

単結晶X線構造解析装置

XtaLAB PRO

—低分子結晶からタンパク質結晶まであらゆる測定に—



1. はじめに

XtaLAB PROは低分子結晶からMOF、タンパク質結晶まで広範囲のサンプル測定に対応した単結晶X線構造解析装置です。X線源は3 kW封入管およびマイクロフォーカス管に対応しており、2波長システムにすることも可能です。検出器はハイブリッドピクセルアレイ検出器（Hybrid Pixel Array Detector=HPAD）であるPILATUS 200K（図1）を採用し、シャッターレ



図1. PILATUS 200K 検出器.

ス測定などに対応するとともに、フォトンカウンティング型検出器であるためCCDなどの検出器に比べ高精度なデータを取得できます。XtaLAB PROは、優れた特性を持つ検出器とサンプルに合わせたX線源を選択することで、ユーザーに質の高いデータを提供します。

2. HPAD と他の検出器との比較

最新の検出器であるHPADは、X線光子を直接計数するタイプの検出器です（図2）。検出器に入射したX

Hybrid Pixel Array Detector

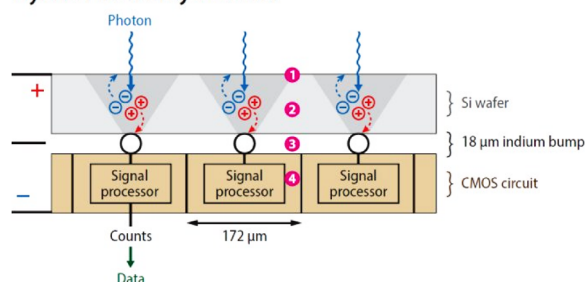


図2. HPADの検出機構.

線光子は多数の電子とホールのパアーを作り、それらの電荷はインジウムバンプを通じて直接CMOSチップに伝達されます。アナログからデジタルへの変換もなく、正確なX線の計数が可能となっています。

一方、従来の積分型検出器であるCCD、CMOSは中間ステップとして、X線光子から可視光に変換する蛍光体を有しています。そのため、蛍光体から発生する光の拡散により回折スポットが広がって検出されます。また、光ファイバースタブ（CMOS）またはテーパー（CCD）を使用するため、光ファイバーを通過する際の光損失に加え、蛍光体とスタブの間およびスタブとセンサーの間で光損失が発生します。このような光損失や蛍光体の使用による回折スポットの広がり、結果としてデータの質を低下させます。さらに、ダイナミックレンジが狭い、画像補正が必要、時間と共にバックグラウンドが上昇するダークカレントなどあり、多くの問題が内在します。CMOS検出器にはCCD検出器に比べ検出面積を大きくできるという利点がありますが、潜在的にノイズがCCDより高いため、微弱な反射の計測には低ノイズのCCDが有利です。

それに対して、HPADでは、これらの問題がすべて解決できます。X線光子を直接計数するため、光損失がなく、画像補正も不要、検出器内における光の拡散もありませんので、高精度なデータが取得できます。また、ノイズフリーで、かつIPと同等の広いダイナミックレンジを有していることから、弱い反射も、強い反射も、より正確に測定することができます。ダークカレントもないため、長時間露光も可能です。これらに加え、HPADの特徴として、回折画像の読み出し速度が高速であることが挙げられます。これは、シャッターレスモードでの測定を可能にします。シャッターレスモードでは、シャッターが開くと同時にスキャンが開始され1スキャンが完了するまで連続して画像を読み出します。測定時間が大幅に短縮されるとともに、シャッター開閉動作による誤差もなくなるため、データの精度も向上します。

3. X線源

XtaLAB PROシリーズでは、対象サンプルや目的に応じて最適なX線源を選択することができます。標準的な構成はCu線源にMicroMax-003、Mo線源に3 kW封入管（光学系はSHINE）を搭載した2波長システムです（図3）。

図4は $\phi 100 \mu\text{m}$ あたりのX線強度について、マイクロフォーカス管であるMicroMax-003-Cuとファインフォーカス管（2 kW）とを比較したグラフです。MicroMax-003-Cuはファインフォーカス管に比べて約12倍のX線強度を有しており、Cu線源にはMicroMax-003-Cu



