

小角散乱UG会議

日時: 2013年3月13日18時00分～

場所: つくば国際会議場中会議室201A

- 議題: 1) 新スタッフの紹介(西條慎也、上條亜衣)
- 2) BL-6A、BL-10Cの現状(清水)
 - 3) 新BL-15Aの建設状況(五十嵐)
 - 4) 2つのプラットフォームへの参画、及び高度化・BL運用計画(清水)
 - 5) 討論、ユーザーからの要望

1. 新スタッフ紹介

西條慎也 放射光科学第二研究系 博士研究員

創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業における溶液散乱実験の支援、及び構造生物学研究の展開

上條亜衣 放射光科学第二研究系 技術員

BL建設サポート、BL運用サポート、データ解析システム開発

<その他BLスタッフ>

清水伸隆、五十嵐教之	ビームラインサイエンティスト、全般
森丈晴	BL-6A運用サポート、BL-6A及び10C改修
大田浩正 (三菱電機SS)	BL-10C運用サポート、BL建設サポート
小山篤	新BL-15A建設

2013年3月13日
エポカルつくば

PF小角散乱ビームライン BL-6A, BL-10Cの現状

清水伸隆

(KEK 物構研 放射光科学一系)

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)
 - 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制御系、BL-6A, BL-10Cの高度化
 - 不具合報告
- ▶ 来年度の計画(小規模改良分)
 - 予定している開発・導入事項
 - サポート体制
 - HP、MLに関して

Photon Factoryの小角散乱ビームライン

	Target	Optics	X-ray Wavelength	Detectors	Camera Distance	Photon Flux and Beam Size
BL-6A	Hard materials Soft matters Biomolecules (Multi purpose, Time-resolve)	Bending Magnet Flat bent mirror (Ver.) Asymmetric cut monochromator (Hor.)	1.5 Å (fix) (8.27 keV)	(SAXS) PILATUS 300K (Hybrid pixel) C4880-10 (CCD+XR II) C7300 (CCD+XR II)	0.4 ~ 2.5 m	1.0 × 10 ¹² phs/sec @Slit full-open
				(WAXS) PILATUS 100K (Hybrid pixel) C9728DK-10 (Flat panel)		1.1 × 10 ¹¹ phs/sec @1.0 × 1.0mm ² 3.6 × 10 ¹⁰ phs/sec @0.6 × 0.6mm ²
BL-10C	Soft matters Biomolecules (Mainly Solution, Static)	Bending Magnet DCM Bent cylinder mirror (Ver. and Hor.)	1.488 Å (fix) (8.33 keV)	(SAXS) R-AXIS 7 (Imaging plate) PSPC	0.5, 1.0, 2.0 m	5.0 × 10 ¹¹ phs/sec @Slit full open
				(WAXS) -		3.5 × 10 ¹⁰ phs/sec @1.0 × 1.0mm ² 2.2 × 10 ¹⁰ phs/sec @0.7 × 0.7mm ²



今年度も両ビームライン共にユーザーフレンドリーで高精度なデータを収集できる実験環境を構築するために、高度化を実施した。

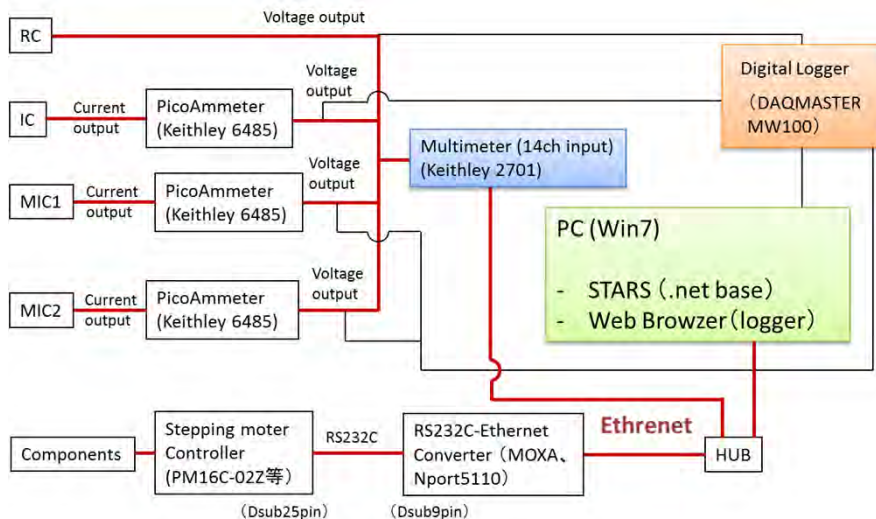
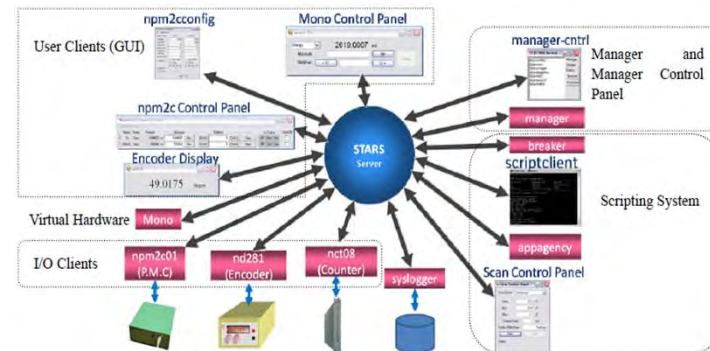
SAXS-BL共通制御GUIの整備(継続)

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

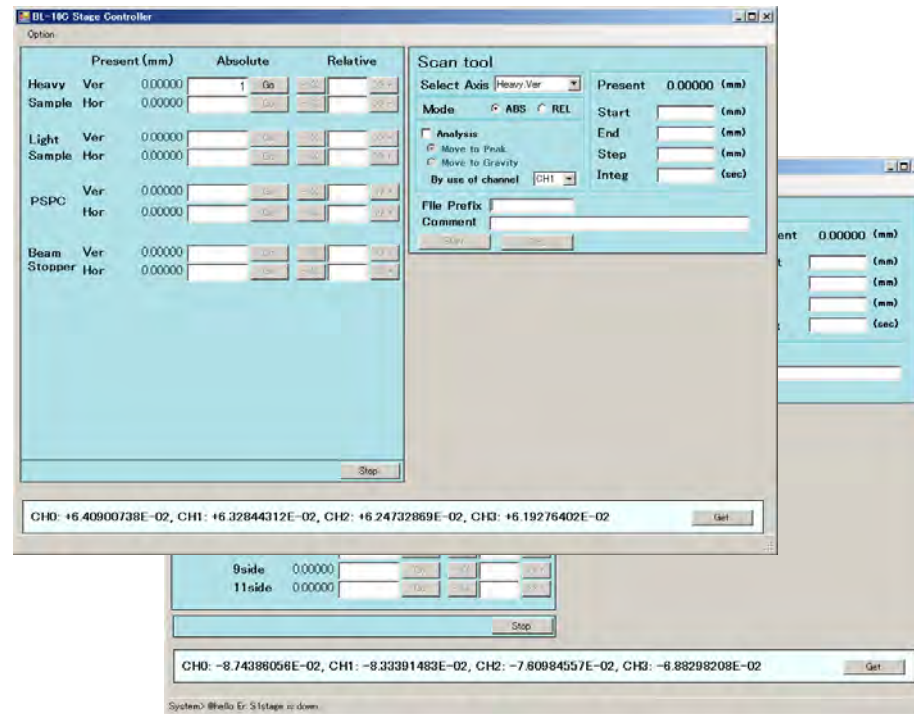


BL-6A, 10Cおよび新15Aで共通なシステム環境を整備し、ユーザーフレンドリーな実験環境を構築する

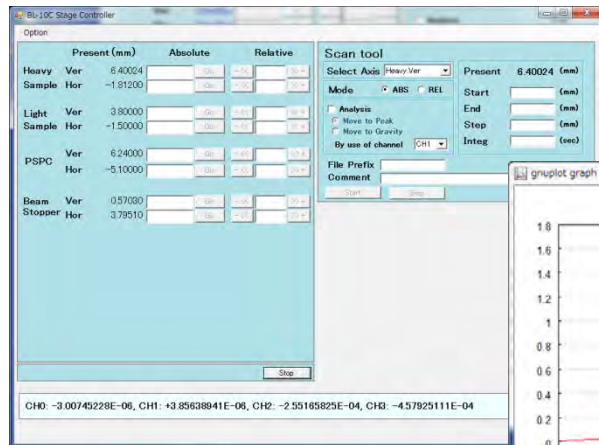
STARS(<http://stars.kek.jp/>)



※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

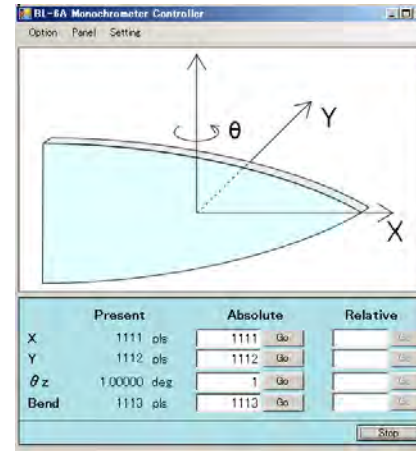
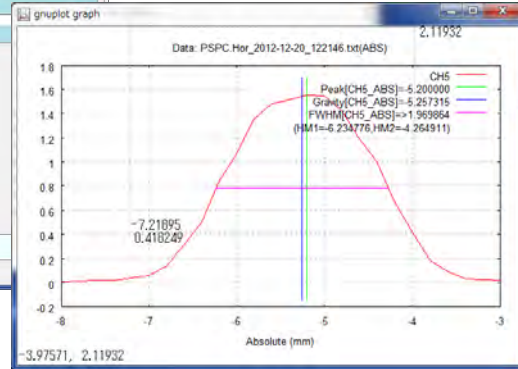


新BL制御GUI&Tool

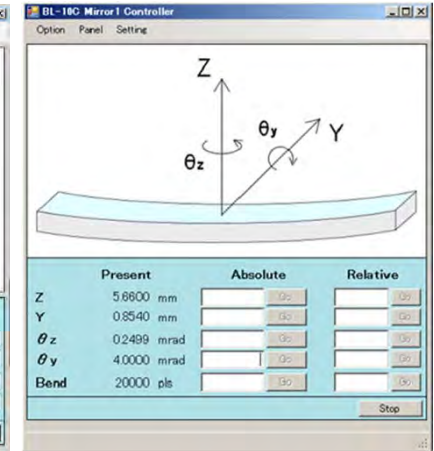


各種ステージ・スリット

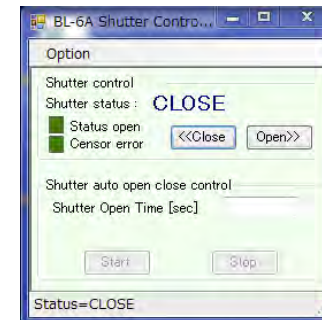
スキャンデータ表示



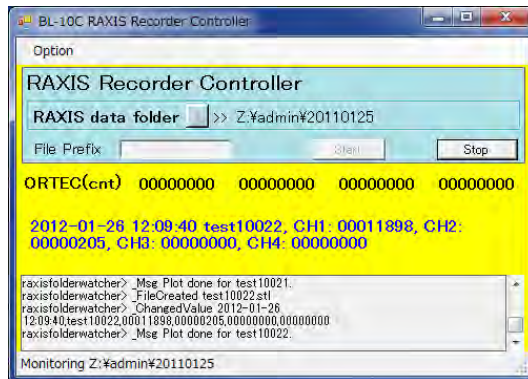
6A分光器



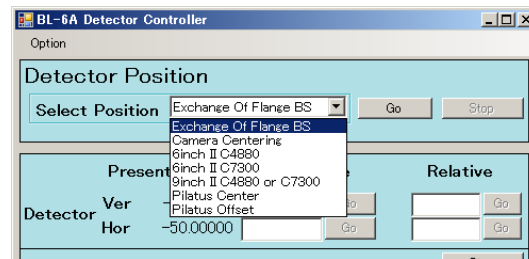
ミラー



X線シャッター



Ortec974カウンター



6A検出器架台

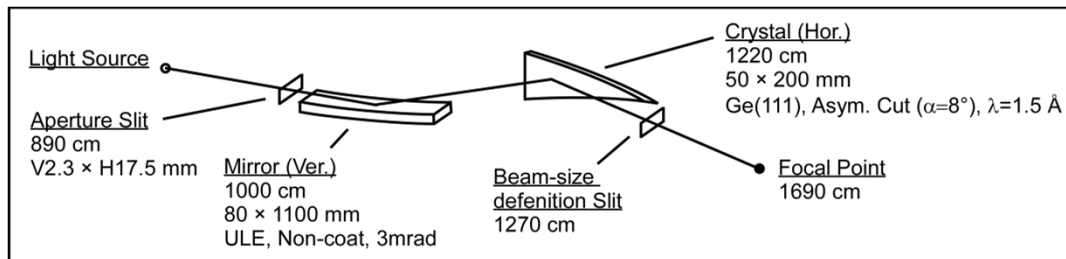
- BL-6Aは全ての調整ステージで導入済み。
- BL-10Cは実験ハッチ機器とミラーは完了。

ビーム強度モニター(イオンチャンバー+電流計等)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。

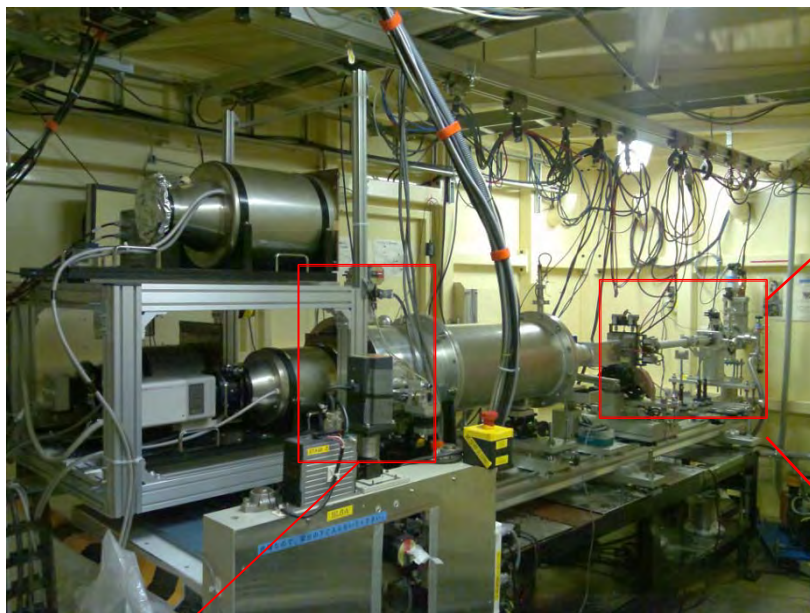
BL-6Aの高度化

実験ハッチ内の主に測定に関わる装置の高度化を実施

●BL-6A光学系



●BL-6A回折計

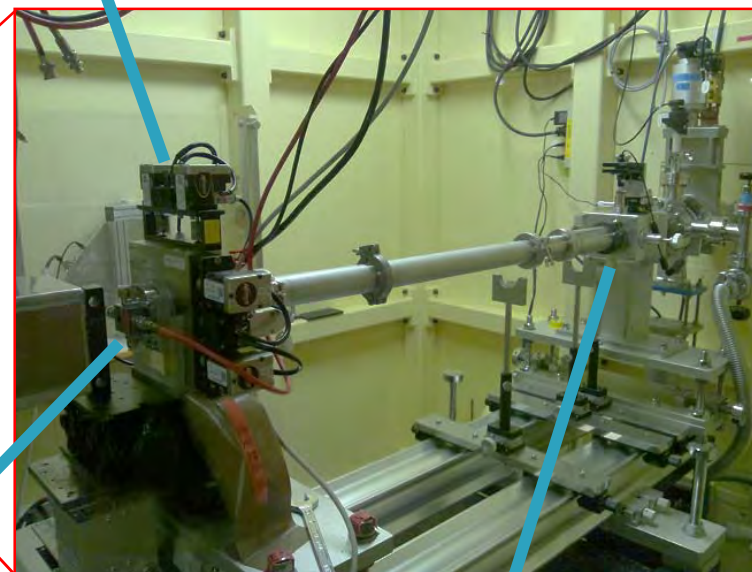


フライングBSを改造。ビームストッパーサイズを $\phi 9$ 、7、6、5、4mm、7×5、6×4mmが利用可能

大気層を極力短くするためにICから μ IC (Repic)へ置換え

試料直前の散乱ガードスリットを散乱レススリット (XENOCS) に置換え

簡便なパイプ交換方式に変更



検出器と同期可能なX線シャッターと光軸確認用反射レーザー系を備えた小型真空チャンバ

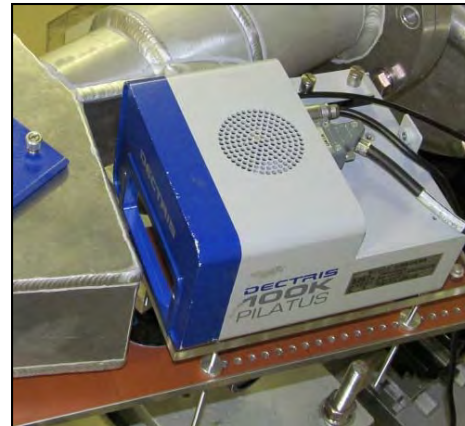
BL-6A:SAXS/WAXS同時計測系の整備1

2台の検出器を配置し、100~10nmと0.1nmオーダーの空間スケールの構造情報を一度に計測する

SAXS

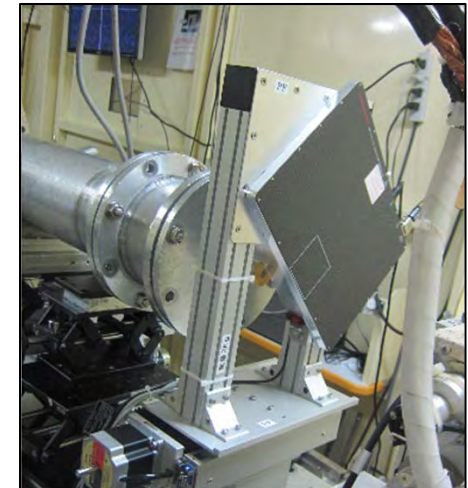


+



WAXS

or



C9728DK-10 (Flat panel)
(浜松フォトニクス)

