

2012年3月15日

第29回PFシンポジウム

ユーザーグループミーティング

小角散乱/酵素回折計G

BL-6A/10Cの現状報告

KEK-PF

構造生物学研究センター

清水伸隆

小角散乱分野に係るPFメンバー

- 小角散乱ビームラインメンバー
 - 清水 伸隆(生命科学G/先基安G)
 - 五十嵐 教之(先基安G/生命科学G)
 - 森 丈晴(先基安G)
 - 大田 浩正(三菱電機システムサービス)
 - 伊藤 健二(先基安Gグループリーダー)
- PF制御グループ
 - 小菅 隆(先基安G)
 - 永谷 康子(先基安G)
- 構造生物学研究センター
 - 銭谷 智子(ビームタイム配分連絡など)
 - 海老沢 律子(HPの管理など)

報告内容

- ビームラインの現状
 - BL-15Aの6Aへの移転
 - BL-6A、10Cの現状
 - 今年度新規開発・導入した装置、制御ソフトウェア
 - 不具合報告
- 来年度の計画
 - 予定している開発・導入事項
 - サポート体制
 - HP、MLに関して

BL-15A→6Aへの移転



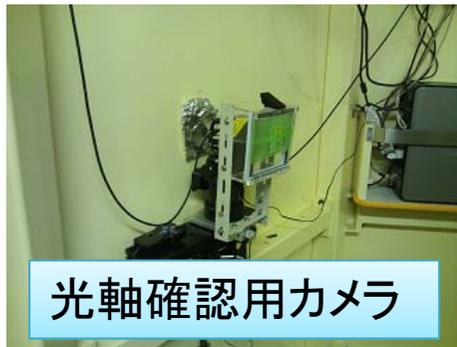
光学系



実験ハッチ & 実験システム系



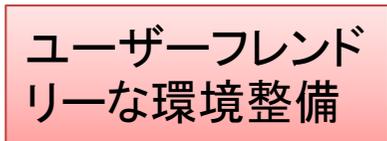
検出器位置
調整架台



光軸確認用カメラ



ハッチ内整備



ユーザーフレンド
リーな環境整備



2011年10月15、17日にお披露
目をして、18日より利用開始

6Aミラー水洗浄＋オゾンアッシング@SPring-8

ミラー：ULE、Non-coat

照射痕上に付着している銀色の汚れを、まずはクリーンルームにて精製水で洗浄

照射痕と表面全体の汚れをオゾンアッシングで取り除く

水洗浄



水洗浄では剥がれなかった汚れ



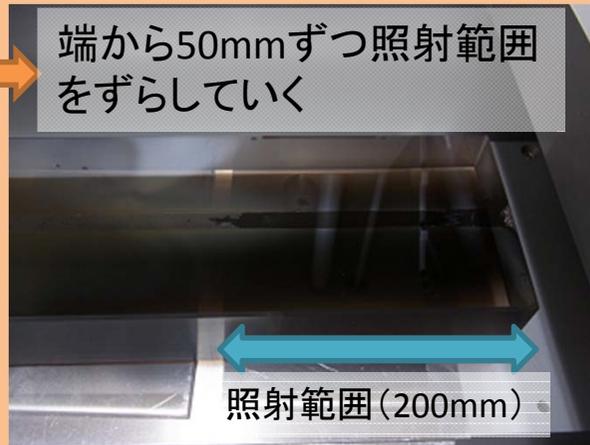
オゾンアッシング



照射前

水で洗浄後だが、照射痕上の銀色に見える汚れも一部残っている。

端から50mmずつ照射範囲をずらしていく



照射範囲(200mm)

照射途中

オゾン照射した領域は、表面全体のくぐもった汚れが徐々に薄くなっている。

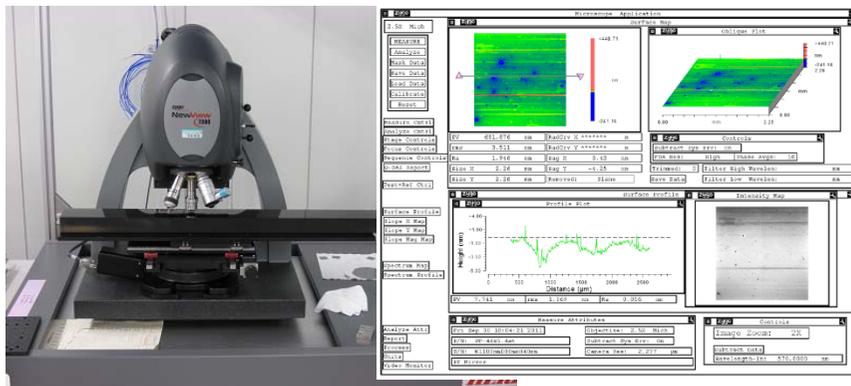


照射後(100度、合計30分)

照射前に残っていた銀色の汚れも消え、照射痕も薄くなっている。

表面形状の計測 & ミラー性能評価

表面粗さ評価@SPring-8



非接触表面形状測定器NewView7300 (Zygo)

中央照射痕部	平均rms:	7.099 nm
	平均Ra:	2.559 nm
照射痕外両端部	平均rms:	1.186 nm
	平均Ra:	0.566 nm

納品時の面粗度は0.2nmであり、表面精度は非常に悪化している...

