

2016年3月14日  
小角散乱UGミーティング

KEK-PF 清水伸隆

# メンバー

## ●PF小角散乱ビームラインメンバー

- BL全般・BL高度化整備

五十嵐教之、森丈晴、大田浩正

- X線小角散乱測定解析、ユーザー支援

西條慎也 (BioSAXS)、高木秀彰 (マテリアル分野)

- 解析ソフトウェア開発/データベース開発

谷田部景子 (SAngler)、高橋正剛 (Synthesizer) [New!]

- 秘書

小針美由紀

## ●PF制御グループ (BL測定制御・SSCソフトウェア開発)

永谷康子、小菅隆

## PF小角散乱ビームライン

PF Small-Angle X-ray Scattering Beamline

高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所  
〒305-0801 茨城県つくば市大穂1-1



### CONTENTS

- トップページ
- ビームタイム
- ビームライン
- アクセス
- お問い合わせ

 放射光科学研究施設  
Photon Factory

 KEK 高エネルギー加速器研究機構  
物質構造科学研究所  
Institute of Materials Structure Science

 構造生物学研究センター  
Structural Biology Research Center

### 新着情報

- 2016年3月10日 [2016年05～06月期のビームタイム配分](#)が承認されました。
- 2016年1月19日 PF研究会「[徹底討論！小角散乱の魅力～基礎・応用・産業利用](#)」(3/30-31) 開催のお知らせ。
- 2015年12月11日 [2016年02～03月期のビームタイム配分](#)が承認されました。
- 2015年11月26日 2016年02～03月期のビームタイム募集を締め切りました。
- 2015年11月10日 2016年02～03月期のビームタイム募集を開始しました。11月25日締切です。
- 2015年10月28日 [放射光共同利用実験2016年4月からのG,S2,T型の課題募集](#)が始まりました。
- 2015年8月26日 第3回タンパク質X線溶液散乱講習会(11/19-20) 開催のお知らせ。
- 2015年8月20日 [2015年10月～12月期のビームタイム配分](#)が承認されました。

※以前のHPは、3月末で閉鎖されますのでブックマーク等リンクの更新をお願いします。

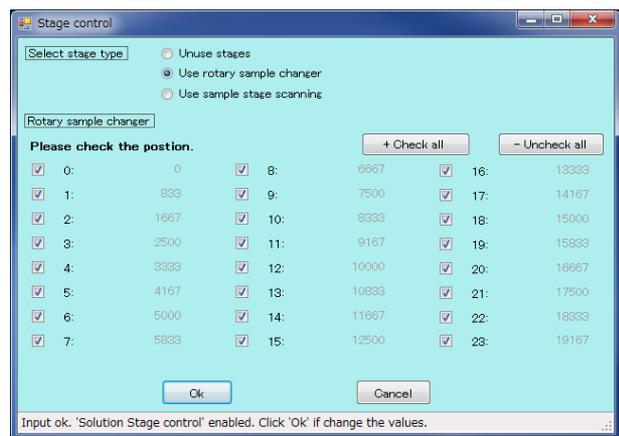
# マテリアル分野の装置整備1

## (1) サンプル自動交換/試料へのビーム照射点自動変更機能

### 回転サンプルチェンジャー

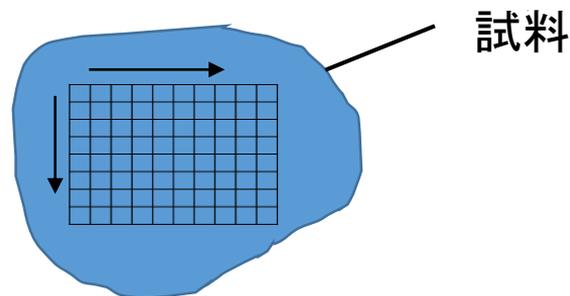


※試料はテープで貼り付ける

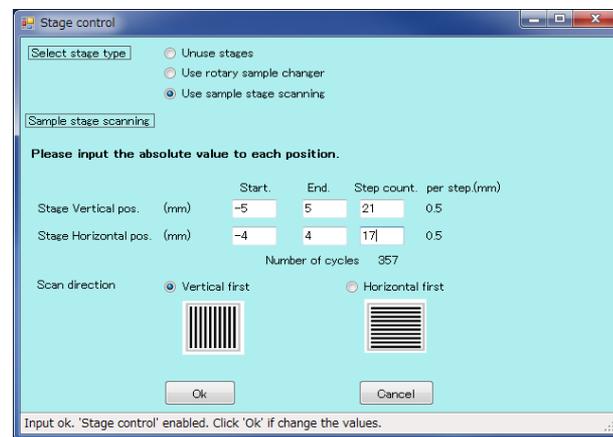


現状24個だが36個に拡張(2016年5月～)