図3. XtaLAB PROの標準構成。

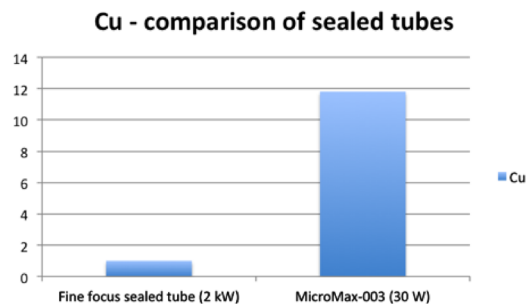


図4. Cu線源での $\phi 100 \mu\text{m}$ あたりのX線強度の比較。縦軸は相対強度。

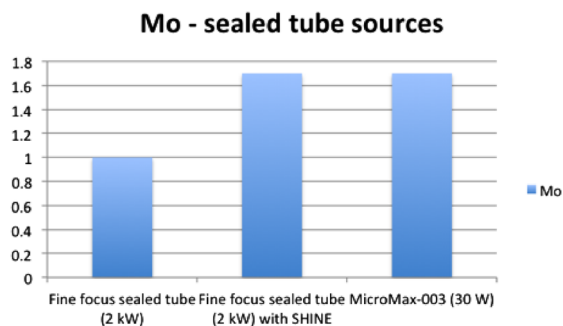


図5. Mo線源での $\phi 100 \mu\text{m}$ あたりのX線強度の比較。縦軸は相対強度。

を選択すると有利であることが分かります。

一方、図5は、Mo線源について、マイクロフォーカス管であるMicroMax-003-Moとファインフォーカス管（2 kW）、および集光光学系SHINE搭載のファインフォーカス管（2 kW）とを比較したグラフです。グラフから明らかなようにMicroMax-003-MoとSHINE光学系を搭載したファインフォーカス管（2 kW）とは同程度のX線強度を示しています。しかしながら、MicroMax-Moは $100 \mu\text{m}$ とビームサイズが小さく、測定対象の結晶が大きければ、MicroMax-003では完済測定できません。そのため、様々な結晶サイズを精度良く測定するためには、コリメータにより様々なビームサイズが選択できるファインフォーカス管が適しています。

4. ワークフローを考慮した筐体デザイン

XtaLAB PROシリーズでは、筐体のデザインを一新し、ユーザーのワークフローを考えた設計となっています。防X線カバー内には顕微鏡やデューワーを置くスペースがあり、結晶取り付け後すぐにゴニオメーターへマウントすることが可能です。空気や温度への感受

性が高いサンプルに対して、サンプルがダメージを受ける前に、測定を開始することができます。また、防X線カバー内のモニターを見ながら、結晶のセンタリングを行うことができ、結晶の取り付けからセンタリングまで装置の中で作業が完結します。

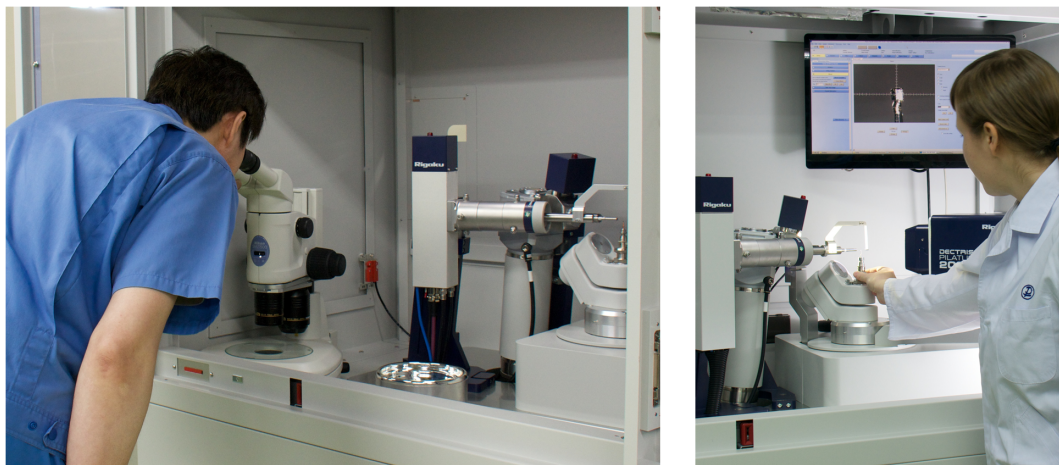


図6. すべてのワークフローが装置内で実施可能。
(左) 装置内での結晶の選別。
(右) 内部モニターを見ながらのセンタリング。