◆New Detector:2012年10月~

- **PILATUS 300K (Hybrid pixel)**

Area: 83.8 x 106.5 mm²

Pixel size: 172 x 172 μm²

Dynamic Range: 20 bit (727,716 cnt)

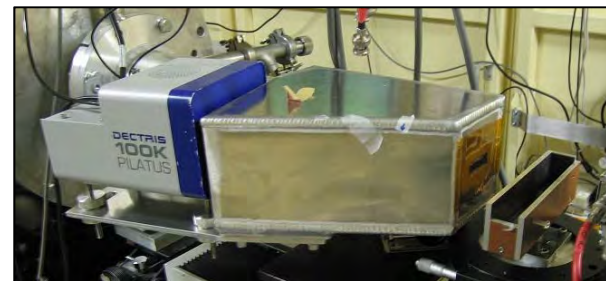
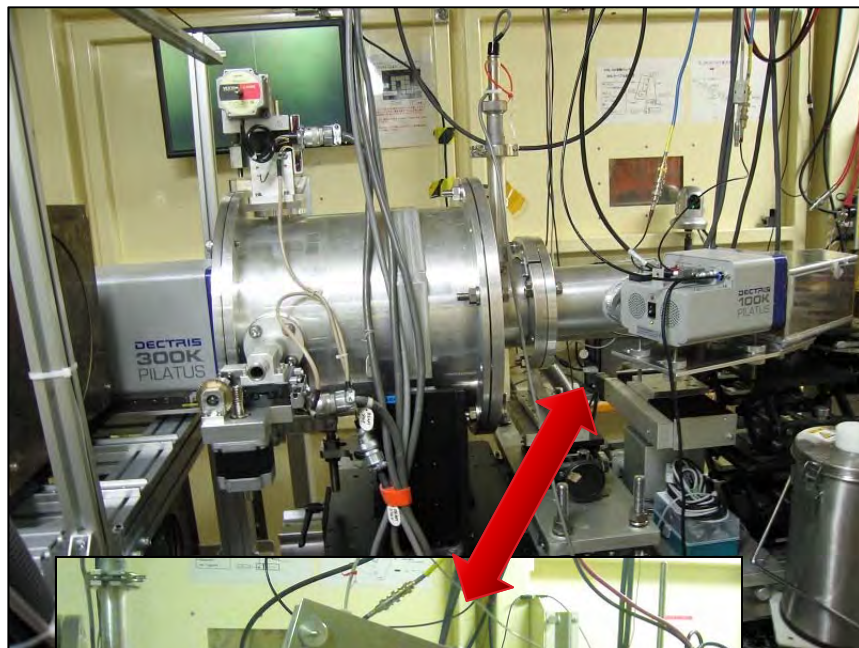
Frame rate: 200Hz

- **PILATUS 100K (Hybrid pixel)**

Area: 83.8 x 33.5mm²

Frame rate: 200Hz

BL-6A:SAXS/WAXS同時計測系の整備2

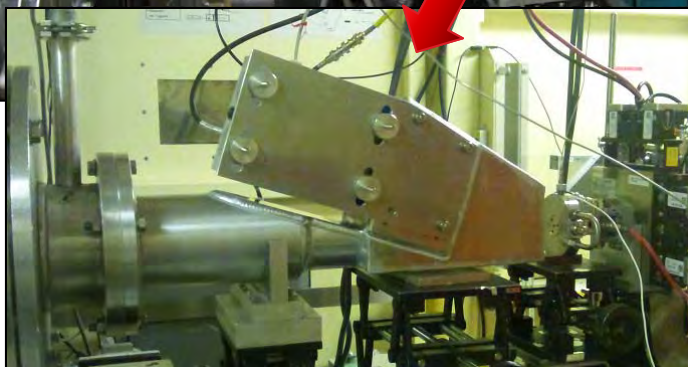


◆標準粉末試料:ベヘン酸銀

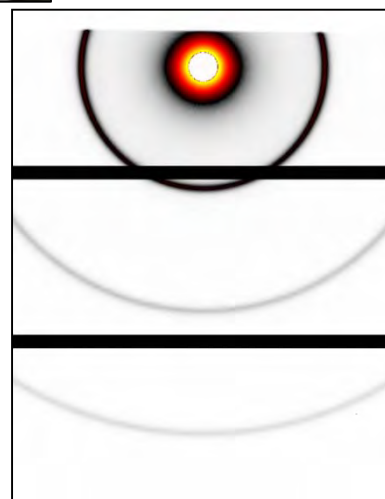
$\lambda=1.5 \text{ \AA}$, BSサイズ= $\Phi 6\text{mm}$

(SAXS) カメラ長:1020mm

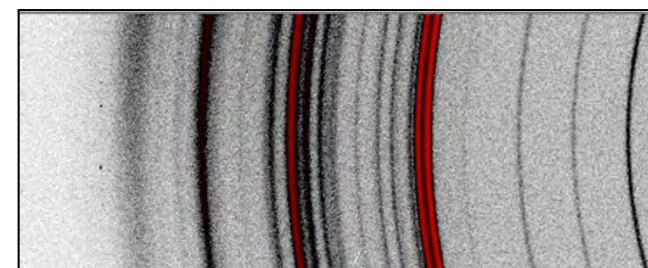
(WAXS) カメラ長:260mm、鉛直方向でダイレクトに対して18度傾けて設置



WAXS検出器の角度は水平面より上方の180度の範囲で変更可能



SAXS:2 θ :0.17~5.14 deg. (45~1.7 nm)



WAXS:2 θ :12.8~30.3 deg.
(0.67~0.29 nm)

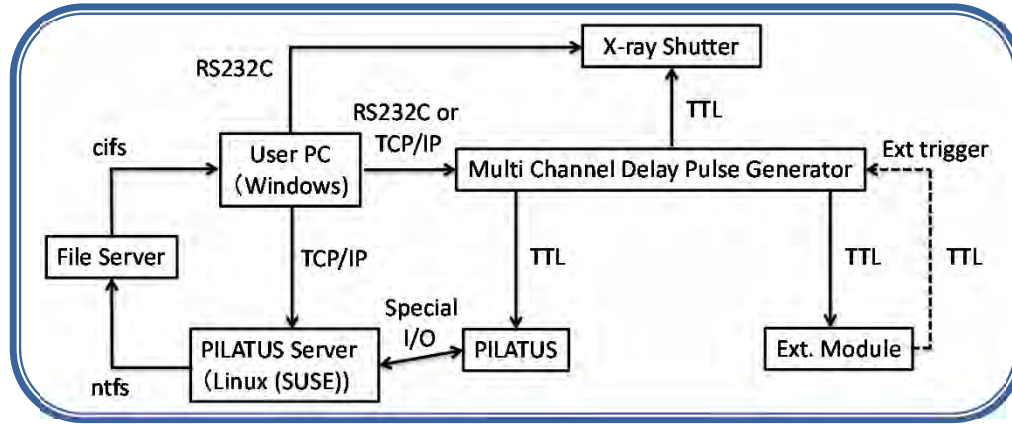


PILATUS 測定GUIの開発

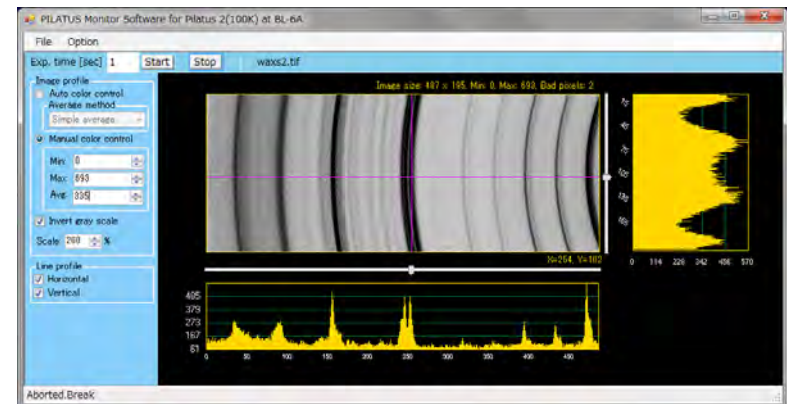
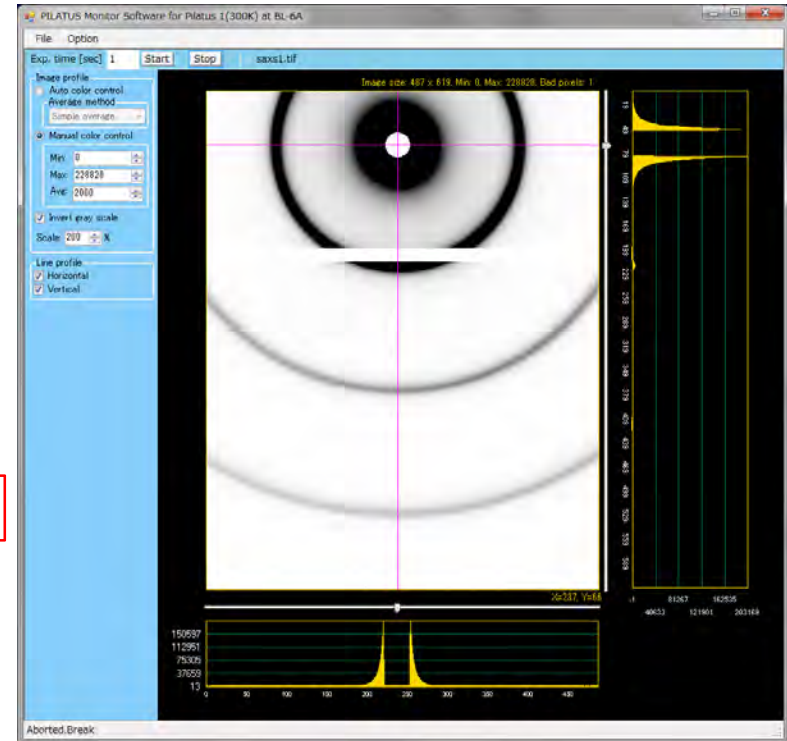
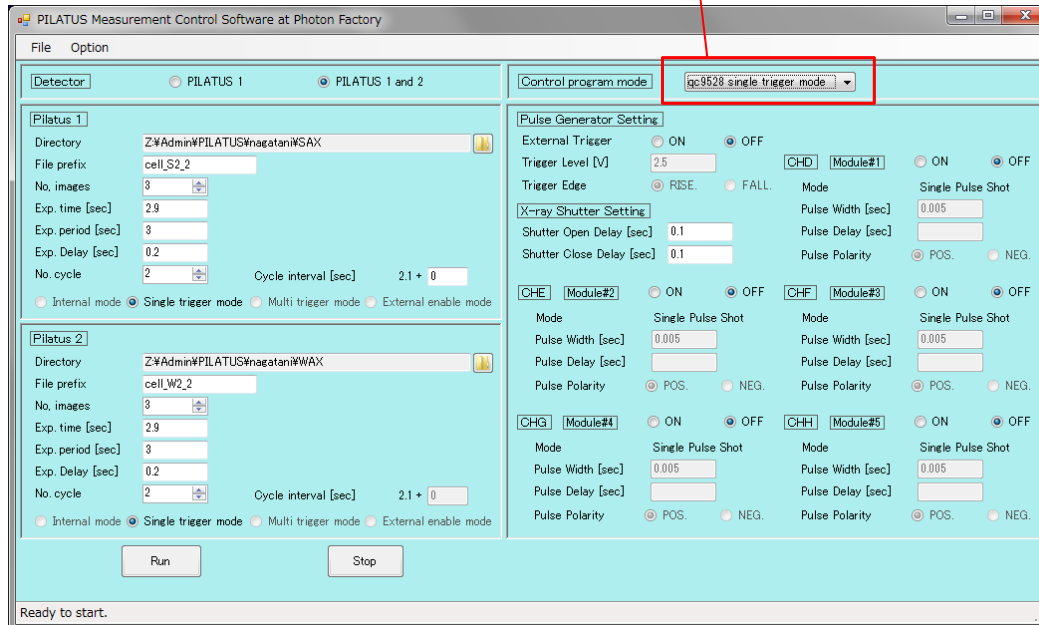
◆Image Viewer(Live機能有り)

動画モードでデータの状態を確認可能

◆ブロックダイアグラム



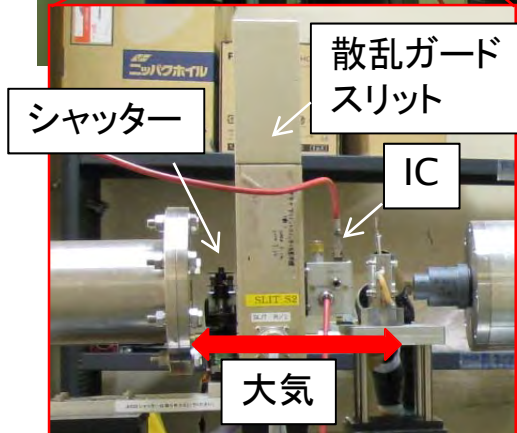
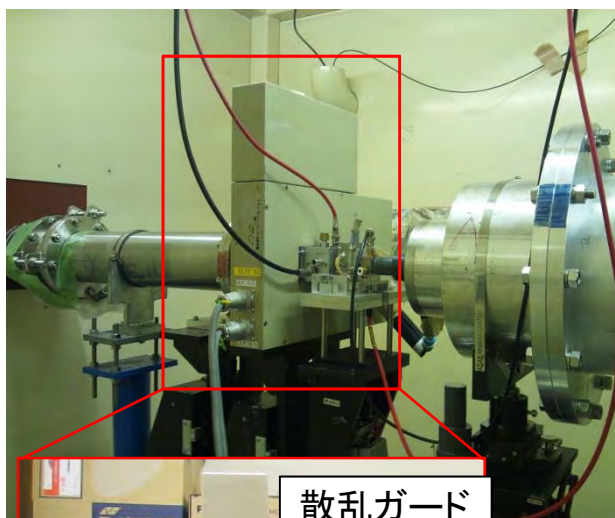
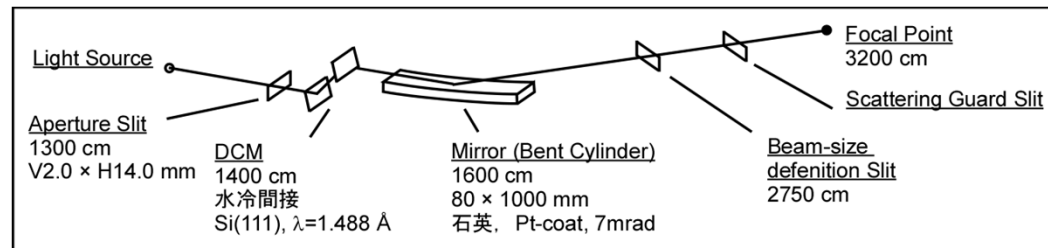
◆測定制御プログラム シャッターなどの制御モードを切替