ミラー反射率評価



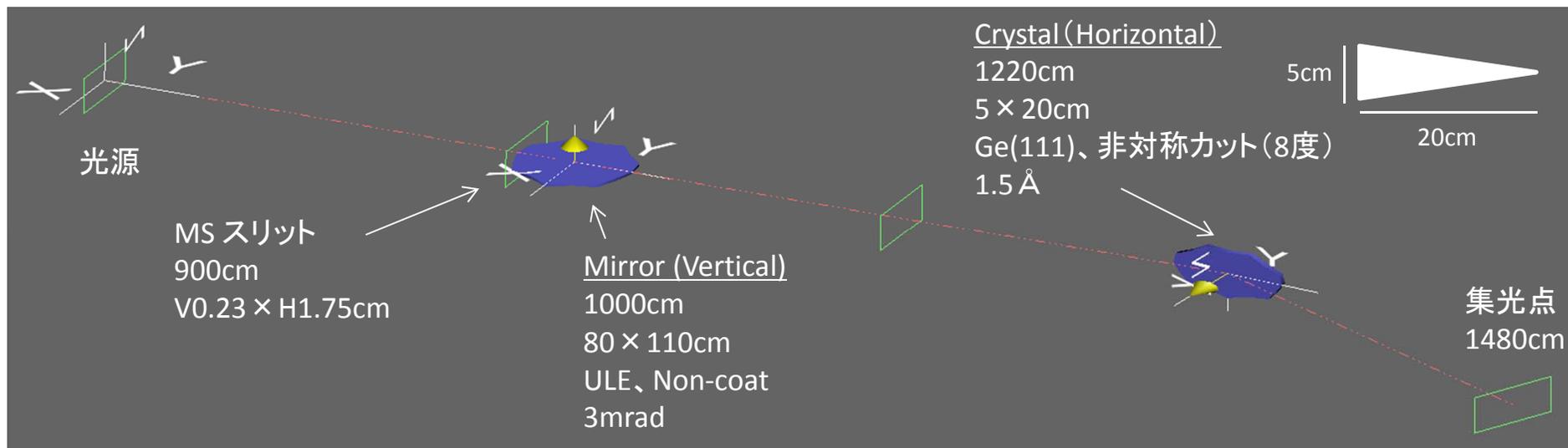
10月6日設置

ミラー調整中の下流蛍光板での映像
(上側:反射光、下側:ダイレクト光)

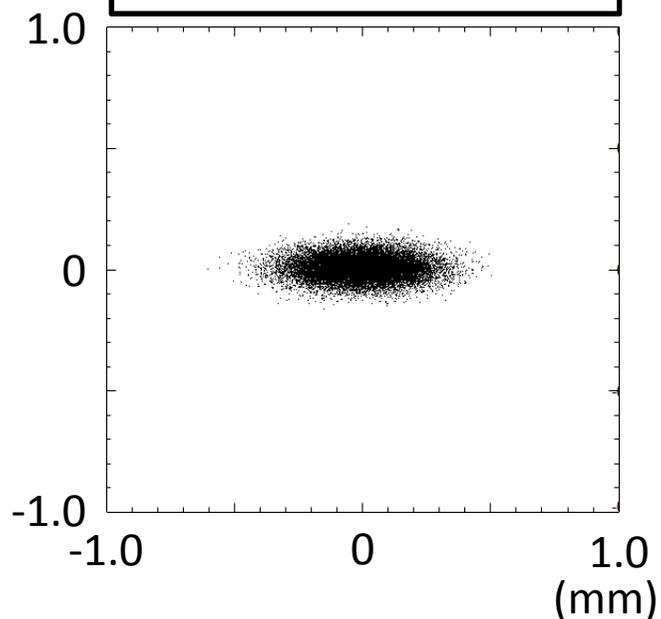
- BL-6A、波長1.5Å、分光結晶で跳ねた光をベースにミラー有り無しで比較。
- 高調波成分は0.07%(実測値)。

納品時の面粗度を加味した理論値	95.7%
計測した面粗度を加味した理論値	90.7%
実測値	89.2%

BL-6A光学系調整結果：Raytraceとの比較



集光点でのビーム形状



Beam Size@集光点 (BS位置)

		Raytrace	実測値
FWHM	Hor	434 μm	630 μm
	Ver	114 μm	250 μm
Div.	dH	0.963 mrad	-
	dV	0.046 mrad	-

- 実測は、4象限スリットをスキャン方向100 μm開口として、10 μmステップでスキャンした結果。
- ミラーと分光器の調整ソフトウェアを整備したので、次回4月の立ち上げ調整時に、2次元ビームモニターで形状をオンタイムで観測しながら再度調整を行う予定。

BL-6Aの現状

波長: 1.5 Å

集光位置 (BS位置) でのビームサイズ: $V250 \times H630 \mu\text{m}^2$

ビーム強度: 1200nA @S1 slit: Full open : $\sim 2.0 \times 10^{11}$ phs/sec

~150nA @S1 slit: $1.0 \times 1.0 \text{mm}^2$: $\sim 2.5 \times 10^{10}$ phs/sec

~50nA @S1 slit: $0.6 \times 0.6 \text{mm}^2$: $\sim 8.3 \times 10^9$ phs/sec

カメラ長: 0.4~2.2m

BSサイズ: $\phi 6 \text{mm}$ など各種

検出器: SAXS: XR-II (6インチ、9インチ) + CCD (C4880、C7300)、PSPC (故障中)、

PILATUS 100K (PF所有品を利用中)

C4880: 冷却CCD、読出し5.5秒

C7300: 空冷CCD、読出し76ミリ秒

PILATUS 100K: ピクセル検出器、読出し3ミリ秒

WAXS: Flatpanel (C9728DK-10)

C9728DK-10: 空冷CMOS、読出し3Hz

測定可能Q領域: (単位: Å、 $\phi 6 \text{mm}$ BS使用時)