### グリッドスキャン機能



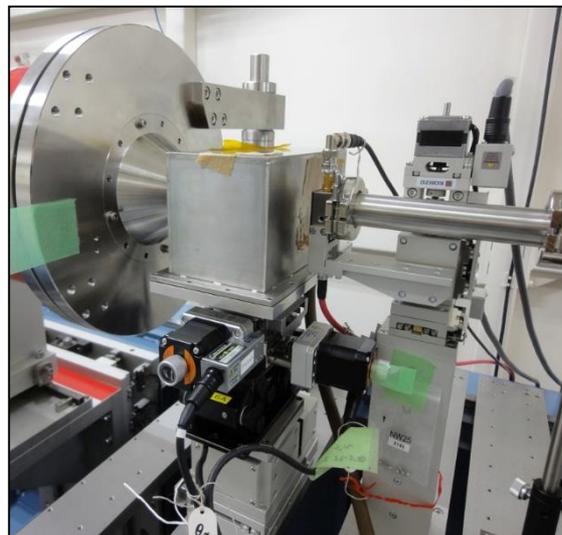
試料をY, Z軸方向に移動させてビーム照射点を変更しながら測定を行なう。



(例) 200 $\mu$ m間隔を0.5秒露光で3400点測定など(測定時間: 110分)

# マテリアル分野の装置整備2

## (2) 汎用GISAXSステージ2セット

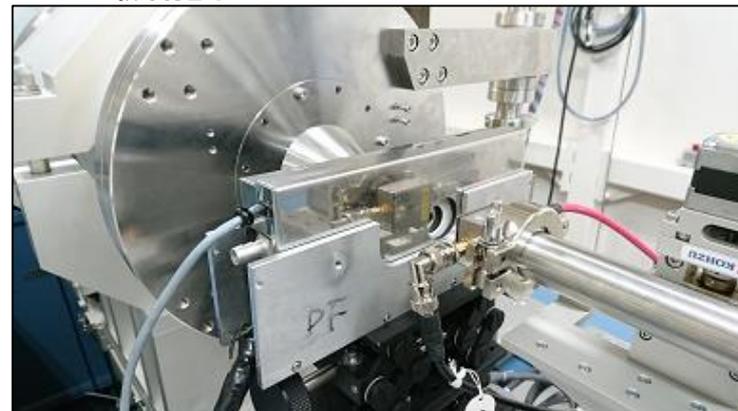


- 試料槽は真空or大気
- ステージはソフトからリモート操作

入射角を変更しながら自動測定可能なように対応済み。

## (2) 加熱ステージシステム

DSC機能付き FP84(メラー社)



