・軟X線用の挿入光源、ビームラインを整備し、同時に短直線部にX線用のビームラインを整備する計画である。上記の5本の直線部にある極紫外・軟X線域のアクティブな既存のアクティビティは新しいラインで発展させることが出来る。一方、X線関係のアクティビティについては短直線部3本(BL-1、3、17)にミニポールアンジュレータを光源とするビームラインを整備して移転、発展を図る。またPF-ARの西側のRFキャビティを移設して蓄積リングに新たに挿入光源を設置出来る直線部を生み出し、NW14を整備することで発展させる。

更に、これら3本のラインと干渉するがアクティブなビームラインの移転先を作るという多段階の作業が必要であり、これらの案を示した。

## 補足

残念ながら、初秋の補正予算は実現せず、選挙に入り、年内に補正予算が組まれるが見通しが立たない状況になっている。あらゆる可能性を活用してアンジュレータービームラインの整備を進めるべく準備作業を進めている。

## PF ユーザーミーティングに出席して

PF懇談会会長 佐々木 聡

2003年8月5日に、PF施設とユーザーとの意見交換会が開催されたので出席した。ERL (Energy Recovery Linac) 計画へ発展させる途中段階で、新リング建設や既存リング改造の計画が急浮上してきている。このため、施設側から緊急の状況説明があり、ユーザーとの意見交換がなされた。当日は、PF懇談会とユーザーグループ代表者会議を中心に、拡大合同委員会(意見交換会)を設定して臨んだ。施設側から物構研所長・副所長をはじめとする関係者が、ユーザー側からはPF懇談会運営委員・幹事、ユーザーグループ代表者、実験課題責任者の一部の方が出席された。その他に、物構研運営協議委員会やPACの委員も出席され、参加者は多数にのぼった。

施設側報告にあるように、東京大学が全国統合計画案として推進している極紫外・軟X線高輝度光源計画(1.8GeVリング)の動向に関する話であった。土地問題や国立大学法人化により東京大学単独での計画実現が困難な場合に、PFで引き受けるとしたら何が出来るかという仮定の上での検討結果が示された。物構研として魅力的な300億円規模の2.7GeVリング案と補正予算に対応する直線部増強計画案であった。その中で小間所長からは、「昨年度来PFではERLについての検討がなされており、また

PFにおけるVSX域のユーザーは15～20%であり東大案をそのまま物構研に作ることは適当でなく、X線域を含めたアクティビティも上がる案を作りたい。一方、補正予算で一部着手出来るならば、直線部増強との整合性も良く、積極的に進めたい」という趣旨の見解が示された。

上記二つの計画案について、松下副所長から、現状認識、計画案、利用研究の方向性、運営上の問題点などについて、詳細な説明があった。出席者からの要望により、説明に使われたOHPのコピーがPFホームページに掲載されている。アドレスは<http://pfwww.kek.jp/outline/0805usermtg.html>である。

その後、2時間程度の質疑応答があった。ここでは、その主だったものを羅列してみたい。

(1) なぜ、2.7GeV蓄積リング(周長383.7m)か? 予算が大きくなり過ぎても非現実的であり、アンジュレーターからX線が取り出せ、その領域を使うユーザーにメリットがあることに配慮したとの回答であった。この計画では低エミッタンス(4nm-rad)が実現できず、コヒーレンスのいい光や30eV以下の光もベストの状態では期待できず、7割実現との意見があった。2.7GeVリングの先端性をどう捉えるか、現在のPFリングの置き換えと言われないうちにはどうするのか、といった意見が出された。

(2) 新リングができれば、どの既存リングをシャットダウンするのか? 施設内で3通りの意見があり順位付けができていないとの回答であった。一方で、新リングの維持には20億円程度が必要であり、シャットダウンの話は必ず出てくるとのことである。加速器グループからは、今のリングを運転しつつ、新リングの建設に対応できるとの返答があった。PF-ARリングの去就については、色々な意見が出された。