	6inch XR-II		9inch XR-II	
カメラ長	Min	Max	Min	Max
Min (400mm)	0.037	0.725	0.037	1.072
MAX (2200mm)	0.007	0.117	0.007	0.176



BL-10Cの現状

波長: 1.488 Å

集光位置 (BS位置) でのビームサイズ: $V850 \times H1000 \mu\text{m}^2$

ビーム強度: 680nA @S1 slit: Full open : $\sim 1.0 \times 10^{11}$ phs/sec

~40nA @S1 slit: $1.0 \times 1.0 \text{mm}^2$: 5.9×10^9 phs/sec

~28nA @S1 slit: $0.7 \times 0.7 \text{mm}^2$: 4.1×10^9 phs/sec

カメラ長: 1.0 m (middle) or 2.0 m (Long)、(Shortも設定は可能です)

BSサイズ: $\phi 6 \text{mm}$ @R-AXIS7、 $5.2 \times 15 \text{mm}$ @PSPC

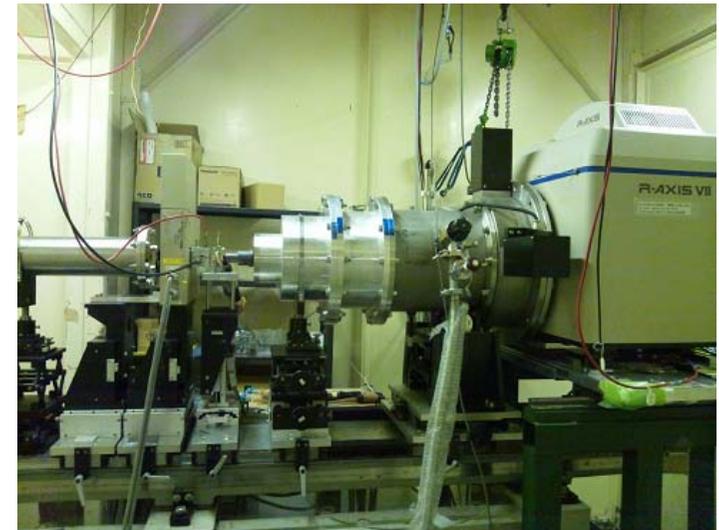
検出器: R-AXIS7、PSPC

R-AXIS 7: 有効検出範囲 $\phi 250 \text{mm}$ 、最短1分間隔

PSPC: 有効検出範囲150mm、~1秒間隔

測定可能Q領域: (単位: Å、 $\phi 6 \text{mm}$ BS使用時)

カメラ長	PSPC		R-AXIS7	
	Min	Max	Min	Max
Middle (980mm)	0.015	0.322	0.013	0.550
Long (2040mm)	0.007	0.155	0.008	0.254



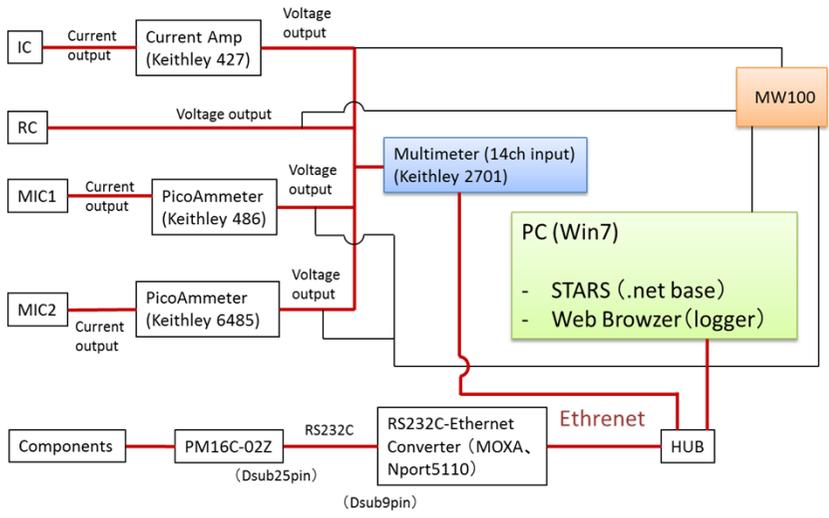
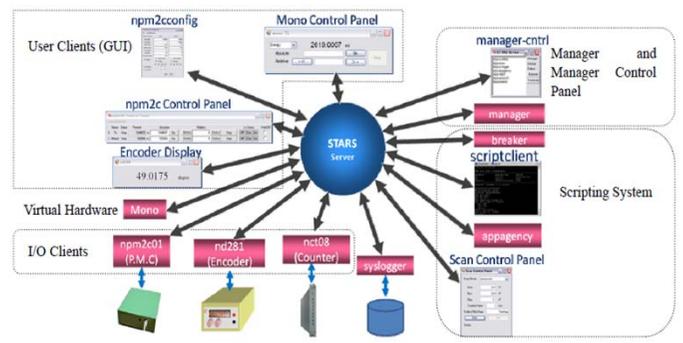
SAXS-BL共通制御GUIの導入