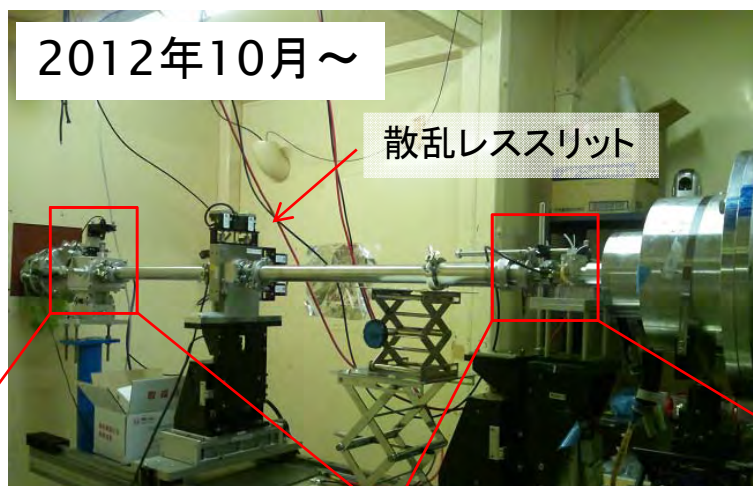
BL-10Cの高度化

データ精度及び小角分解能を向上させる為の高度化

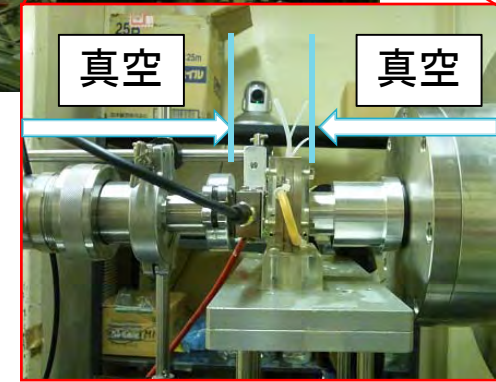
●BL-10C光学系



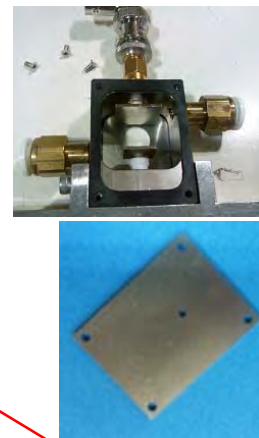
試料前に大気層がありバックグラウンドレベルが高い



小型真空チャンバ(X線シャッター&光軸確認用レーザー)



μ ICに変更し、さらに μ IC下流側にピンホール($\phi 1.4 \sim 1.6 \text{ mm}$)を設置



BL-10C: 低バックグラウンド化 & 小角分解能の向上

- 試料周辺部の大気層の最小化
- 散乱ガードピンホールを設置
- ノーズ: Kapton → SPERIO

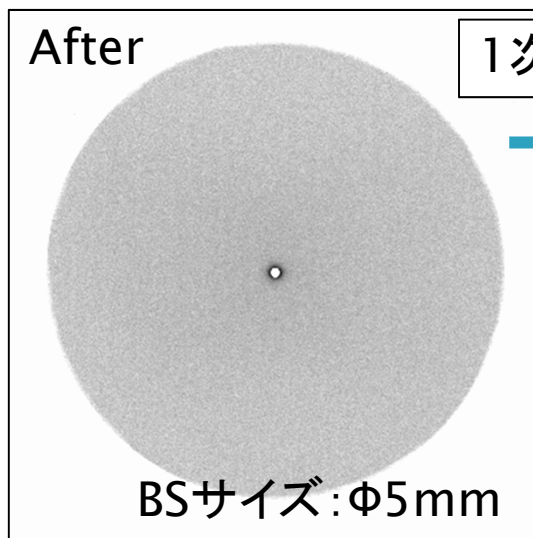
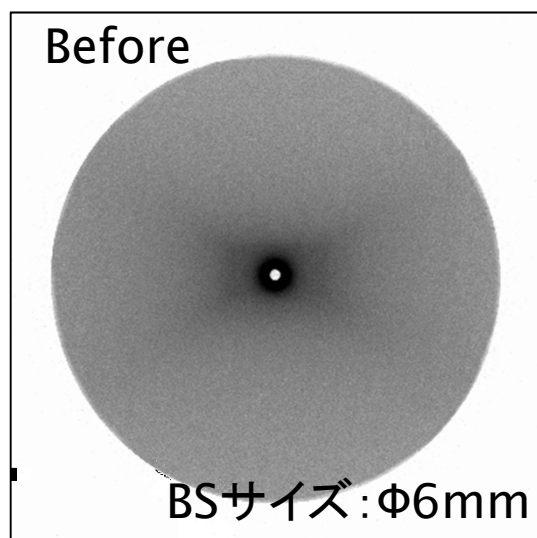
+

- アパーチャスリット開口量の最適化
➤ $V2.0 \times H50.0\text{mm} \rightarrow V2.0 \times H14.0\text{mm}$
- 光学系の再調整

- ▶ 集光点でのビームサイズが減少(高輝度化)
 - $V0.75 \times H1.4\text{mm} \rightarrow V0.48 \times H0.95\text{mm}(\text{FWHM})$
- ▶ 低バックグラウンド化
 - 高精度イメージデータの取得が可能
 - ビームストッパサイズ: $\Phi6 \rightarrow \Phi5\text{mm}$

➡ 小角分解能が向上

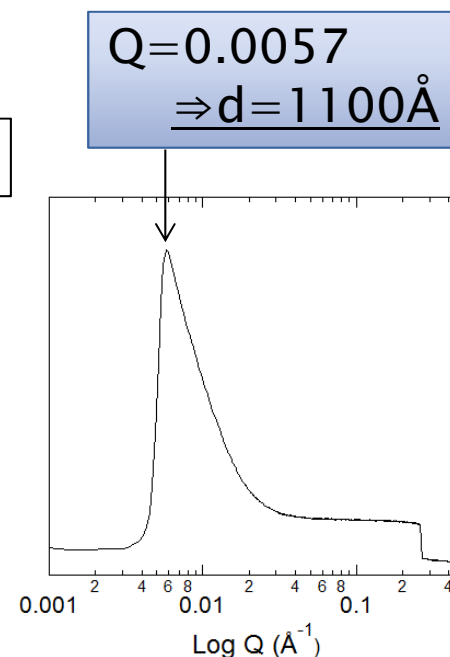
波長: 1.488\AA , カメラ長: 2.0m , 試料: 水, 露光: 1分



1次元化



Log (Intensity)



※同一コントラストで表示

不具合報告1

- ▶ **DSSのベローズが破断して真空リーク(10C、2012年10月25日 AM1:00頃)**
 - ベローズを交換して対応。
- ▶ **S2スリットモーター(1軸)の故障(10C、2012年11月25日)**
 - S1スリットを旧手動スリットとし、S1スリットをS2位置に設置して対応。
 - 国内では流通していないモーターのため、メーカーからの代替品を待って交換修復後、S1とS2を元の状態に復帰。
- ▶ **S2スリットより真空リーク(6A、2012年1月以降)**
 - ケーブル引き込み口からリークの模様。
 - 現在メーカーにて修理中。4月ビームタイム開始までに戻ってくる予定だが、間に合わない場合は、BL-9Cのスリットを利用できるように対応中。
- ▶ **その他の細かい不具合(対応済み)**
 - BL-10C: R-AXISコントロールソフトがクラッシュし、ファイルメニューが崩壊。
→マニュアルに対応策をアップ。
 - BL-10C: 透過のμIC用微小電流計で、使用するレンジ次第でアナログ出力値が飽和する。
→新しく別のモデルのピコアンメータを購入し導入。
 - BL-6A: 試料ステージやS2スリットがソフトウェアから制御できなくなる。
→ケーブルの差し直しや電源ON/OFFで復帰。継続調査中。

不具合報告2

- BL-6A: 電流値を積算するために利用している2Ch V/Fコンバータが故障中。
→ 現在、メーカーにて対応中。3月末までには結論が出る予定。
- BL-10C: S0スリットのブレードが一つ動かない。
→ 昨夏の停止期間中にステージ洗浄→今春更新予定
- BL-6A: C4880用PCのモニタラインが不調。
→ PC入れ替えやケーブル短縮等で対処
- BL-6A: FPD電源不調。
→ SBRC FPD用電源と交換して対応。結局不調では無く、REMOTEスイッチがONになっていたため。
- BL-10C: ノーズのスペリオが破れ、その影響でビームストップ破損。
→ いったん、Φ5mmに交換して対応し、Φ6mmはフライング用の膜を張り替えて対応。
- BL-10C: R-AXISのIP1の焼き付き
→ IP3をDefaultに設定。
- BL-6A: PFリンカム使用時に漏電
→ ファンの端末絶縁処理で再現しなくなった。OKと思われる。
- BL-10C: ネジがかんで試料ステージY軸動作不良
→ ネジを取出し、軸のメンテナンスを行い。リミットtoリミットでの動作確認OK。
- BL-10C: RAXISシャッター動作不安定
→ Trigger用BNCケーブルのインピーダンスが原因? ケーブルを抜いた後は、発生せず。
- BL-10C: 強度減少
→ S0スリットボックスを5mm程BL-9側に動かして固定して再調整後に強度復活。原因不明。
下流側S1では同様の現象は確認できない。
- BL-6A: Ortec974 4chカウンター不具合
→ 共通備品借り入れ中
- BL-6A: 昨夏のシャットダウン中に検出器架台対策完了

2013年4月以降に予定している改良など

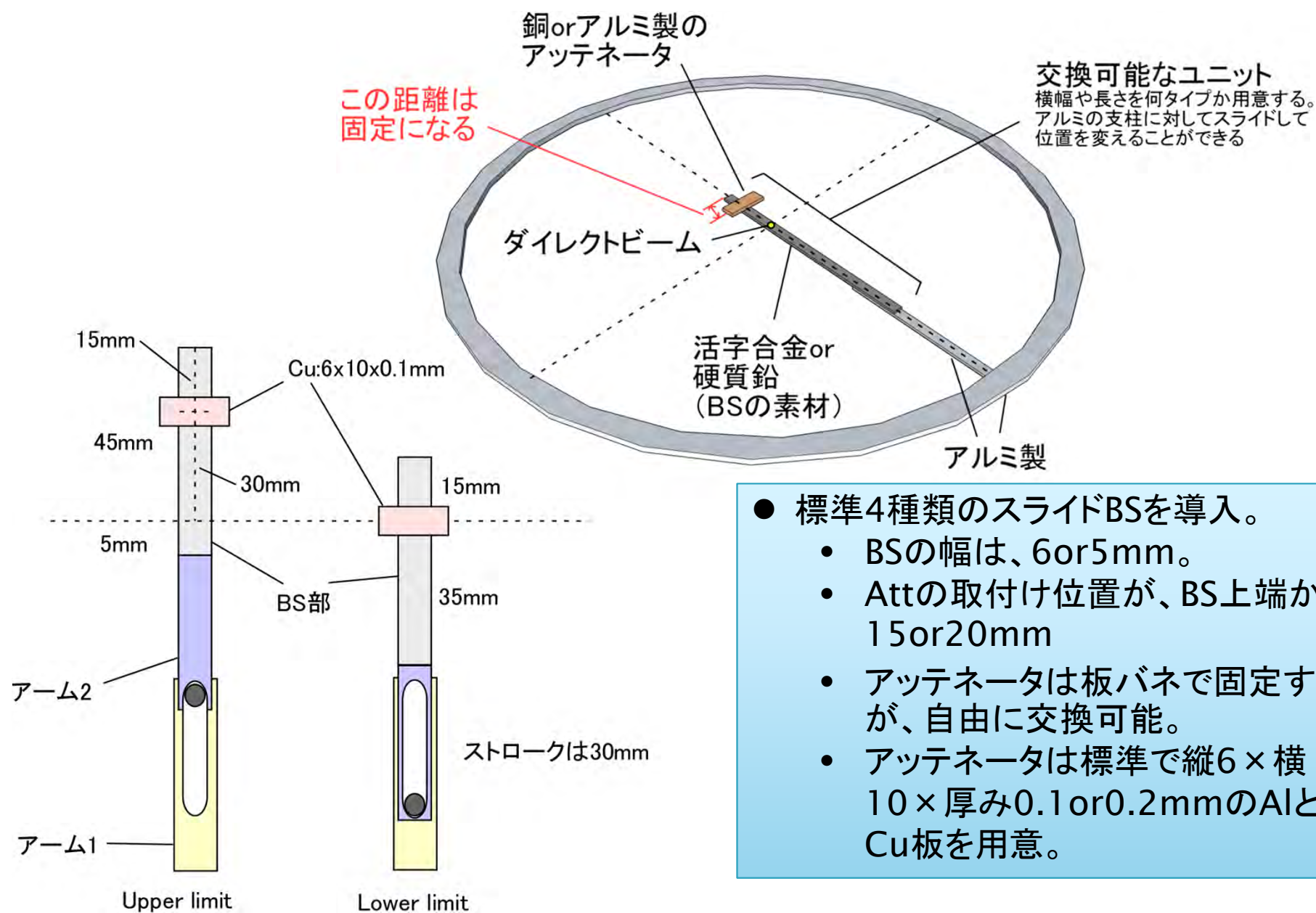
▶ BL-6A

- 小角側のPILATUS 300Kで測定時に、検出器面内のGAP領域(GAPのため測定できない領域)をカバーするために、同じ測定を検出器を一定量移動して繰り返すことが自動でできるようにソフトウェアを改良予定。
- PILATUSの(Live)Viewerプログラムに、測定後の最新イメージを自動で読み込み表示する機能を追加予定。
- GI-SAXS用のスライド式ビームストッパーを導入。
- 稼働不可としていたミラー前スリット(MSスリット)を更新。スリットサイズが変更可能に。

▶ BL-10C

- 新BL-15AのWAXS検出器PILATUS3-300KWを、4-6月の間BL-10Cで小角散乱用として、利用できます。
 - 300KWでは面積の問題から高角領域のS/NはAX-7に敵いませんが、バックグラウンドの差し引きなどは濃度に関係なく(おそらく)失敗しません。

