



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

KEK 物構研

放射光科学二系/構造生物学研究センター

清水伸隆

 創薬等支援技術基盤プラットフォーム
Platform for Drug Discovery, Informatics, and Structural Life Science

先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業
光ビームプラットフォーム



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)
- 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)
- 西條 慎也(創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業)
- 谷田部 景子(構造生物学研究センター) **NEW!!**

• 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)

2015年6月1日以降
別の方が変わります(予定)。

報告内容

- ビームラインの現状・開発状況
 - 10C, 15A2
 - 溶液サンプルチェンジャーの開発
 - SAngler: Data処理ソフトウェアの開発
 - SEC-SAXS/SEC-MALS-SAXS装置の導入
- 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
- ユーザーの皆様へのお願い
- 小角BLのビームタイム配分状況

2014年12月現在のPF小角散乱ビームライン

	光学系	波長	検出器	カメラ長	光子数・ビームサイズ
BL-6A	偏向電磁石 垂直集光ミラー 非対称カット式 ベンダー結晶	1.5 Å (fix) (8.27 keV)	PILATUS3 1M and PILATUS 100K	0.25 ~ 2.5 m	1.0 × 10 ¹² phs/s @slit full-open 1.1 × 10 ¹¹ phs/s @1.0 × 1.0mm ² 3.6 × 10 ¹⁰ phs/s@0.6 × 0.6mm ²
BTの27.3%が生命科学分野					
BL-10C	偏向電磁石 2結晶分光器 2次元集光ミラー (Bent Cylinder)	0.9 ~ 1.9 Å (6 ~ 14 keV)	PILATUS3 2M and PILATUS3 200K	0.25 ~ 3.0 m	@8.33 keV 1.5 × 10 ¹¹ phs/s @slit full open @12.4keV 7.2 × 10 ¹⁰ phs/s @slit full open
BTの60%が生命科学分野 = BioSAXSの主力BL					
BL-15A2 (2014年11 月~)	短周期アンジュ レータ 2結晶分光器 3次元集光ミラー	0.83 ~ 5.9 Å (2.1 ~ 15 keV)	PILATUS3 2M (真空・非真空) and PILATUS3 300KW	0.25 ~ 3.5 m	(Raytracing) 10.2keV 5.4 × 10 ¹¹ phs/s @slit full open (H0.33 × V0.06mm ²)

PDIS (創薬等プラットフォーム) も含めて、BioSAXS系ユーザーが増加している。トライアルユース・施設利用・民間共同研究など、産業利用も増加している。

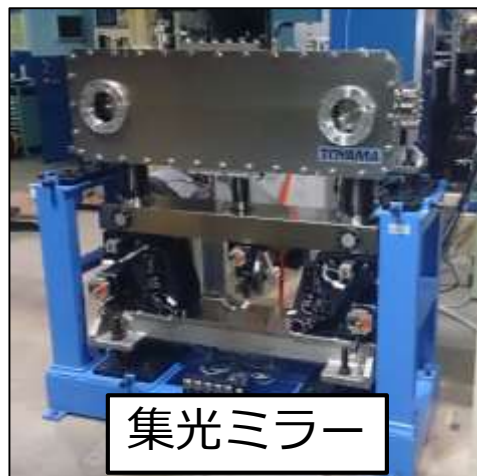
Scrap and Build of BL-10C

□更新内容

- 定位置出射型2結晶分光器の導入（6~14keV（0.9~1.9 Å））
- 集光比を挙げた2次元集光ミラーの導入（Si、Rh coat）
- カメラ長の拡大（0.25~3.0m）
- 検出器の更新：PILATUS3-2M（SAXS）, 200K（WAXD）



分光器



集光ミラー



半自動カメラ長変更システム

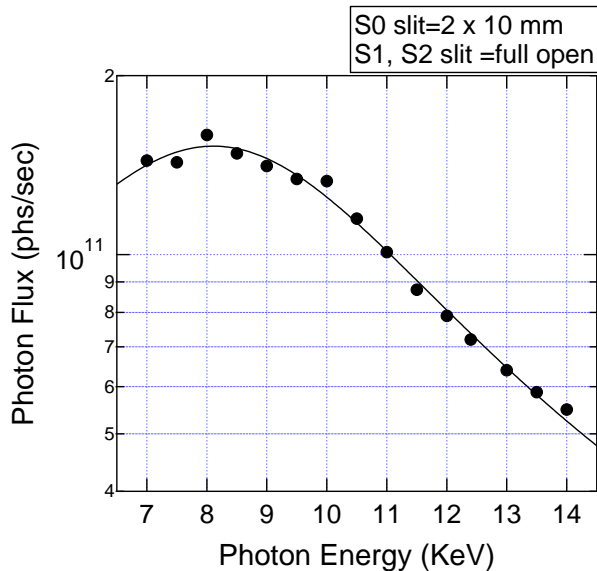


WAXD
チャンバー

- メインハッチより下流側を刷新
- SAXS専用→GISAXS, SAXS(GISAXS)/WAXDなど多目的化
- 分電盤や電気配線なども全て更新→安全に配慮

Basic properties of new BL-10C

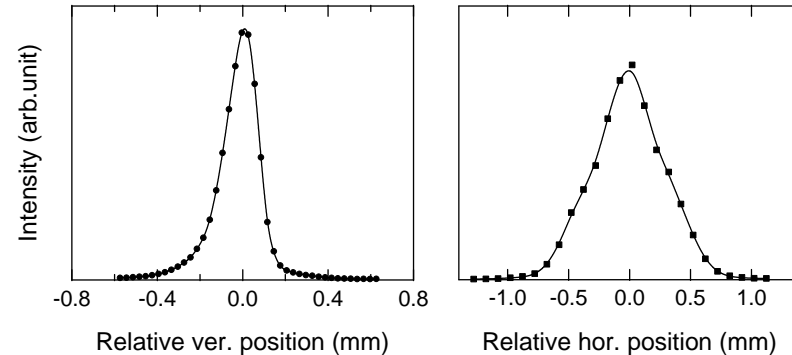
Photon Flux at the sample



Beam Shape at the focal position (on the detector)



$\lambda=1\text{\AA}$
Flatpanel
Attenuator: Al 2mm



V0.18×H0.63 mm (FWHM)
(V0.15×H0.59 mm@Raytrace)

5.1×10^{10} phs/sec @ Sample Position,
V0.3×H0.55mm, 1.5Å

波長変更&スキャンソフト



- 目的の波長orエネルギーを入力すれば、全自動で変更する。
- 波長変更でビーム位置が変動しないため、調整は必要ない（必要な調整は、全自動プロセスで実施されている）。
- ASAXS測定のためのエネルギースキャンも実行可能（透過法のみ対応）。

