

活動報告

平成11年度後期構造生物学坂部プロジェクトの活動

運営委員会委員長
坂部知平

I. TARA用第1実験ステーションBL6B

1. 利用状況

平成11年度後期のビームタイムは平成12年1月21日(金)から開始され3月16日(木)に終了した(表1)。中期同様bonus日(入射器のマシスタディー)を予備日とし、それ以外の予備日は取らなかった。bonus timeもこれまでのcamera maintenanceと同様1週間前迄に急を要する要求がなければキャンセルを行った。

今期は最初から日曜日以外は殆ど予約された。昼間の時間帯はキャンセルが行われてもすぐ埋まった。表1の予約なしの場所もおおかたは大学等の共同利用者により利用された。

2. ビームラインアシスタント

今期はPFがADSC社製のCCDを購入し、BL6Aに設置して共同利用として利用を開始した。「ビームラインアシスタントを常時2人以上いるようにしてもらいたい」とのPFスタッフからの要請により下記の5名をお願いした。今期のビームラインアシスタント名簿を掲載すると共に諸氏に感謝する。

氏名	所属	期間
真板 宣夫	奈良先端科技大・箱嶋研	1月20日 ~ 2月25日
浜田 恵輔	奈良先端科技大・箱嶋研	1月20日 ~ 2月 3日
前崎 綾子	奈良先端科技大・箱嶋研	2月 2日 ~ 2月25日
小田切正人	大阪大学・楠木研	2月16日 ~ 3月14日
中野 博明	大阪大学・小林研	2月24日 ~ 3月14日

3. 装置の状況

先号でも述べた 軸の狂いは1月のシャットダウン中にユニット全体を取り替えることで完全に復帰した。

新型モノクロメーターの改良結果のチェックが遅れているため、今期は三角ベントモ

ノクロメーターを用いた。波長は事実上1.0 の利用者しかいないため問題は起こらなかったが、細かいことを言うと、三角ペント型モノクロメーターは強力なSR光に対して時間と共に強度が減る。これは恐らく温度上昇のためであろう。

今期station checking sheetに書かれたコメントは合計31件あった(表2)。最も多いのはIP6のドアが閉まり難い(Close Door のメッセージ)でこれが10件である。軽症ではあるが実験中Close Doorのメッセージが出ると気分が悪い。中丸幸雄氏より3月に調整したとの報告を得ている。次に多かったのはIP5におけるback position sensor error を含む排出エラーで5回記載されている。IP6では今回は一度も起こっていないので、IP6に何らかの欠陥があるものと考え、時期ビームタイムまでに対処しよう中丸幸雄氏に依頼した。2月12及び13日に起こったIP2の縦線ノイズはレーザー不良(寿命)と判明し翌14日に交換復帰した。IPカセットホルダーの不調も芋ビスの先端がつぶれたためと分かり3月に修理された。この様に殆どのことは対処しているが、たまに起こるSCSI errorやINDYのフリーズなどはRESETや電源スイッチのOFF ON等で対処してもらえない。