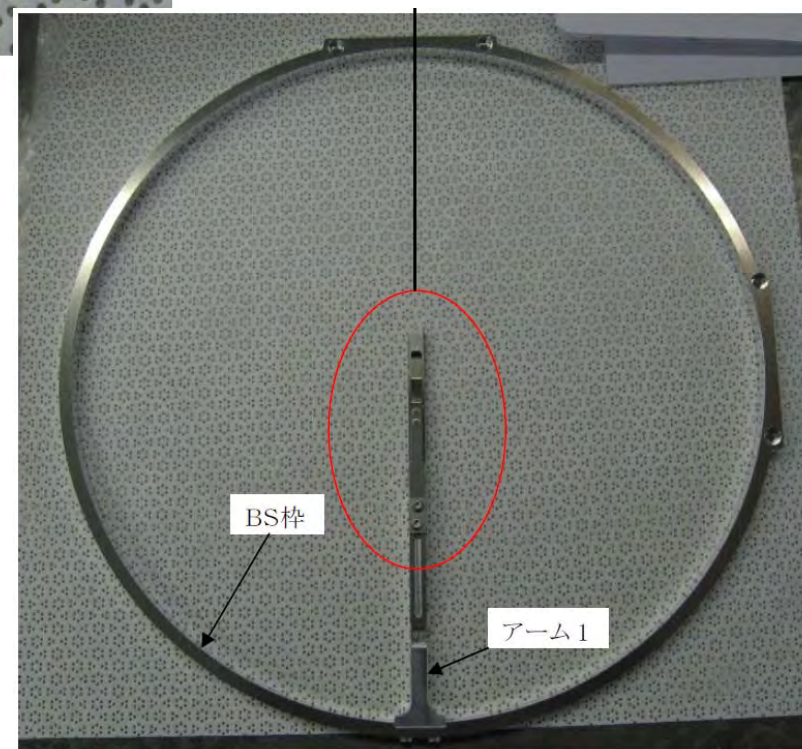
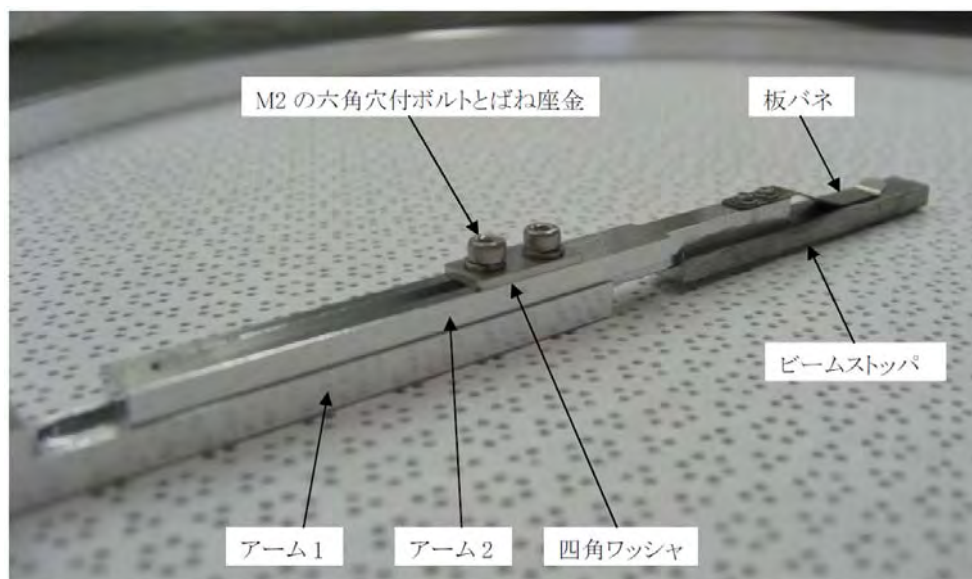
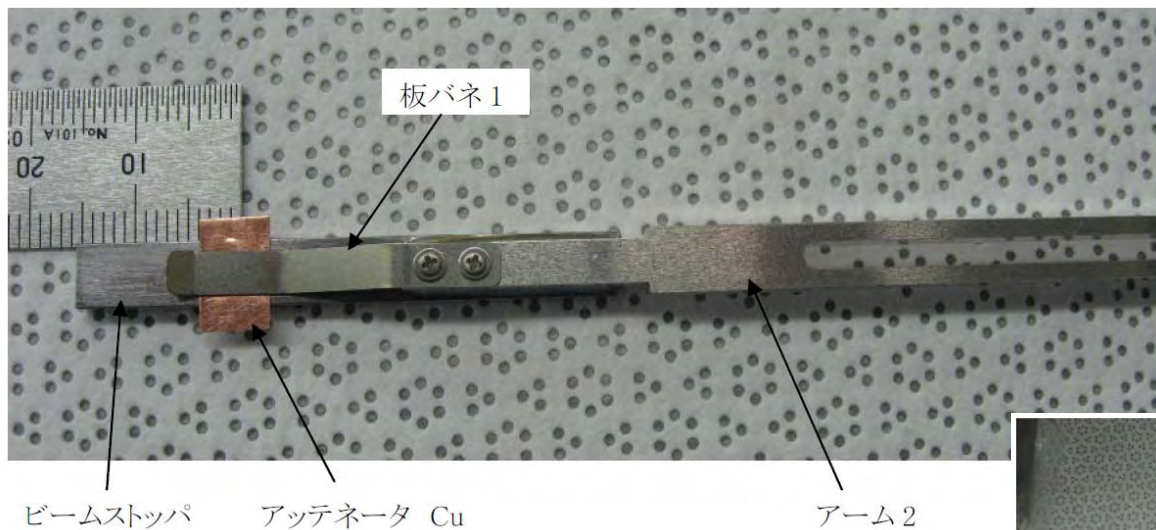
BL-6A: 用スライド式ビームストッパー



- 標準4種類のスライドBSを導入。
 - BSの幅は、6or5mm。
 - Attの取付け位置が、BS上端から15or20mm
 - アッテネータは板バネで固定するが、自由に交換可能。
 - アッテネータは標準で縦6×横10×厚み0.1or0.2mmのAlとCu板を用意。

BL-6A: 用スライド式ビームストッパー詳細

(株)理学相原精機よりの資料(2013年3月15日追加)



BL-10C:PILATUS3 300K-W

PILATUS K-SERIES

<https://www.dectris.com/>

	PILATUS 100K	PILATUS3 300K	PILATUS3 300K-W
			
Number of detector modules	1 x 1	1 x 3	3 x 1
Sensitive area (width x height) [mm ²]	83.8 x 33.5	83.8 x 106,5	253.7 x 33.5
Number of pixels in total	487 x 195 = 94'965	487 x 619 = 301'453	1475 x 195 = 287'625
Dead area/gap between modules	-	5.5%	0.9%
Maximum frame rate [Hz]	200	500	500
Readout time [ms]	2.3	0.95	0.95

- 利用を希望する方は、ビームタイム前(特に休日の場合)か当日朝に担当者にお伝えください。
- 他の検出器(PSPC/AX-7)との交換は通常勤務時間内(17時まで)とします。休日は朝のみの対応となりますので、ご了承下さい。

来年度のBLの運用形態

▶ BL-6A

- 平日は、五十嵐、森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)、清水を中心に対応します。(西條・上條さんに関しては、経験を積みながら検討していきます)。
- 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。
- PILATUS3 300K-Wのテスト運用にご協力下さい。

▶ BL-15A

- 10月以降にコミッショニングを行った上で、オープンになります。決まり次第、ご連絡出来ると思います。

▶ 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. 10CのPILATUS3 300K-Wに関しては、ビームタイム途中での交換はできませんので、ご了承下さい。

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、PILATUS関連のソフトウェアがほぼ完成しましたので、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1回タンパク質X線溶液散乱講習会

- ▶ 2013年5月22-23日で開催(PDISビームタイム)
- ▶ 基本的に初心者への教育を目的とした講習会

http://pfwww2.kek.jp/seminar/lecture/2013/Bio_SAXS_1/index.html

講師(敬称略)

- 上久保裕生(奈良先端科学技術大学院大学)
- 小島正樹(東京薬科大学)
- 佐藤衛(横浜市立大学)
- 清水伸隆(KEK物質構造科学研究所)
- 西條慎也(KEK物質構造科学研究所)
- 松村浩由(大阪大学)
- 松本崇(リガク)
- 姚関(北海道大学)

[▶ ページトップへ](#)

プログラム

5月22日(水) 講義

13:00-13:15	はじめに(開催主旨説明など)	(佐藤)
13:15-14:00	タンパク質X線溶液散乱の基礎～適用例	(上久保)
14:05-14:50	タンパク質X線溶液散乱の最新の解析	(小嶋)
14:55-15:25	PFのSAXS-BLの状況&BLでの測定・解析方法(清水)	
13:30-15:40	休憩	
15:40-16:10	ATSASプログラム群の使用方法	(西條)
16:15-16:45	実験室系の装置でのX線溶液散乱	(松本)
16:50-17:20	結晶解析と溶液散乱による相関解析1	(姚)
17:25-17:55	結晶解析と溶液散乱による相関解析2	(松村)
18:00-18:15	質問など	
18:30-20:30	懇親会	

5月23日(木) BLデモンストレーション&テスト測定

BL-10Cにて、標準試料等を用いた実際の測定～解析までのデモンストレーションを行います。

9:00-15:00	試料の準備(自動分注機のデモあり) 試料セルへのロード 測定(濃度バリエーション) データの1次元化 バックグラウンドの差引き 解析1(ギニエ領域の解析など) データの見方(凝集、粒子間干渉効果の判定、 溶液条件へのフィードバックなど) 解析2(P(r)関数の導出、ab-initio分子モデリング計算など)	
15:00-16:00	総合討論 -デモのみ参加の方は、ここで解散となります。-	
17:00-	テスト測定(実際にBL-10Cにて持ち込み試料のテスト測定を、 翌朝まで5グループ順番に行って頂きます)。	

第1回タンパク質X線溶液散乱講習会

2013年5月22-23日 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所

[ホーム](#) :: [開催概要](#) :: [プログラム](#) :: [お申し込み](#) :: [お問い合わせ](#)

開催概要

タンパク質などの生体分子を測定するX線溶液散乱法は、低分解能で溶液中の分子の構造情報を得ることができる手法です。この溶液散乱によるAb-initio構造解析によって得られた分子形状と、結晶構造などの高分解能構造を組み合わせる事で、広い空間スケールで分子の構造や機能を議論する事が可能となっています。本講習会では、最新の解析例はもちろん、結晶構造解析を専門とする研究者が溶液散乱データをどの様に活用しているのか紹介するとともに、試料準備から実験室や放射光ビームラインでの実際の測定・解析方法などに関して講習を行います。

主催

- 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所
- 創業等支援技術基盤プラットフォーム
(創業等支援技術基盤プラットフォーム/解析拠点/解析領域)
- (新学術領域研究)天然変性タンパク質の分子認識と機能発現

日時

2013年5月22日(水)～23日(木)

<お知らせ>

2013-03-11
参加申し込みを開始しました。

2013-03-11
ホームページを開設しました。

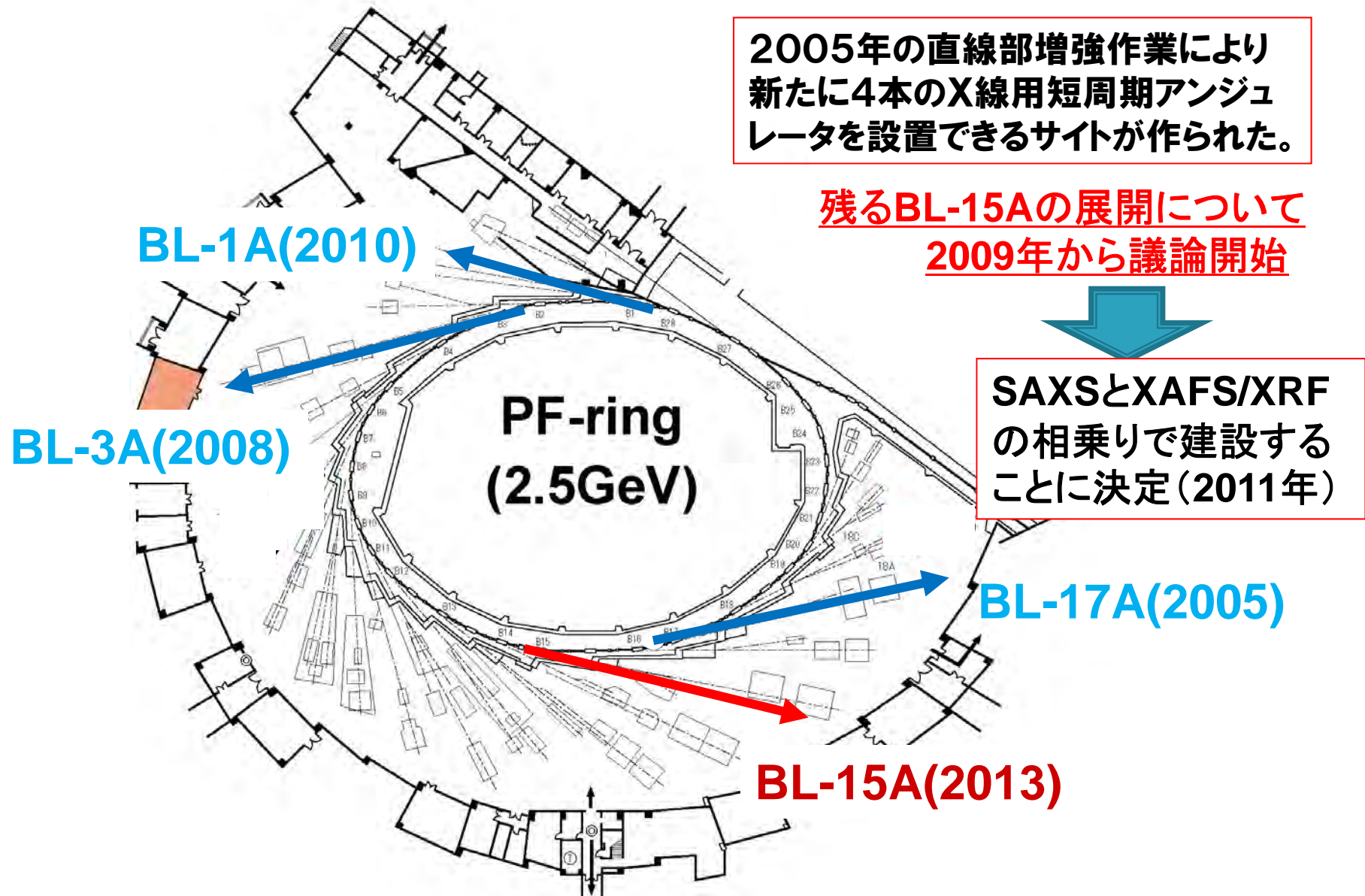
新BL-15A建設状況

2013年3月13日

UGミーティング

五十嵐教之(高エネ研・放射光)

PFリング短直線部とX線アンジュレータビームライン



要求ビーム性能と光学系の比較

SAXS	ビーム性能項目	XAFS/XRF
2~3, 6~7, 10~12	エネルギー (keV)	2.1~15 (連続)
100(H)x10-100(V)	サイズ (μm)	10-20
<0.3 mrad	発散	特に規定しない
>10 ¹⁰ phs/s	フラックス	エネルギー分解能の方が重要
2x10 ⁻³ で十分	エネルギー分解能	<2x10 ⁻⁴
大きな実験ハッチ	その他	エネルギーの高速掃引
低発散型光学系 高散乱能の分光 なるべく少ない光学素子	光学系	縮小光学系 高分解能の分光 高次光抑制鏡(ダブルミラー)