(3) 補正予算を受け入れると2.7GeV計画は遠のくのか? 強く要求できないため、ある意味で遅れるだろうとの回答があった。

(4) 補正予算による計画の実施でどの程度満足できるのか? 分野により満足度は違う。PFは全国的な視野で計画を考えて欲しいとの要望が出された。VUV-SXでは今のPFリングを使う限り、輝度・ULの数・トップアップ運転などで満足できない部分が出てくるようである。要求額に満たないときの優先順位について質問があり、提示された予算内訳表の上から順に優先度が高いとの回答があった。

(5) 東京大学からの概算要求との関連はどうなるのか? 両機関の間で基本的な事項については一致している上、物性研支所との協定もまだ有効であるとの回答であった。物性研側からもきちんとした対応をとるとの話がでた。これと関連して、全国統合計画案である点も考慮すべきとの意見が出された。

ユーザーミーティングの最後に、PF懇談会を通じて、ユーザーの意見を集約することとなった。しかし、残念ながら、9月末までという補正予算は実現しないことになった。近い将来、放射光に光が見えてくることを熱望して、報告を終わりたい。

# BL-10C 協力研究員による 小角散乱装置のささやかな改良 —マイクロイオンチェンバーの導入と 論文に載らないデータの収集—

東工大院理工 野島修一  
食総研 渡邊 康  
阪大院基礎工 猪子洋二

## 1. はじめに

溶液用小角散乱ステーション BL-10C では、タンパク質と合成高分子を主な研究対象として、年平均 40 強の課題実験が行われている。BL-10C は協力ビームラインであり、ユーザーグループの中のワーキンググループメンバー (WG) が協力研究員として運営の一部を担っている。WG の大きな仕事としてビームラインや小角散乱装置 (酵素回折計) の改良がある。6 年前の PF リングの高輝度化の際には光学系と酵素回折計の大改造を行ったが、日頃はユーザーフレンドリーなステーションを目指して試料周りを中心にささやかな改良を行っている。最近行った改良のひとつにマイクロイオンチェンバー (MIC) を使った吸収モニターの導入があるのでこれについて紹介する。

## 2. MIC の導入

放射光を用いた散乱・回折実験において入射 X 線強度をモニターすることは不可欠だが、試料による入射 X 線の吸収 (試料の透過係数) をリアルタイムで考慮する必要もある。なぜなら合成高分子の相転移過程 (後述) のように状態変化に伴って試料密度が刻々と変化する場合や、塩濃度を変えながらタンパク質溶液からの散乱を測定する場合など、透過係数の異なる試料からの散乱・回折プロファイルと比較することが多いためである。透過係数を求めるには、試料を透過した X 線強度を直接、または、間接的に測定すれば良い。このための装置を酵素回折計に組み込むに当たっては、(1) 小角側のバックグランドを増やさないことと (2) 散乱曲線と吸収係数の同時測定ができることを条件とした。最初は、ビームストッパーからの 2 次散乱をプロポーショナルカウンター (Ar 封入) で計測 (バックスキヤタリングモニター、BSM) していたが、この方式は安定性と S/N 比に難があった。しかし、3 年ほど前に硬 X 線ビーム強度モニターとして厚さ 2 cm の薄型イオンチェンバー (マイクロイオンチェンバー、MIC) が開発され [1] 市販 (帝国電機、MIC-T20) されたので、これを試みることにした。この MIC を試料セル直後に設置し、通常の 5 cm 厚のイオンチェンバー (IC) をセル直前に置いて、入射 X 線の強度を測定することで試料の透過係数を求める。

図 1 は酵素回折計の試料槽に取り付けられた MIC の様子である。窓 (50  $\mu\text{m}$  厚のカプトン膜) を外し大気下で使用している。付加電圧は 1.6 kV で MIC からの出力電流をデジタルマルチメータ  $\rightarrow$  V/F コンバーター  $\rightarrow$  スケララ