不調が見付かったときは各自が中丸幸雄氏に連絡して対処して頂きたい。

表1.平成11年度後期BL6Bビームタイム使用状況

USER NAME _a:administer _c:industry _d:non-industry _:free				
A:50% area for long works, B:50% area for short works				
		day: am:9:00~pm:9:00		night: pm:9:00~am:9:00(the next day)
1月21日	FRI	A	beam_maintenance (day)	beam_maintenance (night)
1月22日	SAT	A	Mitsubishi_Chem_c (day)	Takenaka_Akio_d (night)
1月23日	SUN	A	Kai_Yasushi_d (day)	Takenaka_Akio_d (night)
1月24日	MON	A	machine_study (day)	machine_study (night)
1月25日	TUE	A	- (day)	- (night)
1月26日	WED	A	Ajinomoto_Co_Inc_c (day)	Ajinomoto_Co_Inc_c (night)
1月27日	THU	A	JT_c (day)	JT_c (night)
1月28日	FRI	A	- (day)	- (night)
1月29日	SAT	A	setting_test (day)	setting_test (night)
1月30日	SUN	A	- (day)	- (night)
1月31日	MON	B	machine_study (day)	machine_study (night)
2月1日	TUE	B	setting_test (day)	setting_test (night)
2月2日	WED	B	Fujisawa_Pharm_c (day)	Kai_Yasushi_d (night)
2月3日	THU	B	Chugai_Pharm_c (day)	setting_test (night)
2月4日	FRI	B	Chugai_Pharm_c (day)	- (night)
2月5日	SAT	B	- (day)	- (night)
2月6日	SUN	B	- (day)	- (night)
2月7日	MON	A	machine_study (day)	machine_study (night)
2月8日	TUE	A	- (day)	- (night)
2月9日	WED	A	Mitsubishi_Chem_c (day)	- (night)

2月10日	THU	A	Tsukihara_Tomitake_d (day)	- (night)
2月11日	FRI	A	BERI_c (day)	- (night)
2月12日	SAT	A	Camera_maintenance (day)	Camera_maintenance (night)
2月13日	SUN	A	- (day)	- (night)
2月14日	MON	B	machine_study (day)	machine_study (night)
2月15日	TUE	B	bonus_time (day)	bonus_time (night)
2月16日	WED	B	Banyu_Pharm_c (day)	Miki_Kunio_d (night)
2月17日	THU	B	JT_c (day)	JT_c (night)
2月18日	FRI	B	Nureki_Osamu_d (day)	- (night)
2月19日	SAT	B	Sakabe_Noriyoshi_d (day)	- (night)
2月20日	SUN	B	Sakabe_Noriyoshi_d (day)	- (night)
2月21日	MON	A	machine_study (day)	machine_study (night)
2月22日	TUE	A	bonus_time (day)	bonus_time (night)
2月23日	WED	A	Ajinomoto_Co_Inc_c (day)	Byung-Ha_Oh_b (night)
2月24日	THU	A	Fujisawa_Pharm_c (day)	Shionogi_Pharm_c (night)
2月25日	FRI	A	overseas_users_a (day)	Byung-Ha_Oh_b (night)
2月26日	SAT	A	- (day)	Se_Won_Suh_b (night)
2月27日	SUN	A	Se_Won_Suh_b (day)	Nureki_Osamu_d (night)
2月28日	MON	B	machine_study (day)	machine_study (night)
2月29日	TUE	B	Chugai_Pharm_c (day)	Chugai_Pharm_c (night)
3月1日	WED	B	Yamanouchi_Pharm_c (day)	- (night)
3月2日	THU	B	setting_test (day)	- (night)
3月3日	FRI	B	setting_test (day)	setting_test (night)
3月4日	SAT	B	setting_test (day)	Mizuno_Hiroshi_d (night)
3月5日	SUN	B	- (day)	- (night)
3月6日	MON	A	machine_study (day)	machine_study (night)
3月7日	TUE	A	Chugai_Pharm_c (day)	Chugai_Pharm_c (night)
3月8日	WED	A	Tanokura_Masaru_d (day)	Tanokura_Masaru_d (night)
3月9日	THU	A	JT_c (day)	JT_c (night)
3月10日	FRI	A	Daiichi_Pharm_c (day)	Watanabe_Nobuhisa_d (night)
3月11日	SAT	A	- (day)	Watanabe_Nobuhisa_d (night)
3月12日	SUN	A	- (day)	- (night)
3月13日	MON	A	machine_study (day)	machine_study (night)
3月14日	TUE	A	3GeV_single-bunch (day)	3GeV_single-bunch (night)
3月15日	WED	A	3GeV_single-bunch (day)	3GeV_single-bunch (night)
3月16日	THU	A	3GeV_single-bunch (day)	3GeV_single-bunch (night)

