

2 波長切替用モノクロメータの強度測定

Neutron intensity measurement of elastically bent perfect Si crystal monochromator for double bunk monochromator system

栗原 和男¹⁾、玉田 太郎¹⁾、長壁 豊隆²⁾

Kazuo KURIHARA, Taro TAMADA, Toyotaka OSAKABE

¹⁾量研機構 ²⁾原子力機構

(概要)

BIX-3 においてより高分解能の回折データ ($d_{\min} < 1\text{\AA}$) を取得可能にするため、Si(111)結晶モノクロメータに Si(311)結晶モノクロメータを組み込んだ 2 波長切替モノクロメータを導入する。BIX-3 で採用している弾性湾曲モノクロメータによる中性子強度は、湾曲による集光効果とモザイク度の増大のバランスによって決まる。そこで、新規 Si(311)結晶モノクロメータに対し湾曲度(曲率半径)を計測しながら中性子強度を測定することで、実測による最適化を TAS-2 で組み込み前に実施した。このモノクロメータの高機能化により、タンパク質試料結晶の回折能に応じて測定モードを臨機応変に変更、対応することが可能となり、中性子によるタンパク質構造機能研究の発展が期待できる。

キーワード : BIX-3, Si(311), モノクロメータ, 曲率半径, 中性子タンパク質構造生物学

1. 目的

タンパク質などの生体高分子を測定対象とする BIX-3 (量研。JRR-3 炉室設置) のモノクロメータとして用いている Si(111)結晶 (装置分解能 $d_{\min} = 1.5\text{\AA}$) を Si(311)結晶モノクロメータに変更することで、より短波長な中性子を得て測定可能な分解能を $d_{\min} < 1\text{\AA}$ まで高める。さらに、Si(111)結晶と Si(311)結晶を上下 2 段に連結して遮蔽体内に格納されたモノクロメータは、JRR-3 運転中でも随時変更できるように遠隔操作で切り替え可能にする[1]。本モノクロメータはシリコン完全結晶弾性湾曲モノクロメータ (Si 結晶およびベンダーで構成) であり、試料位置における中性子強度は湾曲によるモザイク度の増大と集光効果のバランスによって決まる。また、モノクロメータでは結晶プレートを 4 枚重ねて 1 セットとして使用しているため、シリコンインゴット (複数のインゴットを使用) から切出した際の僅かな結晶面のズレを 1 枚ずつ確認し、可能な限り互いに結晶面のズレが小さいものを組み合わせる必要がある。そこで本課題では、BIX-3 で使用する波長を用いて、まず各プレート結晶面のズレを確認すること、次に使用するモノクロメータの湾曲度 (曲率半径) を計測しながら中性子強度の変化を実測して最適化することが目的である。

2. 方法

結晶面のズレ測定では、TAS-2 モノクロメータ位置に単色化用 PG(002)、試料ゴニオメータ位置には測定対象となる Si(311)プレートを配置した。中性子強度測定には TAS-2 アナライザー検出器 (^3He ガス検出器) を使用した。試料ゴニオメータ位置に基準とするプレート 1 枚と比較対象となるもう 1 枚を重ね合わせて置き (プレート 1 枚の寸法: 幅 250mm × 高さ 40mm × 厚さ 2.5mm)、 ω スキャンによって強度プロファイルを得た。次に、比較対象プレートを基準プレートとの重なり面は保ちながら上下を反転させ、再度 ω スキャンを行った。以上を比較対象プレート入れ替えて繰り返した。その結果から、次の実験で Si(311)モノクロメータとして使用するプレート 4 枚を選定した。