Comparison with the previous condition

$\lambda = 1.488 \text{ \AA}$

Camera length = 2.0 m

Detector = PILATUS3 300KW

Exposure time = 60 sec

No. of images = 10

➔ 600sec

$\lambda = 1.488 \text{ \AA}$

Camera length = 2.0 m

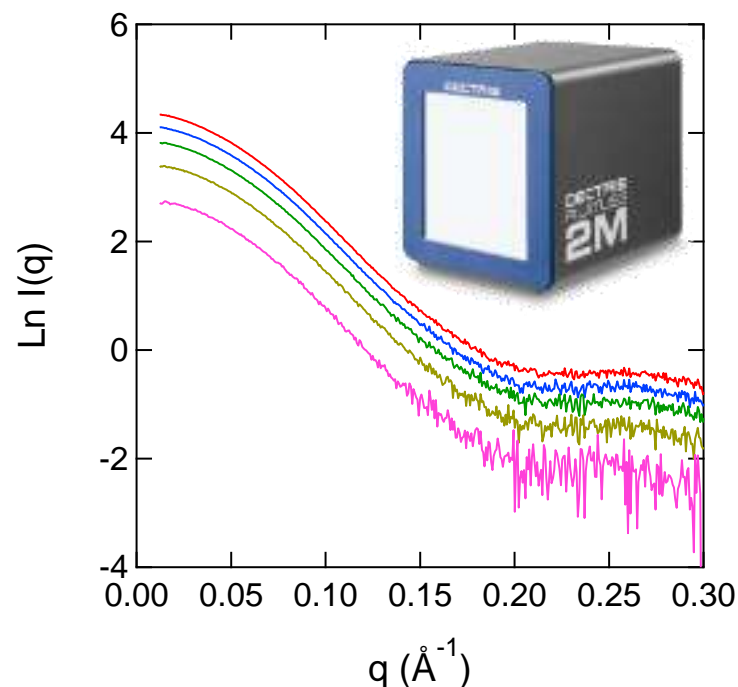
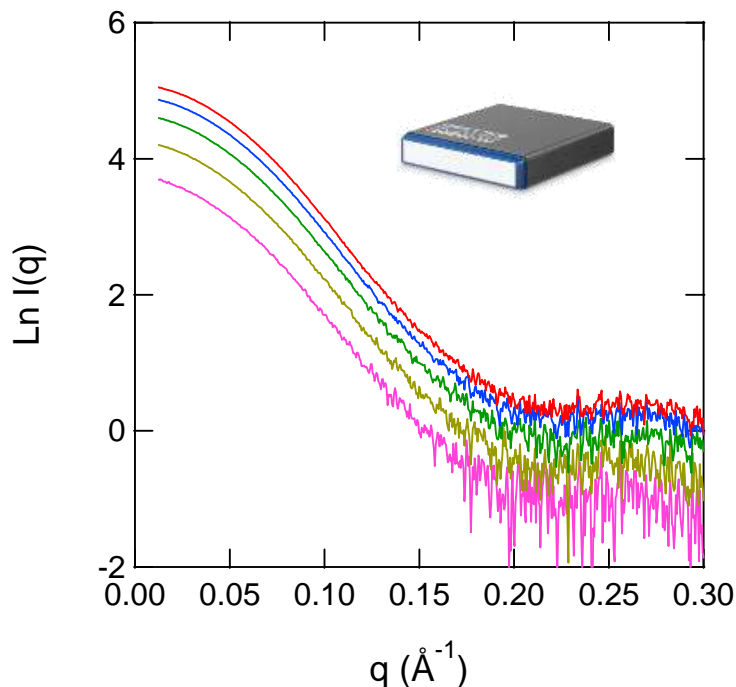
Detector = PILATUS3 2M

Exposure time = 10 sec

No. of images = 20

➔ 200sec

Ovalbumin (44.3kDa) : 1 ~ 5 mg/ml



※現状は、5秒露光を基本として20~30枚程度測定すれば十分なS/Nを獲得している。

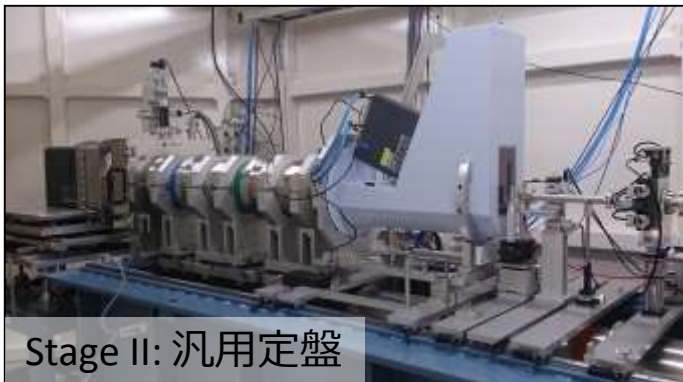
BL-6A, 10Cの利用の状況

- ▶ どちらも基本的に問題なく利用されている。
- ▶ BL-10Cの検出器PILATUS3 2Mで6月と12月にトラブルが発生した。
 - ▶ (問題1) 検出器本体とサーバー間の接続が切れ、Camserverが勝手に落ちるトラブルを連発。最終的に、ネットワークボードの不具合と判明した為、交換した。交換後の2週間では何も発生しなくなっている。
 - ▶ (問題2) 本体冷却用チラーが勝手に落ちるなど、トラブル発生。Dectrisより1台無償供与され、そちらを利用中。故障機は、Dectris側で対応検討中。
- ▶ BL-6AのWAXDチャンバ (Type I) のフランジ面が変形していることが判明し、メーカーにて対応中。5月利用開始時には復旧予定。
- ▶ どちらもビームは安定している。

新アンジュレータビームラインBL-15A

◆実験ハッチ

◆直列に配置された専用実験ステージ

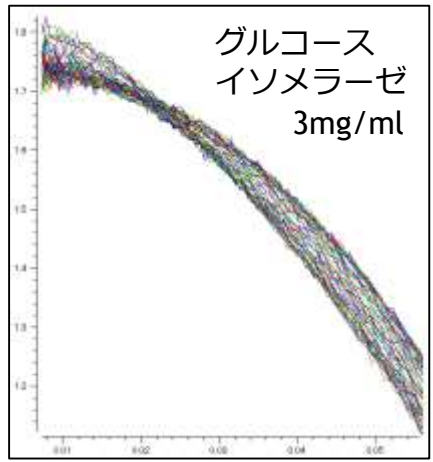
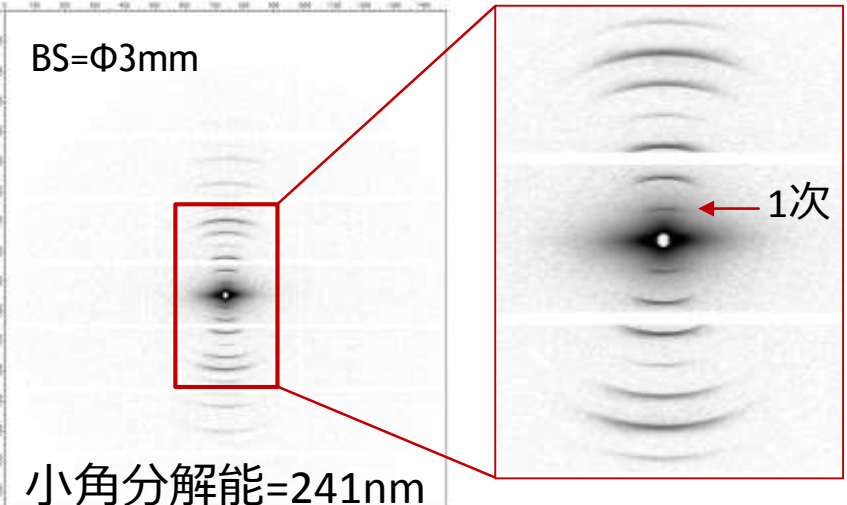


検出器は大気 (Al蒸着マイラ窓を装着して窒素雰囲気)

