

# PF小角散乱ビームライン BL-6A, BL-10C, BL-15A2の現状

清水伸隆

(KEK 物構研 放射光科学二系)

# 小角散乱分野に関する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)
- 上條 亜衣(先基安G)
- 大田 浩正(三菱電機システムサービス)
- 高木 秀彰(先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業) **NEW!**
- 西條 慎也(創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業)

## • PF制御グループ

- 永谷 康子(先基安G)
- 小菅 隆(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-6A, BL-10Cの高度化
  - BL-15A2現状
- 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
- 小角BLのビームタイム配分状況

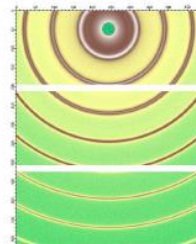
# BL-6Aの高度化

- 利用の高効率化
- 計測角度範囲の拡大

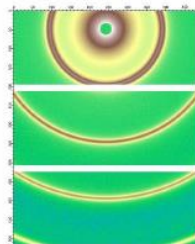


## SAXS測定

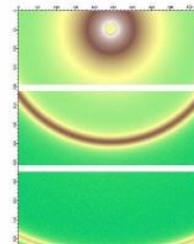
※ PILATUS3 300kを使用してベヘン酸銀(周期5.83 nm)を測定  
カメラ長 0.3m



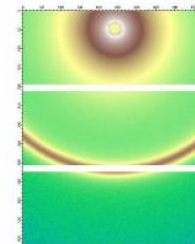
0.7 nm < d < 22 nm



1.5 nm < d < 50 nm



2.8 nm < d < 90 nm

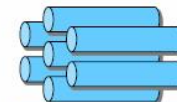
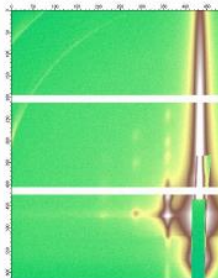


3.5 nm < d < 100 nm

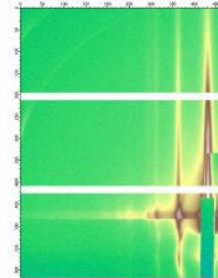
測定できる空間スケール

## GISAXS測定

試料: ポリスチレン-ポリメタクリル酸メチルからなるブロック共重合体



シリンダー状構造が基板に対して平行に配列していることが分かる。



シリンダー状構造が基板に対して垂直に配列していることが分かる。

(試料は、名工大・山本先生よりご提供)

## □ 実験定盤の更新

- 半自動カメラ長変更システム
- SWAXSチャンバーの更新
- カメラ長範囲の拡大(0.25~2.5m)
- 小角検出器の高度化:PILATUS 300K⇒PILATUS3 1M(2014年5月~)

## □ DSSの導入

- 2014年5月よりBL-6AはDSSでハッチの開閉を行う。

# BL-10Cの高度化

- BL光学系・実験系の刷新
- マルチパーパス化
- 安全対策(電気関係、ラダー設置、チェーンブロック設置)

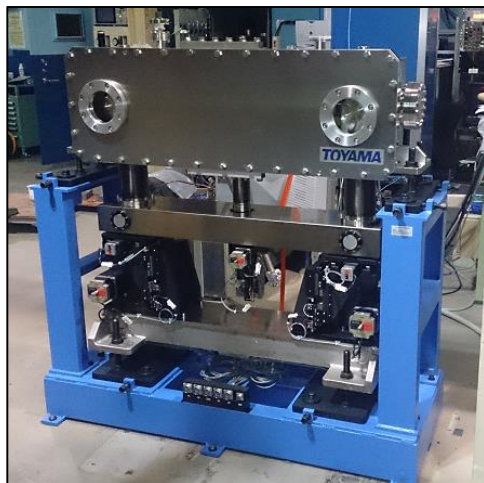


2014年5月末より  
利用再開

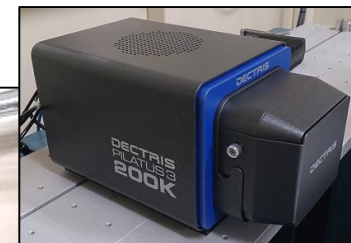
分光器



ミラー



実験定盤



分電盤、電気配線、ラダー、チェーンブロック

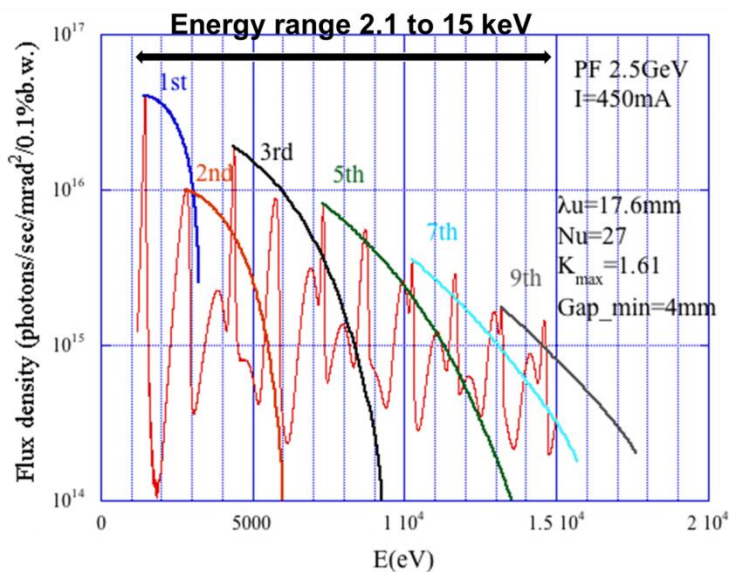


## □ 高度化内容

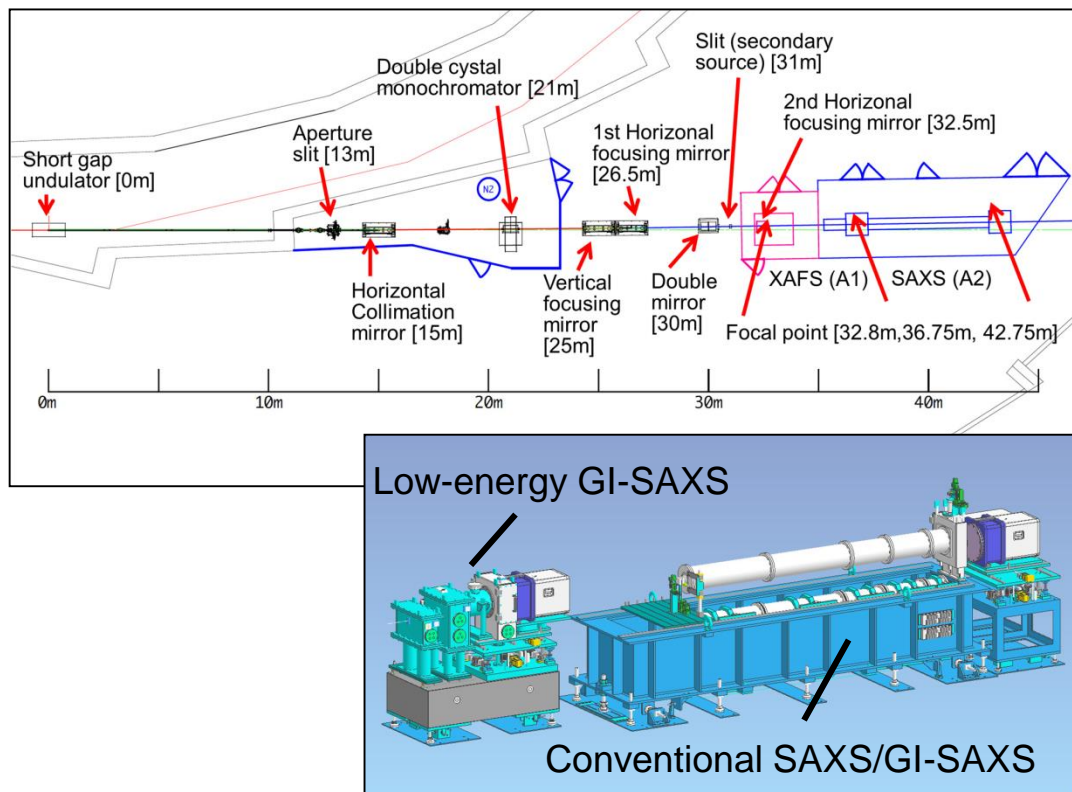
- 測定エネルギー可変に(6~14keV(0.9~1.9 Å))
- ミラー本体(シリコン、Rhコート)と調整機構を更新し、集光比を挙げて高輝度化
- カメラ長範囲の拡大(0.25~3.0m)
- 検出器の更新⇒SWAXS可(小角P3-2M, 高角P3-200K)

# BL-15A2の現状

## 計算上でのFlux density



## 光路図



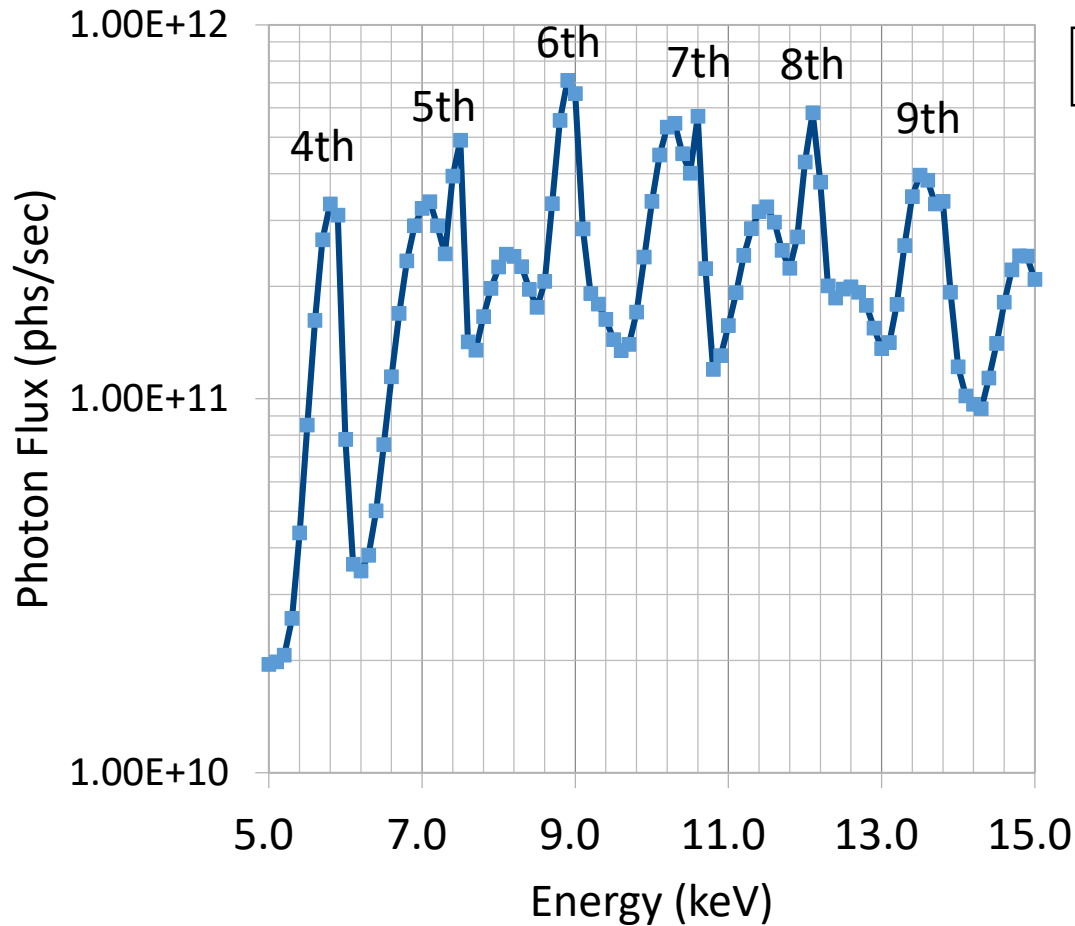
- 分光器、ミラーなど光学機器にトラブルがあり、調整スケジュールが大きく遅れている。