PFで開発された共通フレームワークSTARSを導入し、ソフトウェア開発環境の標準化、迅速化を図る

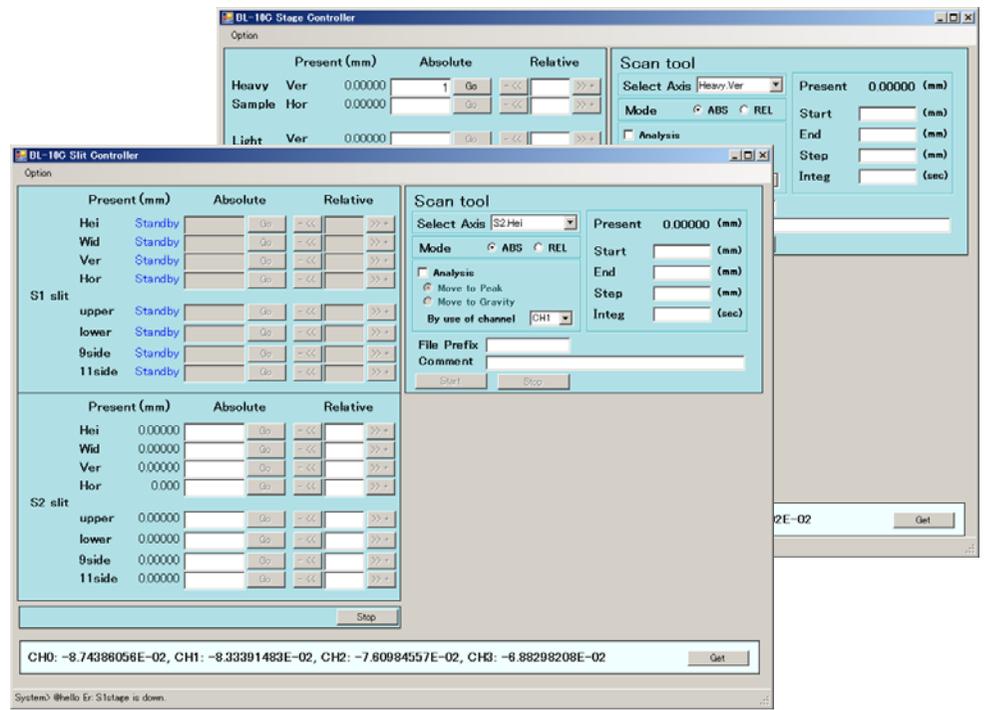


BL-6A, 10Cおよび新15Aで共通なシステム環境を整備し、ユーザーフレンドリーな実験環境を構築する

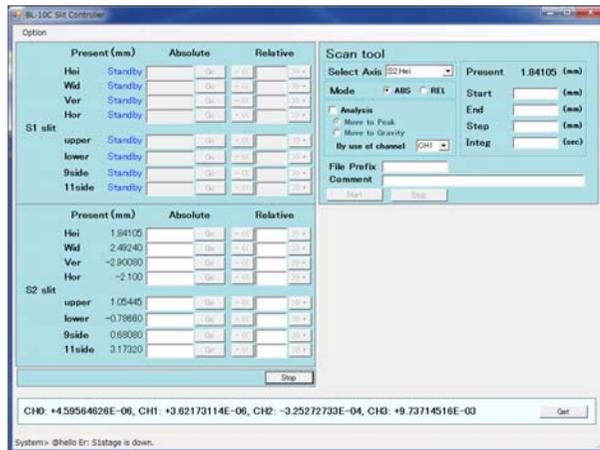
STARS



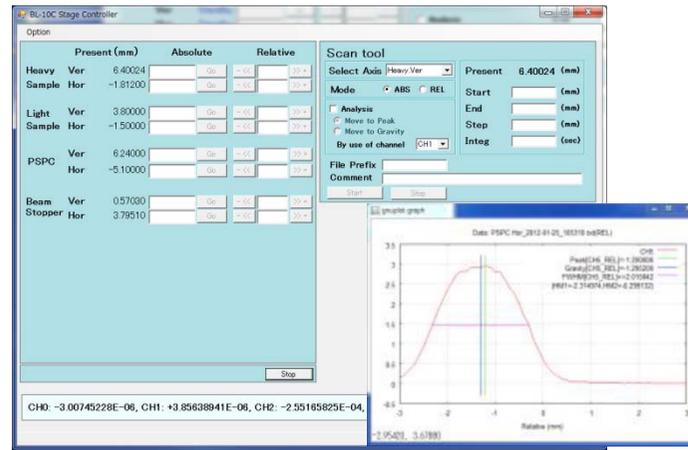
※デジタルロガーシステム (MW100) も同時に導入し、各電流計からの出力値をデジタルデータとして記録している