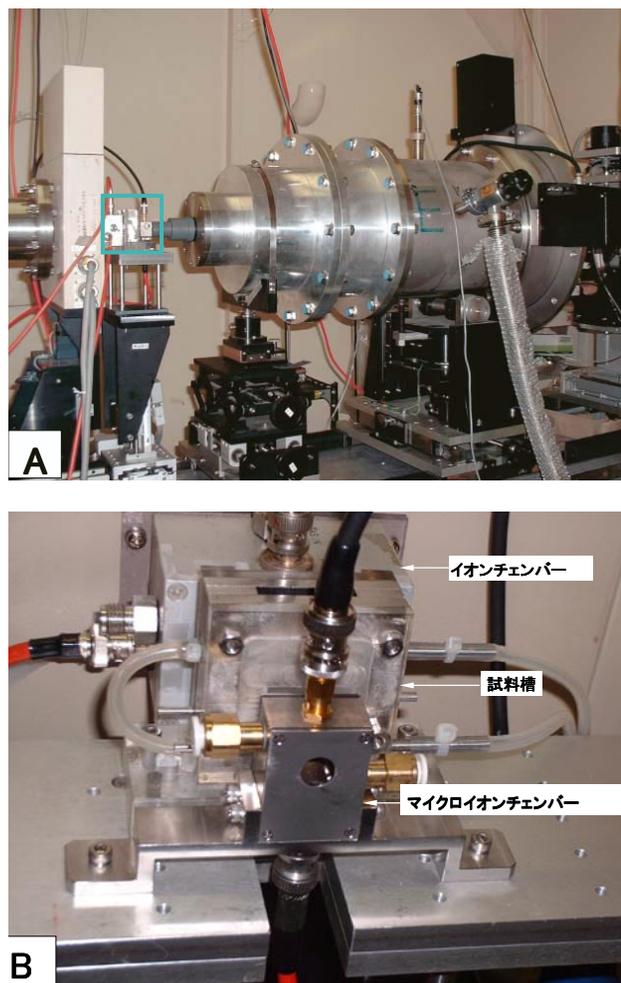


図 1. A: 酵素回折計全体像。入射 X 線は左から右へ透過する。B: A の青い四角で囲まれた部分を斜め上から眺めた図。紙面の裏から表へ入射 X 線が透過する。

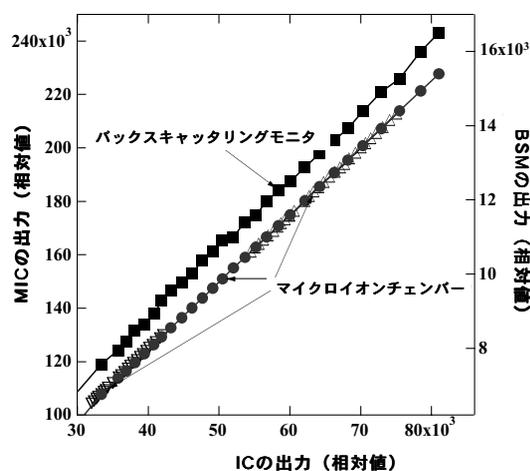


図 2. 入射 X 線強度 (IC の出力) に対する MIC と BSM の出力。●、△、▽ は測定時間の相違を表す。(本文参照)

$\rightarrow$  PC の流れで処理し散乱データファイルに書き込んでいる。図 2 は MIC の直線性を調べるため、試料前の IC の出力に対して試料後の MIC の出力をプロットしたものである。測定はシングルパンチ運転のビームを使って 7 時間 (●) および 2 時間 2 回 (△、▽) の連続測定を行った。

直線性と再現性が見て取れる。比較のため BSM からの出力 (■) も同図に示してあるが、全体的な直線性はあるものの局所的にはバラついているのが分かる。現在ではこの MIC を用いて試料の透過係数を求めるシステムが構築されている。

### 3. MIC を用いた合成高分子の相転移過程の追跡

MIC を合成高分子の相転移過程の観察に用い、試料の透過係数変化を測定した例を紹介する。

親水性鎖と疎水性鎖、結晶性鎖と非晶性鎖、剛直な鎖と柔らかい鎖など、1 分子内に相反する性質を持つ長い (大きい) 分子をほぼ設計通りに合成できる点が合成高分子研究の特徴である。このような高分子では異なる鎖間の斥力により、数 10 nm のくり返しを持つ高次構造 (マイクロ相分離構造) が出現する [2]。結晶性 - 非晶性 2 元ブロック共重合体は異なる 2 つの鎖のみから成る線状高分子であり、結晶性鎖の融解温度以上では、上述のマイクロ相分離構造を形成する。温度を下げると鎖の結晶化が始まるが、この時ミ