2月19-20日に15A2ハッチに光が入ったものの、実質まだ何も調整できていない。

# 15Aの光子数

- BL-15A1 (XAFS) ハッチにて計測した光子数(スリット全開)



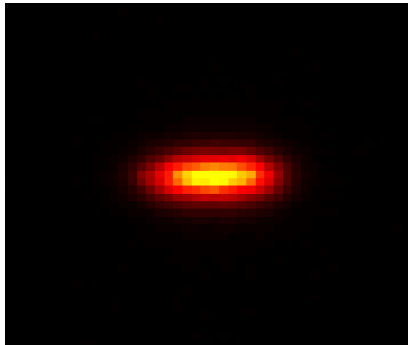
各ピークのエネルギーは計算値とほぼ一致

# 15A2でのビーム調整1

## テスト条件

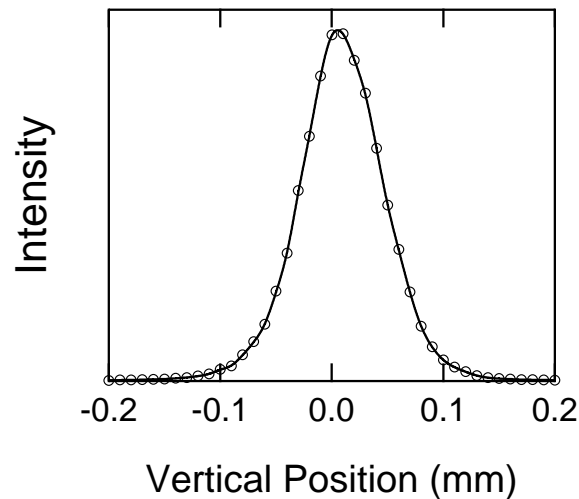
- 2ndミラーが調整できないため、水平方向は集光していない。
  - 1stミラーは仮想光源点に集光している。
  - 2ndミラーの集光点は、未調整状態で低エネルギーGI回折計位置になっているため、長尺定盤の検出器位置ではオーバーフォーカス状態。
- 垂直集光は、垂直集光ミラーにより長尺定盤の検出器面を集光点として調整を行った。
- 1stミラーからの反射角が4mradではないため、実験定盤や検出器が水平面内でビームに対して斜めに傾いている状態になっている。
- 仮想光源点スリット開口量：垂直10mm × 水平0.1mm。サイズ成形スリットは全開。

## 集光点でのビーム形状

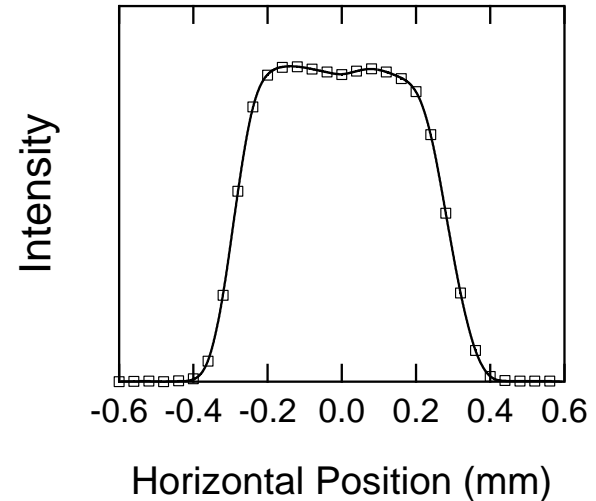


Flatpanel (C10013SK) にて計測 (Al 1mm入り)

## 垂直・水平方向のビームプロファイル@集光点



FWHM=82.5 $\mu$ m



FWHM=578 $\mu$ m



# 15A2でのビーム調整2

GAP=4mm

En.=10.422 keV (1.1896Å, 7th harmonics)

仮想光源点スリット開口量 : H0.1 × V10mm

ビームサイズ成形スリットの開口量 : 0.3 × 0.3mm

(試料位置でのビームサイズ: H0.31 × V0.13mm@カメラ長3.5m)

散乱ガードスリット、Φ1.2-1.4mmピンホール入り



水平集光は行っていない！

試料位置での光子数

:  $3.6 \times 10^{10}$  phs/sec

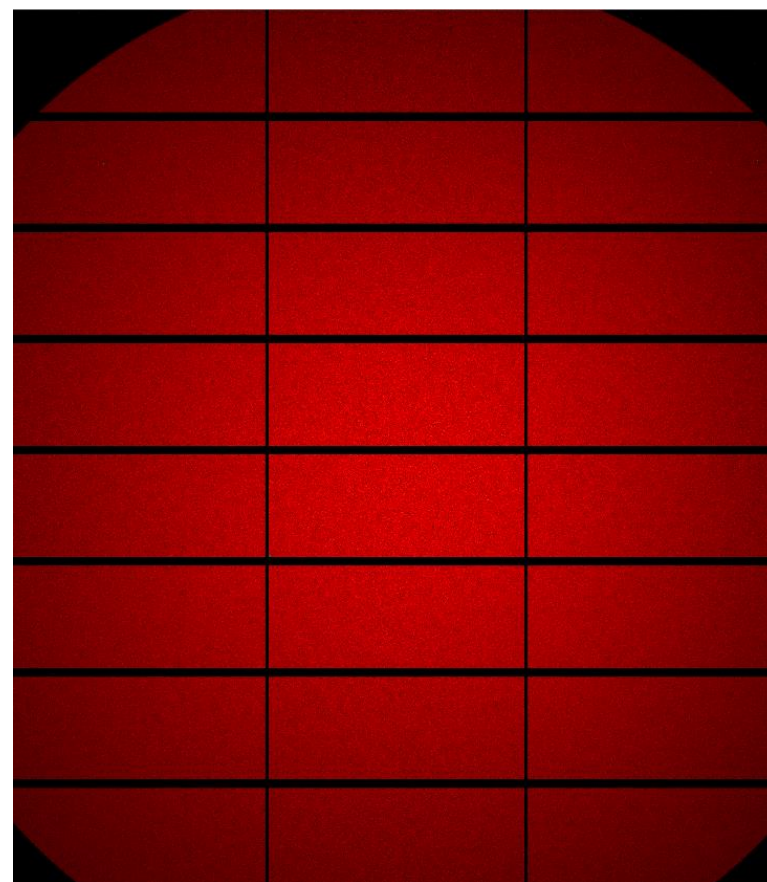
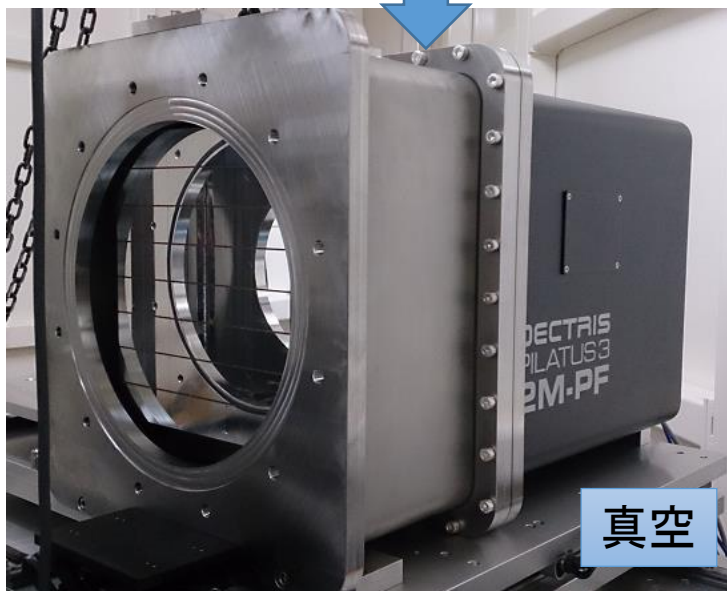
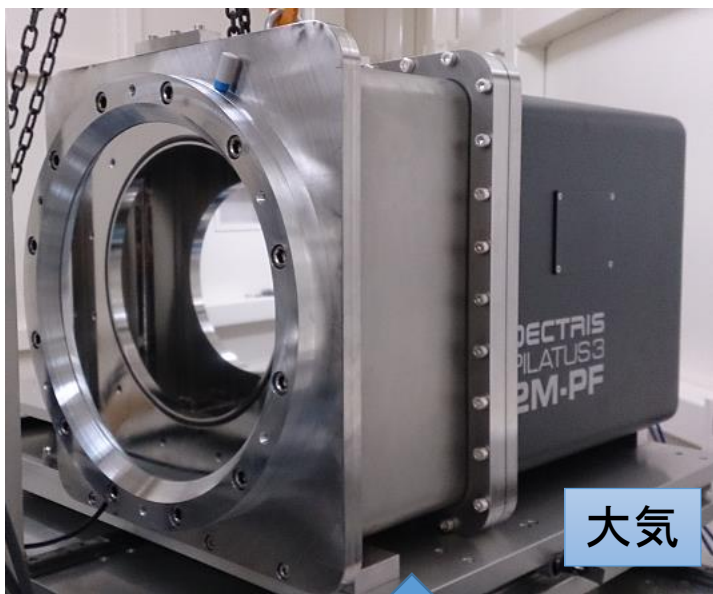
BL-6Aで、0.6 × 0.6mmの時、  
3.6 × 10<sup>10</sup> phs/sec