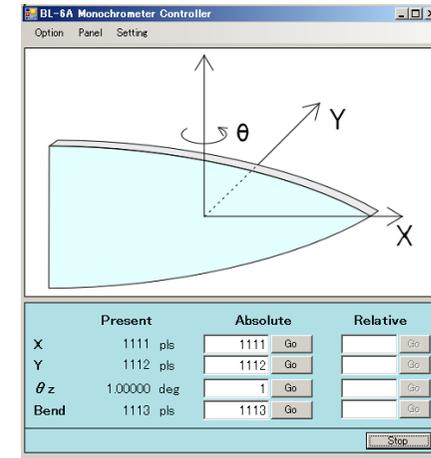
新制御GUI&Tool



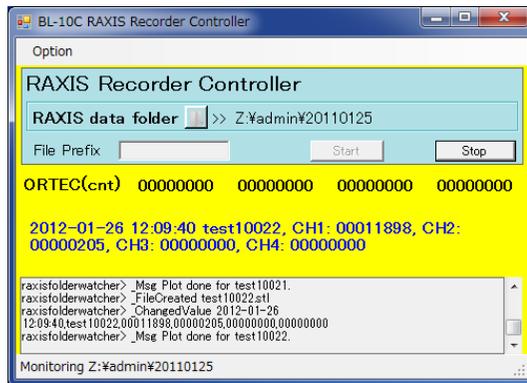
Slit Controller



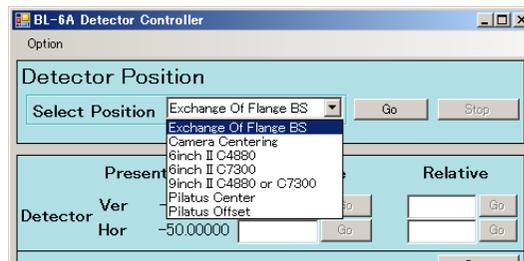
Stage Controller



6A分光器コントローラ



Ortec974カウンター

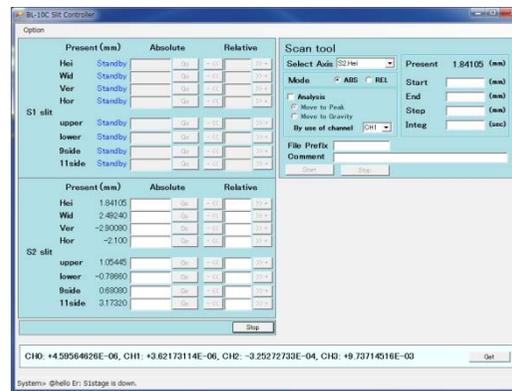
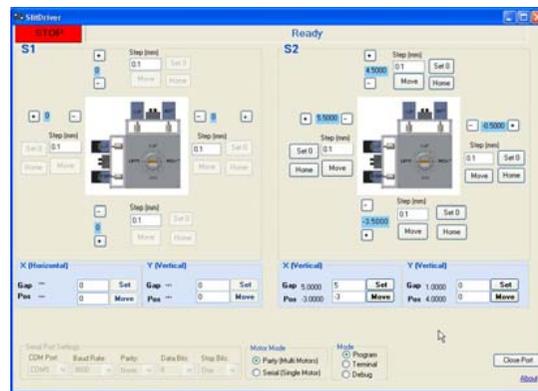
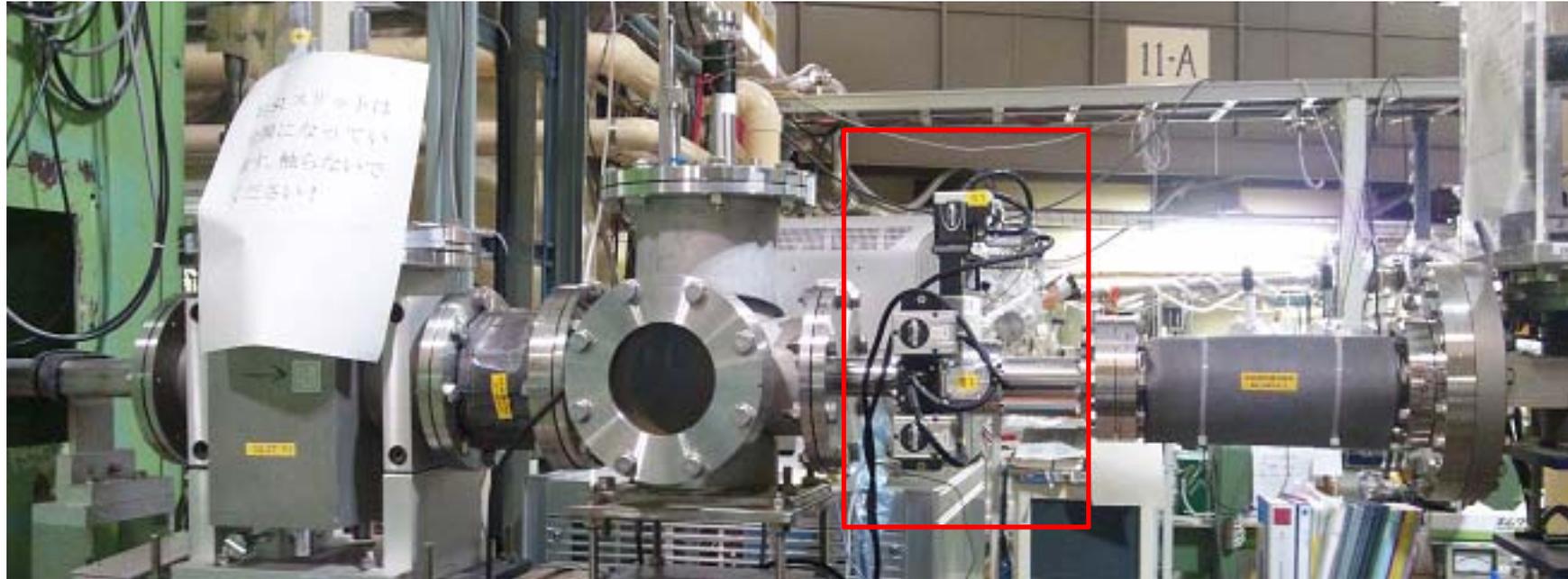


6A検出器架台コントローラ

強度モニターの充実を図り(特に6A)、さらに調整作業の効率化を進める

- BL-6Aはフラットパネルの調整ステージ以外全てのステージで導入済み
- BL-10Cは実験ハッチ機器は完了し、ミラー、分光器を準備中。
- 電流計と組み合わせた軸のスキャン機能を利用することで、調整が容易に