表2. 今期発生した装置（主に大型読取装置）の問題点

日時	装置名	エラーの種類
1月22日	IP6	0-count-pixels(零点調整ミス)調整後使用
		BL6B 2階の DEC keyboard 交換
1月23日	IP6	Doorの締まりが悪い
	IP6	Doorの締まりが悪い
1月27日	IP2	SCSI Bus error
2月1日	IP5	IP 排出エラー
2月2日	IP5	レーザーの光軸ずれ
2月3日	IP6	Doorの締まりが悪い
	IP6	Doorの締まりが悪いが最後ゆっくりカチリと言うまで閉じれば問題無く動く
2月4日	IP5	IP 排出エラー
2月9日	Cryo	途中で止まった
2月11日	IP6	Doorの締まりが悪い
2月12日	IP6	Doorの締まりが悪い
	IP2	イメージに縦線のノイズが入る
2月13日	IP2	イメージに縦線のノイズが入る
2月16日	IP6	Doorの締まりが悪い
2月18日	IP5	排出エラー
	IP5	INDY フリーズ
2月19日	IP6	Doorの締まりが悪い
2月20日	camera	ゴニオアーク台にラグあり交代時に調整完了
	camera	IP カセットホルダー不調、交代時に調整
2月23日	IP5	RS232 error, SCSI error
2月24日	IP6	Doorの締まりが悪い
2月28日	IP5	排出エラー
	IP6	Doorの締まりが悪い
2月29日	IP5	排出エラー
	camera	IP カセットホルダー不調
3月8日	camera	IP カセットホルダー不調
	???	イメージに縦線のノイズが入る
3月9日	???	イメージに縦線のノイズが入り SCSI error が生じた。reubstし回復
3月10日	パソコン	カメラ制御用パソコン Puls motor error 電源 OFF/ON で復帰

. TARA第2実験ステーションBL6C

毎回述べているように、BL6Cには日本学術振興会未来開拓推進事業の産学連携研究費で開発中の全自動データ収集システム（愛称；galaxy）が設置されている。動作状態を垣間見る人達には既に出来上がっている様に思え、何故早くオープンしないのかと思われる方々もいることであろう。しかし実を言うと開発はこれからが正念場である。分かり易い例を上げて少し説明する。

1. 搬送系

共同利用の装置は性能はもとより、安全性、確実性も極めて重要である。そこで最初

はカセットの搬送速度を落とし、カセットの動きを見た。その結果、時折カセット台の角が側壁のベアリングに当たりカセット全体に揺らぎが観測された。それに対処するためIPカセット台の角を丸めたり、側壁のベアリングの大きさや数を増した。これにより大きな揺らぎは解消できたが、IPカセットを搬送する際安全のため取り付けした上下可動の側壁が時折IPカセット台に押され作動しないことが観測された。これは極めて希な現象であるがあってはならないことである。また平成12年度には搬送速度を現在の2倍にする予定である。これまでの経験を基に倍速にも耐えられる様、搬送台の下側からストッパーが働く方式に改められた。即ち、2アームに従って動く搬送台のテーブル全体を作り直した。その結果アームの移動時のみでなく、IPカセットを移動させるときもIPの揺れは大幅に改良された。恐らくこれで倍速に耐えうると思われるが、その実験も繰り返し行い万全を図る必要がある。

2. データの精度を上げる要因

データの精度を上げるには空間的及び時間的に全領域で同一な感度を有する必要がある。CCDのように可動部分のない装置では補正が極めて有効であるが、IP読取は可動部分があり特に今回の開発では補正が何処まで可能かが大きな問題になる。最終的には補正を施すが、先ず補正なしで使える装置を目指している。この他に極めて大切な3点を次に掲げる。これらの開発はこれから今年の9月まで続ける予定である。

1) 直線性

IP上に照射されたX線強度に対し最終的に電子計算機から出力されるデジタル値が直線的であること

2) 十分なダイナミックレンジ

微弱な信号(1 x-ray photon)から予想される十分大きな信号(数百万x-ray photon)に至るまで上記直線性が保たれていること。これはフォトマル1本で達成する事は出来ないので平成12年度にフォトマル2本を使い達成する予定である。