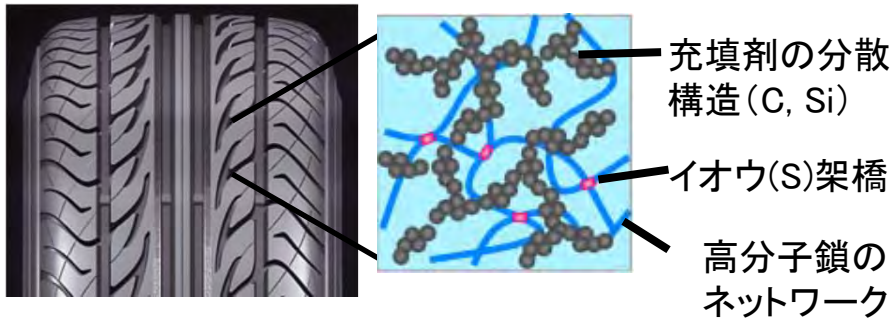


迅速切替可能なタンデムビームライン

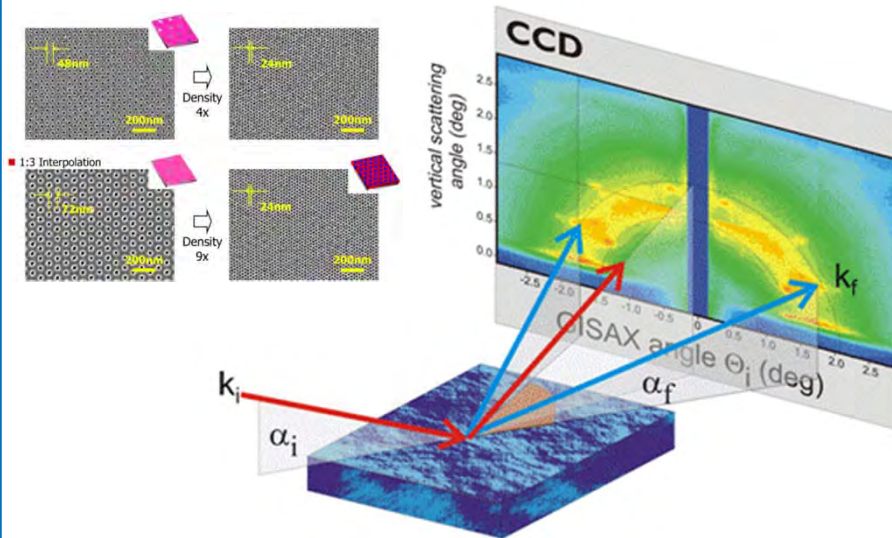
新BL-15Aの研究展開例

低エネルギー高輝度ビームを利用した小角散乱測定研究

①ソフトマテリアル材料研究での利用



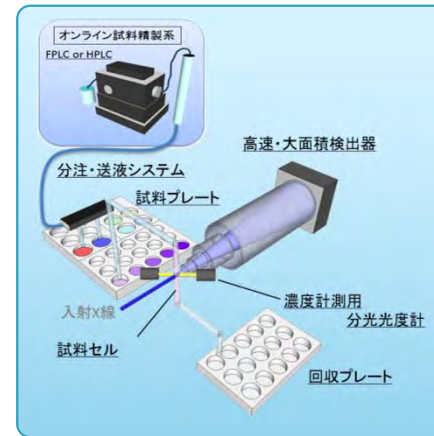
②機能性膜の構造機能研究での利用



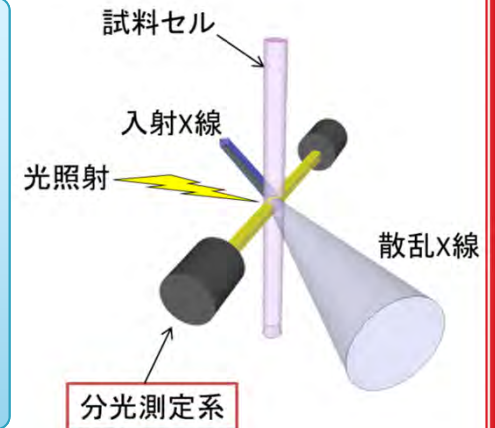
高分子フィルムや生体膜等の機能性膜、表面構造

高輝度ビームを利用した高速／ワイドエリア小角散乱測定

①ハイスループット測定



②高速時分割測定



③ワイドエリア小角散乱

- ・低発散ビーム
- ・幅広いカメラ長
- ・広い測定エリア
- ・エネルギー選択

X線シャッター

X線

試料セル

2次元検出器

小角分解能: 長尺回折計 $\leq 400\text{nm}@7.3\text{keV}$

GI回折計 $\leq 300\text{nm}@2.1\text{keV}$

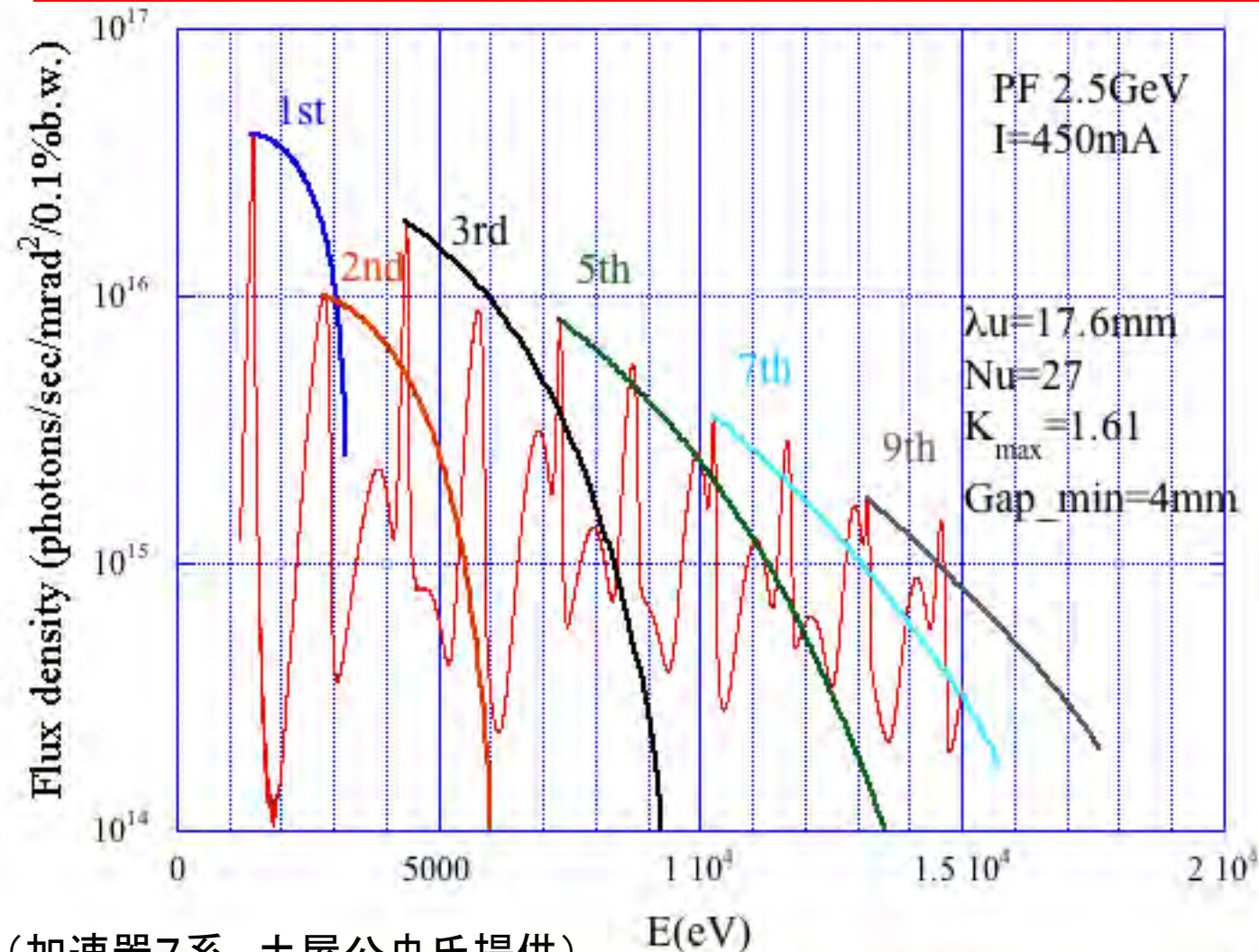
CD=6.5m(op.) $\leq 700\text{nm}@7.3\text{keV}$

高角分解能: CD=250mm $\geq 0.17\text{nm}@13.2\text{keV}$

光源：短周期アンジュレータ

○SAXS: 高輝度性を重視⇒なるべく多い周期数

○XAFS: エネルギーの連続性重視(偶数次光も利用)⇒なるべく長い周期長



周期長:17.6mm
周期数:27

1,2,3,5,7,9次光
利用により、広い
エネルギー範囲
での連続掃引

・GAPと分光器と
の協調駆動制御

(加速器7系 土屋公央氏提供)

分光器

- Si(111)二結晶、液体窒素冷却
- 2.1~15 keV(7~72 deg)
- 高速掃引(0.2 deg/sec以上、BL-9Aより高速)
- 計算結合による疑似カム多軸協調制御
- アンジュレータGAPとの協調駆動
(一定速で駆動するアンジュレータのGAP値を直読し、分光器の4軸(θ 、 $\Delta\theta$ 1、Y1、Z1)がリアルタイムで追従)

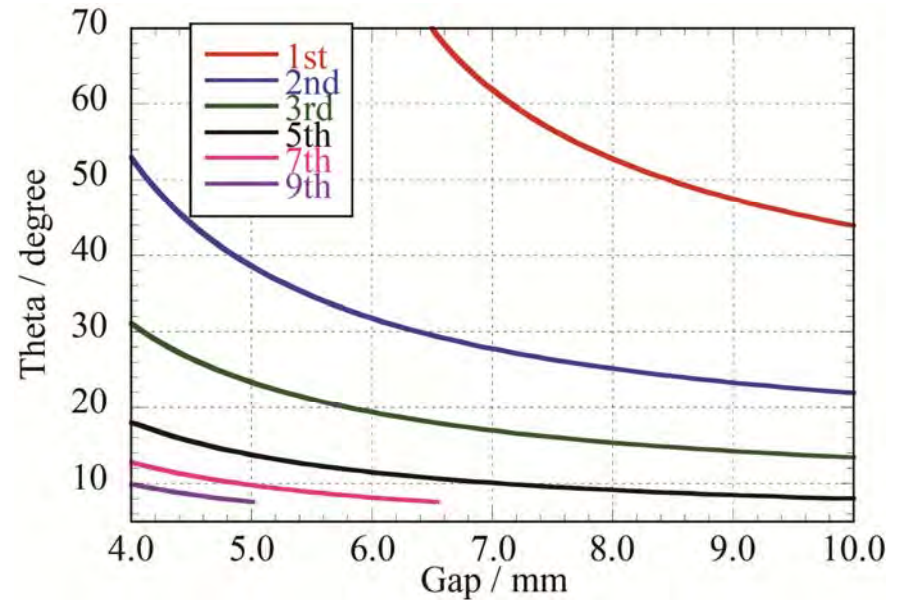
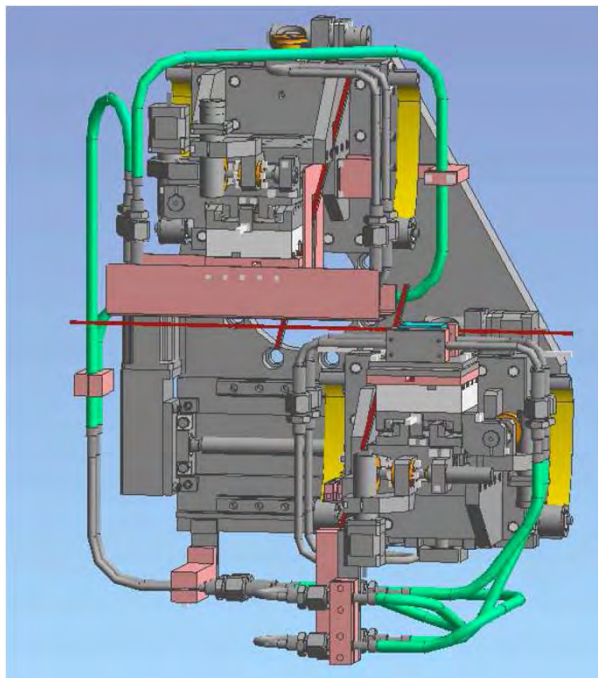


図. GAPと分光器主軸角の関係

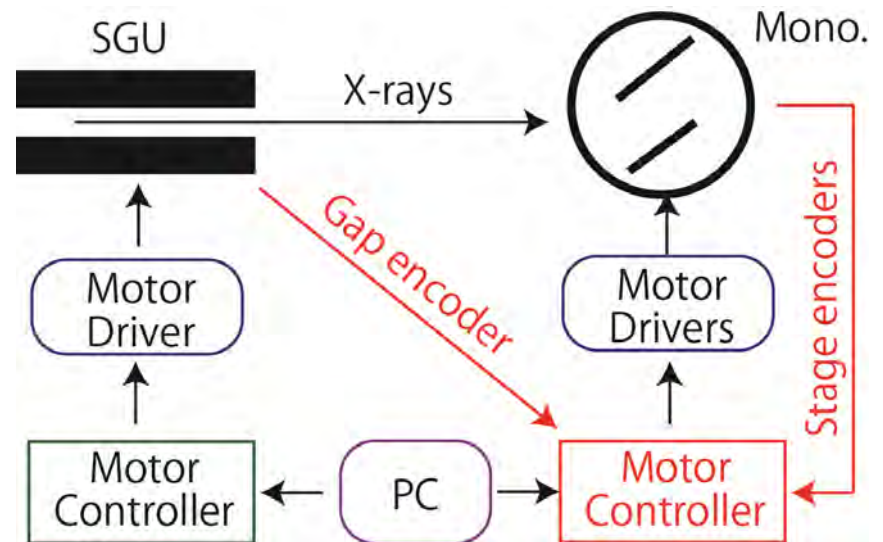
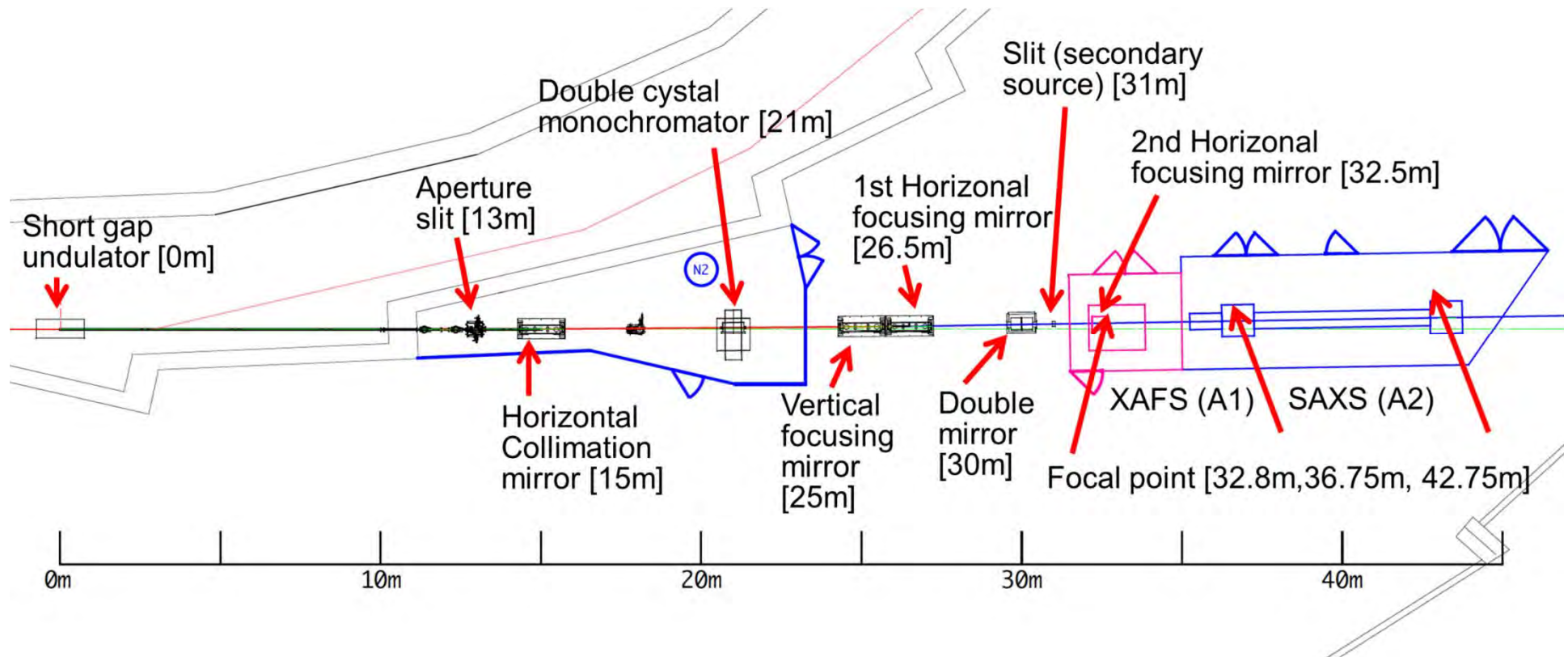


図. 制御信号略図

光学系：ビームライン配置図

- XAFS/XRF(A1)、SAXS(A2)のタンデム配置
- 挿入光源と分光器との同期制御による高速エネルギー掃引
- 差動排気システムの導入により、窓材を排除(低エネルギー域での強度向上)
- 主要光学素子を床フレーム上に配置し、適切な振動抑制対策
- 仮想光源システムを用いたミラー集光光学系 (水平方向)
- Double-surface可変形ミラーによる強集光と低発散光学系の迅速切り替え