検出器は真空

透過法：ニワトリコラーゲン
周期長：653Å
測定波長：1.19 Å (10.4keV)
カメラ長：3657 mm

著しい放射線損傷の影響



BL-6A, 10Cでは10分露光してもダメージは全くみられない試料でも、1秒露光で10枚程度が限界

低X線エネルギーによるGISAXS測定

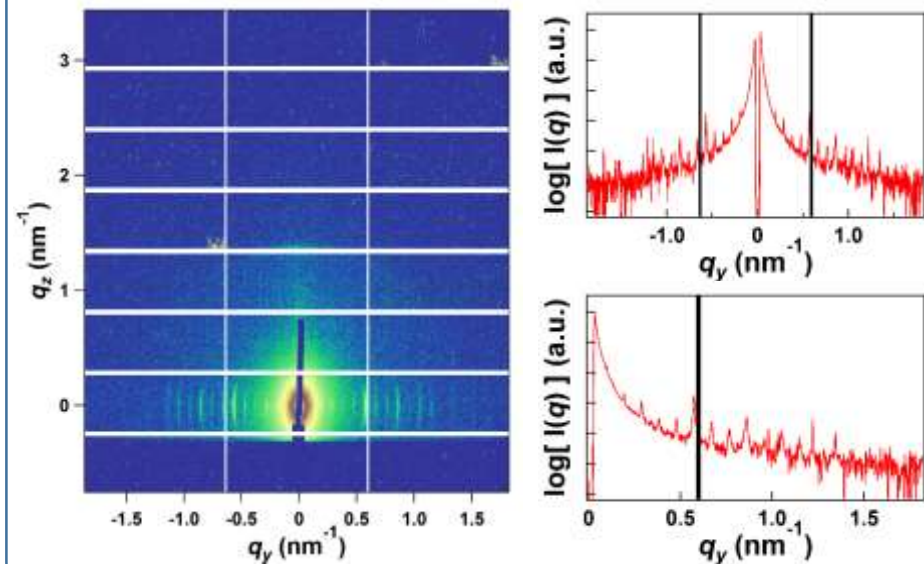
コラーゲンなどによるテスト測定

E=2.4 keV ($\lambda=5.17 \text{ \AA}$)

コラーゲン

$0.035 < q_y \text{ (nm}^{-1}\text{)} < 1.82$

$3.45 < d \text{ (nm)} < 180$

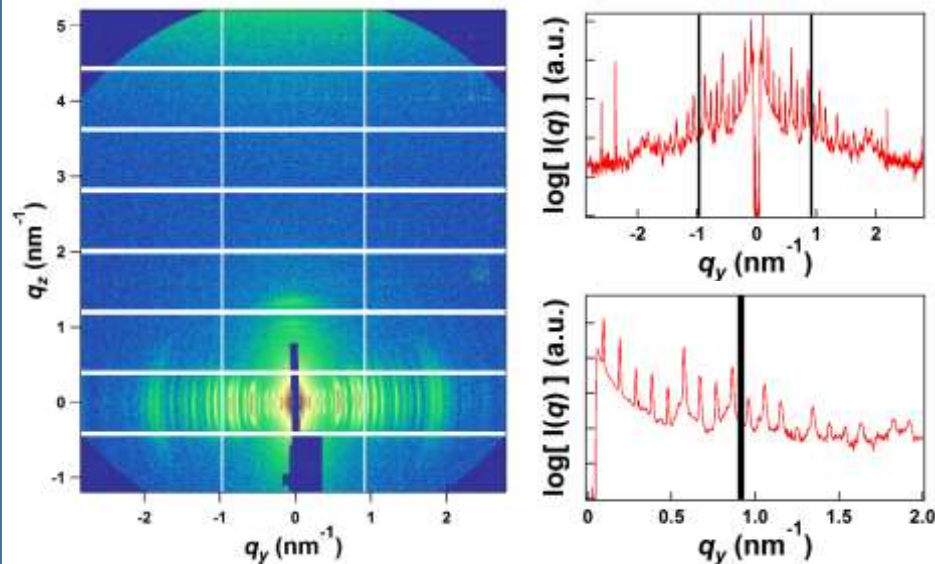


E=3.6 keV ($\lambda=3.44 \text{ \AA}$)

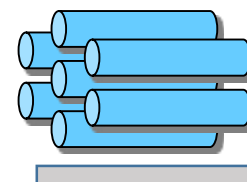
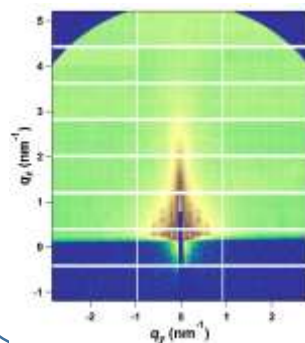
コラーゲン

$0.061 < q_y \text{ (nm}^{-1}\text{)} < 2.77$

$2.27 < d \text{ (nm)} < 103$



ブロック共重合体薄膜



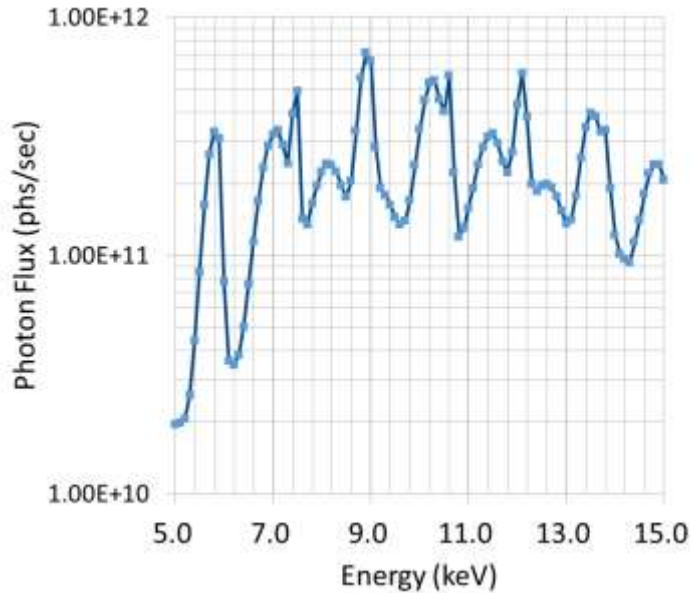
シリンダーが基板に対して平行に配列

- 2014年6月、12月において測定条件、とくに検出器の設定（冷却条件、GAINなど）を最適化中。
- 先生方にご協力頂き、実試料による測定・解析を進めている。



Photon flux and Beam size@BL-15A

- This flux data was measured at BL-15A1 (2014.Feb.).

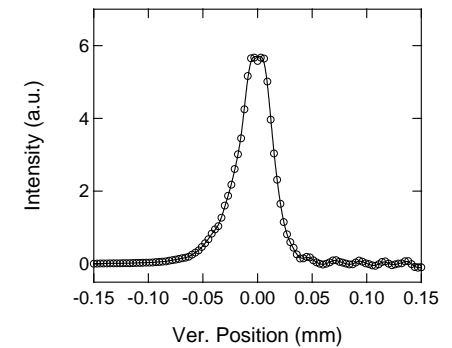
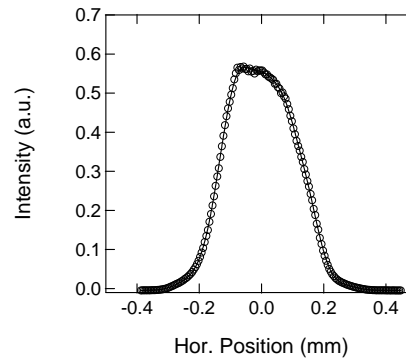