3) 高いSignal / Noise

信号強度を大きくするためには、高感度のIPを用い、レーザー強度を上げ(最適値)、フォトマルの印荷電圧を上げ(実際には最適値を求め)、ピクセル当たりの読取回数を増し、プリアンプの性能を上げる等が考えられる。高感度のIPは感光剤の厚さが増すため空間分解能が下がるしあまり厚くすると塗りむらを生じ感度の一様性が下がる。フォトマルの電圧を上げ過ぎると暗電流が増しノイズが上がるのでこれにも限界がある。又、レーザー強度を上げすぎると先読み現象が顕著になるので最適値を求める必要がある。一方ノイズを下げることは同様に大変重要である。ノイズの要因は非常に多いが、大きく纏めるとIPに起因するもの、レーザーに起因するもの、フォトマルなど読取ヘッドから来るもの、高圧電源、プリアンプからADCに至る電気系から生ずるもの、の5種類になる。また別の観点から纏めると、光、電気、機械的な振動に分類することもできる。

3. アンプ系

16ビットのADCを用いている。具体的には0~10Vの電圧に対し0~65535の階調を与える。これより1階調当たりの電圧は153μVを得る。即ち、ADC入

力端子で電気ノイズがこの値以下に出来れば理想的である。1ピクセル当たり4回ゲートを開き加算しているため電子計算機の表示としては0～262143階調になる。アンプとしては0～10Vの間で増幅率が一定である必要がある。これは極めて容易に得られる。問題は波長特性である。波長範囲が広すぎるとパルスモーター電源や電子計算機からの電磁波の影響をノイズとして受け易くなる。そこで理想的な波長特性を推定してみよう。Bragg点の幅を0.5mmでsinカーブに近似出来ると仮定すると、1周期が1mmになる。IPカセットの半径は400mmで秒速2回転であるから、1秒間に読み取られる長さ(L)は

$$\begin{aligned} L &= 2 \pi r \times 2 \\ &= 5026.5 \text{ mm} \end{aligned}$$

これより、周期1mmの反射を記録するためには最低0～5KHz間で増幅率に変化がないアンプが必要である。実際のBragg点はsinカーブではないしまた波長の打ち切り効果によるノイズを考慮し上記の3倍を仮定すると15KHzになる。また将来倍速回転を予想しているのでアンプの周波数特性は0～30KHzの間は一定の増幅率を保ちその後急速に増幅率を下げ100KHz以上ではゼロに近い増幅率にするのが理想的であると結論した。アンプのネガティブフィードバック用コンデンサーやADC直前に設けたLCR構成のフィルター等の容量を変えて特性をテストし、上記の周波数特性を達成させた。これによりプリアンプ以後のノイズは無視できる所まで達成できた。直線性のテストも行った結果アンプは十分良い性能を示した。

4. IPカセットの横揺れによるノイズ

これまでに色々な原因によるノイズを突き止め、解決してきたがIP1回転当たり11サイクルの周期を持つ数%のノイズが残った。赤外線を用いてカセットの横揺れを測定したところ最大値が±25μmであった。直径80cm重量が500kg近くも有る重量物の25μmの横揺れをどうやって止めるか、これからの大きな課題である。今考えられる方法としては直径80cm以上もある大きなベアリングを用いる、air liftの方式を用いる、加重と回転を支えているリングをV字型にする、横揺れ防止のローラーの精度を上げしかも両面8～16個取り付け平均化により振動を減らす、等が考えられる。以外は大規模な改作になり、特にIPカセットを新しく作り替えないと出来ない。そこで先ずからテストを行うことにしたが、このノイズはIPカセットの回転速度や、先読みの割合と関係があるレーザー光の強度等多くの要因の重なりによるものであるから、多角的に時間を掛けて検討する。