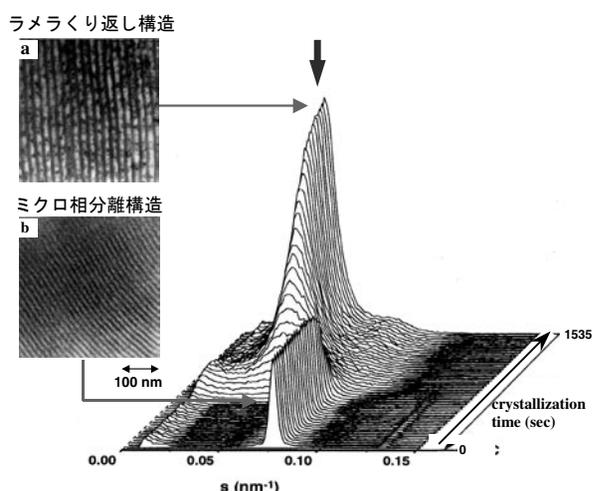


図 3. 結晶性 - 非晶性 2 元ブロック共重合体の急冷に伴うマイクロ相分離構造→ラメラくり返し構造転移過程の時分割 SAXS 曲線。s = 0.08 nm<sup>-1</sup> 付近の小さな散乱ピークはマイクロ相分離構造に起因し、太い矢印が示す散乱ピークはラメラくり返し構造に起因する。1 回の測定時間は 10 秒である。

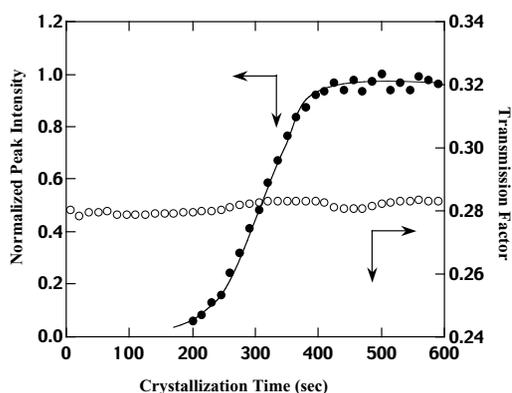


図 4. ラメラくり返し構造からの規格化した散乱ピーク強度 (●、図 3 の矢印のピーク) と試料の透過係数 (○) の相転移時間依存性。

クロ相分離構造を完全に破壊して結晶化に都合の良い新しい高次構造 (ラメラくり返し構造) を形成することが知られている [3]。すなわち、急冷に伴ってマイクロ相分離構造 (液体) →ラメラくり返し構造 (固体) の相転移が起こる。2 つの構造のくり返し周期、規則性、電子密度コントラストは異なるので、それぞれの構造からの小角散乱 (SAXS) 曲線は大きく異なる。この相転移過程の典型的な時分割 SAXS 曲線を図 3 に示す [4]。

さて、図 3 の時分割散乱曲線を補正するには、各時刻における試料の透過係数が必要になる。MIC を導入するまではこれらの値を実測することは不可能であったので、最終構造の透過係数を測定し、相転移過程を通じてこの値は一定であると仮定してきた [5]。しかしまったく異なる高次構造を持つ試料の透過係数が同じである保証はない。MIC を用いれば、前述のように各時刻における試料の透過係数をリアルタイムで測定することができる。図 4 に透過係数の相転移時間依存性を示す。同図に示したラメラくり返し構造からの (規格化した) 散乱ピーク強度は相転移の進行度の目安である。透過係数は転移過程を通してほぼ一定であり、今まで用いてきた暗黙の仮定 (すなわち、透過係数は相転移過程を通して変化しない) が妥当であったことが分かる。現在では、それぞれの散乱曲線測定時の透過係数を自動的に計算し、これを用いた散乱強度補正プログラムが利用可能である。

### 4. おわりに

BL-10C の WG は所外のユーザーから成り、酵素回折計の維持・管理・改良を行っている。しかし、WG は全国各地に散らばっており、かつ、それぞれ本務の仕事を持っている。そのため、内部スタッフが全面的に運営しているステーションに比べると、装置の改良や各ユーザーへの対応が遅れがちである。しかし使いやすいステーションを目指して、ここ数年ささやかなではあるがいくつかの改良を行ってきた。本稿で紹介した MIC の導入もその一例である。今後も少しずつではあるが、BL-10C がより使いやすいステーションとなるよう、酵素回折計のささやかな改良を計画している。