5th harmonic: 7269 eV
7th harmonic: 10176 eV
が強度も強く、利用しやすい

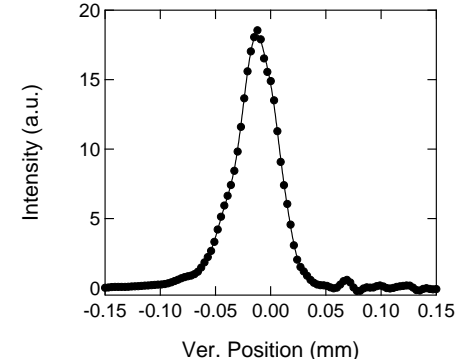
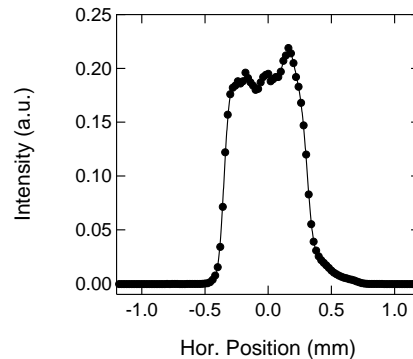
- Beam size@Focal point

Virtual source slit size @Horizontal : 0.1mm

@Low-En. GI stage : FWHM=H0.288×V0.035mm



@Standard stage : FWHM=H0.663×V0.040mm



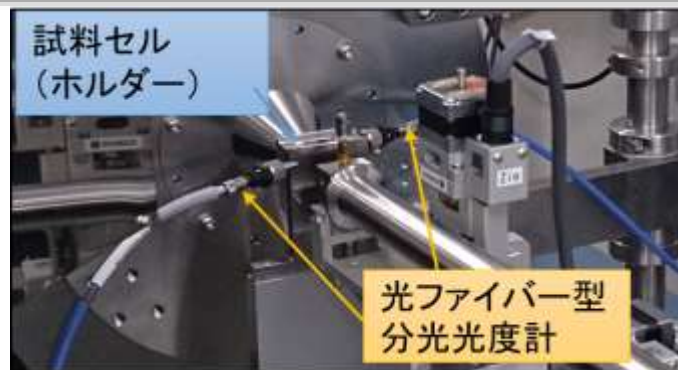
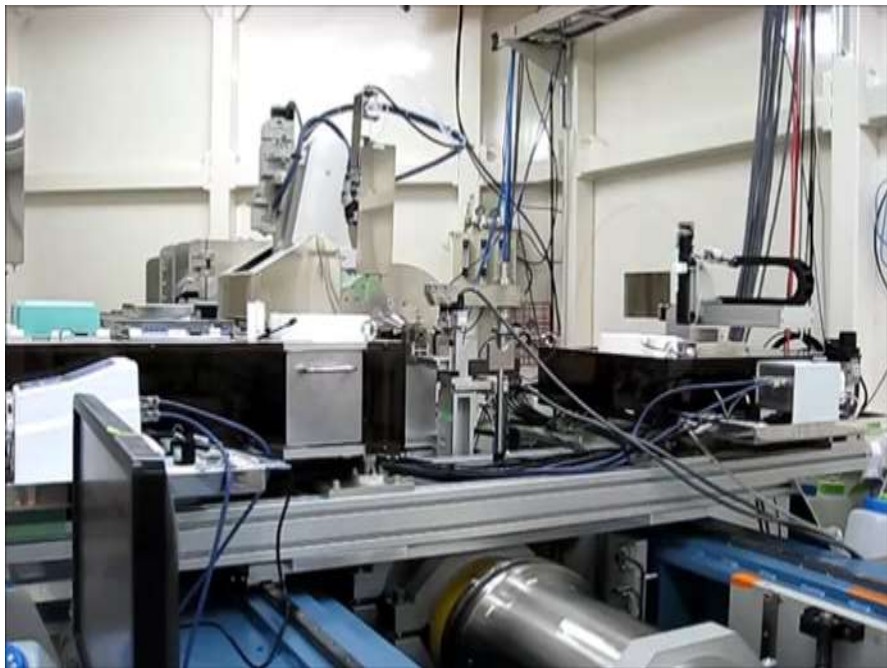
Flux@ sample : 2.3×10^{11} phs/sec@V0.2×H0.4mm@3.5m

BL-15A2の利用状況

- ▶ 2014年12月では、6月よりもビームの状態がだいぶ安定してきているが、Top-up中でもビーム強度が少しずつ減少していく（24時間で7割程度）。可能なら12時間で一度Tuningを行なう。
- ▶ 長尺定盤側で実験している場合は、波長変更は容易に可能。12月時点では、まだ開発中のソフトに一部問題があったが、2015年6月の利用では解消する予定。
 - ▶ 波長変更ソフト（SAXSで開発）と波長スキャンソフト（XAFSで開発）が利用可能。
- ◆ 低エネルギーGI-SAXS装置は、一応利用を開始したが、まだまだ改良が必要。来年度も予算の許す限り対応していく。
- ◆ 2.4keV以下のエネルギーが出せていない。高調波カットミラーの問題もあるため、現在対応中。6月に再度確認予定。

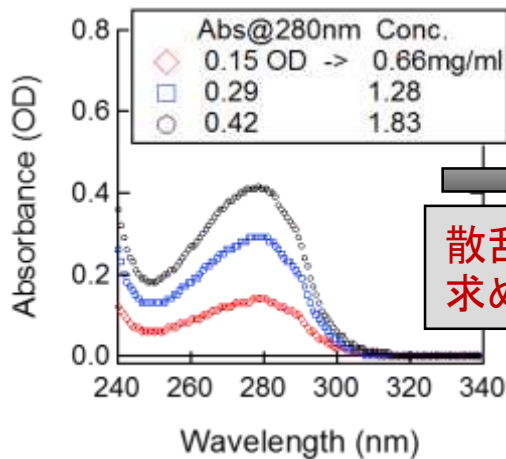
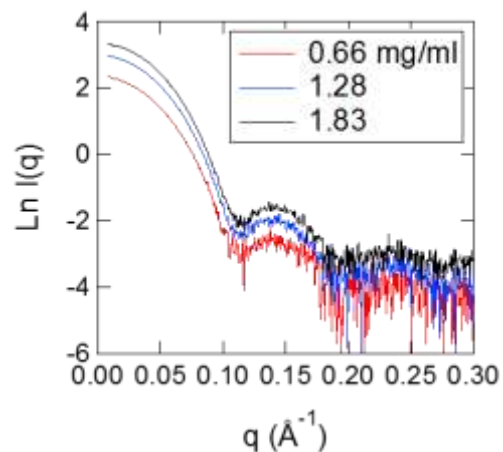
Current Status of SSC

- 5分/個(ただし、分注しつつ、セルや経路の洗浄乾燥など全て実施した場合)
- 試料量: $\sim 30\mu\text{l}$
- 192 サンプル (96 \times 2 plate)
- Sample+4種類の溶液を攪拌可能