- DSC機能に関しては、注意事項あり。

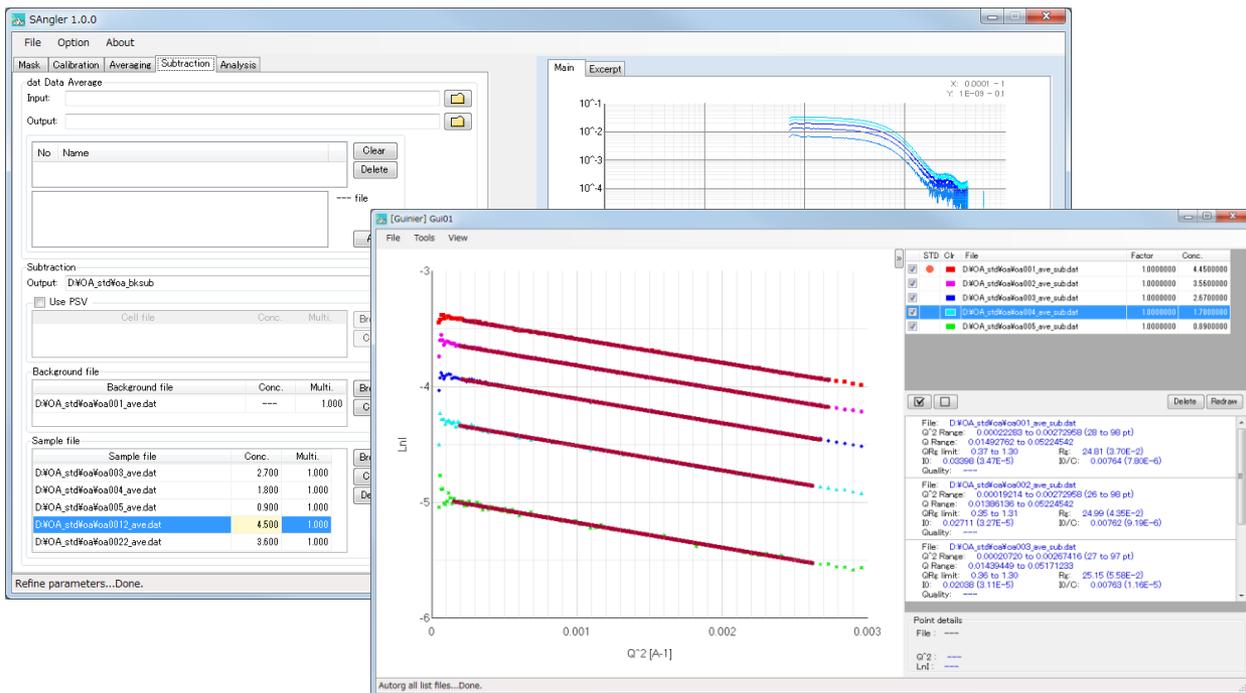


※リンカム社製  
加熱冷却ステージ  
(10002L)  
2016年3月納品

# 小角散乱解析ソフトウェア開発



**SAngler** - <http://pfwww.kek.jp/saxs/SAngler.html>



- Rigaku, PILATUS (tifとcbf) フォーマットに対応。
- WAXS用のソフトも現在開発中。

## Reference [New!!]

N. Shimizu, K. Yatabe, Y. Nagatani, S. Saijyo, T. Kosuge and N. Igarashi.  
Software Development for Analysis of Small-angle X-ray Scattering Data.  
AIP Conf. Proc.(2016), *in press*.

Mask file making

Calibration

Manual and Automatic  
Circular Averaging

Background Subtraction

Log/Guinier/Kratky Plotによる試料の初期解析

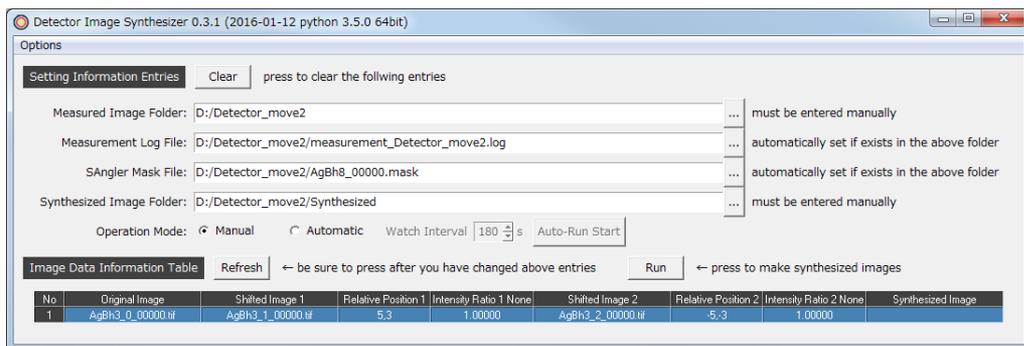
# 画像データ合成ソフトウェア

PILATUSのGAP部分のデータを別の画像から補完し、1枚の画像データに合成する。

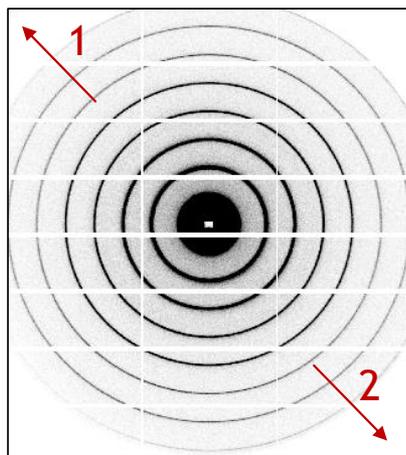


## Synthesizer

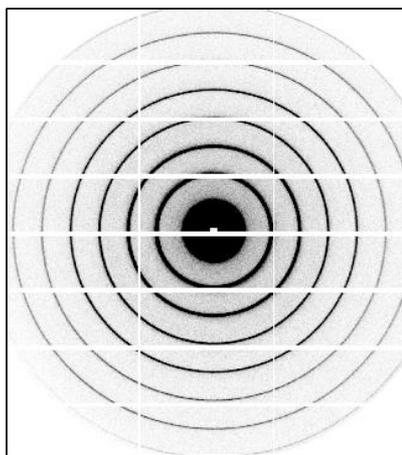
- <http://pfwww.kek.jp/saxs/Synthesizer.html>