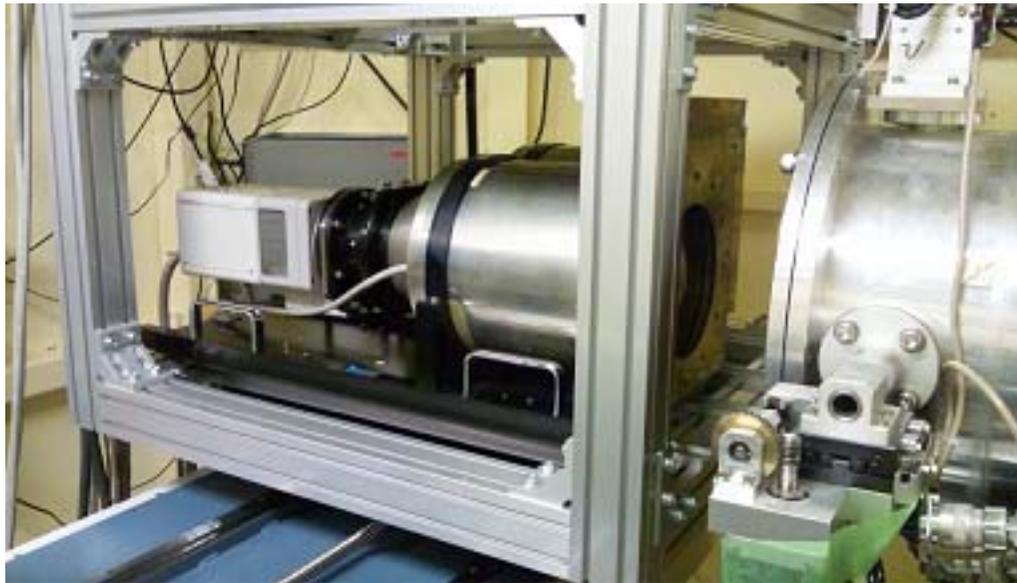
ビーム成形スリット(S1)の更新@BL-10C



ビーム強度中心を精密に捕らえるとともに、ビームサイズを再現良く定めることが可能。

専用ソフトウェアからではなく、STARSを介した制御系を構築

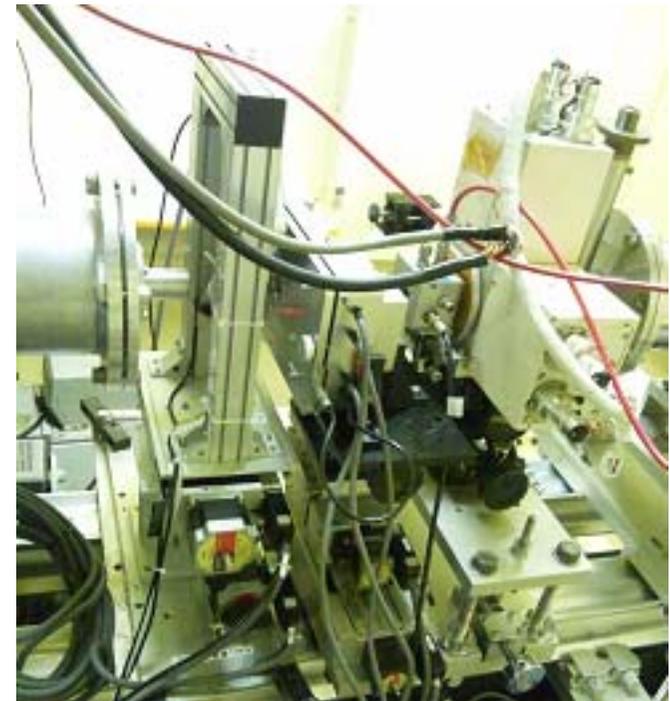
SAXS/WAXS同時測定@BL-6A



SAXS: CCD (C4880、C7300、PILATUS 100K)

- 電気刺激装置orパルジェネからの同期測定可能
- 現在のFlatpanelの標準配置
カメラ長: 60mm
検出範囲: $Q: 1.02 \sim 3.36 \text{ \AA}^{-1}$
 $2\theta: 14 \sim 24 \text{ degree}$

+



WAXS: Flatpanel
検出面積: $52.8 \times 52.8 \text{ mm}^2$
画素サイズ: $50 \mu\text{m}$ 、 1032×1032



3月停止期間中に、空気パス減少に向けて設置方式を改変し、設置方法も簡略化する。4月以降、位置制御のリモート化など順次対応する。

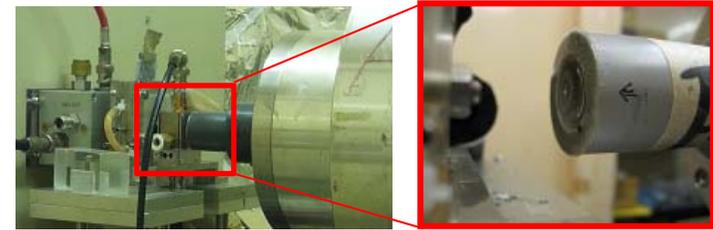
BL周辺機器の更新

- **BL-6A**
 - ビームラインの椅子更新
 - ファイルサーバーの設置
 - 実験ハッチにエアコン設置(来週工事予定)
- **BL-10C**
 - インキュベータ2台(3~45°C)
 - 冷却機能付き微量遠心機(1.5, 0.5mlチューブ用ローター付き、-20~40°C)
 - ピペットマン更新、ペリスタポンプ交換
 - 微量分光光度計AstraGene設置($\geq \mu\text{L}$)
 - 分注機(溶液サンプルチェンバーのプロトタイプ)導入(3月中設置)
 - 実験ハッチにエアコン設置(来週工事予定)
- **生理試料準備室**
 - 冷却機能付き微量遠心機更新(3月末)
 - 微量分光光度計AstraGene設置