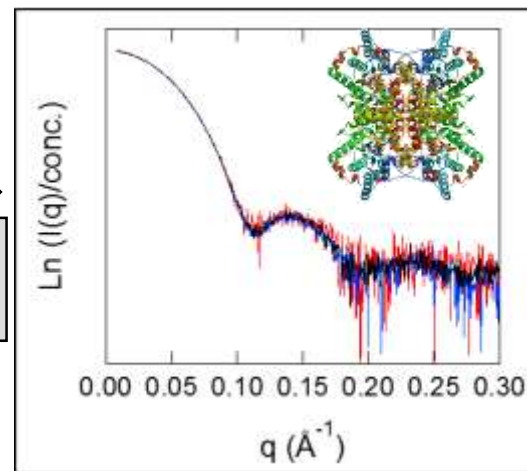


X線照射直前に試料位置で紫外可視吸収スペクトル測定を行い、試料の濃度評価と散乱測定を同一状態で実施。

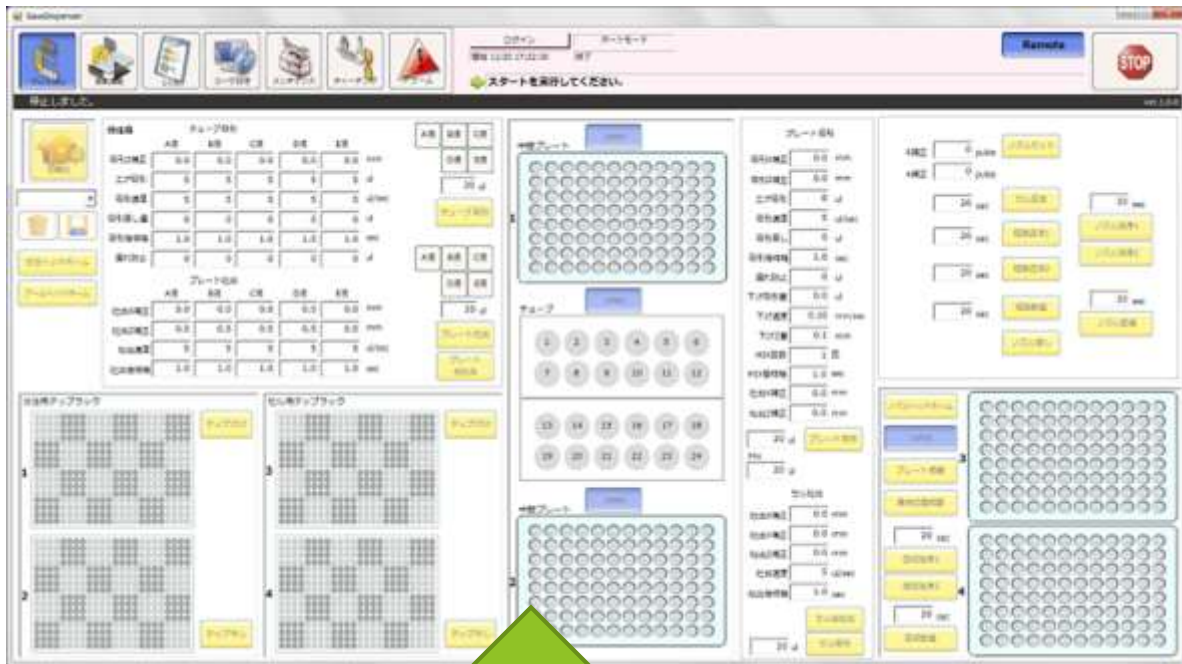
Glucose Isomerase:175kDa (4量体)



散乱強度を分光測定で求めた濃度で規格化



SSCを使用した測定のためのソフトウェア開発



SSC Local GUI



Controlled by STARS

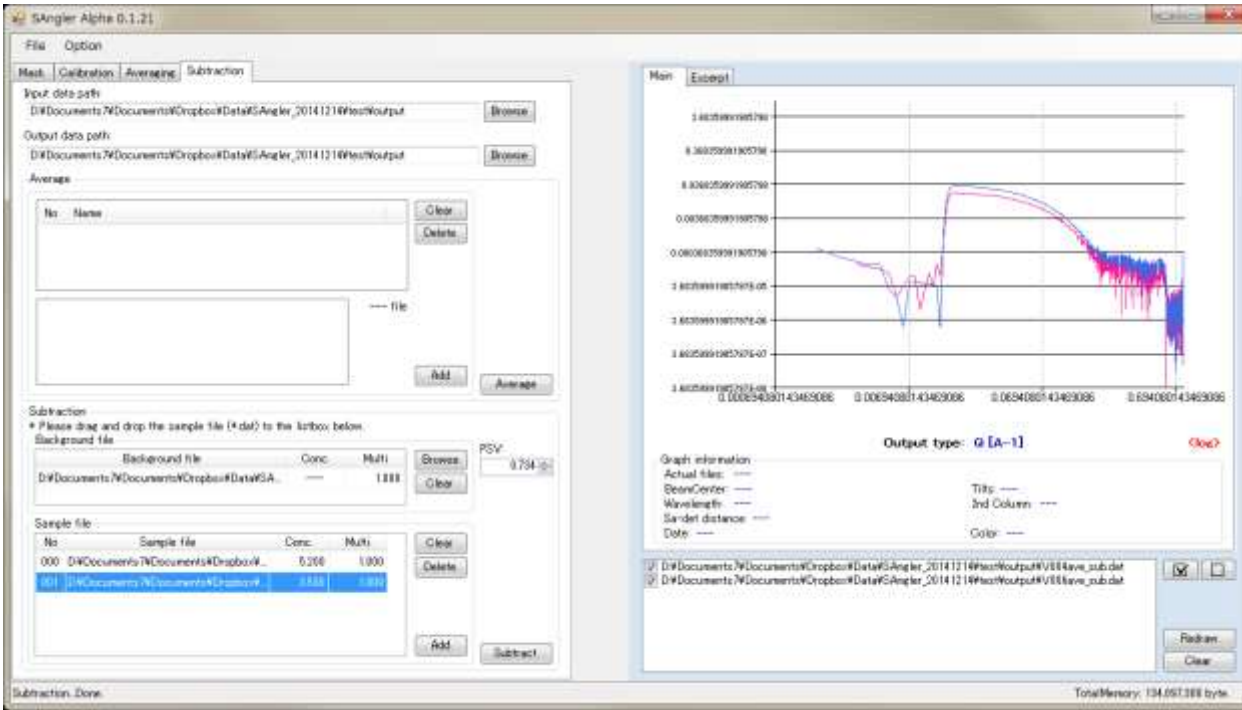
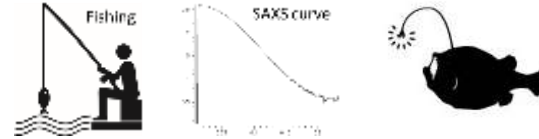


Measurement GUI
for using SSC

- 分注・測定・SSC動作の条件はcsvフォーマットで一度に読み込むことができる。
- 2014年度はビームタイムが少なすぎて、オンラインでのテストがほとんど行えなかった。

パイプライン処理のための解析ソフトウェア開発

ソフトウェア：SAngler



Mask file making



Calibration



Manual and Automatic
Circular Averaging



Background Subtraction



Guinier/Kratky, ゼロ外挿な
どの機能まで追加予定

- PILATUS(3)検出器に対応
- 2014年11月より一部ユーザーに動作確認も含めテスト利用を開始
- 2015年5月からの正式利用を目処に配布バージョンを準備中

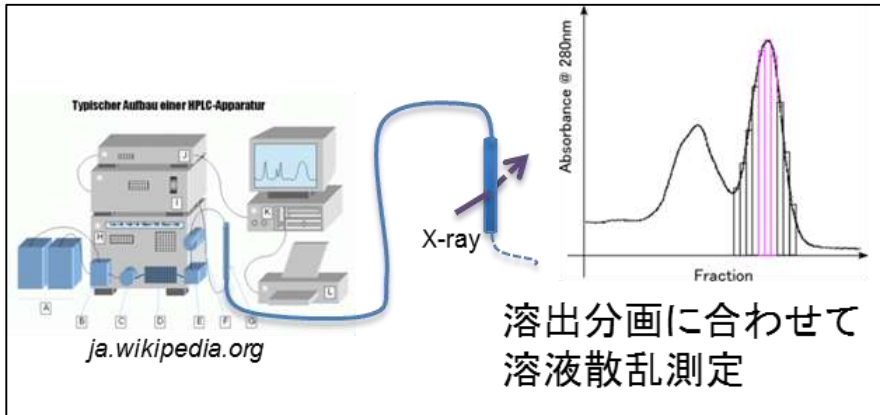
高精度な複合体解析：SEC-MALS-SAXS装置の導入

HPLC (Size Exclusion Chromatography)