BL-15A床補強工事

3月15日～4月4日

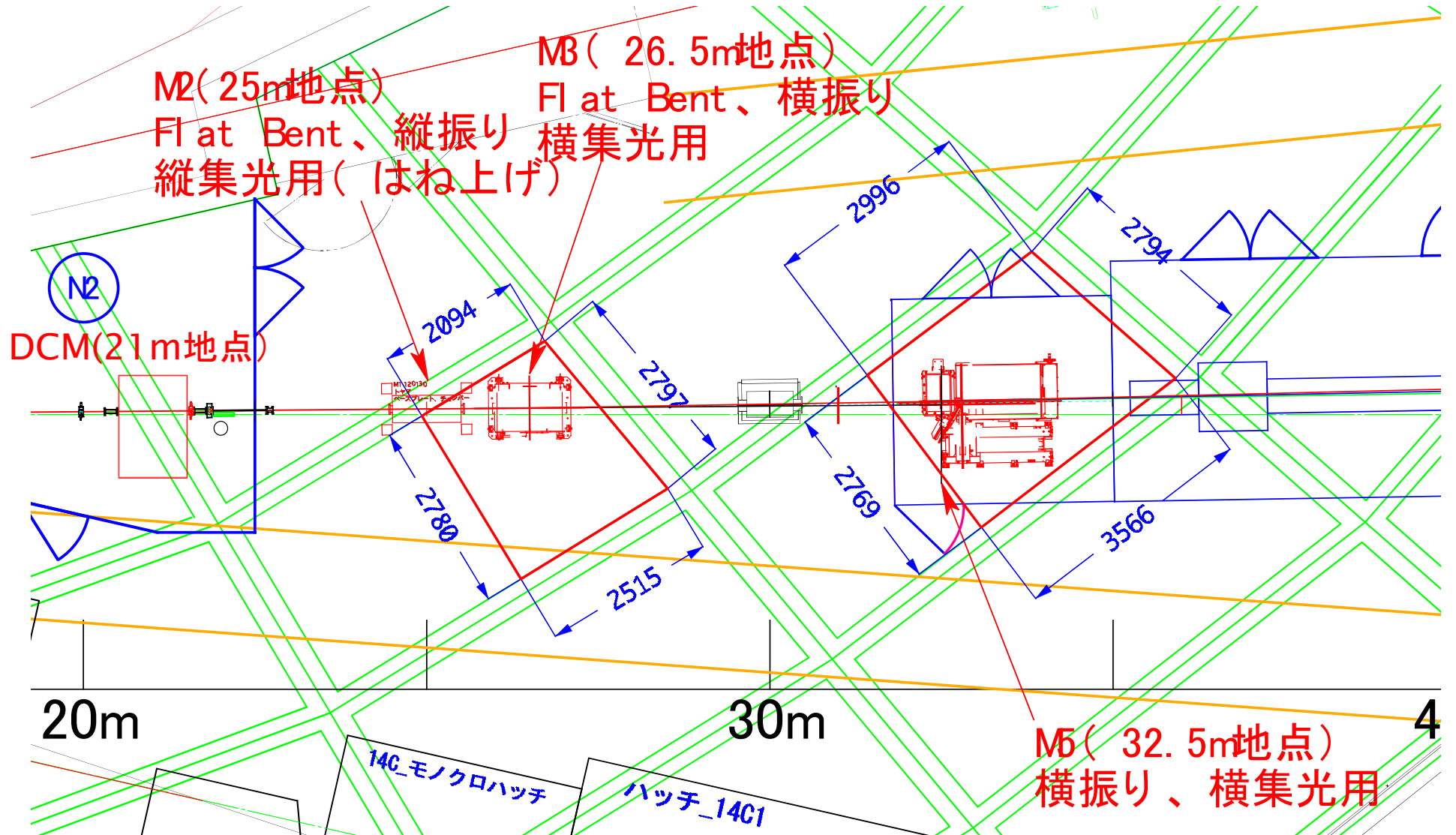
墨だし、養生、床撤去、穴掘り、砕石固め

4月8日～4月26日

リング運転(*穴の周辺に柵を作る、次頁)

4月26日～5月2日

鉄筋組み、コンクリート打ち



参考)BL1A 床工事(2009年)



床はつり(春のシャットダウン中)



鉄筋組み(4月運転終了後)



コンクリート打ち(黄金週間中)



完成 重量物は1ヶ月後以降

主要ビームラインコンポーネント

距離	名称	仕様
0 m	アンジュレータ	周期長 17.6 mm 周期数 27 最大K値 1.61
15 m	水平方向平行化ミラー (M1)	Aspherical Flat Bent Rh コート 4.0 mrad、水冷
21 m	二結晶モノクロメータ	Si(111) 7 ~ 72 deg 液体窒素冷却、高速協調駆動
25 m	鉛直方向集光ミラー (M2)	Flat Bent Rh コート 4.0 mrad
26.5 m	水平方向前段集光ミラー (M3)	Flat Bent Bimorph Rh コート 4.0 mrad
30 m	高調波除去ミラー (M4)	Double Flat Ni コート 0 ~ 12 mrad
31 m	4象限スリット	仮想光源点
32.5 m	水平方向後段集光ミラー (M5、XAFS実験装置上)	Double-Surface Bimorph Rh コート 4.0 mrad

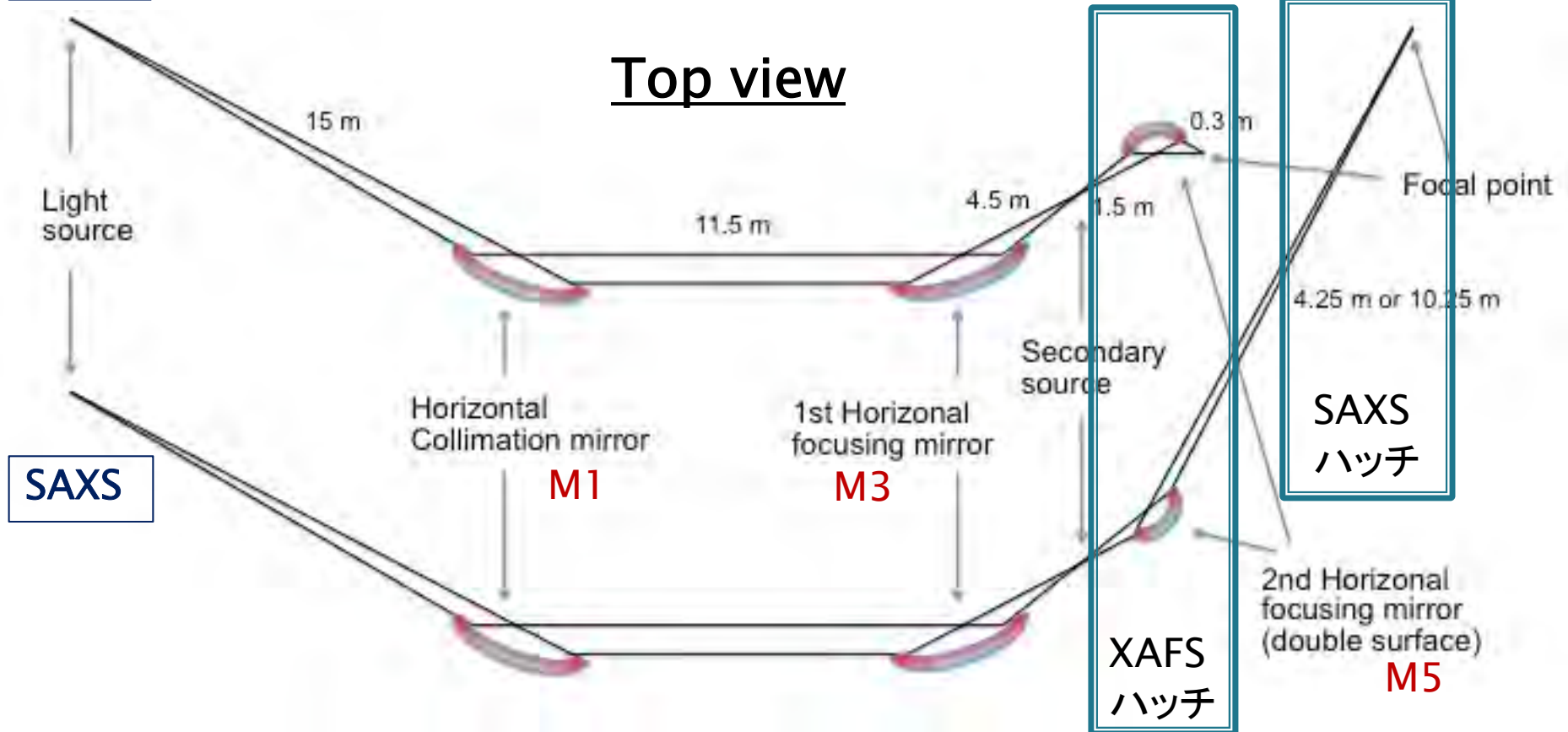
主要ビームラインコンポーネント

距離	名称	仕様
0 m	アンジュレータ	周期長 17.6 mm 周期数 27 最大K値 1.61
15 m	水平方向平行化ミラー (M1)	Aspherical Flat Bent Rh コート 4.0 mrad、水冷
21 m	二結晶モノクロメータ	Si(111) 7 ~ 72 deg 液体窒素冷却、高速協調駆動
25 m	鉛直方向集光ミラー (M2)	Flat Bent Rh コート 4.0 mrad
26.5 m	水平方向前段集光ミラー (M3)	Flat Bent Bimorph Rh コート 4.0 mrad
30 m	高調波除去ミラー (M4)	Double Flat Ni コート 0 ~ 12 mrad
31 m	4象限スリット	仮想光源点
32.5 m	水平方向後段集光ミラー (M5、XAFS実験装置上)	Double-Surface Bimorph Rh コート 4.0 mrad

水平強集光、低発散ビーム切替光学系 (仮想光源、double-surface可変形ミラー)

XAFS

SAXS



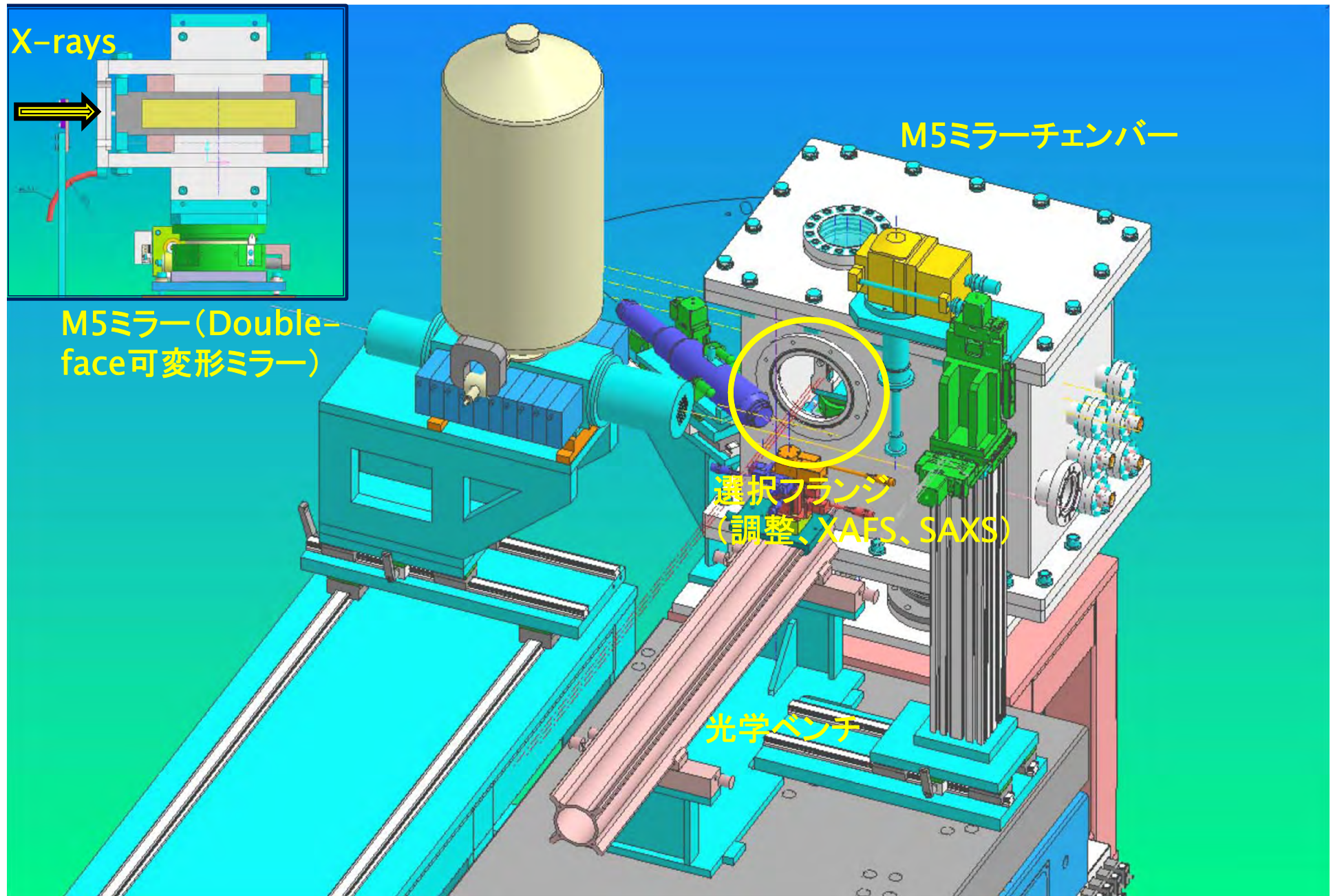
各集光点での非対称率

XAFS/XRF : 16.7:1 (15.0:4.5 x 1.5:0.3)

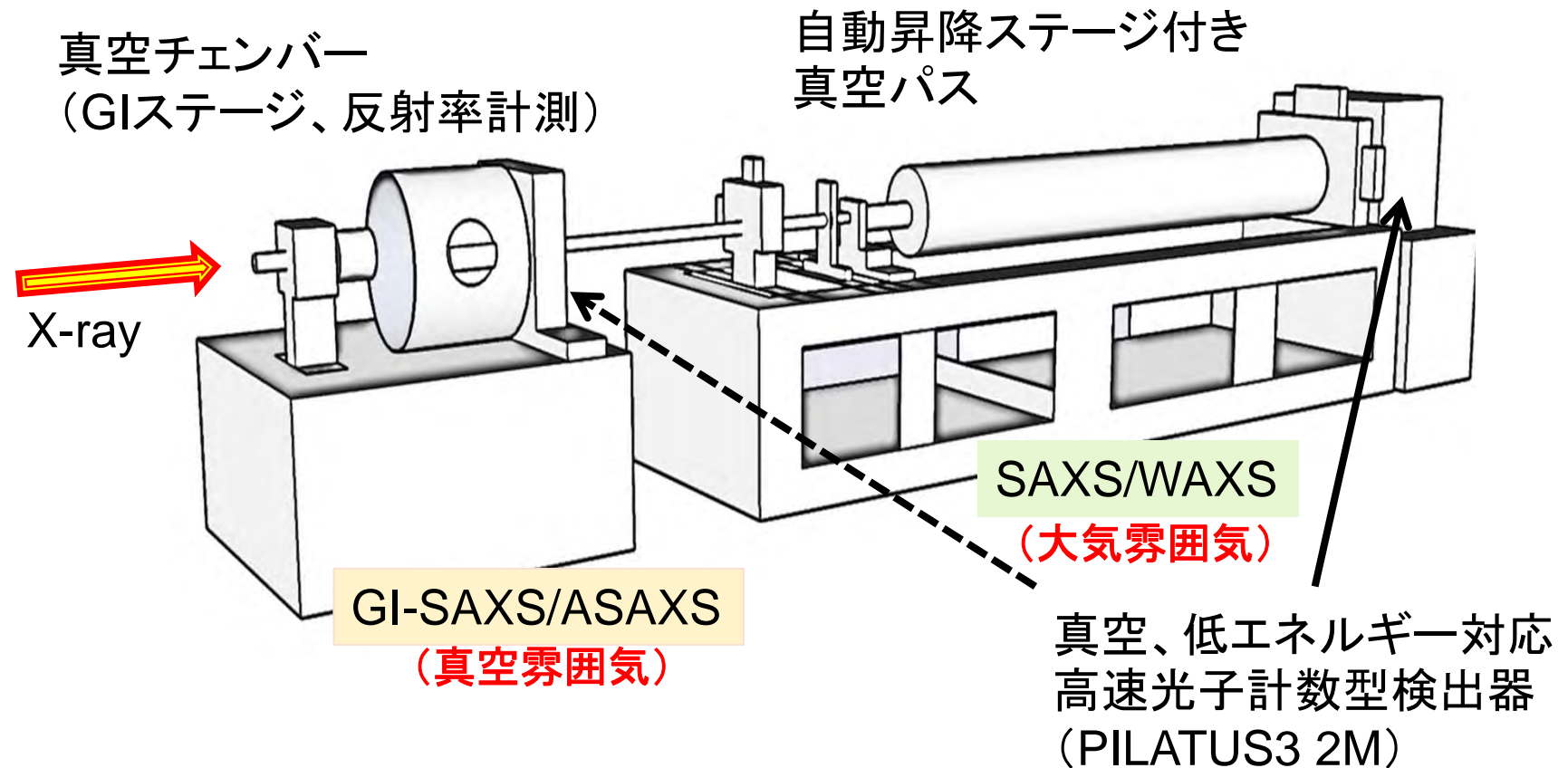
GI-SAXS : 1.2:1 (15.0:4.5 x 1.5:4.25)

SAXS/WAXS : 1:2 (15.0:4.5 x 1.5:10.25)

XAFS(A1)ハッチ内実験装置とM5ミラーチェンバー



GI-SAXS/ASAXS、SAXS/WAXS測定装置概念図



WAXS用検出器も調達中
(PILATUS3 300KW、し
ばらくはBL-10Cで利用)

各実験ハッチでのビーム性能

★A1ハッチ(XAFS/XRF)

- ・強集光ミラーによるセリマイクロ(10 ~ 20 μm)ビームの利用が可能
- ・全光子数はBL-9Aと同程度だが、照射面積は1/1500
- ・QXAFSと精密試料ステージによるXAFSマッピングシステム