ビームの確認は、現段階ではここまで。このビームを使ってテスト測定を実施。

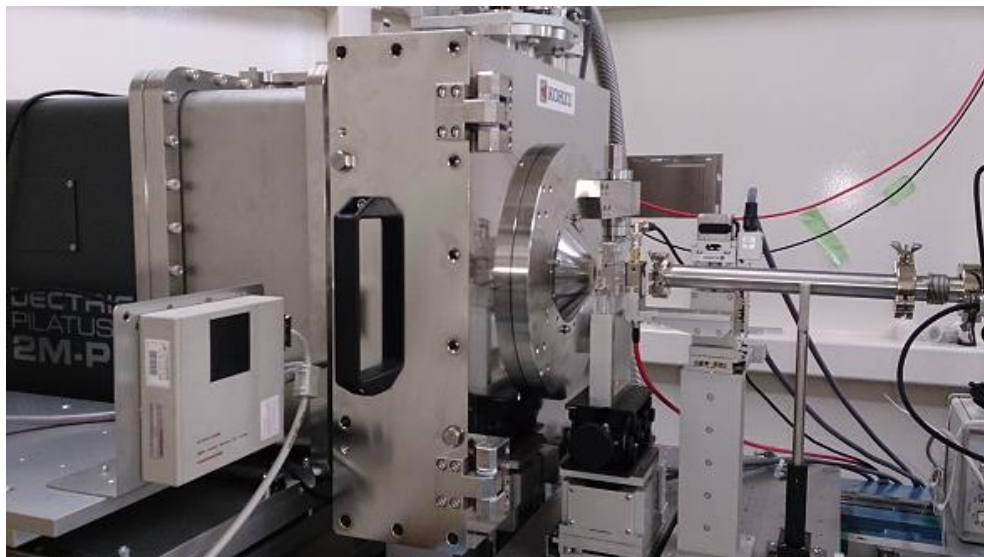
# 真空・非真空対応PILATUS3 2M

大気中で使用する場合は、アルミ蒸着マイラ窓を装着する

RI(Fe-55)にて10分露光



# BL-15A2でのテスト測定1@カメラ長25cm



ノーズと試料との距離が少し空いているため、  
実際のカメラ長は30cm程度になっている。

BSサイズ:  $\Phi 4\text{mm}$

測定波長:  $1.1896 \text{ \AA}$

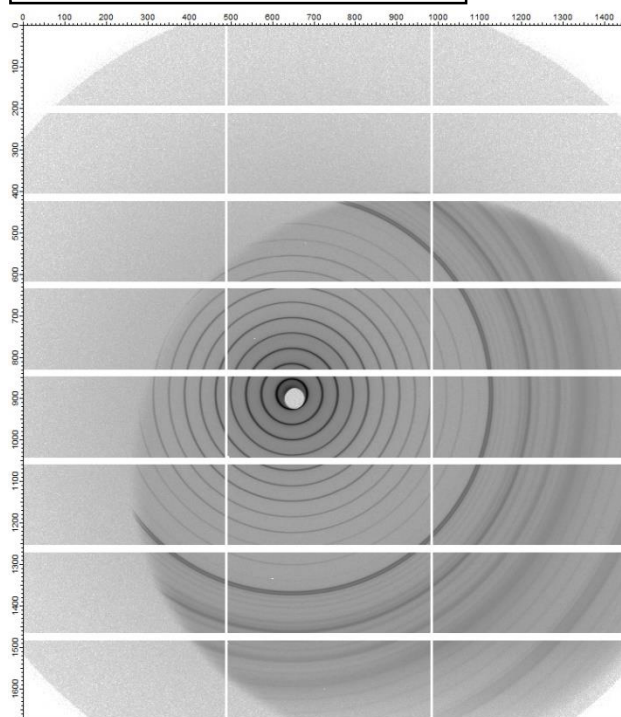
カメラ長:  $308\text{mm}$

計測範囲:  $0.47 < 2\theta \text{ (deg.)} < 27.5$

$2.50 < d \text{ (\AA)} < 146$

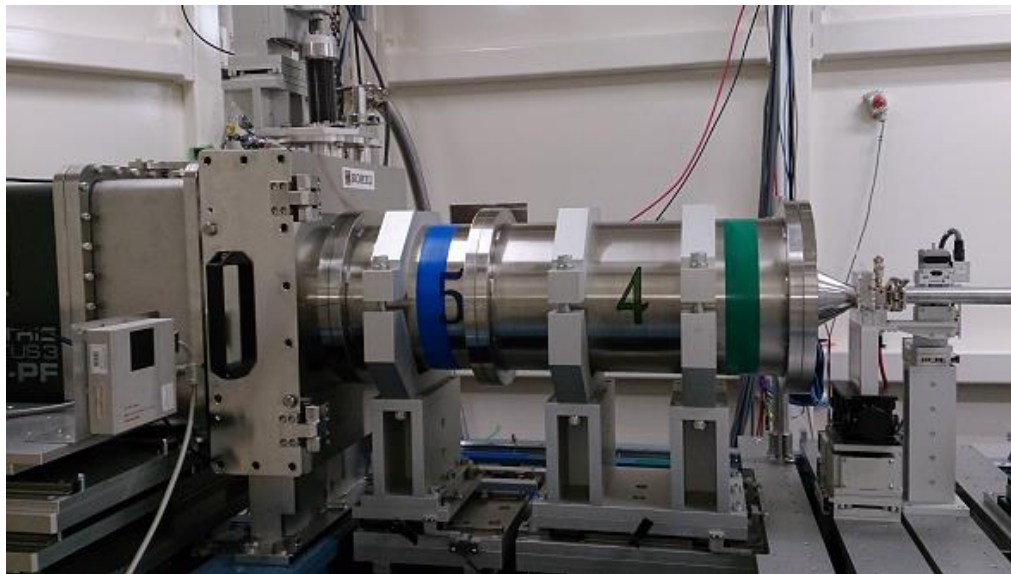
$0.043 < q \text{ (\AA}^{-1}\text{)} < 2.51$

ベヘン酸銀 ( $58.38\text{\AA}$ )

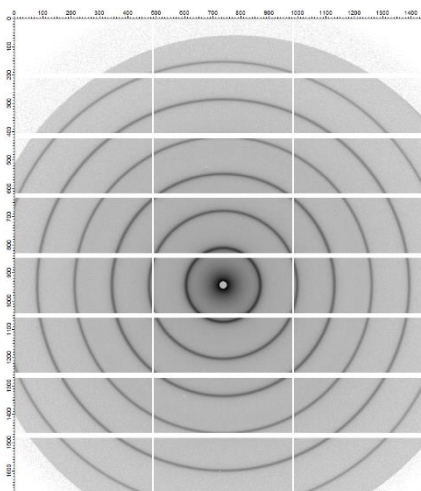


15A2ハッチに実際の光軸と異なる位置・角度でビームが来ているため、ノーズの中心にビームが入っていない。従って、ノーズの影が写っている(これは、6月に修正される)。

# BL-15A2でのテスト測定2@カメラ長1m



ベヘン酸銀 (58.38Å)



イメージが傾いているように見えるのは、検出器とビームが直交していないため(6月に修正される)。

ノーズと試料を密着させているため、ノーズで蹴られることなく測定はできた。

BSサイズ:  $\Phi 4\text{mm}$

測定波長:  $1.1896 \text{ \AA}$

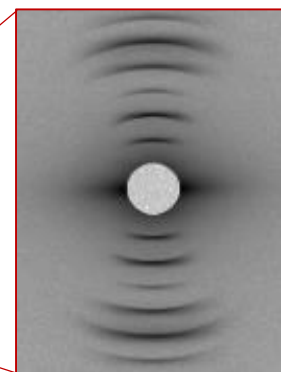
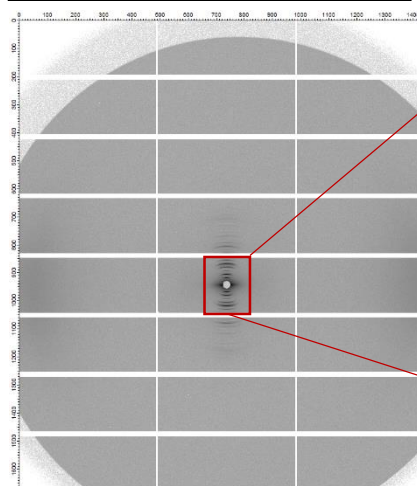
カメラ長:  $1103\text{mm}$

計測範囲:  $0.13 < 2\theta \text{ (deg.)} < 7.49$

$9.1 < d \text{ (\AA)} < 532$

$0.012 < q \text{ (\AA}^{-1}\text{)} < 0.69$

コラーゲン (653Å)