⇒試料の単離

MALS (Multi-Angle laser Light Scattering)

⇒試料の分子量を解析



- HPLC&MALSと直結して測定
 - ・ 試料の単分散度の向上
 - ・ 正確な分子量評価



HPLC (Alliance e2695 (Waters))
UV, RI (Differential Refractometer),
Fraction collector

MALS (DAWN HELEOSII (Wyatt))

- ・ こちらもビームタイム日数の問題で、オンライン調整がほとんど実施できていないため、来期コミッショニング予定。

来年度の高度化・開発計画

▶ BL-6A

- ▶ 現在、BL-6Aは試料前にピンホールを設置していないが、バックグラウンドレベルを下げるために他の2本同様に導入する（早ければ5月から、遅くとも秋には設置予定）。
- ▶ WAXDチャンバを定盤上に置く時に支える台の構造が若干変わります。前よりは調整しやすくなると思います。

▶ BL-10C

- ▶ 波長1Åに対応して、試料厚み3mmのセルを導入し、専用のホルダーも製作します。納品され次第利用可能となります（15Aでも利用可能です）。
- ▶ BioSAXS用に試料を真空環境で測定するためのフローセルを開発予定です。

▶ BL-15A2

- ▶ 溶液サンプルチェンジャーは、6月のオンラインテストが良好なら、11月以降にユーザーに開放する計画です。
- ▶ SEC-MALS-SAXSシステムも5-6月にテストを行ないます。良好なら秋以降利用可能となります。

▶ 共通

- ▶ BL-6Aにインキュベータ、卓上微量冷却遠心機を導入しました。
- ▶ PD入りビームストッパー（Φ5mm, 4x6mm）を用意しています。WAXD同時測定時には特に効果的ですので、是非活用下さい。
- ▶ 窓材としてSi₃N₄薄膜を導入する予定です。物品が揃い次第順次導入しますが、窓サイズが最大でΦ6mm程度になるので、試料と距離を取らなければならない場合は、これまで通りスペリオUT Fタイプとなります。

生理試料準備室に関して

- ▶ 現在、生理試料準備室を改装しております。
 - ▶ 床、壁、天井を全て改装しました。
 - ▶ 奥側の部屋にある外に通じる扉に関しては、扉の枠ごと丸ごと交換し、現在のように外気が吹き込むような状態を改修します。（明日から工事開始）
 - ▶ 奥の部屋のエアコンが交換されました。
 - ▶ 結晶化準備室IIIにあった製氷機が、生理試料準備室に移動しました。同様に、結晶化準備室から物品を移設して、生理試料準備室に統合する予定です。
 - ▶ 現状、机や棚は元のままですが、痛みがひどいので新しい物と交換するため予算申請中です。



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

- ユーザー対応は、清水、高木、五十嵐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ておりますが、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)。一方で、小角散乱分野に新たに秘書が配属されることになりましたので、6月以降に別途ご連絡をさし上げます。

※休日に関して

1. こちらで対応が必要か事前に判断し、必要な場合はスタッフが来所します。
2. カメラ長変更、WAXD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。

ユーザーの皆様へのお願い

▶ マイクロソフトアカウントの利用に関して

- ▶ BT利用中にビームラインの解析PCにてMicrosoft Officeを利用される際に、ご自身のOneDriveフォルダ（クラウド上の領域）を参照されるために、Officeに個人アカウントでログインしている方がいらっしゃいます。
- ▶ それ自体は問題ありませんが、ユーザータイム終了後に、必ず「ログアウト」してからお帰り下さい。何度かログインしたままになっており、個人のOneDriveフォルダが閲覧可能な状態になっているのを見つけました。

▶ 試料部を加熱する場合は、必ず試料直前のピンホールと距離を取って下さい。

- ▶ 試料部を50度以上に昇温する場合は、必ずピンホールとの距離を15mm程度開けて下さい。
- ▶ X線が照射されているピンホール（材質はステンレス）が加熱されると、ピンホールのエッジが酸化されて錆びてしまい、そこからストリークを引くようになります。
- ▶ 資料周りのセットアップ時に伺った場合は対応していますが、ご自身で後から変更した場合に近すぎて、ピンホールがやられてしまった事が多数あります（硝酸でエッチングすると復活できますが、ご注意を）。

▶ 装置にトラブルが発生した場合は、必ず連絡を！

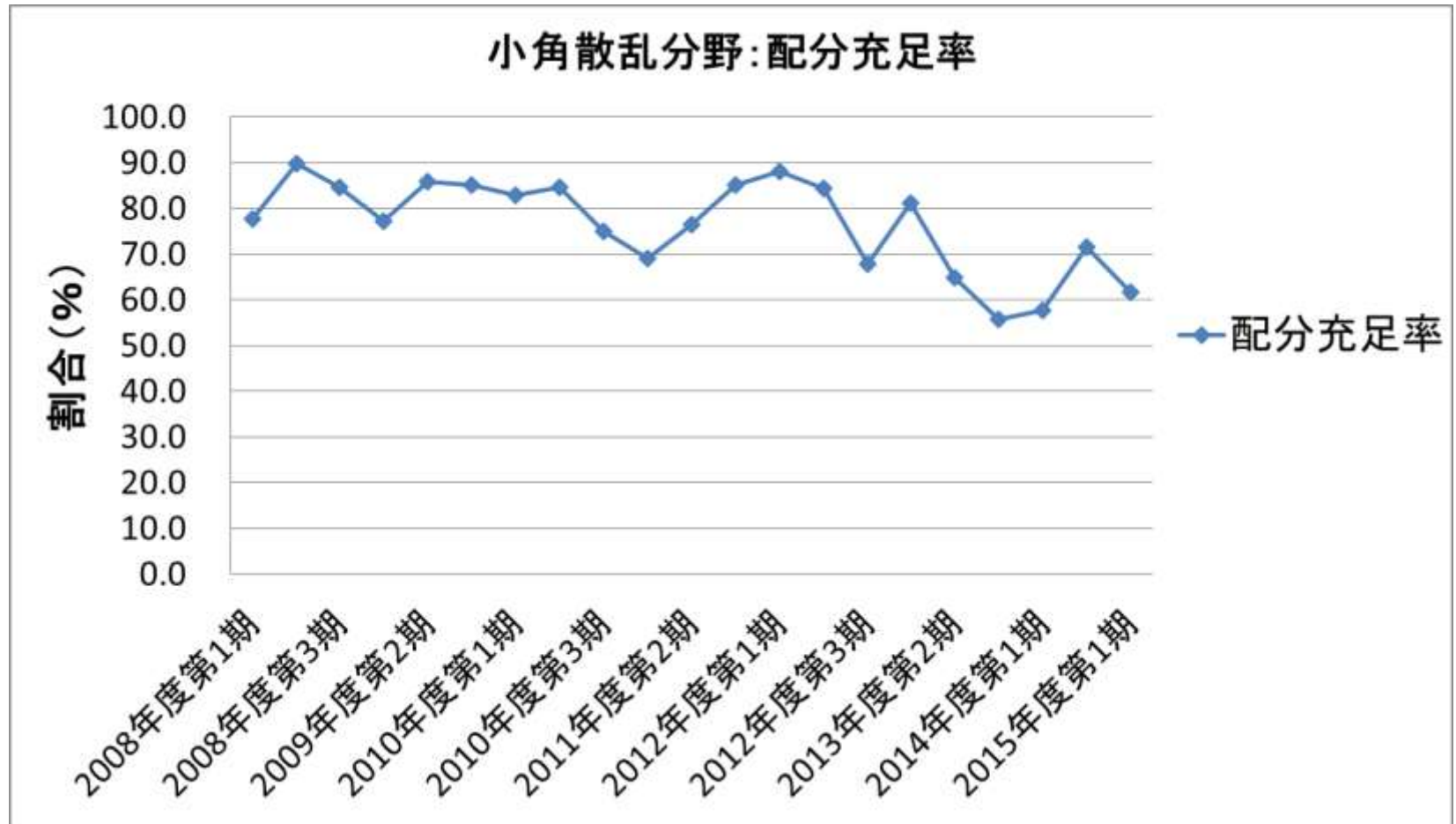
- ▶ 生理試料準備室の卓上微量遠心機が故障しているのを発見しました（O-ringが破損して室内に飛び散っていました）。
- ▶ 故障の原因自体は、メンテナンス上の問題と判明しましたので、利用者の不注意などでは無かったのですが、装置に問題が発生した場合は必ず連絡をして下さい。対応が遅れると、次の利用者が不利益を被ります。
- ▶ 夜間の場合は、翌朝以降でも構いません。よろしく申し上げます。