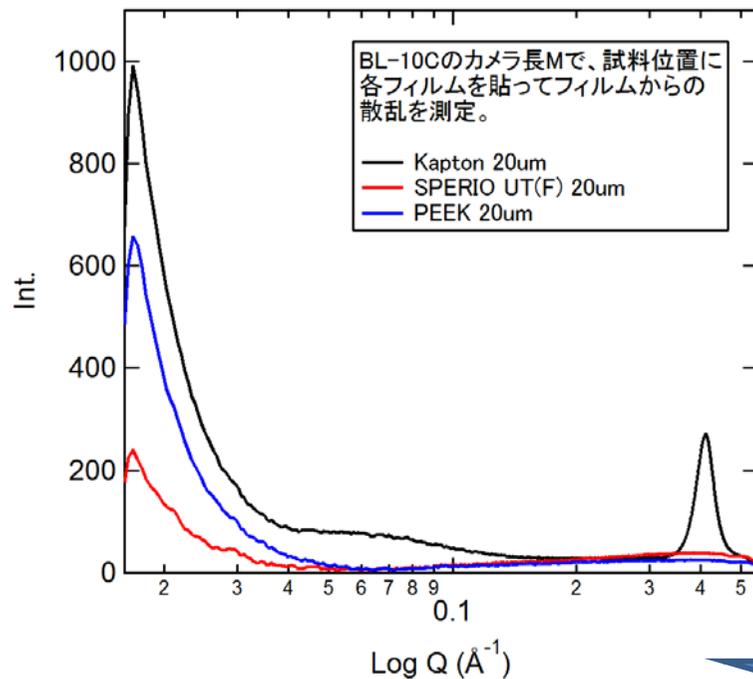


小角分解能/低バックグラウンド化に向けたテスト

真空槽の窓材の検討: ノーズ@BL-10C



Kapton → PEEK (2011年12月～) → スペリオUT(Fタイプ) (2012年3月1日～)
12.5um 20um 20um



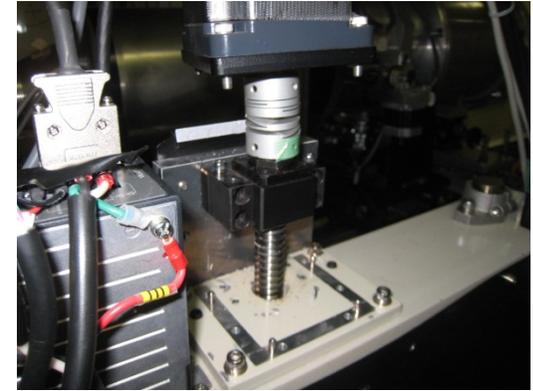
スペリオはKaptonと比較して熱耐性と引張り耐性が劣るが、小角散乱レベルは5分の1までさがる。

耐久テストを行いつつ、利用状況を確認中
BL-6Aでも新設したノーズは順次交換中

BL-10Cでは小角分解能向上に向けて、ビームストッパーサイズの検討、試料直前のガードピンホールサイズの検討など行っている。

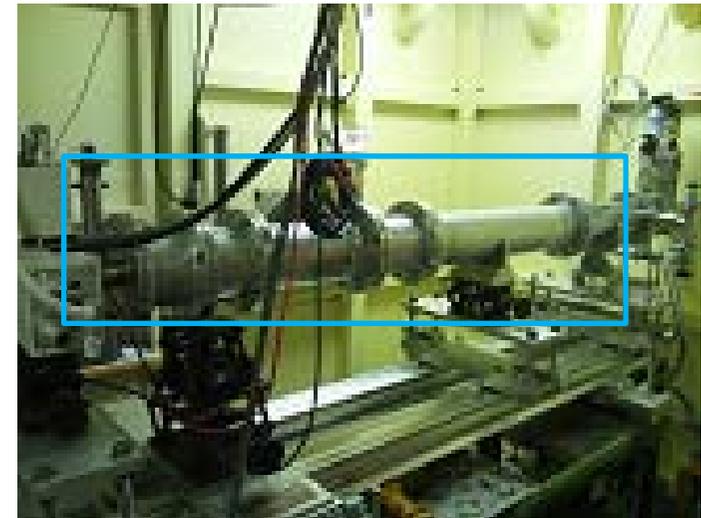
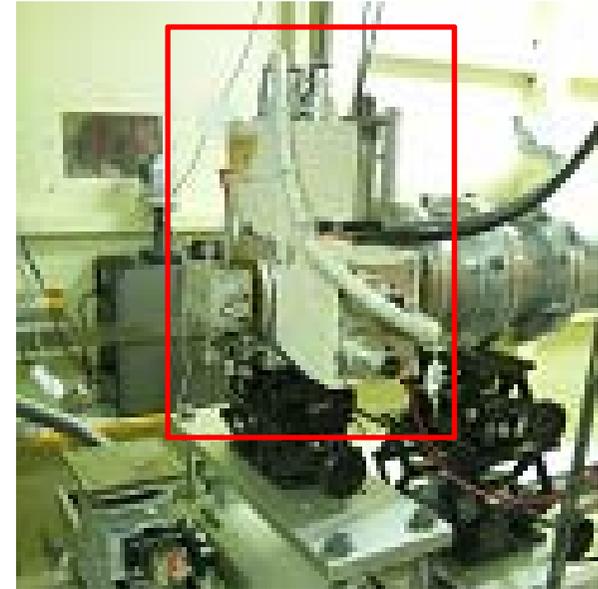
不具合報告