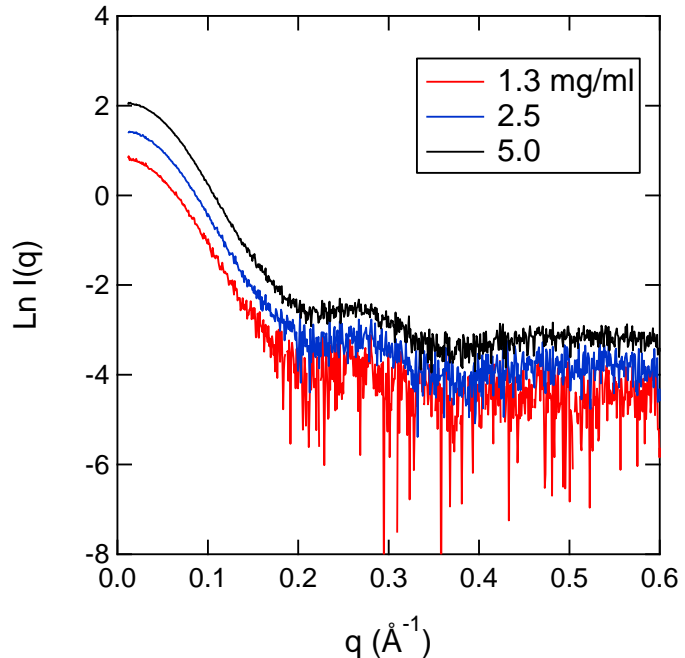


2次から観測

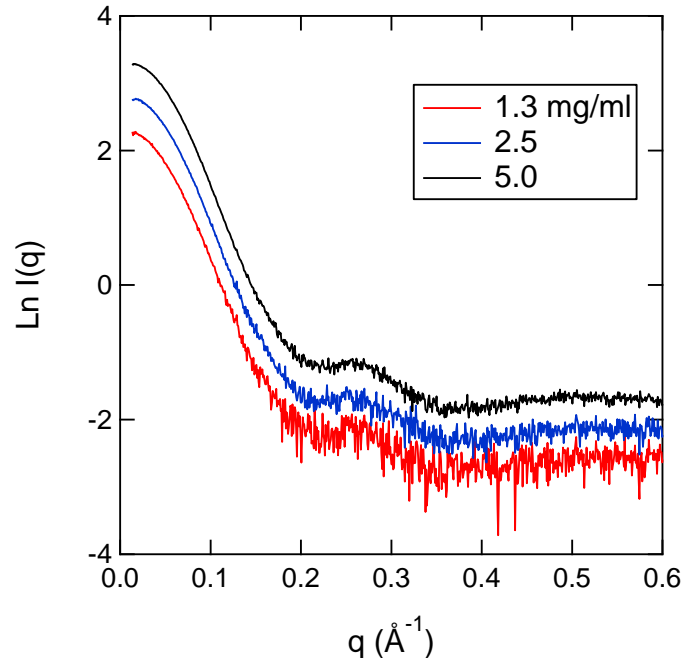
# BL-15A2でのテスト測定3@カメラ長1m

タンパク質溶液の標準試料:  
ニワトリ卵白アルブミン(分子量44.3kDa)

露光: 1秒 × 30枚  
→30枚を平均化処理。

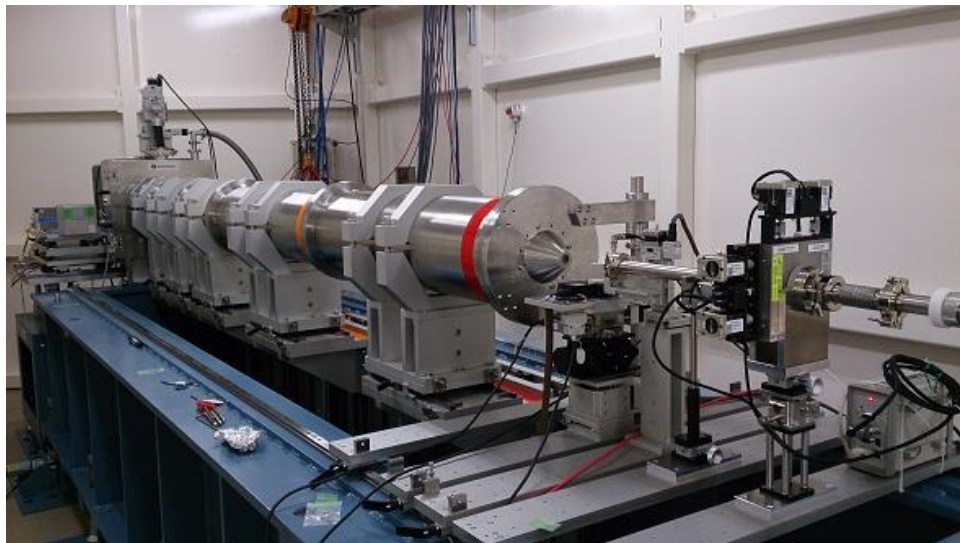


露光: 5秒 × 30枚  
→30枚を平均化処理。



- 問題なく測定できている。
- 測定波長が異なり、水平方向は集光していない状態なのでそもそもビーム強度が本来の性能では無い。従って、このデータでBL-6A, 10C等と直接比較は難しい。

# BL-15A2でのテスト測定4@カメラ長3.5m



写真では汎用GIステージを設置(右図のベヘン酸銀やコラーゲンは透過で測定した)。

BSサイズ:  $\Phi 3\text{mm}$

測定波長:  $1.1896 \text{ \AA}$

カメラ長:  $3657\text{mm}$

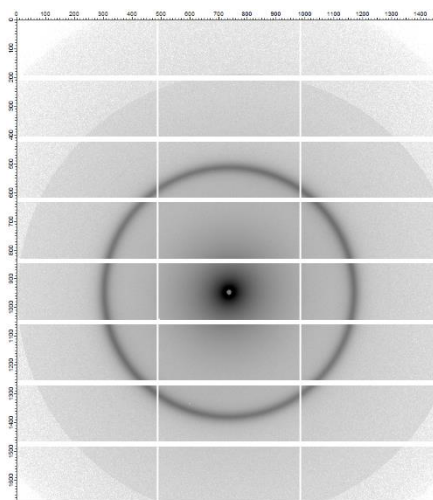
計測範囲:  $0.028 < 2\theta \text{ (deg.)} < 1.95$

$34.9 < d \text{ (\AA)} < 2410$

$0.0026 < q \text{ (\AA}^{-1}\text{)} < 0.18$

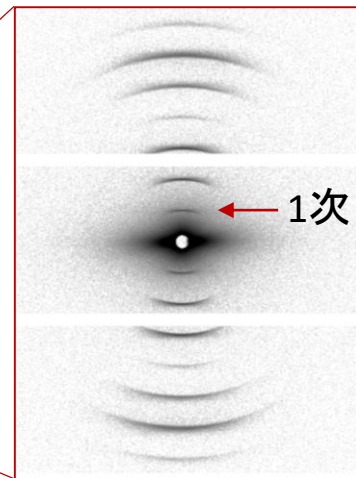
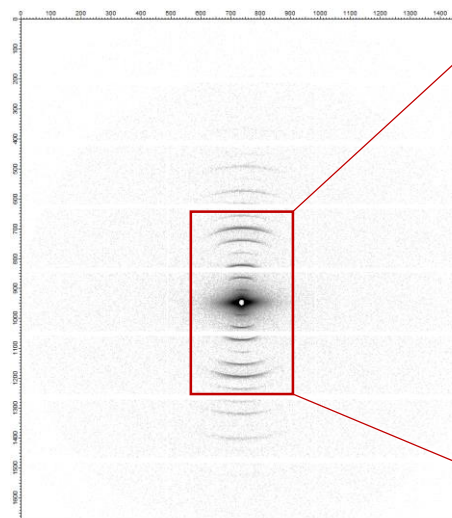
※波長 $1.5\text{\AA}$ での小角分解能は $3039\text{\AA}$

ベヘン酸銀 ( $58.38\text{\AA}$ )



イメージが傾いているように見えるのは、検出器とビームが直交していないため(6月に修正される)。

コラーゲン ( $653\text{\AA}$ )

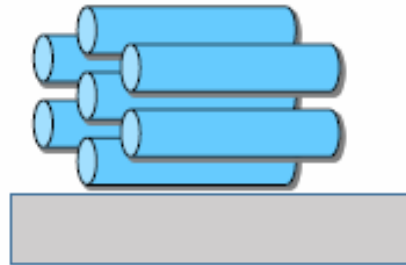


# BL-15A2でのテスト測定5@カメラ長3.5m

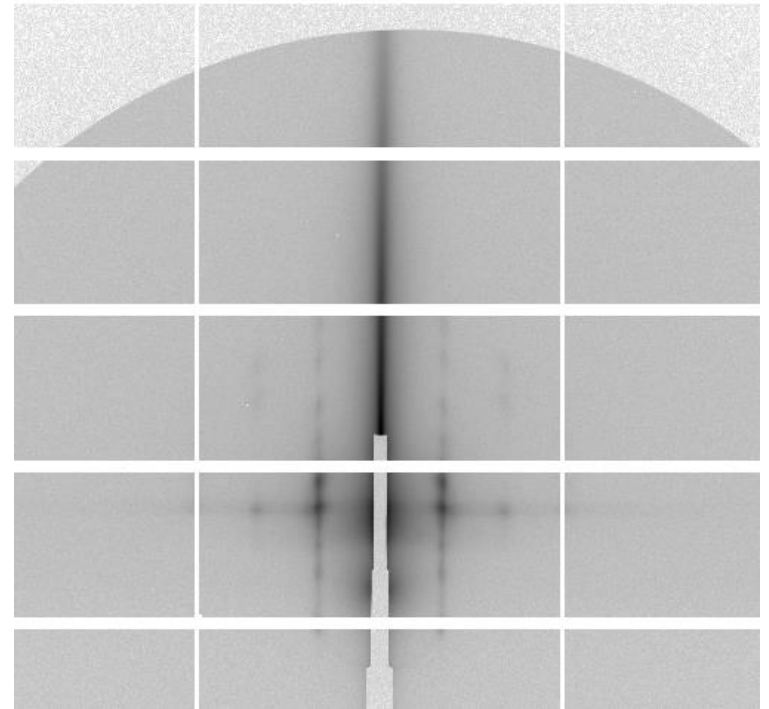
## GISAXS測定

試料: ポリスチレン-ポリメタクリル酸メチルからなる  
ブロック共重合体(名工大・山本先生よりご提供)

シリンダー構造が基板に対して  
平行に配列している



BS幅: 3mm



基本的にビームが細くなりBSサイズも小さくなるため、小角分解能が向上している

# BL-15A2検出範囲皮算用 ( $\lambda=1.19 \text{ \AA}$ のみ実測値に基づき、後は計算値)

ID Harmonics	5th					
波長 ( $\text{\AA}$ )	1.653					
BSサイズ(mm)	3					
Camera Length(mm)	$2\theta$ min(度)	$2\theta$ max(度)	Dmin ( $\text{\AA}$ )	Dmax ( $\text{\AA}$ )	Qmin ( $\text{\AA}^{-1}$ )	Qmax ( $\text{\AA}^{-1}$ )
308	0.377	27.5	3.5	251	0.0250	1.806
1108	0.104	7.49	12.7	911	0.0069	0.497
3657	0.028	1.95	48.5	3358	0.0019	0.130
ID Harmonics	7th					
波長 ( $\text{\AA}$ )	1.190					
BSサイズ(mm)	3					
Camera Length(mm)	$2\theta$ min(度)	$2\theta$ max(度)	Dmin ( $\text{\AA}$ )	Dmax ( $\text{\AA}$ )	Qmin ( $\text{\AA}^{-1}$ )	Qmax ( $\text{\AA}^{-1}$ )
308	0.377	27.5	2.5	181	0.0348	2.510
1108	0.104	7.49	9.1	655	0.0096	0.690
3657	0.028	1.95	34.9	2410	0.0026	0.180
ID Harmonics	8th					
波長 ( $\text{\AA}$ )	1.025					
BSサイズ(mm)	3					
Camera Length(mm)	$2\theta$ min(度)	$2\theta$ max(度)	Dmin ( $\text{\AA}$ )	Dmax ( $\text{\AA}$ )	Qmin ( $\text{\AA}^{-1}$ )	Qmax ( $\text{\AA}^{-1}$ )
308	0.377	27.5	2.2	156	0.0403	2.914
1108	0.104	7.49	7.8	565	0.0111	0.801
3657	0.028	1.95	30.1	2081	0.0030	0.209
ID Harmonics	9th					
波長 ( $\text{\AA}$ )	0.918					
BSサイズ(mm)	3					
Camera Length(mm)	$2\theta$ min(度)	$2\theta$ max(度)	Dmin ( $\text{\AA}$ )	Dmax ( $\text{\AA}$ )	Qmin ( $\text{\AA}^{-1}$ )	Qmax ( $\text{\AA}^{-1}$ )
308	0.377	27.5	1.9	140	0.0450	3.251
1108	0.104	7.49	7.0	506	0.0124	0.894
3657	0.028	1.95	26.9	1866	0.0034	0.233