5. その他のノイズ

上記の他僅かでは有るが12.5KHz付近のノイズが存在するようである。これは未だ電磁誘導的なノイズか或いはフォトマルが機械的振動により発するノイズか原因は不明である。IPカセットの読取時の回転速度を上げた場合の挙動を調べる必要がある。以上述べてきたノイズをカット出来ればノイズ対策はほぼ完璧であると思っている。

．コンピュータ関係

1．ネットワークとデータサーバの利用状況

1月～3月のビームタイム期間におけるデータサーバは、保存期間を7日間に固定して運用することができた。これは、BL6AにおいてCCDを使って収集されたデータは独自のディスク・システムに保存するように変更された為と思われる。このためサーバに保存されたデータは6B/18Bのデータと推測される。今期にBL6A/6B/18Bの2つのビームラインからサーバに書き込まれたデータの総量を図1に示す。

2．コンパックのワークステーション導入

コンパック製のワークステーション(DPW600au)2台が増設された。データ処理ソフトDENZOもインストールされているのでユーザは使いやすくなったと思われる。

3．サーバーバックアップ装置(DAT)のトラブル

Compaqのライセンス・レジストレーションの不手際によりサーバのシステム周りのバックアップができなくなったが、現在Compaqにライセンスの対応をしてもらっている。また、回避策として手動によりシステム周りのバックアップは可能になっている。

4．コンピュータ・ネットワーク機器の2000年問題の結果

2000年1月1日はすべての機器を停止して迎えた。その後起動させたが、異常なことは起こらなかった。古いDEC製のワークステーションについても自動で2000年にさせることにより、古いIOSについても問題なく正しい日付で稼働している。

．新たに加わった出資企業

平成12年度より協和発酵工業(株)が出資企業となった。参加者は(敬称略)大滝静夫、齋藤純一、高橋雄一の3氏である。

．各種委員会報告

1．編集委員会

第14回編集委員会が平成12年3月7日開催された。出席者は、石川弘紀、栗原宏之、曾我部智、坂部貴和子、坂部知平、祥雲弘文(五十音順)の6名であった。構造生物Vol.6, No.1の原稿最終チェックならびに印刷等のスケジュール確認が行われた。続いて、次号(Vol.6, No.2)の内容についての検討が行われ、執筆をお願いする方々を決定した。

．業績紹介

紙面の都合上今回は省略し、次号に掲載する。

user_time	machine_study	Camera_maintenance	setting_test	3/14-16:3GeV_single-bunch
-----------	---------------	--------------------	--------------	---------------------------