表. A1ハッチ集光点(32.8m)でのビームサイズとフラックス(SHADOW)

Energy (keV)	2.1	2.8	4.4	7.3	10.3	13.2
仮想光源スリット= 0.1 (H) x 0.5 (V) mm						
Beam Size (μm)	16.7 (H) x 9.0 (V)					
Photon Flux (phs/s)	1.3×10^{11}	1.2×10^{11}	6.3×10^{10}	4.7×10^{10}	2.4×10^{10}	1.7×10^{10}
仮想光源スリット= Full Open						
Beam Size (μm)	67.6 (H) x 9.0 (V)					
Photon Flux (phs/s)	5.9×10^{11}	7.3×10^{11}	2.3×10^{12}	2.2×10^{12}	1.1×10^{12}	7.4×10^{11}

各実験ハッチでのビーム性能

★A2ハッチ (SAXS/GI-SAXS)

- ・コリメーションミラー(裏面)による低発散(~ 0.1 mrad)ビームの利用が可能
- ・光子数はBL-6Aと同オーダーだが、照射面積は1/150
- ・最大3.5mカメラ長のSAXS回折計と、GI-SAXS/XR測定真空チェンバー

表. A2ハッチ集光点でのビームサイズ、発散とフラックス(SHADOW)

Energy (keV)	2.1	4.4	7.3	10.3	13.2
SAXS(42.75 m) 仮想光源スリット= 0.05 (H) x 3.0 (V) mm					
Beam Size (μm)	339 (H) x 18 (V)				
Divergence (mrad)	0.058 (H) x 0.109 (V)				
Photon Flux (phs/s)	9.1×10^{10}	3.0×10^{11}	2.3×10^{11}	1.5×10^{11}	9.4×10^{10}
GI-SAXS(36.75 m) 仮想光源スリット= 0.1 (H) x 3.0 (V) mm					
Beam Size (μm)	275 (H) x 12 (V)				
Divergence (mrad)	0.157 (H) x 0.160 (V)				
Photon Flux (phs/s)	1.9×10^{11}	6.1×10^{11}	4.5×10^{11}	2.7×10^{11}	2.0×10^{11}

建設作業スケジュール

- これまで 旧BL-15Aの移転は完了、ハッチは冬に解体
ビームラインコンポーネント、ハッチ等の調達(進行形)
- 2013年春
(現在) 旧BL-15BCの移設作業(一部をBL-20Bに)
旧BL-15解体、閉鎖措置
新BL-15Aの基準線引き出し
メインハッチ建設、床補強工事(黄金週間まで)
- 2013年夏 旧BL-15基幹部解体、基準線引き出し
実験ハッチ建設、ビームラインコンポーネント設置
アンジュレータ、基幹部設置
インフラ整備、実験装置設置
ベーキング、インターロック等
- 2013年秋 ビームライン検査、動作試験
ファーストビーム導入、
ビームラインコミッショニング
2013年度内共用開始予定



2つのプラットフォームへの 参画、及び高度化・BL運用計画

清水伸隆

(KEK 物構研 放射光科学一系)

プラットフォーム事業への参画

- ▶ PF小角散乱分野のアクティビティーのさらなる活性化を目指して
 - 世界標準の実験環境・設備をもったビームライン構築
 - ユーザーフレンドリーな測定環境
 - 現在PFでは展開できていない小角散乱の産業応用の推進
 - Bio-SAXS分野の国内活性化の推進
 - 新たな測定手法の創出



プラットフォームへのビームタイム供出など一般ユーザーのデメリットも存在するが、BLの高度化・整備に関して大きなメリットがある。

2つのプラットフォーム事業

▶ 創薬等支援技術基盤プラットフォーム事業

- タンパク質X線結晶構造解析を主軸としているが、**相関構造解析として生体分子の溶液散乱が支援対象となっており、創薬「等」の表現の通り、創薬に限定されていない。**
- メリット
 - ・ BL整備・高度化予算の投入
 - ・ 国内のBio-SAXS分野の活性化
 - ・ G課題以外に、プラットフォームにも課題申請してビームタイムを利用可能
 - ・ **人材獲得**
- デメリット？
 - ・ BL-10Cと15Aそれぞれで、ビームタイムの最大20%程度を供出(4-6月は15%)

▶ 先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業

- 国内の各種(多数の)共用施設の基盤整備を行い、**産業利用を含めた共用事業を促進する。PFとしては、産業利用の活性化を目指して、産業利用のトライアルユースを行う為に本事業に参画。小角散乱としては、ハード・ソフトマテリアル分野。**
- メリット
 - ・ BL整備・高度化予算の投入
 - ・ **人材獲得**
 - ・ PF小角散乱としては、本トライアルユース(利用料無しだが簡易報告書有り)後に施設利用課題として利用してもらう事を目指す→長期的な資金獲得。
- デメリット
 - ・ BL-6A, 10C, 15A3本合わせてビームタイムの最大10%程度を供出(2014年度から)

ビームタイム供出

- ◆ 創薬に関しては、2013年4月よりBL-10Cのビームタイム供出を開始(9日、15%)

BL-10C

5/13	Mon	D	E	300K/100K	12G629	Seki 関隆広	M	AX-7	12G528	Aizawa 相澤秀樹
		N	E	300K/100K	12G629	Seki 関隆広	M	AX-7	12G528	Aizawa 相澤秀樹
5/14	Tue	D	E	300K/100K	12G629	Seki 関隆広	M→L	AX-7	13G203	Shimizu 清水敏之
		N	E	300K/100K	12G629	Seki 関隆広	L	AX-7	13G203	Shimizu 清水敏之
5/15	Wed	D	B	300K/100K	13G189	Maki 横靖幸	L	AX-7	p	PDIS 留保
		N	B	300K/100K	13G189	Maki 横靖幸	L	AX-7	p	PDIS 留保
5/16	Thu	D	M		X	N/A	L	AX-7	X	N/A
		N	M		X	N/A	L	AX-7	X	N/A
5/17	Fri	D	E	300K	13G208	Morita 森田剛	L	AX-7	11G612	Sakurai 櫻井伸一
		N	E	300K	13G208	Morita 森田剛	L	AX-7	11G612	Sakurai 櫻井伸一
5/18	Sat	D	E	300K	11G540	Morita 森田剛	L	AX-7	12G710	Yoshioka 吉岡聰
		N	E	300K	11G540	Morita 森田剛	L	AX-7	12G710	Yoshioka 吉岡聰
5/19	Sun	D	E	300K/100K	13G144	Yamamoto 山本勝宏	L	AX-7	12G572	Hirai 平井光博

- BL-15Aに関しては、2014年1月より供出開始予定。
 - **タンパク質溶液散乱のユーザーの方は、こちらで課題申請して利用可能。**
 - 旅費のサポートも予定。
 - エキスパートユーザーに関しては、基本的にこれまで通りの利用形態。
- ◆ 先端共用に関しては、2013年度後半より試験的に供出を開始し、2014年度より本格開始
 - 産業利用がメインのトライアルユース。
 - 利用料は発生しないが、成果占有ではなくビームタイム利用レポート提出の義務がある。
 - 初心者ユーザーへの測定・解析支援を実施(材料系人材を獲得して対応)。
 - 6A, 10C, 15Aの3本で、7日/BL/年程度。

ビームライン高度化計画@創薬1

▶ BL-15A: WAXS用PILATUS3 300KW導入

- 2012年度PDISの追加予算にて購入し、2013年3月納品予定。
- 2013年4-6月は、BL-10Cにてテスト運用予定。

Number of detector modules	3 x 1
Sensitive area (width x height) [mm ²]	253.7 x 33.5
Number of pixels in total	1475 x 195 = 287'625
Dead area/gap between modules	0.9%
Maximum frame rate [Hz]	500
Readout time [ms]	0.95



▶ 新検出器導入(2013年度予定)

- 2013年度にPILATUS3 1M(17×18cm)を調達予定。
- 納品は早くて2014年1月頃なので2014年5月より利用開始予定。

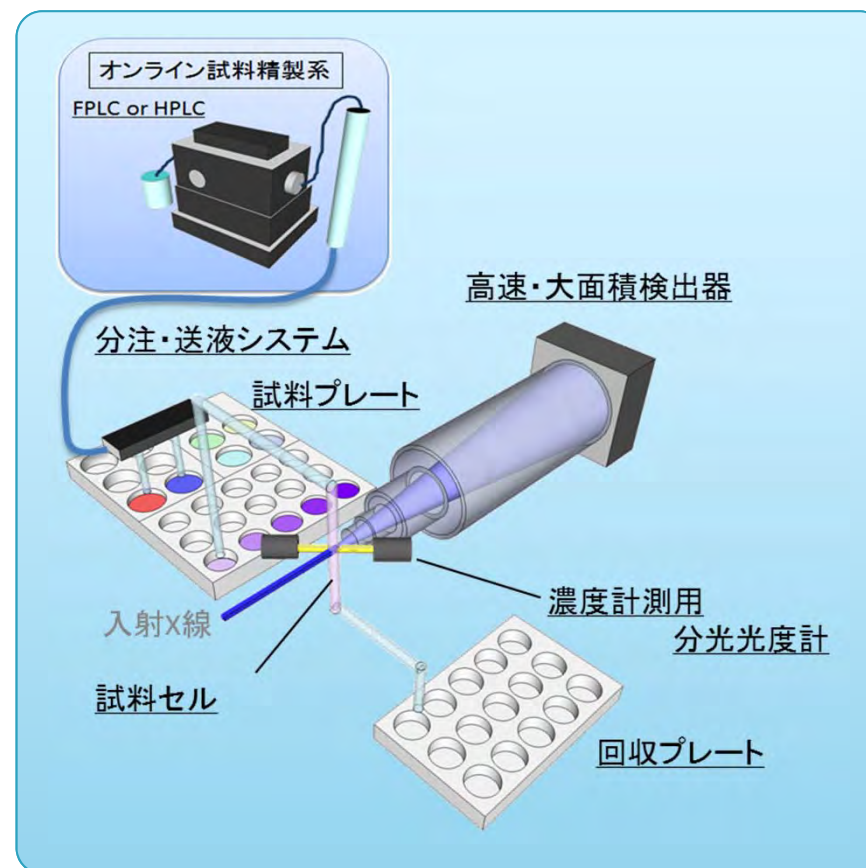
PILATUS3 1M



Number of detector modules	2 x 5
Sensitive area (width x height) [mm ²]	168.7 x 179.4
Number of pixels in total	981 x 1043 = 1'023'183
Dead area/gap between modules	7.2%
Maximum frame rate [Hz]	500
Readout time [ms]	0.95

ビームライン高度化計画@創薬2

- ▶ 溶液試料自動交換システム
 - タンパク質溶液だけでなく、有機溶媒系の試料にも対応するシステム
 - 現在制作中で、9月までに検出器を含めた自動測定システム制御系を整備
 - 10月以降、BL-15Aに設置して最終整備を行い、2014年1月よりオープン予定。
- ▶ BL-10Cに電動のS0スリット
 - 2013年5月GWに設置し、利用開始予定
- ▶ BL-15A用散乱ガードスリット
 - 2013年10月利用開始予定
- ▶ FPLC/HPLCと連動した測定システム開発(2014-5年度予定)
 - 2014-15年度に導入計画中。



ビームライン高度化計画@先端共用

※以下の4件に関しては既に内示を受けており、4月以降の入札公示に向けて、現在仕様検討中。

- ▶ BL-15A低エネルギーGI-SAXS専用回折計
 - 低エネルギーGI-SAXS用の専用回折計を整備
- ▶ BL-10C光学系・回折計の刷新
 - BL-10Cの分光器より下流を全て刷新
- ▶ BL-6A回折計更新
 - BL-6Aの回折計を更新
- ▶ 小角散乱用高速大面積検出器
 - 真空タイプでは無い標準PILATUS3-2M(極低エネルギーキャリブレーション無し)。

PILATUS3 2M



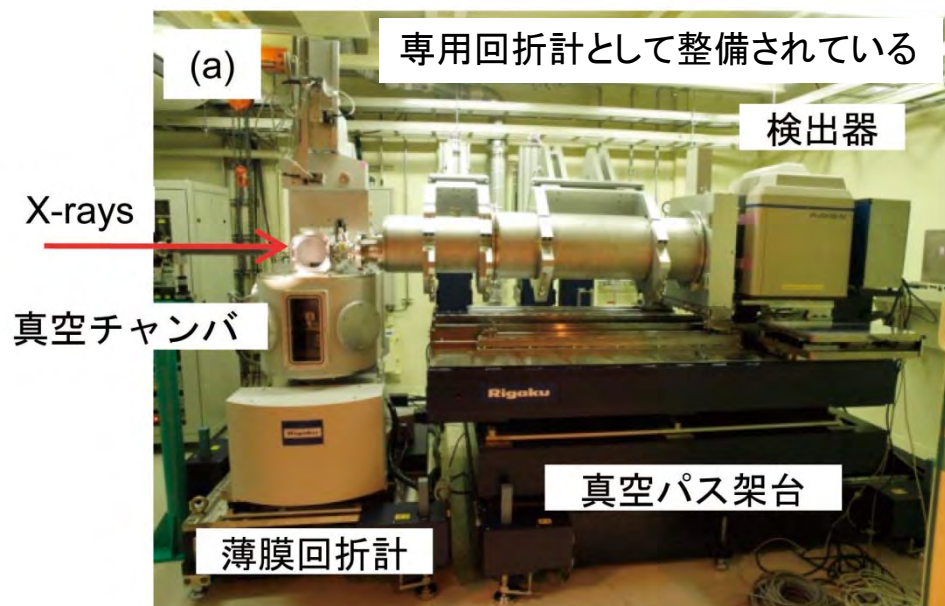
Number of detector modules	3 x 8
Sensitive area (width x height) [mm ²]	253.7 x 288.8
Number of pixels in total	1475 x 1679 = 2'476'525
Dead area/gap between modules	8.0%
Maximum frame rate [Hz]	250
Readout time [ms]	0.95

ビームライン高度化計画@先端共用1-1

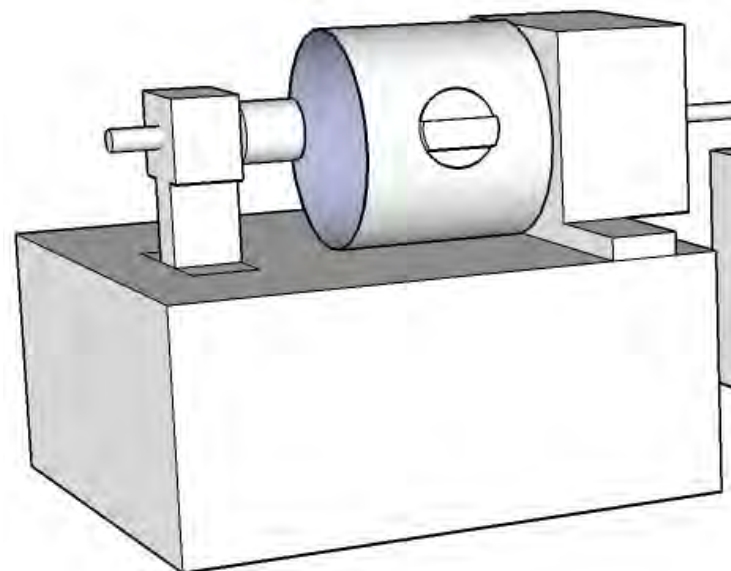
▶ BL-15A低エネルギーGI-SAXS専用回折計

BL03XU@SPring-8

(<http://user.spring8.or.jp/sp8info/?p=3172>)