# 2013年4月以降に予定している改良など

## ●ソフトウェア

- PILATUS測定GUIに機能追加予定
  - シャッターをバーストモードで制御し、PILATUSでのMulti Triggerオプションに対応する。
  - 積分強度計測用カウンターを更新し、PILATUSと同期してカウント値を獲得できるようにする。
  - サイクルインターバルを2パターン入力できるようにする(測定前半は短く、測定後半は長くななど入力できるようにする)。
- 波長変更に対応
  - 波長変更プログラムを導入し、BL-15A2, 10Cに対応する。
- PILATUSイメージのキャリブレーション&1次元化プログラム導入
  - ▶ 来年度、ソフトウェア製作のために人を雇用する予定。

## ●ハードウェア

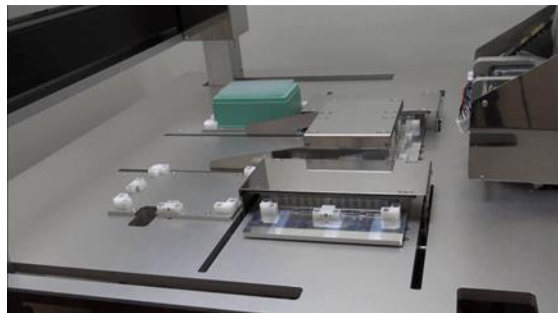
- **BL-15A2に導入する低エネルギーGISAXS用回折計の導入整備。**
  - 10月から利用開始を目指す。
- 汎用GI-SAXS用ステージを整備する
  - 現在所有している汎用ステージとは別途整備予定。
- **Size-Exclusion Chromatography & MALS SAXS (SEC-MALS-SAXS) システムの導入**
  - HPLCと多角度静的光散乱(MALS)をX線測定と直結し、試料精製と分子量分布計測を行いながら溶液散乱測定を可能とするシステムを整備する。

# High throughput Bio-SAXS experiment

「高輝度ビーム」  
 「高速検出器」  
 「サンプルチェンジャー」

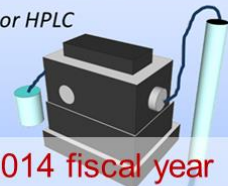


ハイスループット測定システムの構築



On-line Sample Purification

FPLC or HPLC



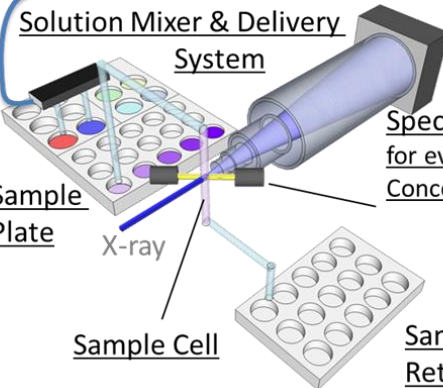
\*2014 fiscal year



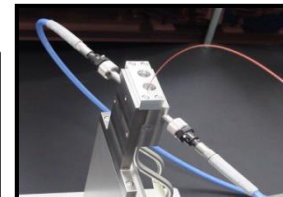
High-Speed & Large Area Detector

- 30 サンプル/時間 (First aim)
- 最少試料量: ~30 $\mu$ l
- 192 サンプル (96  $\times$  2 plate)
- 24種類の溶液を攪拌可能
- SEC-MALS-SAXS系は2014年度に構築予定

Solution mixer & Sample loading robot

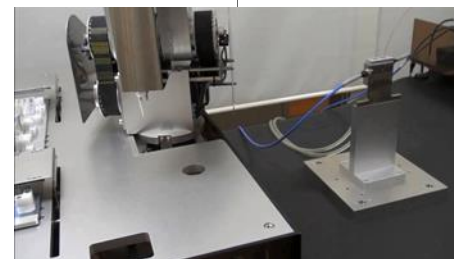
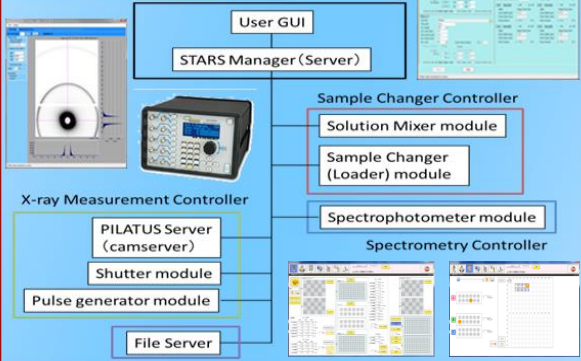


Spectrophotometer for evaluating Sample Concentration



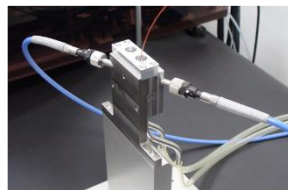
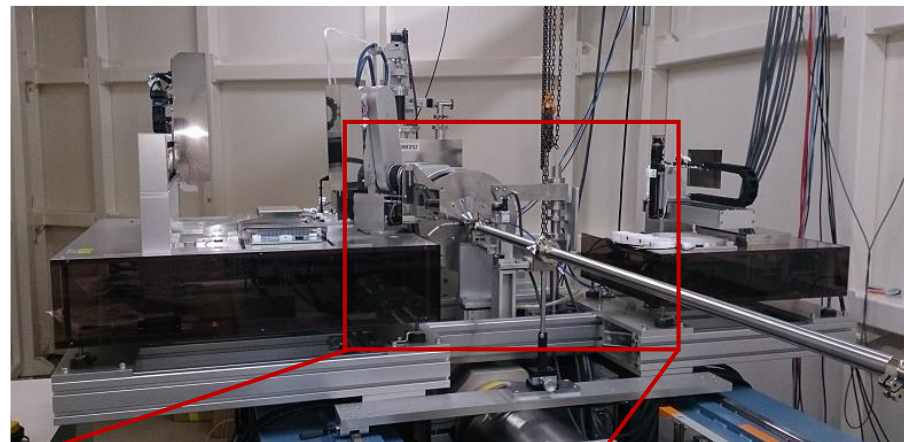
Fiber Spectrometer (Low noise level & High dynamic range)

Software Development



6月よりBL-15A2にてオンラインテスト開始予定

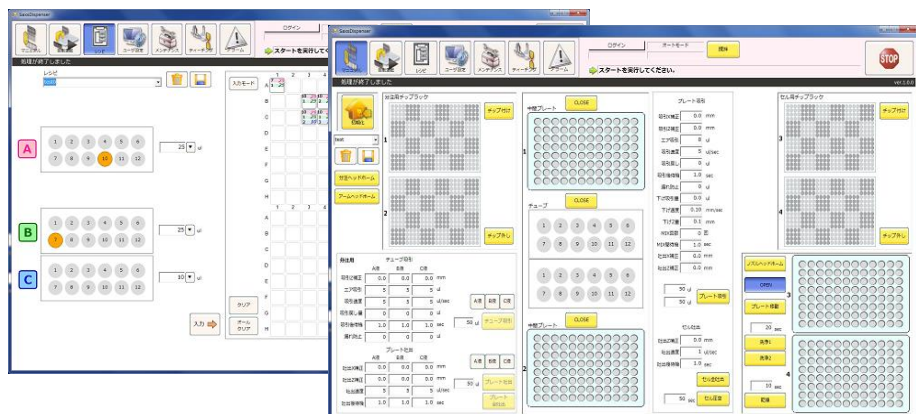
# サンプルチェンジャーの状況



- 定盤上に再現良く設置するための設置治具などの製作が完了。
- サンプルチェンジャー用GUIがほぼ完成し、通信制御部に関して整備中。
- PF側のソフトウェアとのつなぎ込みに関して、現在検討中。



6月のビームタイム時にオンラインテストを実施し、7-9月に再調整後、10月からの利用を目指している。



# 来年度のBLの運用形態

## • BL-6A

- 平日は、五十嵐、森、高木を中心にしてサポートを行います。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いません。
- 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

- 平日は、大田さん(三菱SC)、西條、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。

## • BL-15A2

- 5-6月の調整後、10月からのオープンを目指しています。
- ユーザー対応は、清水、高木、上條を中心に行う予定です。

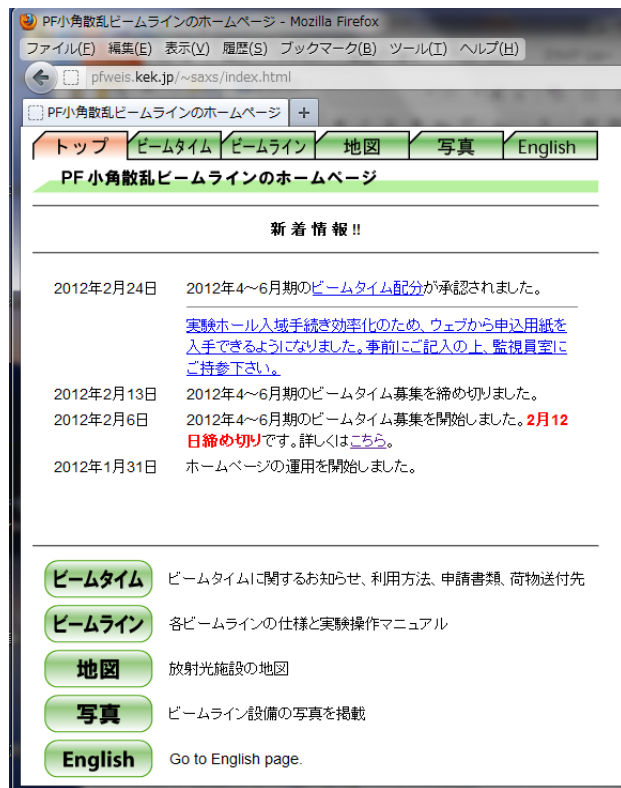
## • ビームタイム配分・日程連絡

- 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、直接清水宛にお問い合わせ頂いても結構です)。

## ※休日に関して

1. こちらで対応が必要か事前に判断し、必要な場合は清水or五十嵐が来所します。
2. カメラ長変更、WAXS検出器の対応などは、ご自身で行う事になります。朝の開始時に、担当者と相談して下さい。