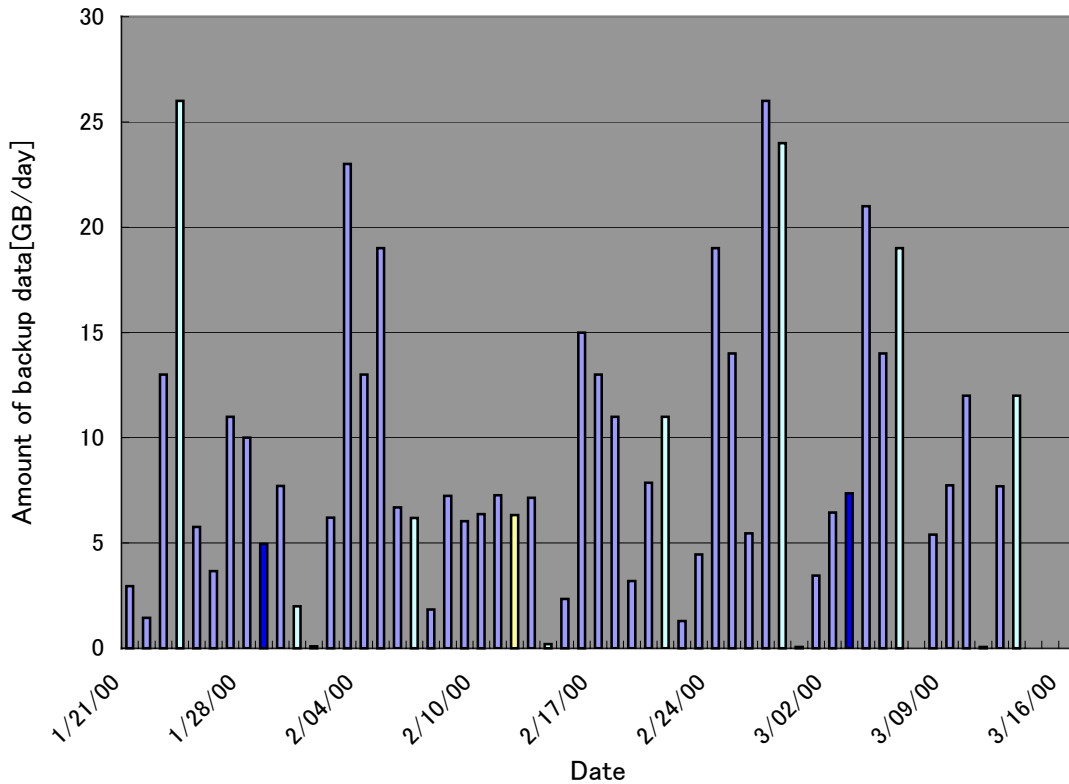


図1 . 平成11年後期に於けるDLTバックアップ状況

・移管と移設

これまで、我々のプロジェクトで購入した多くの備品を筑波大学で管理して頂いていた。今回、TARAプロジェクトが終了したが、実質的には構造生物学坂部プロジェクトとして継続する。これに伴い、上記筑波大学の備品をKEKに移管した。

これまでTARAの実験ホールに設置されていた、ディフラクトメーターもPF研究棟の1階に移設した。現在、水冷系が不調で有るが、近日中に修復される予定である。使用希望者は五十嵐教之氏まで連絡して下さい。

VIII . アレイ状CCD型X線検出器の開発

雨宮(東大・新領域)、伊藤(筑波大・物質工)らは、1994年から縮小型光ファイバー(FOT)とCCDを組み合わせたFOT-CCD型X線検出器の開発を行ってきた。テストモジュールの $\times 1$ にて蛍光体の種類や厚さ、FOTの縮小率について決定した。次に 2×2 でアレイ化した際の問題(FOT間の真空保持、CCDの同時並列読み出し)と、露光と読み出しを同時に行うことができるハーフルトランスファー型CCDを用いた連続露光での問題などについてR&Dを行った。これらのノウハウを生かして $3 \times 6 (= 18$ 個)構成のアレイ状CCD型X線検出器を開発した。

今回、PF BL-6Aにて2000年4月24日から28日に2×2アレイ状CCD型X線検出器、続いて5月10日から13日に3×6アレイ状CCD型X線検出器のテストを行う機会があった。テストはリゾチーム単結晶を用いて実際の回折データの取得、冷却系の安定性について行った。

3×6アレイ状CCD型X線検出器を図1に示す。3×6はプロトタイプの2×2に比べて配線や制御ユニットがすっきりと配置されている。3×6アレイ状CCD型X線検出器で得られたリゾチーム単結晶の回折像を図2に示す。測定は3 GeV運転時に行い露光時間5秒、1°/フレームを0~180°で行った。この検出器は露光と読み出しが同時に行えるため結晶の回転を止めることなく測定が可能である。1°/5秒で結晶を回転させて180°測定しても180(°)×5(秒/°)=15(分)でデータを測定することができるので、データ収集の迅速化に大いに貢献するものと期待している。詳しい解析の結果はまとめて次号の構造生物に書く予定である。

このように、3×6アレイ状CCD型X線検出器はハードウェア開発の段階からソフトウェア開発の段階に入ったと言える。現在、制御ソフトウェア及び補正ソフトウェアの開発中である。御質問・御相談等は雨宮 (amemiya@kohsai.t.u-tokyo.ac.jp) もしくは伊藤 (Kazuki.Ito@kek.jp) までお願いします。