### 謝辞

BL-10C の所内担当者である小林克己先生には、無理なお願いや急な仕事をいつも快く引き受けていただいております。この場を借りて感謝いたします。

### 引用文献

[1] K. Sato and M. Maeno, *SPring-8 Annual Report*, 147-148 (1999).  
 [2] 松下裕秀、高分子、**45**, 746 (1996).  
 [3] 谷本智史、野島修一、高分子加工、**51**, 290 (2002).  
 小島拓士、五十嵐一郎、野島修一、機能材料、**23**(7), 33 (2003).  
 [4] S. Nojima, S. Yamamoto, and T. Ashida, *Polym. J.*, **27**, 673

(1995).

S. Nojima, N. Kikuchi, A. Rohadi, S. Tanimoto, and S. Sasaki, *Macromolecules*, **32**, 3727 (1999).

- [5] 高分子学会編、高分子構造 (2) 散乱実験と形態観察、2.3 放射光 X 線解析、共立出版 1997.

## 改造後の PF-AR を利用して

京都大学原子炉実験所 小林康浩

私は PF-AR で核共鳴散乱を用いた物性研究を行っています。核共鳴散乱は単色化された放射光（数～数十 keV）を用いて励起した原子核から放射される光を観測する手法です。測定に用いる核の励起準位の寿命は数 nsec から数百 nsec で、放射光の入射から寿命分だけの時間遅れで放射される光を観測します。このため核共鳴散乱を観測するためには十分にバンチ間隔が空いたパルス光が必要であり、PF-AR は核共鳴散乱実験に適した光源であると言えます。

私は大学院生だった 6～7 年前から PF-AR での放射光実験に参加してきました。当時は蓄積電流の寿命が 60～90 分であったため、絶えず装置を見張るためには少なくとも 3～4 人が必要となり、大がかりで大変な実験だという印象を受けました。ただ、当時は核共鳴散乱の実験ができる大強度の放射光施設は国内には他になく、この程度の大変さは当たり前という気持ちもありました。

その後、SPring-8 の供用が始まりそちらでの実験に参加することも多くなったのですが、バンチ間隔の問題から励起準位の半減期が 98 nsec である  $^{57}\text{Fe}$  の核共鳴前方散乱タイムスペクトル測定を PF-AR へ課題申請し、改造後の PF-AR で実験を行うこととなりました。

PF-AR リングの改造によって受けた最大の恩恵は実験参加人数が少なくて済むようになったことだと思います。規模が小さな研究室にとってはこれまでの PF-AR での実験は総力戦であり、他の実験や用事を全てストップさせて KEK へ行く必要がありましたが、実験参加人数が減るとマシンタイムの日程に対する制限が緩くなり、より実験がしやすくなったと言えます。当然、寿命が長くなることにより装置の安定性が高まり、実験そのものもやりやすくなっていると言えます。改造前には頻発していたという印象が強いリングのマシントラブルも今のところ遭遇していません。

実際に実験を行った印象では、改良後の PF-AR は核共鳴前方散乱測定については SPring-8 と比べても有利な光源と言えます。単バンチかつ 1.2  $\mu\text{sec}$  という長いバンチ間隔が定常的に得られる光源は世界的に見ても他になく、海外からも研究者を集めることができる施設であると思います。また核共鳴前方散乱では、広く行われている RI 線源を用いたメスバウアー分光をはじめとする核をプローブとした物性研究と同様に、核の超微細構造についての情報を

得ることができるため、これらの手法を用いて研究を進めてきた人にとって理解しやすく取っ付きやすい測定方法です。強い指向性を持つ放射光は、RI 線源では困難であった線源や検出器を試料の近くに置くことができない実験、例えば大型のクライオスタットやマグネットを使用した極限条件下での測定などでは非常に有利になります。その一方で核共鳴前方散乱測定と X 線光学の手法とを組み合わせることにより構造測定的な手法を用いながら電子状態を測定することが可能であり、今後も新たな測定手法が生み出されると思います。