# 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。

※現在、マニュアル更新が止まっていますが、ビームラインの高度化終了後、随時更新予定。

## 【小角散乱フォーラム用メーリングリスト(JPSAXS)】

PFの小角散乱だけでなく、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、告知などにも活用頂けます。

※入会方法・利用方法は、上記HPに載っています。

# 第2回タンパク質X線溶液散乱講習会

- 2014年6月3-4日で初心者向けの講習会を開催(PDISビームタイム)
- 4月初旬頃より申し込み開始予定

(1日目):午後開始

(座学)(敬称略)

13:00-13:10:開催主旨説明など:千田(KEK)(10分)

13:10-13:55:蛋白質溶液散乱の基礎～適用例:佐藤(横浜市大)(45分)

14:05-14:35:試料の準備から実際の測定まで:清水(KEK)(30分)

14:45-15:15:ATSASプログラム群の使用手法:西條(KEK)(30分)

15:25-15:55:検討中(30分)

-16:15:休憩

16:15-16:45:BioSAXS論文投稿レギュレーション:上久保(奈良先端大)(30分)

16:55-17:25:ハイブリッド解析例その1:郷田(長崎大)(30分)

17:35-18:05:ハイブリッド解析例その2:小田(横浜市大)(30分)

18:15-18:30:質問などまとめ

18:45-20:45:懇親会

(2日目):午前9時～午後3時頃までBL見学&データ解析デモ

9:00-10:30:BL-10C, BL-15A2見学と実験操作の簡単なデモ

10:45-12:00:PF2階会議室にて解析デモ

13:00-15:00:解析デモ続き

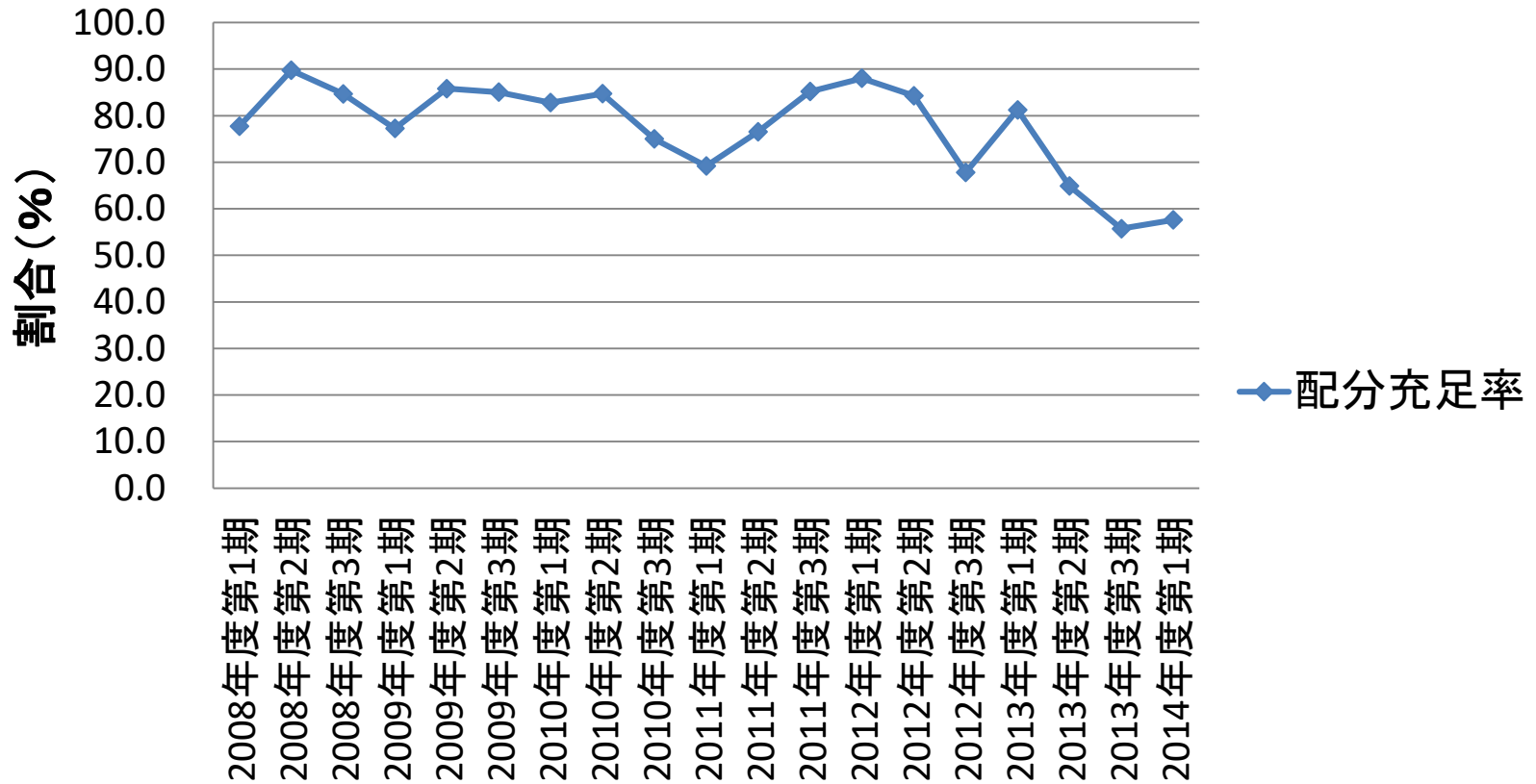
15:00-15:30:まとめ(いったん解散)