(参考文献)

構造生物 Vol.3、No.3 (1997)

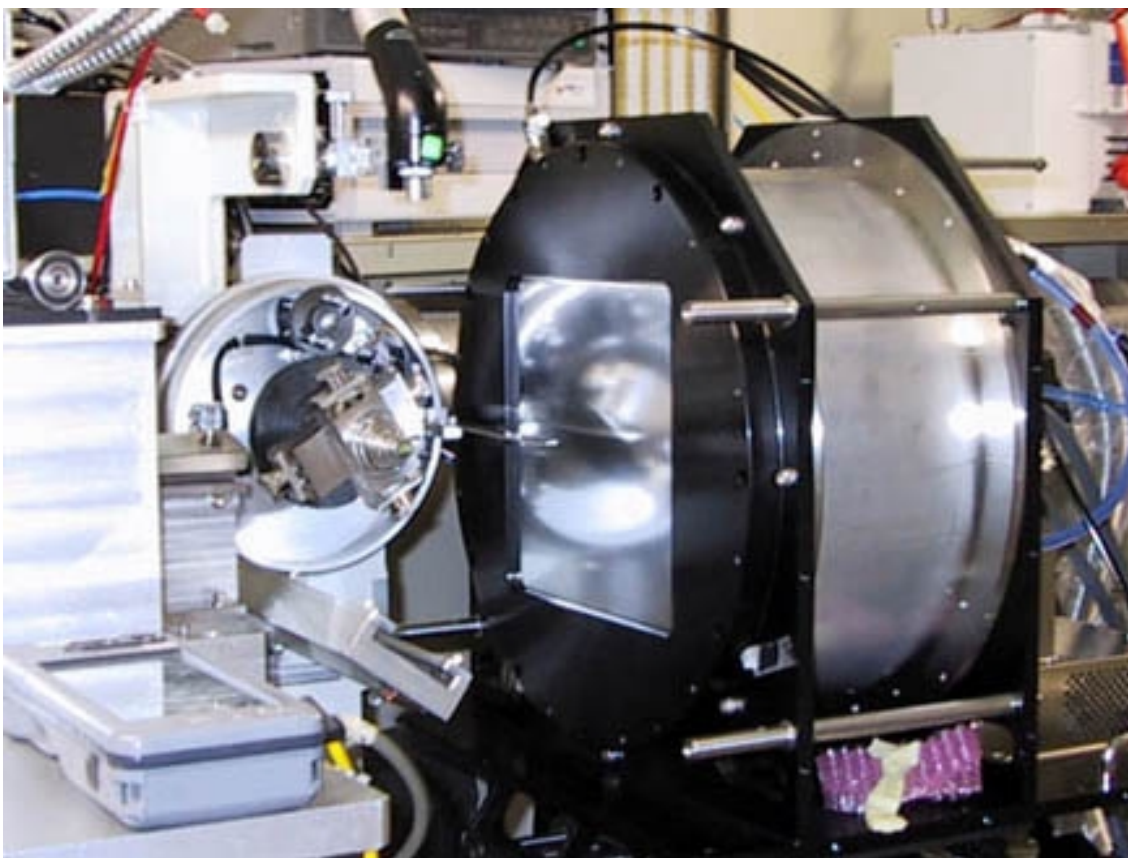


図1 : 3 × 6 アレイ状CCD型X線検出器をBL-6Aにマウントした時の写真。
写真中央の銀色の部分はマイラシートにアルミを蒸着した物に蛍光体
($Gd_2O_2S : Tb$) を塗布したものである。