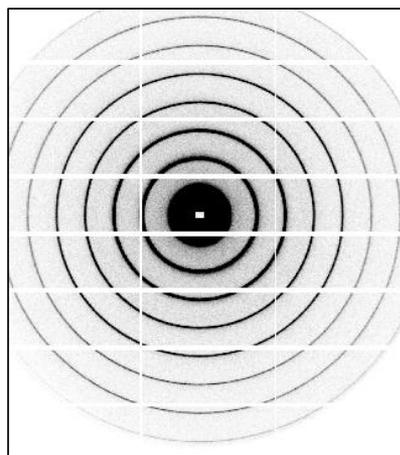
検出器を移動させて、3箇所で測定して合成する



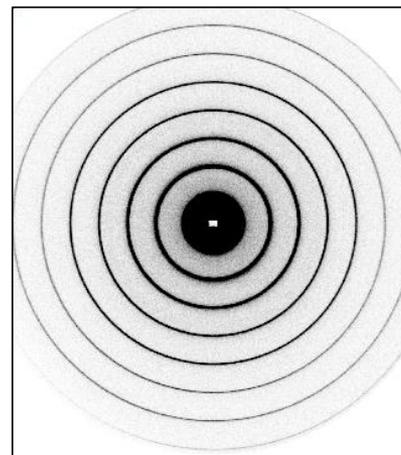
original



Shift 1



Shift 2

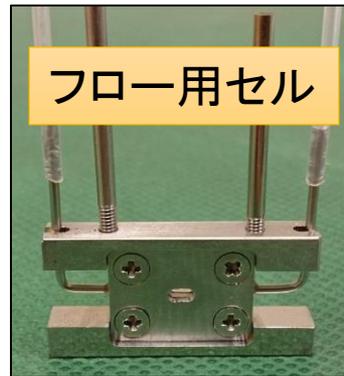
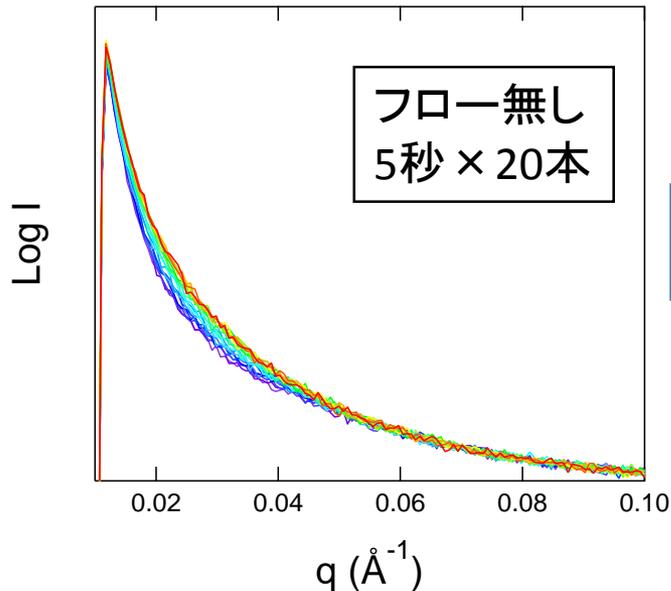


Synthesized

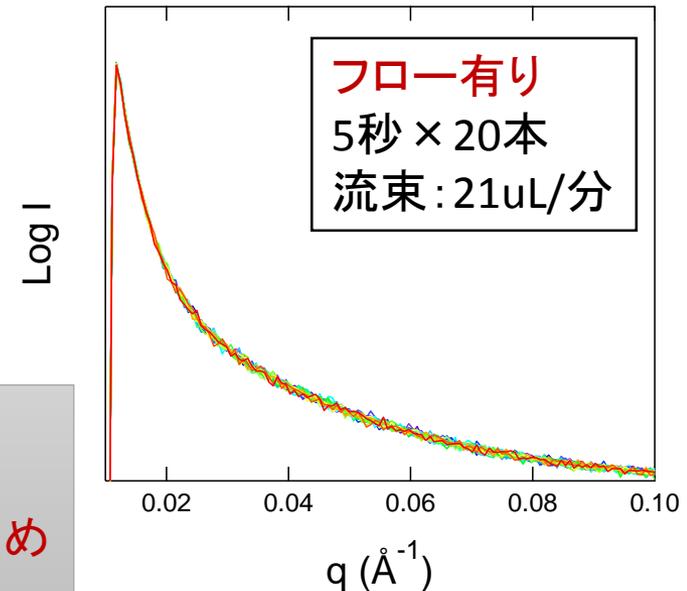
# 溶液:サンプルフローシステム(放射線損傷対策)