17:00～ :翌朝まで、持ち込み試料のテスト測定。

# 小角BLビームタイム配分状況1

- BL-6A & BL-10C 合算

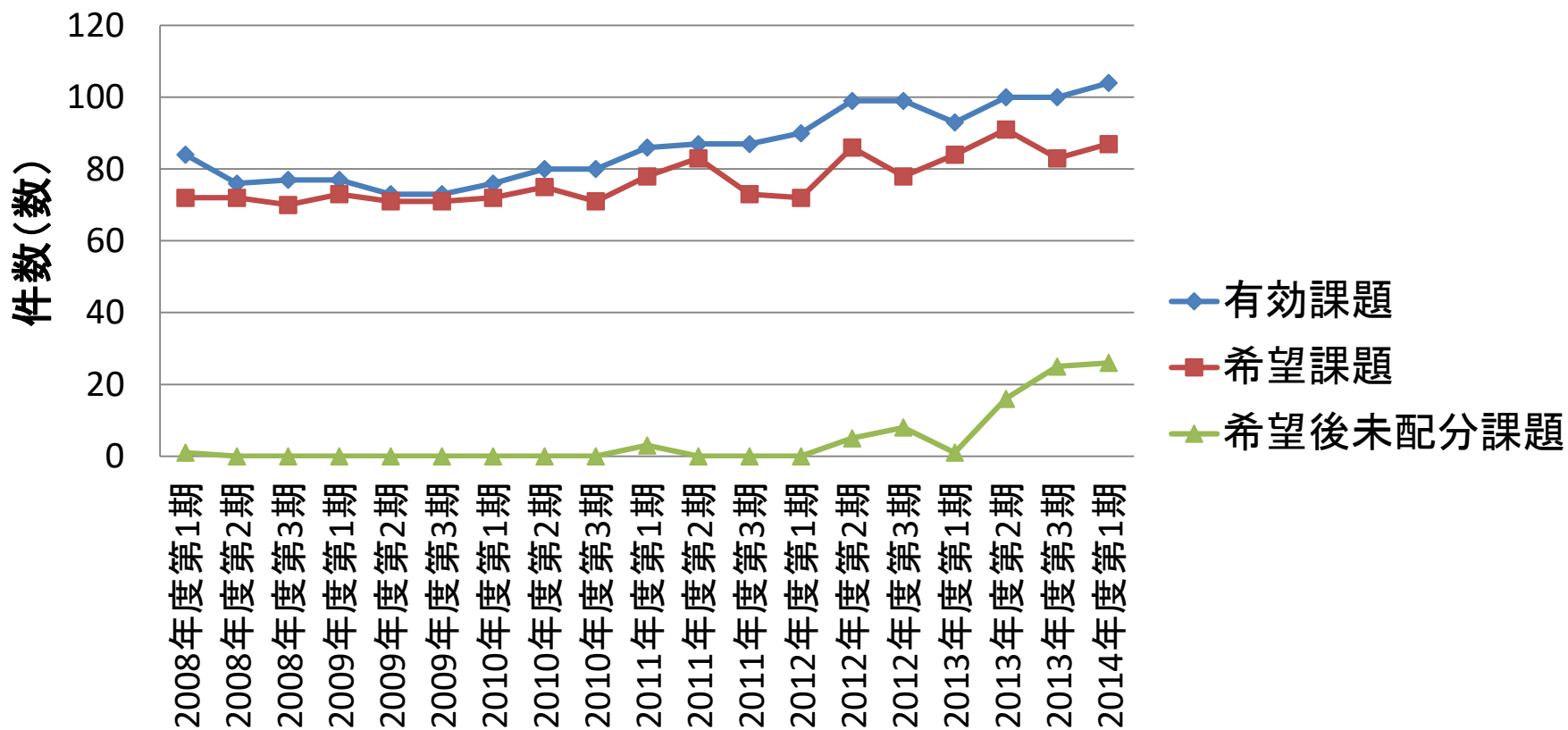
## 小角散乱分野：配分充足率



# 小角BLビームタイム配分状況2

## • BL-6A & BL-10C 合算

### 小角散乱分野：一般課題数

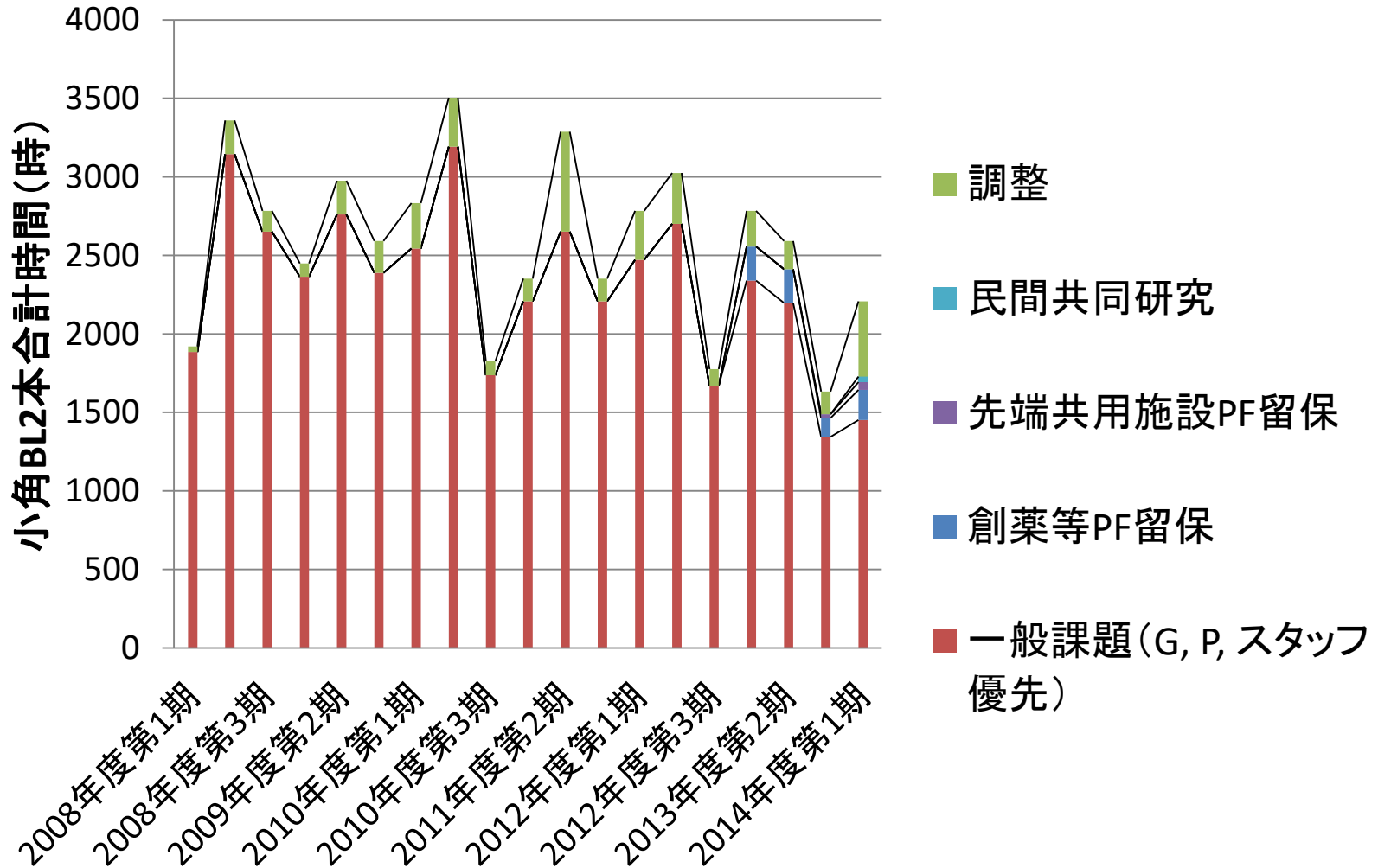




# 小角BLビームタイム配分状況3

## • BL-6A & BL-10C 合算

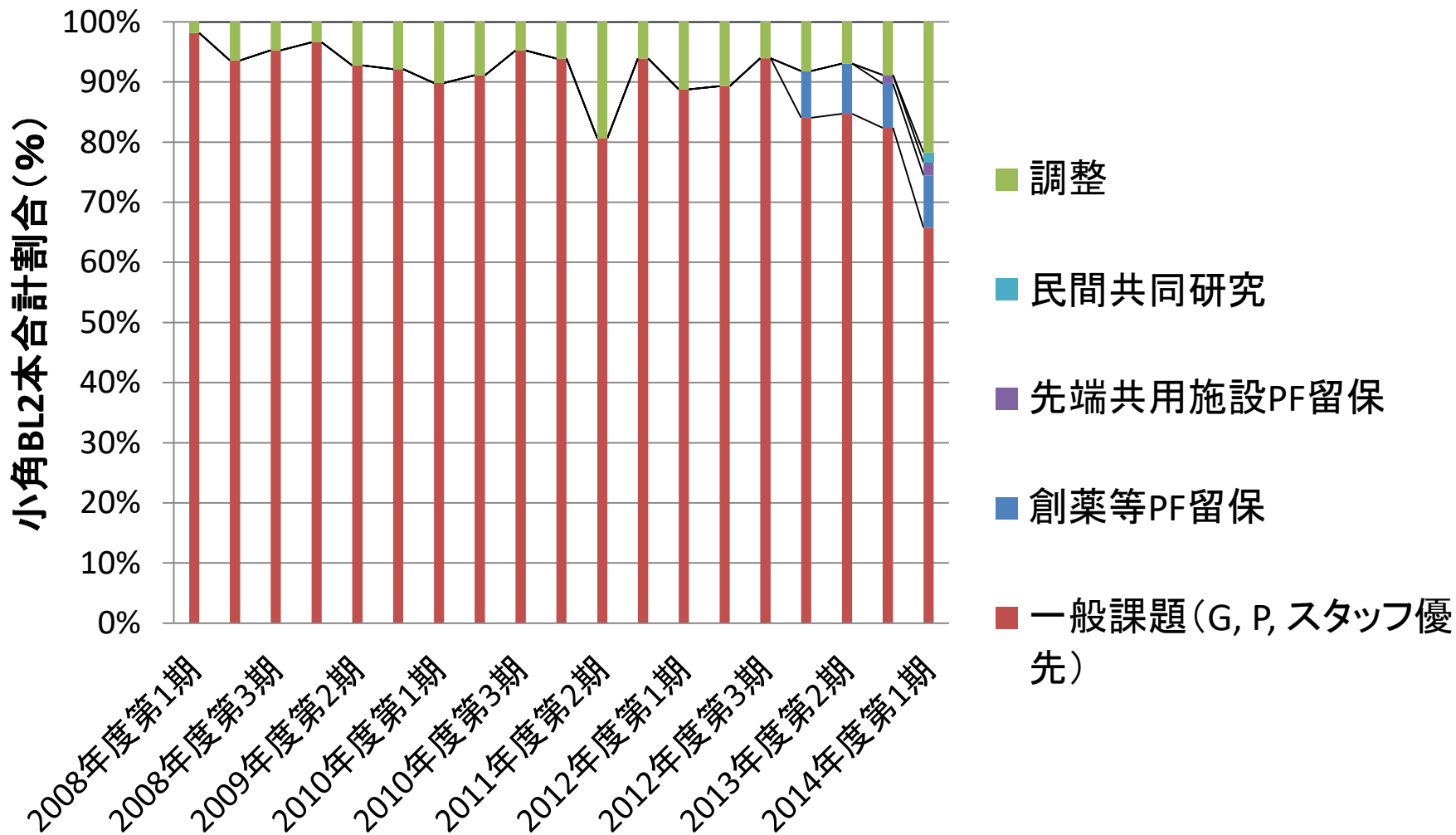
小角散乱分野: BT配分の内訳(時間)



# 小角BLビームタイム配分状況4

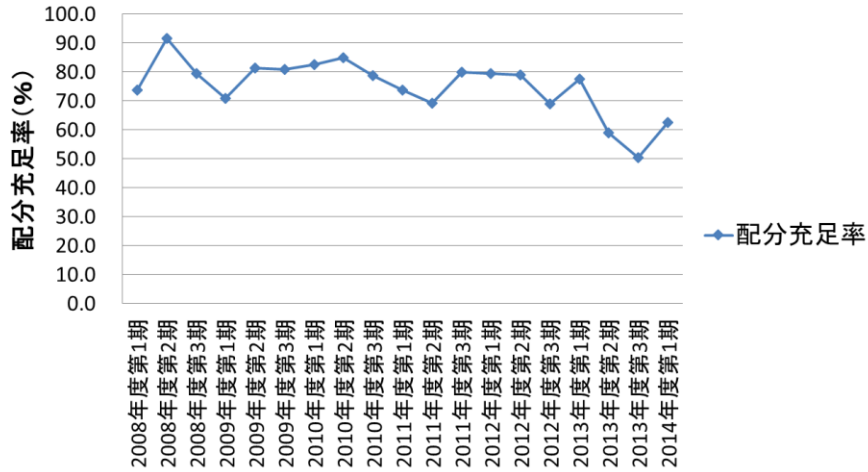
• BL-6A & BL-10C 合算

小角散乱分野: BT配分の内訳(割合)