小角散乱BLビームタイム配分状況1

	2014年度第1期	2014年度第2期	2015年度第1期
配分充足率	57.6	71.5	61.7
有効課題	104	110	108
希望課題	87	95	90
希望後未配分課題	26	15	18
BT配分可能時間(時間)	2208	3096	2712
ユーザー総希望時間(時間)	2520	3120	3144
一般課題(G, P, スタッフ優先)(時間)	1452	2232	1848
一般課題(G, P, スタッフ優先)(%)	65.8	72.1	68.1
創薬等PF留保(時間)	192	384	384
創薬等PF留保(%)	8.7	12.4	14.2
先端共用施設PF(時間)	48	96	24
先端共用施設PF(%)	2.2	3.1	0.9
民間共同研究(時間)	36	48	36
民間共同研究(%)	1.6	1.6	1.3
施設利用(時間)			24
施設利用(%)			0.9
ナノテクCUPAL講習会(時間)			48
ナノテクCUPAL講習会(%)			1.8
調整(時間)	480	336	348
調整(%)	21.7	10.9	12.8
未配分課題の割合(%)	29.9	15.8	20.0
15A2を第1希望だが他BLに配分(件数)		1	5
10Cを第1希望だが他BLに配分(件数)		4	8
6Aを第1希望だが他BLに配分(件数)		0	0

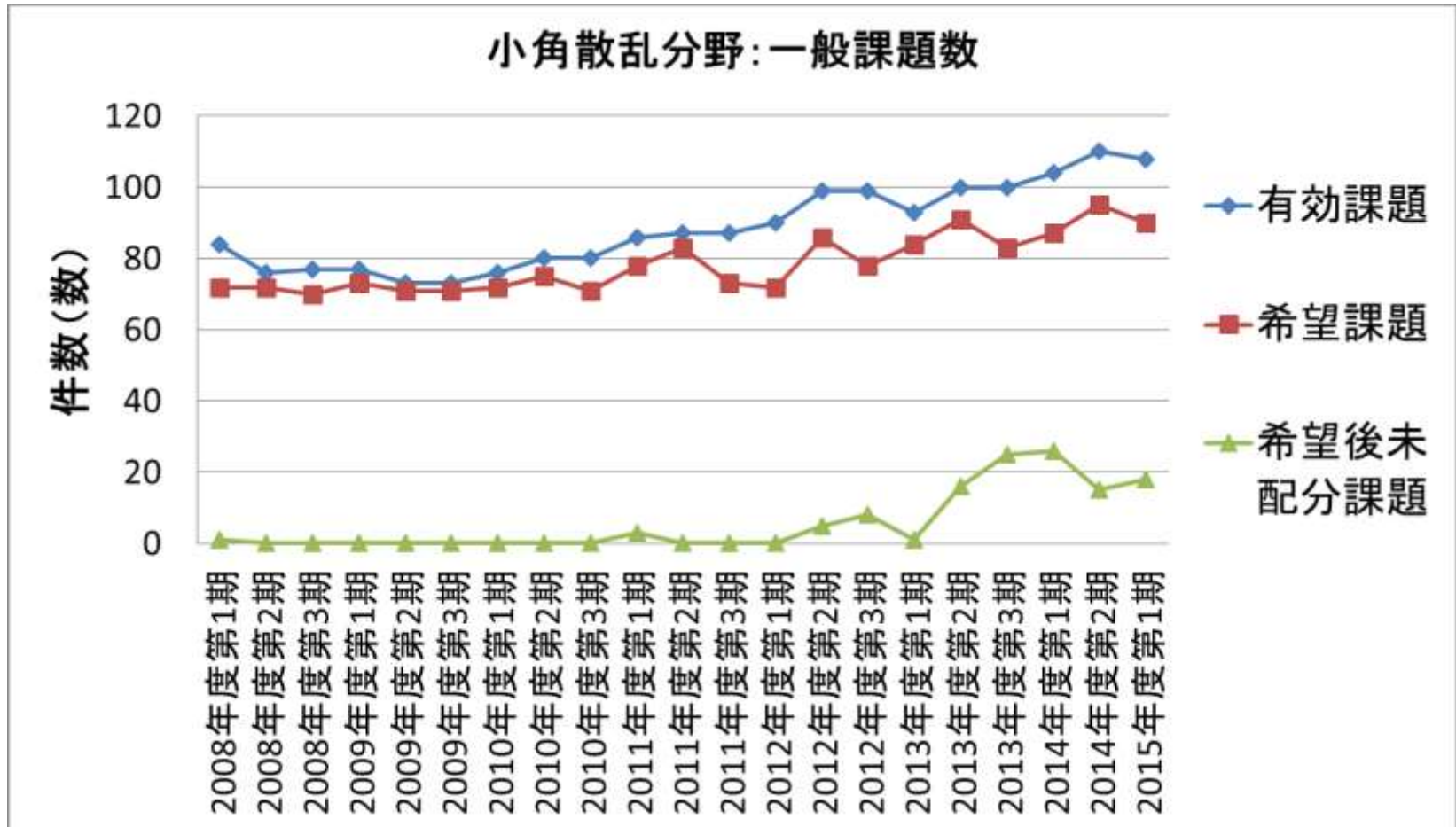
※2014年度第1期はBL-6Aと10Cの合算値。2014年度第2期以降はBL-15A2も合算。