国内外のシステムを参考にして、
現在、回折計のデザイン中

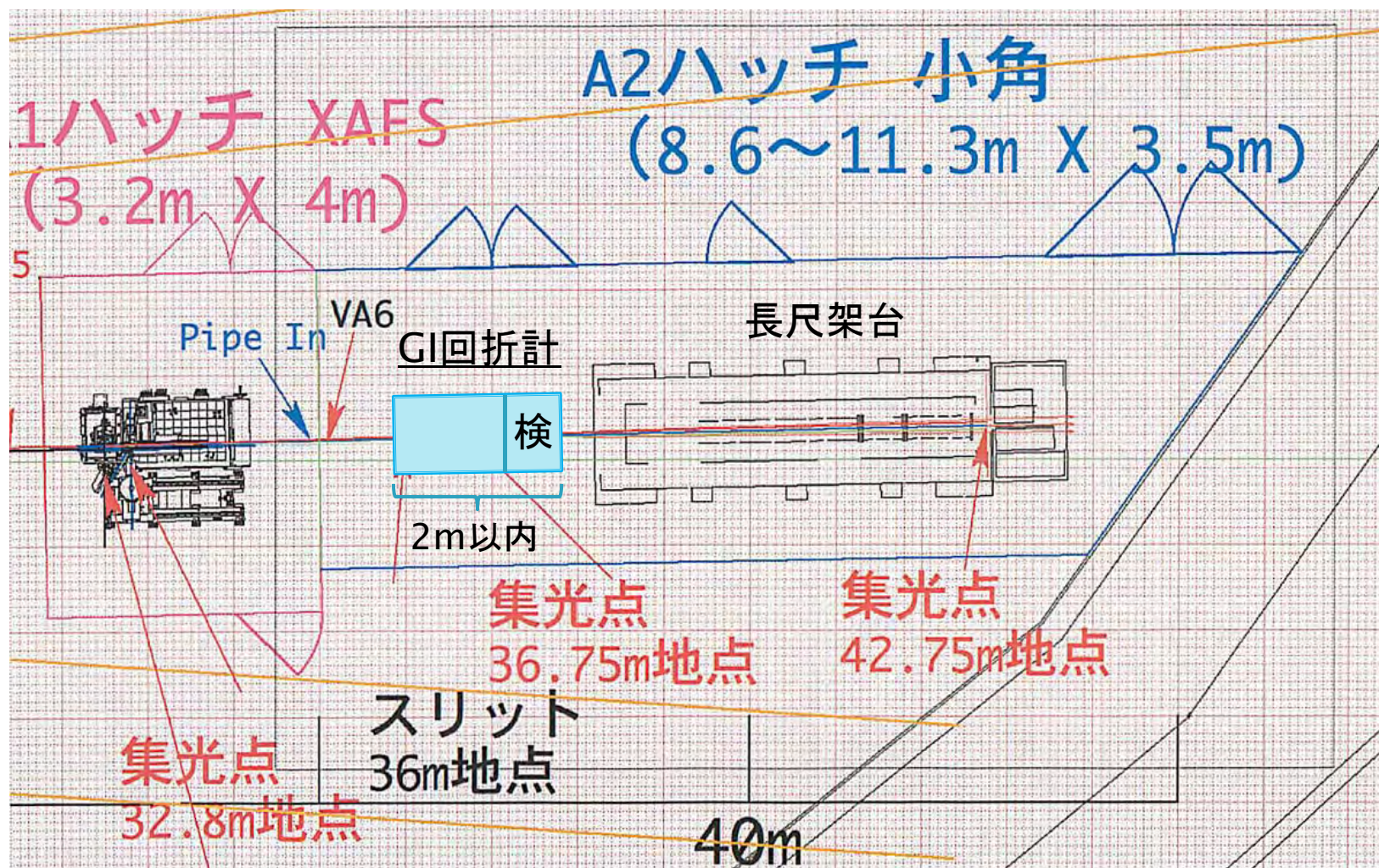


- 上流から窓無しで接続可能とする
- スイベル(ゴニオ)など半自動センタリングを可能とする並進軸
- 真空槽内にガードスリット、反射率計測用アーム&ピンフォト
- 試料観察用伝導ズームセンタリングカメラ
- 真空・低エネルギー対応検出器(P3-2M)
- GI用3軸(Y、Z1、Z2軸)BS完備

ビームライン高度化計画@先端共用1-2

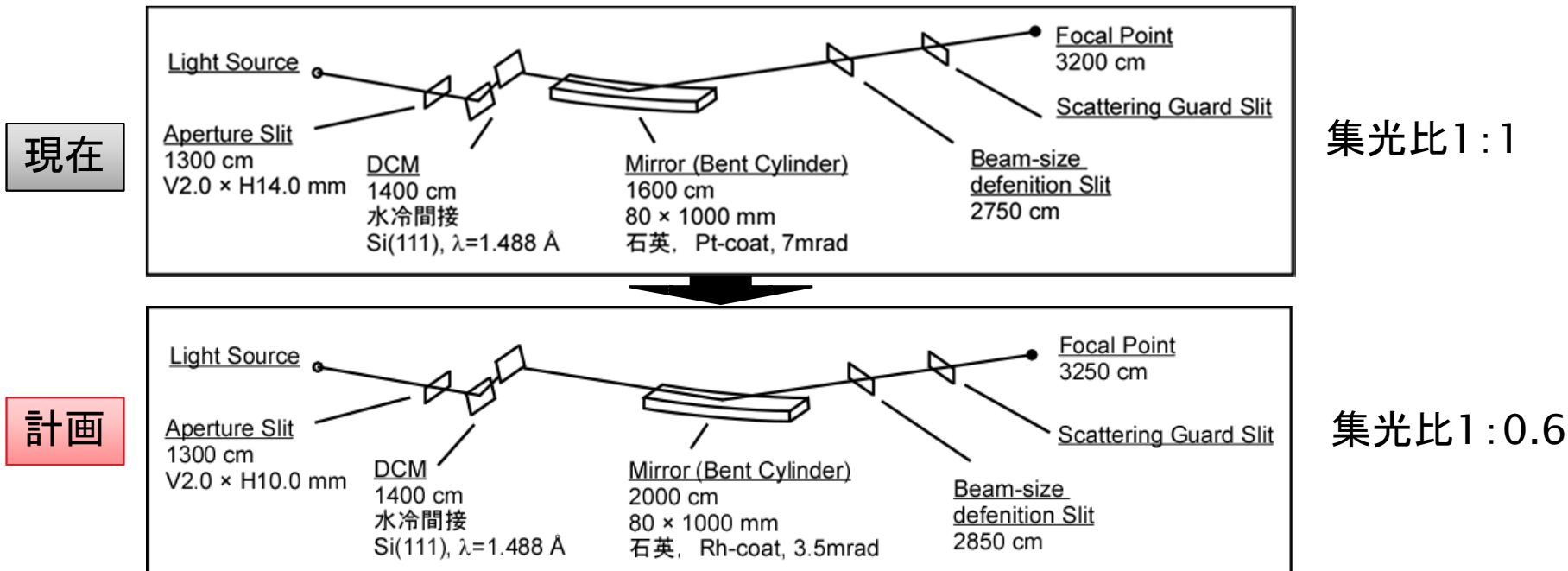
▶ BL-15A低エネルギーGI-SAXS専用回折計

- $\phi 0.150\text{mm}$ で 10^{11}phs/sec のビーム (BL40B2よりフラックス倍程度)
- カメラ長は 0.8m (小角分解能 $\geq 315\text{nm}@2.1\text{keV}$)



ビームライン高度化計画@先端共用2

▶ BL-10C光学系・回折計の刷新



	ビームサイズ (mm)		ビーム発散角 (mrad)	
	Ver	Hor	Ver	Hor
現在の実測値	0.48	0.95	-	-
Raytrace(現在)	0.157	0.872	0.032	0.388
Raytrace(変更後)	0.095	0.518	0.042	0.468

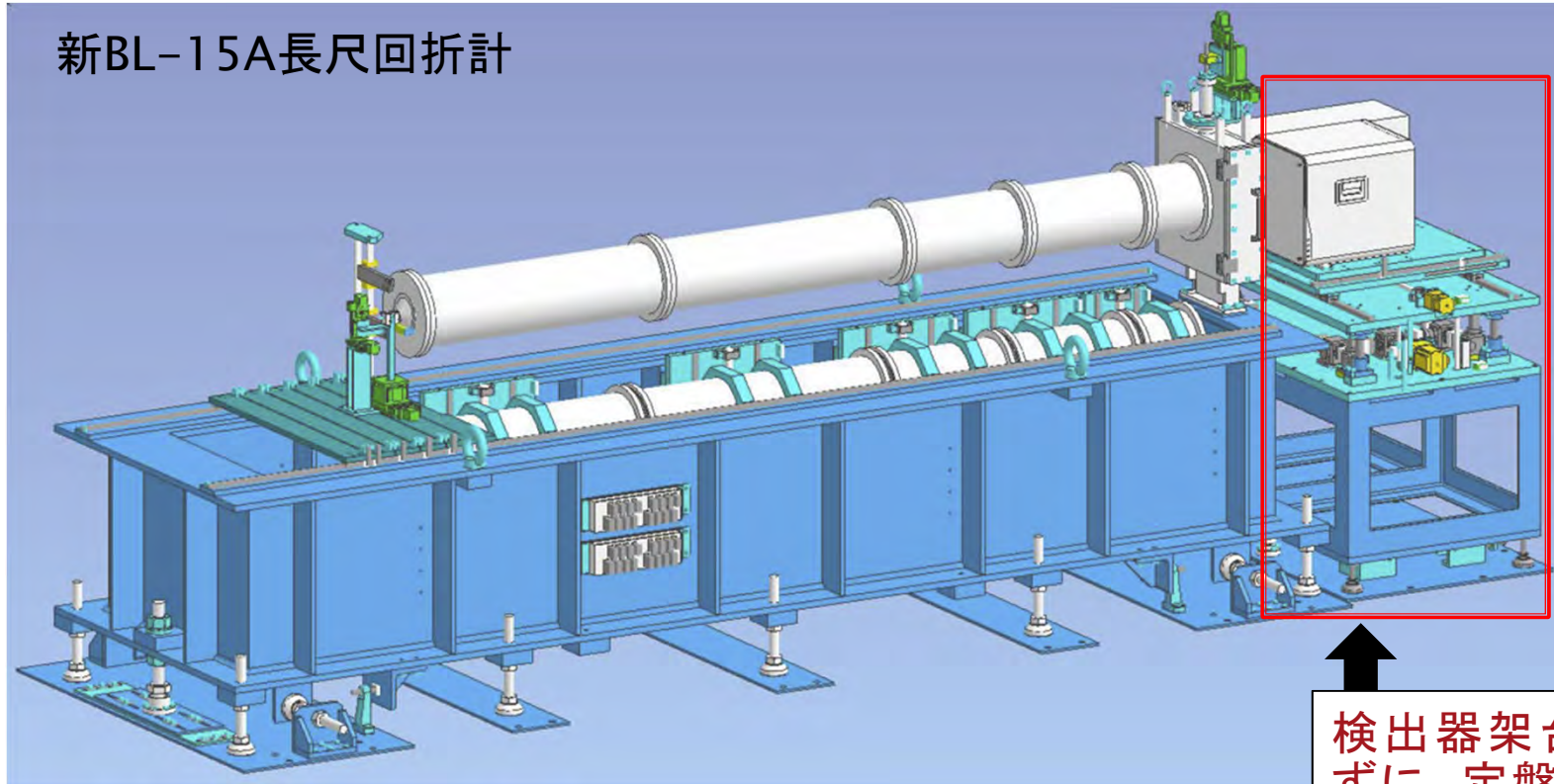
- ◆ エネルギー可変に(6~13keV)
- ◆ ひび割れたミラーと調整機構を更新 & 集光比を上げて高輝度化
- ◆ ユーザーフレンドリーな回折計の導入
- ◆ 短・長カメラ長範囲の拡大(0.25~3m)
- ◆ 高速大面積検出器の導入

Raytrace上では、光子数が現在と同じなら光子密度が約1桁上昇

ビームライン高度化計画@先端共用3

▶ BL-6A回折計更新

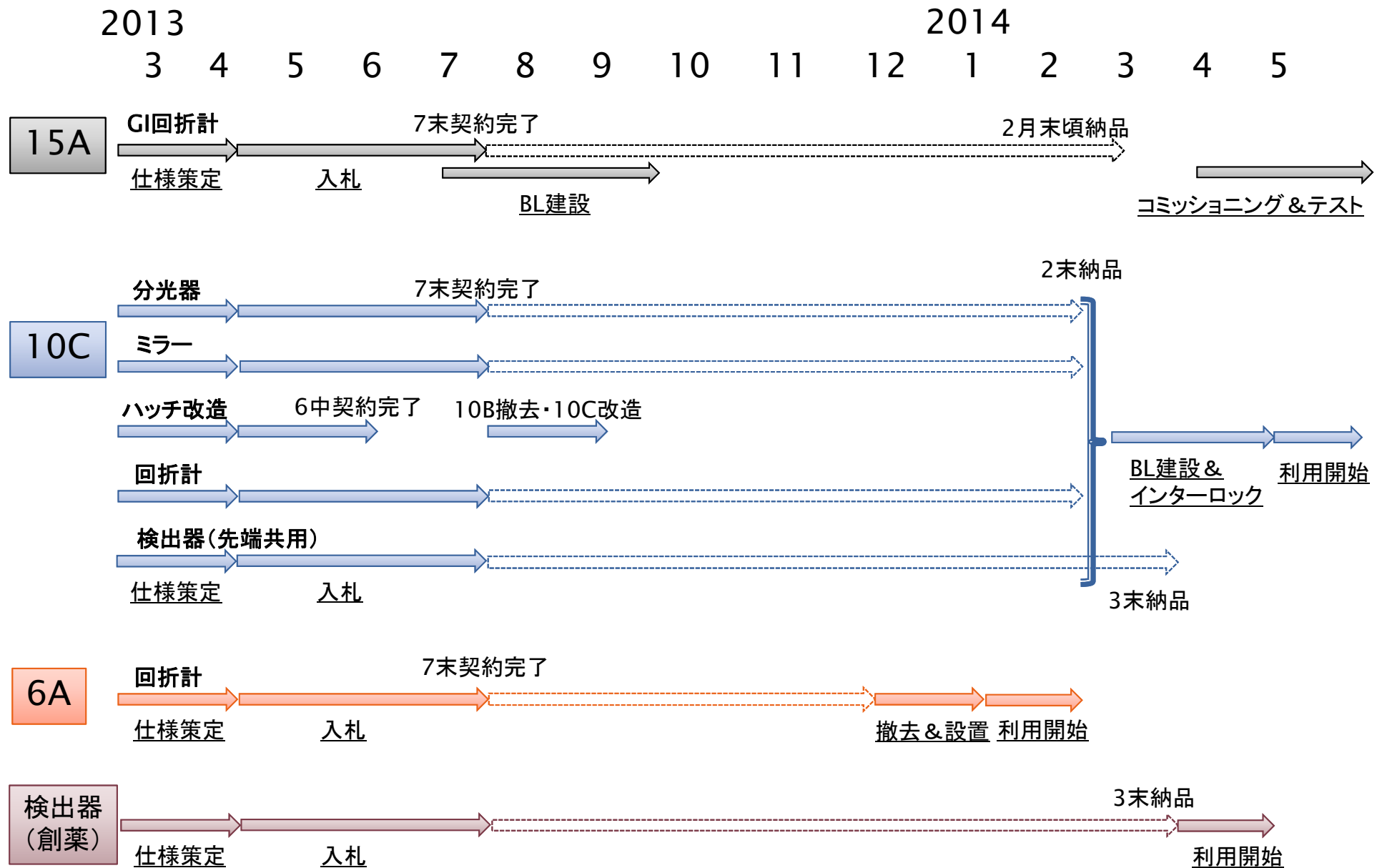
新BL-15A長尺回折計



- WAXSチャンバーを別途用意し、簡単に設置出来るようにする。
- 検出器は、CCDを撤去して、WAXS:PILATUS100K、SAXS:PILATUS300Kのみとする(したい)。フラットパネルは10Cへ。
- カメラ長0.25~2.5m

検出器架台を設置せずに、定盤最下流に1種類(+ α)の検出器を設置出来るようにする。

スケジュール(2013年度～)



将来計画～検討事項

- ▶ 2014年1月以降、BL-6AからCCDを撤去予定
 - 現状の利用率は、CCDは10%程度
 - PILATUS vs CCD: 検出器性能の圧倒的な差
 - BL-15A完成、BL-10C高度化後のBL-6Aの位置づけ
- ▶ プラットフォームのビームタイム運用へのご協力
- ▶ 将来的な検出器の配置を含む各ビームラインの位置づけは？
 - BL-15A: ハイスループット(Bio-)SAXS、高速時分割、低エネルギーGI-SAXS・コヒーレント
 - 検出器: 真空/非真空PILATUS3-2M、PILATUS3-300KW
 - SAXS/WAXS, A-SAXS/A-WAXS, GI-SAXS/WAXS, 低エネルギーGI-SAXS
 - BL-10C: 汎用SAXS1ビームライン、ルーチンSAXS/WAXS測定、低速時分割
 - 検出器: PILATUS3-2M、PILATUS 100K(or 300K)&Flatpanel
 - 測定手法: SAXS/WAXS, A-SAXS/A-WAXS, GI-SAXS/WAXS
 - BL-6A: 汎用SAXS2ビームライン、R/D、低速時分割
 - 検出器: PILATUS 300K→P3-1M、PILATUS 100K
 - 測定手法: SAXS/WAXS、GI-SAXS/WAXS