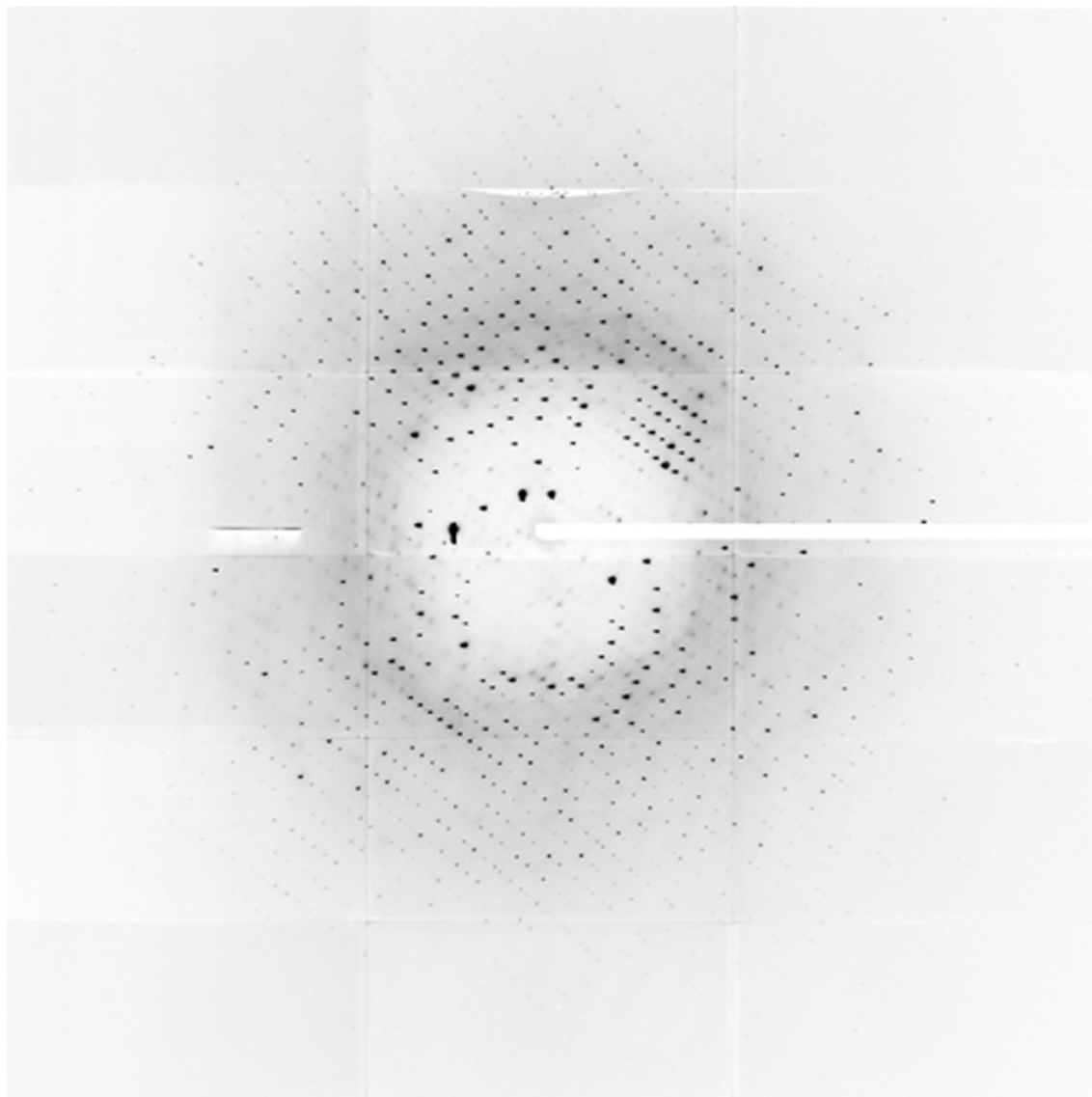


図2:リゾチーム単結晶からの回折パターン(画像歪み及び感度補正の不均一性は未補正)。露光時間5秒、結晶の回転1°のものである。各CCD間のつなぎ目や歪みが見えるが、これらはソフトウェアによって補正される。また、いくつかのCCDに問題があるため、8月上旬を目処にCCDを交換する予定である。