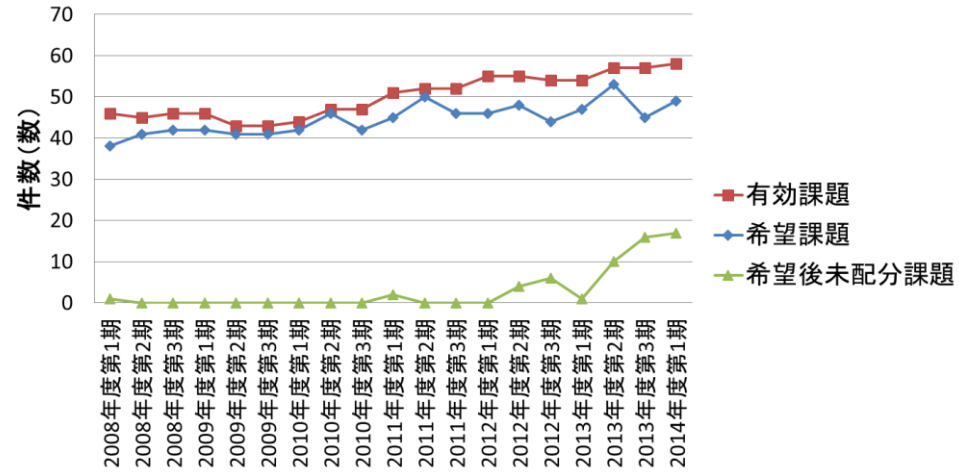


# BL-6A配分状況

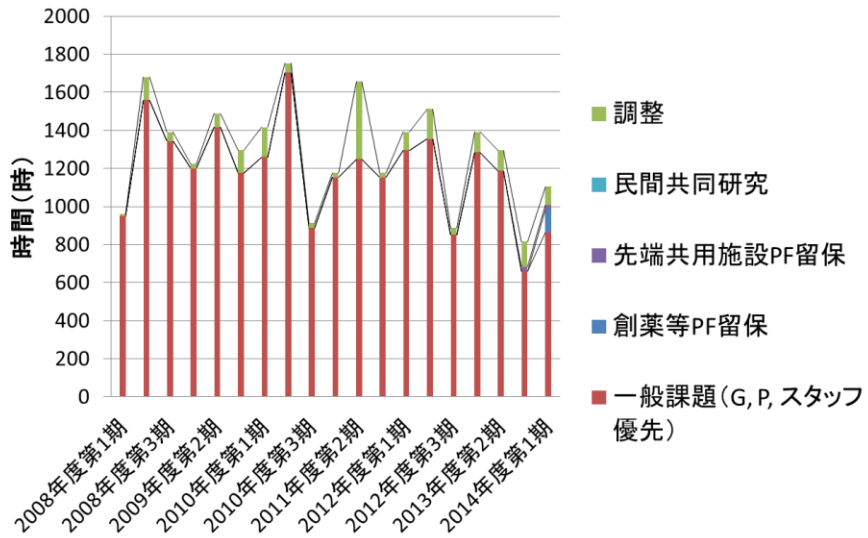
## 旧BL-15A、BL-6A：配分充足率



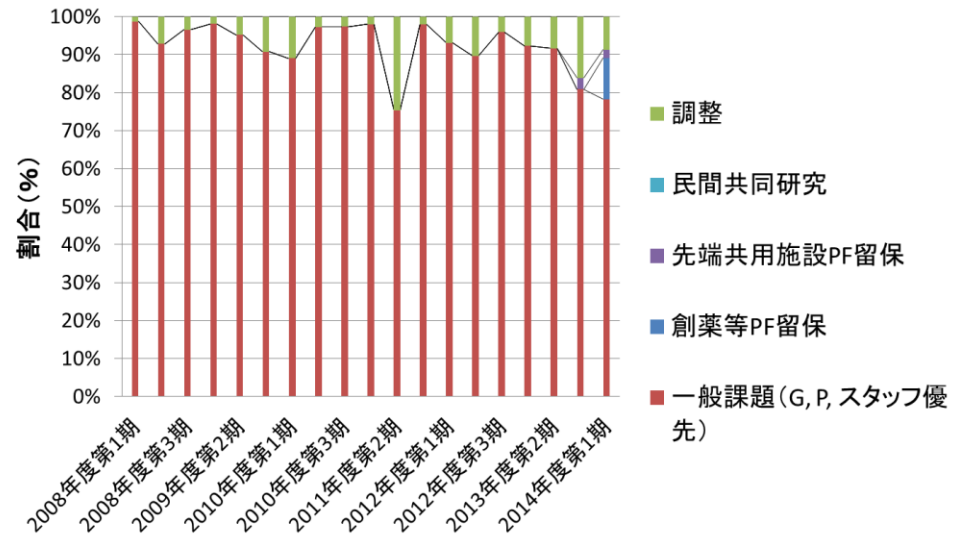
## 旧BL-15A、BL-6A：一般課題数



## 旧BL-15A、BL-6A：BT配分の内訳(時間)

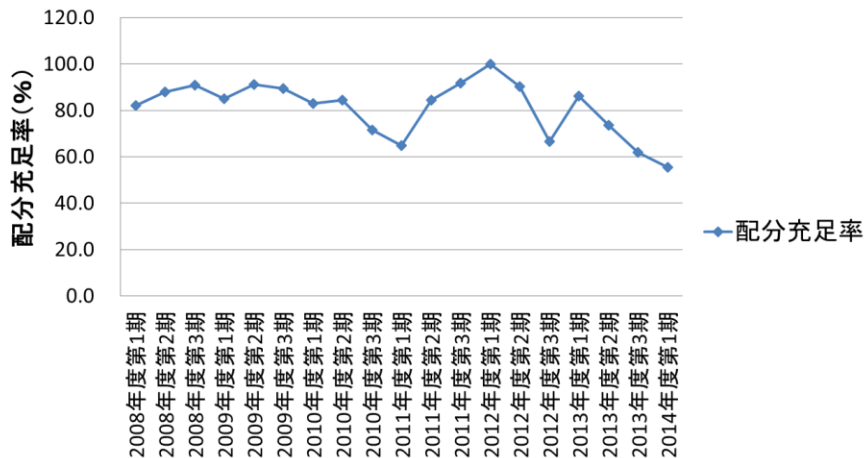


## 旧BL-15A、BL-6A：BT配分の内訳(割合)

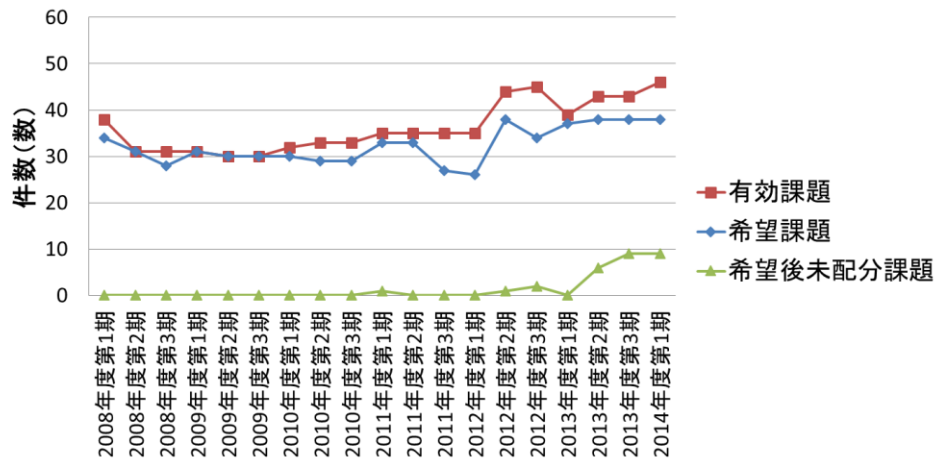


# BL-10C配分状況

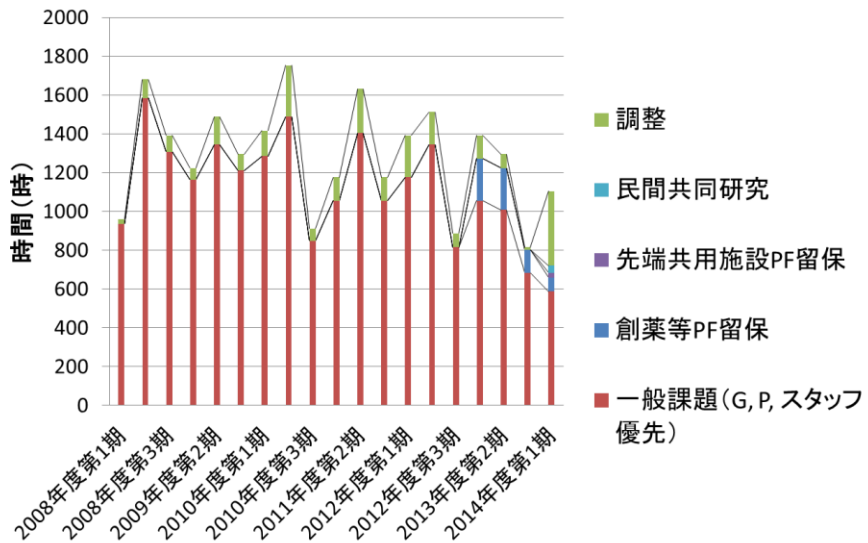
### BL-10C: 配分充足率



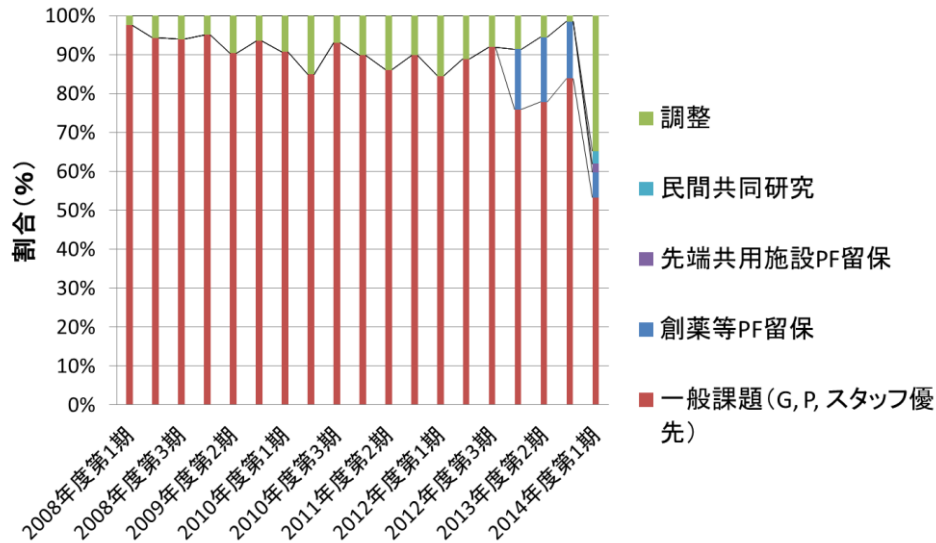
### BL-10C: 一般課題数



### BL-10C: BT配分の内訳(時間)



### BL-10C: BT配分の内訳(割合)



# 配分状況まとめ

- 運転総時間の減少によって配分充足率が低下している。
- 小角BL特有の事情として、2012年度に施設BLへ移行後、評点による傾斜配分を明確に実施するようになったことも影響している。
  - 2013年度より、BL-9CのSAXSも終了している。
  - BL-6A, 10C共に評点の平均が高く(3.4、3.3)、3点以上であっても平均点-0.2点以下はほとんど配分できない状況にある。
- 2013年度からは、創薬等と先端共用プラットフォームのビームタイムが実施されている。
  - ビームタイム圧迫の一因ではあるがBLの高度化を継続するためには、プラットフォームからの予算的支援が必要。
  - 両プラットフォームともに、PFの運転経費も捻出している。
- 2014年度からは民間共同研究も開始し、先端共用プラットフォームと合わせて産業界からの利用を促進する。
  - 企業からの資金提供も受け、ビームラインの整備をさらに進めていく。
  - ソフトウェア開発技術員を雇用予定。