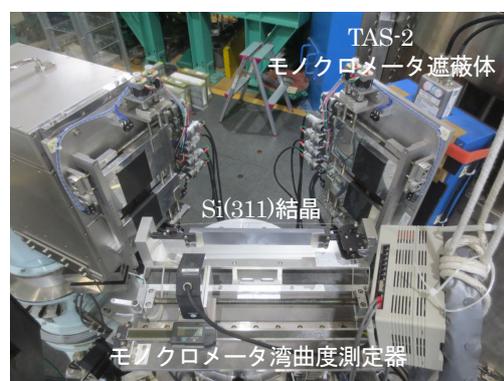


図1 湾曲モノクロメータ強度測定時の実験レイアウト

湾曲モノクロメータ強度測定では、TAS-2 モノクロメータ位置に同じく単色化用 PG(002)、試料ゴニオメータ位置にモノクロメータ湾曲度測定器（スライド治具に取付けた距離測定用レーザーを装備）を設置した。さらに、湾曲度測定器上には Si(311)モノクロメータ（プレート4枚1組をモノクロメータベンダーに取付け）を搭載した。また、BIX-3 設置場所での試料位置に相当する距離（約 1.8m）に TAS-2 アナライザー検出器を配置した（図 1）。測定波長は Si(311)結晶モノクロメータで使用する波長 = 1.51Å とし、TAS-2 装置 θ_m の低角側での配置限界を考慮して、PG(002)モノクロメータの $\lambda/2$ 波長を使用することでその波長を得た（PG フィルターは OFF モード）。測定では、まずベンダーで Si 結晶プレートをある程度湾曲させた。次にプレートに沿って湾曲度測定器のレーザーを等間隔で平行移動させ、プレートまでの距離を 11 点で測定、これを曲率半径に換算・計測した。最後に ω スキャンによる強度プロファイルを取得した。そして、湾曲度毎にこの操作を繰り返した。

3. 結果及び考察

結晶面のズレ測定においては、面角度のズレが有る場合、強度プロファイルが二重のピークとなって表れた（ピーク位置角度間の差：0.6°~0.7°程度）。その場合はプレートを上下反転させて再度 ω スキャンを行いシングルピークとなることを確認した（最初からシングルピークだった場合は、上下反転での測定は実施しなかった）。本課題では基準プレートを含めて 11 枚のプレートを測定した。本測定結果を基に方位を揃えたプレート 4 枚（今回は同じシリコンインゴットから一連で切出されたものから選定）を組み合わせてベンダーにセットし、以降の実験を進めた。

湾曲モノクロメータ強度測定の結果を図 2 に示す。横軸は計測された曲率半径、縦軸はガウス関数フィッティングによるピーク強度（左軸）と FWHM（右軸）である。曲率半径 = 4,257mm で TAS-2 検出器位置での強度は最大値を示した。ピーク強度は曲率半径減少による集光ビーム特性の変化だけでなく、Si 結晶のモザイク度増大の効果による寄与も重なる。曲率半径毎の強度を実測することによって、最適な曲率半径を得ることができた。最終的に選定した曲率半径は、ベンダーの緩み（湾曲を張力で維持しているピアノ線の伸び等）による長期的な曲率半径の経時的増大を考慮して、最後に測定を行った際の曲率半径 = 4,145mm とした。

TAS-2 で計測した 14 日後、BIX-3 設置場所において 2 波長切替モノクロメータ（図 3）としてインストール直前に計測した曲率半径は 4,138mm であり、その時点では曲率半径が保たれていることを確認できた（前回との値の差は測定環境条件、ベンダー設置精度による測定誤差の範囲と考えられる）。

中性子を用いたタンパク質構造機能研究はその有用性にも関わらず、構造生物学分野においてまだ限定的である。しかし、本課題で最適化された Si(311)結晶モノクロメータを組み込んだ 2 波長切替モノクロメータの導入によって、試料対象や回折データ測定可能領域が広がり、量子生命科学への適応も含めた今後の発展が大きく期待できる。

4. 引用(参照)文献等

[1] 栗原和男, 玉田太郎, 日本中性子科学会誌「波紋」 31 (2021) 33-35.

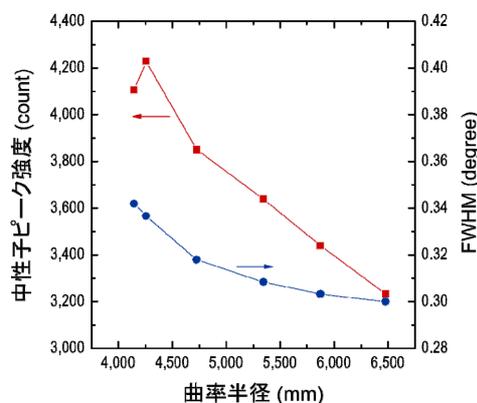


図 2 湾曲モノクロメータピーク強度・FWHM の曲率半径依存性

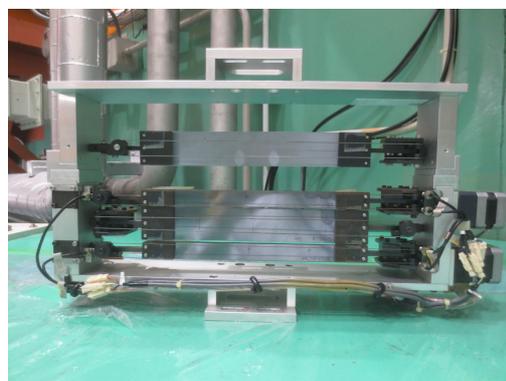


図 3 2 波長切替モノクロメータ（上段：Si(311)結晶、下段：Si(111)結晶）