小角散乱BLビームタイム配分状況2



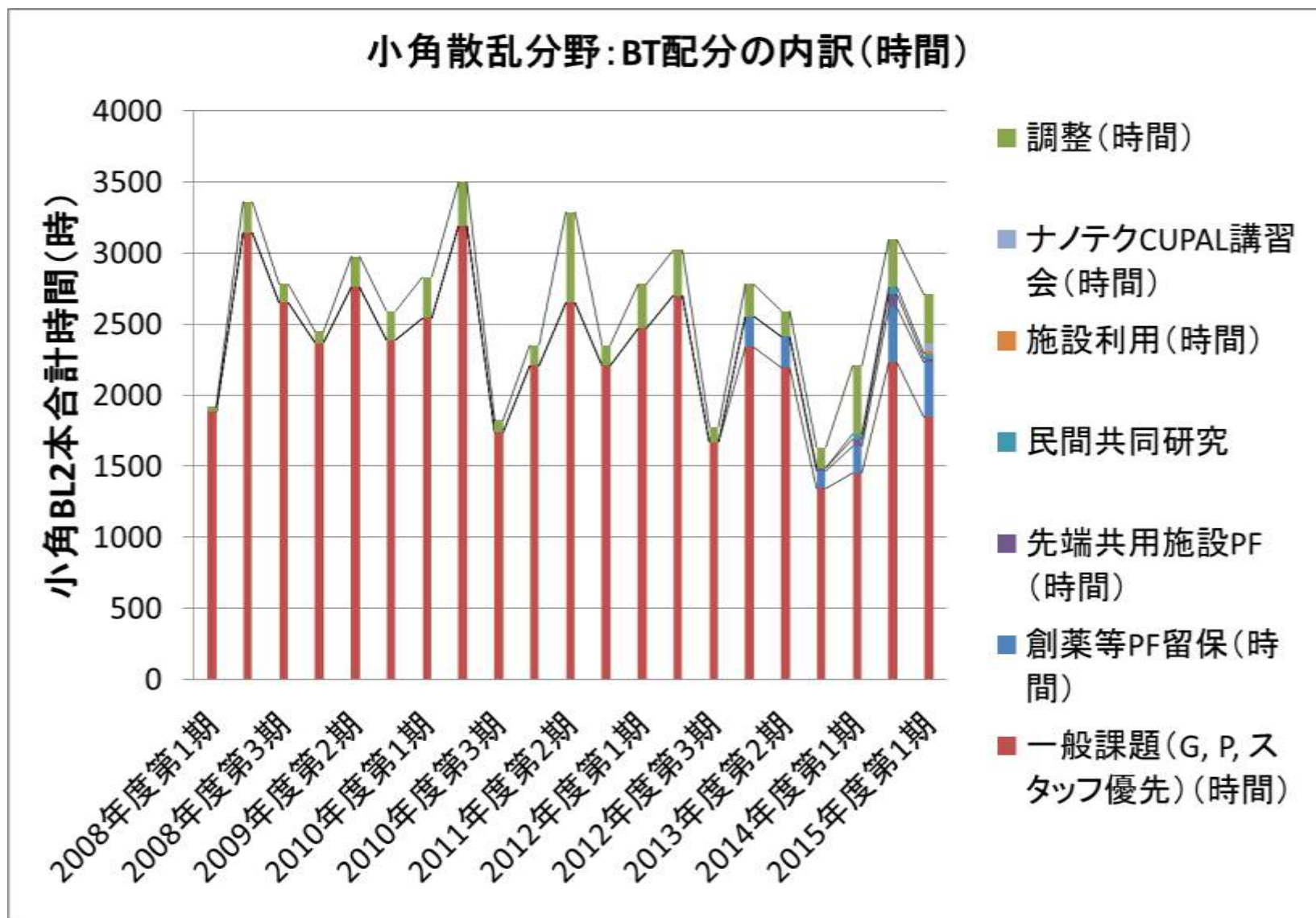
※2014年度第1期まではBL-6Aと10Cの合算値。2014年度第2期以降はBL-15A2も合算。

小角散乱BLビームタイム配分状況3



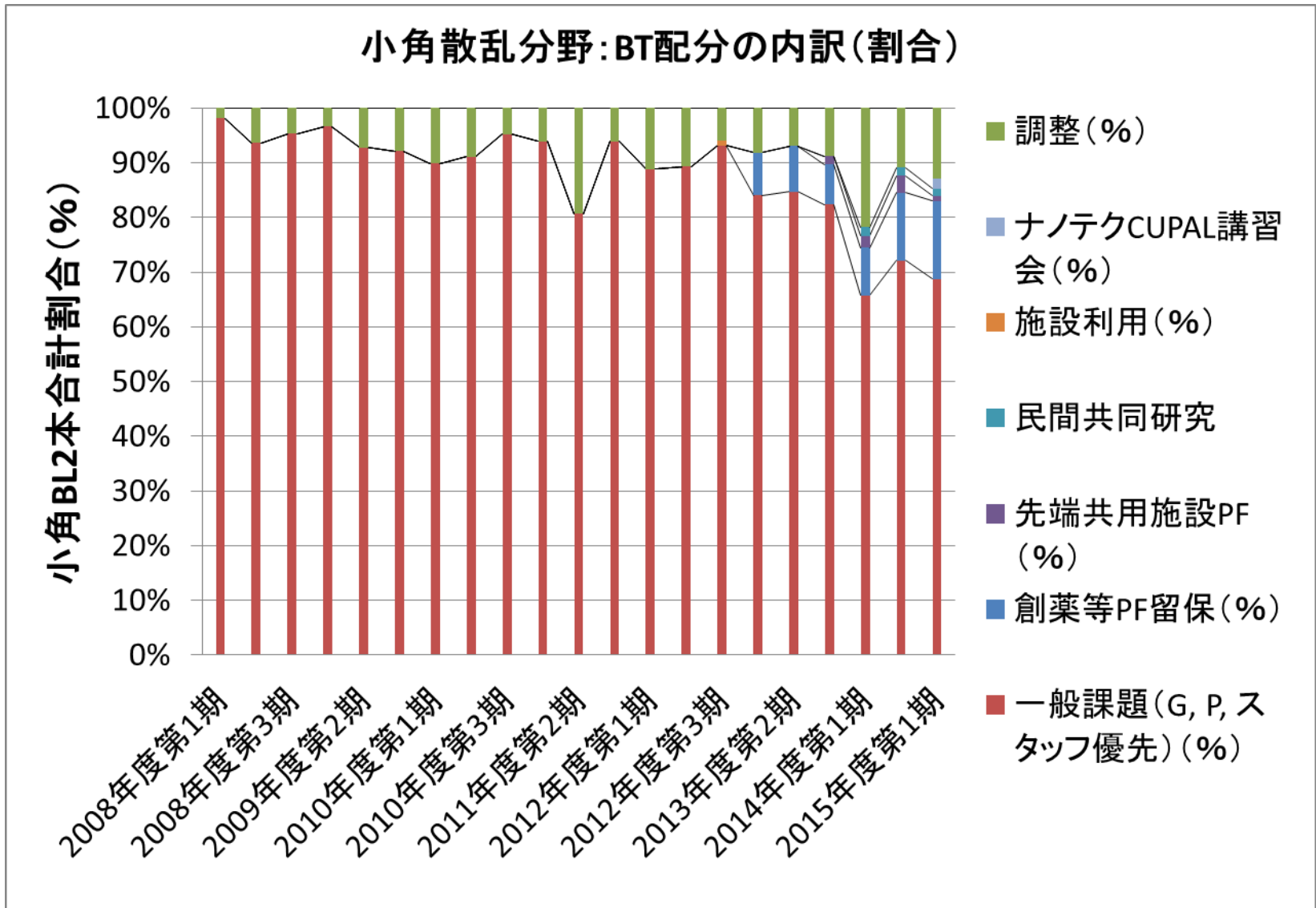
※2014年度第1期まではBL-6Aと10Cの合算値。2014年度第2期以降はBL-15A2も合算。

小角散乱BLビームタイム配分状況4



※2014年度第1期まではBL-6Aと10Cの合算値。2014年度第2期以降はBL-15A2も合算。

小角散乱BLビームタイム配分状況5



※2014年度第1期まではBL-6Aと10Cの合算値。2014年度第2期以降はBL-15A2も合算。