- **PSPCの制御系故障(6A、2011年6月～)**
 - － 計測用PC(SUN)のHDがクラッシュし復旧不可
 - － PSPCの代替機としてPF所有のPILATUS 100Kを利用中
- **S2スリットモーターケーブル断線(6A、2011年11月)**
 - － 当該個所をハンダ付けで再接続で対応
- **BBSの動作不調によるdisturb発生(6A、2011年11月)**
 - － 圧空供給量等を調整して対応
- **検出器架台Z軸破損(6A、2012年1月)**
 - － 現状仮補強中だが、3月中に本対策実施予定
- **R-AXIS 7の真空ポンプ故障(10C、2012年1月)**
 - － 耐用時間超過のため、ポンプ更新(静音化も実施)
- **9インチXR-IIの電源コネクタ結節部の放電による絶縁不良(6A、2012年2月)**
 - － ケーブルを基板に直接接続し、接点を無くす対応を実施予定(3月23日作業予定)
- **S2スリットステージ動作不具合(10C、2012年2月)**
 - － S2スリットの動作ロジックを変更して対応



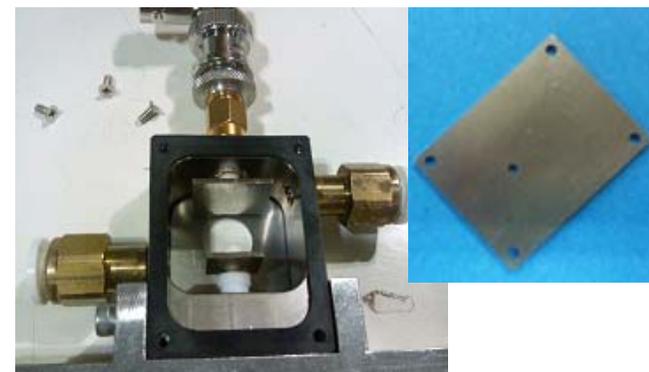
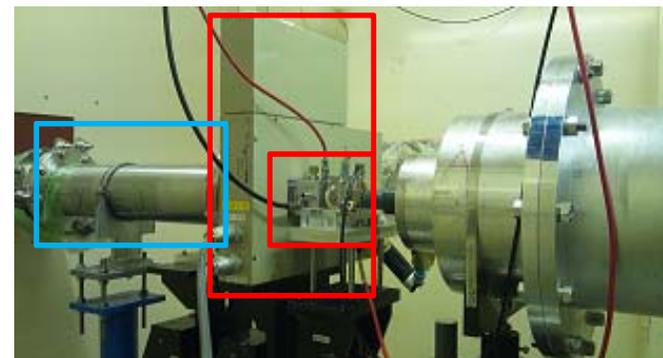
来年度計画@BL-6A

- BL-6A
 - PILATUS 300K新設(2013年1月より利用開始予定)
 - GUIの測定ソフトウェアを10月以降導入予定
 - 試料前スリット(S2)更新し、ICをMICに変更(5月以降)
 - 実験ハッチ内でS2スリットから上流の真空パイプの接続方法を40mm径パイプによるクイックカップル接続に変更し、真空対応シャッターと光軸確認用レーザー導入装置を設置する(予算申請中)
 - 試料Zステージを交換予定
⇒トッププレートのおねじ位置を変えないように対応します



来年度計画@BL-10C

- BL-10C
 - S2スリット更新(6月以降)
 - 実験ハッチ内S2スリット上流の真空パイプの接続方法を40mm径パイプによるクイックカップル接続に変更し、真空対応シャッターと光軸確認用レーザー導入装置を設置する(予算申請中)
 - 試料直前の電流値を計測するICをMICに変更し、試料直前に散乱ガード用ピンホールを導入する。(S2スリット更新以降)
 - タンパク質溶液試料分注機設置(今月中設置予定)
 - キャピラリーセルホルダー開発(2012年秋以降利用開始予定)
 - PILATUS 300K新設(2013年度末導入を計画中)



PILATUS 300K & 新S2スリット



Pixel size	172 x 172 μm^2
Format	487 x 619 = 301,453 pixels
Area	83.8 x 106.5 mm^2
Dynamic range	20 bits (1:1,048,576)



Xenocs社製
Scatterless Slit

すでにBL-10Cのビーム成形用スリットとして利用中で、制御GUIは製作済みであり、6Aおよび10Cの散乱ガードスリット(試料前スリット)として導入する。

来年度のBLの運用形態

- **BL-6A**

- 清水、五十嵐、森を中心にしてサポートを行うが、セットアップなど、各グループでこれまで通り行って頂いて構わない。
- セットアップや測定条件検討など、事前検討や現場での検討、また作業が必要であれば、ご連絡下さい。(セットアップが不慣れな場合など、必要に応じてこちらで対応いたします)

- **BL-10C**

- 大田さん(三菱SC)、清水を中心に対応します。
- これまで通り、可能な場合はご自身で調整頂いて問題ありません。逆に、不慣れであれば、こちらで調整いたします。

- **チームタイム配分・日程連絡**

- 構造生物学センター秘書の銭谷よりご案内します。日々の実験に関する質問、手続き、荷物の輸送に関してなど、銭谷までお問い合わせ下さい(BLの利用に関しては、直接私宛にお問い合わせ頂いても結構です)。

※休日に関して

1. 基本的に担当者不在となります(スケジュール配分時に、基本的に休日にはエキスパートグループを配分するようにしております)。
2. 休日の対応が必要な場合は、事前にご連絡下さい。

PF SAXS-BLのHP、ML



<http://pfweis.kek.jp/~saxs/index.html>

現在、

- ビームラインの最新情報
 - ビームタイム
- といった情報を掲載しています。

今後、

- 各BLのスペック、装置情報
 - マニュアル
- など、情報を追加して参ります。

BL-10Cのユーザ向けのメーリングリスト(小角散乱ML)は3月まで廃止いたします。



4月以降、PFの小角散乱実験だけではなく、国内施設の小角散乱実験(X線、中性子ともに)の情報共有・交換、告知などにも使用できるメーリングリストを立ち上げ予定。