- 試料の放射線損傷を回避するために、試料溶液をフローしながら測定を行なう。
  - ・ シリンジポンプの設定はPCからリモートで設定する。
  - ・ ポンプは露光中に動作するように同期制御している。
  - ・ 試料の放射線損傷の程度、データのS/N、試料量に応じて流束を決める。
  - ・ 1点当りの試料量40uLとして、試料セルの窓外に余っている溶液を活用して流す。

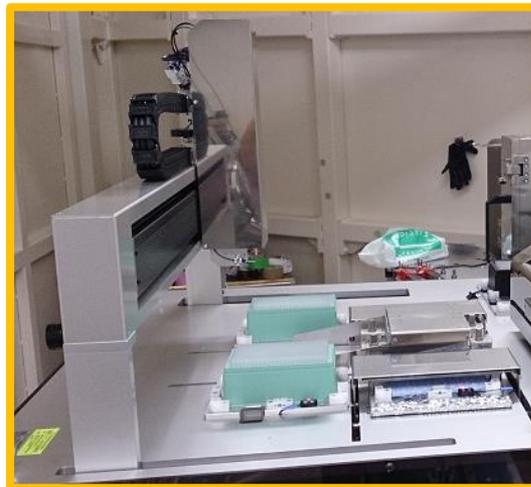


窓サイズ:  
1.5 × 3.0 × t1.25mm  
※窓内容量6uLのため  
残り34uLを流せる



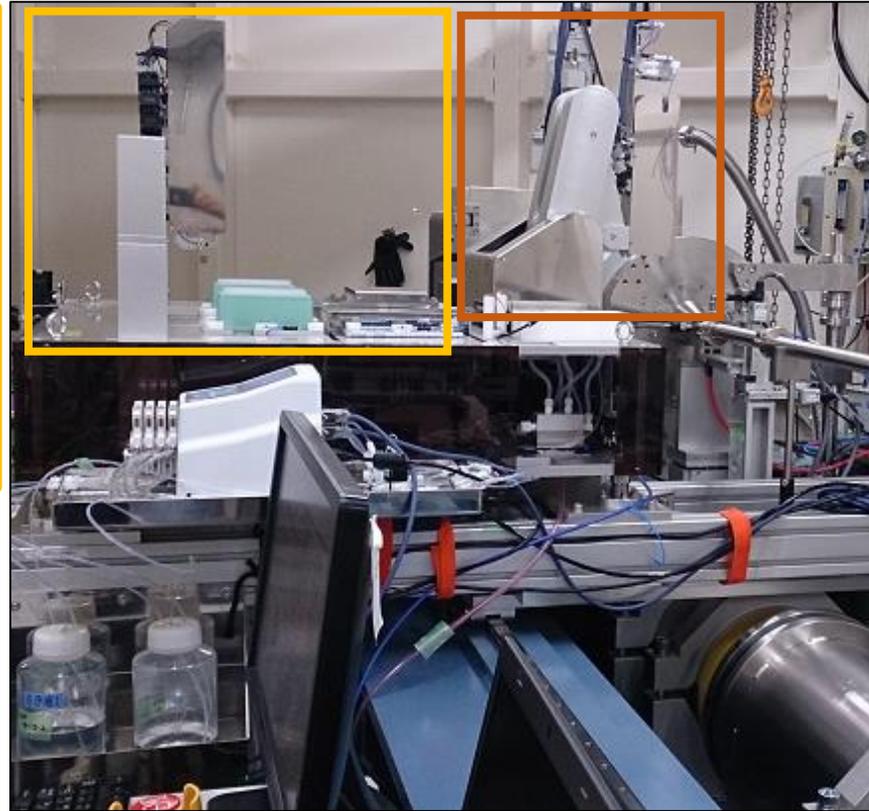
# PF Automatic Solution Sample Changer (SSC) の開発

BL-15A2の高輝度ビームを利用したハイスループット測定



## 分注機

- 192 サンプル (96 × 2 plate)
- Sampleを含む5種類の溶液を分注可能



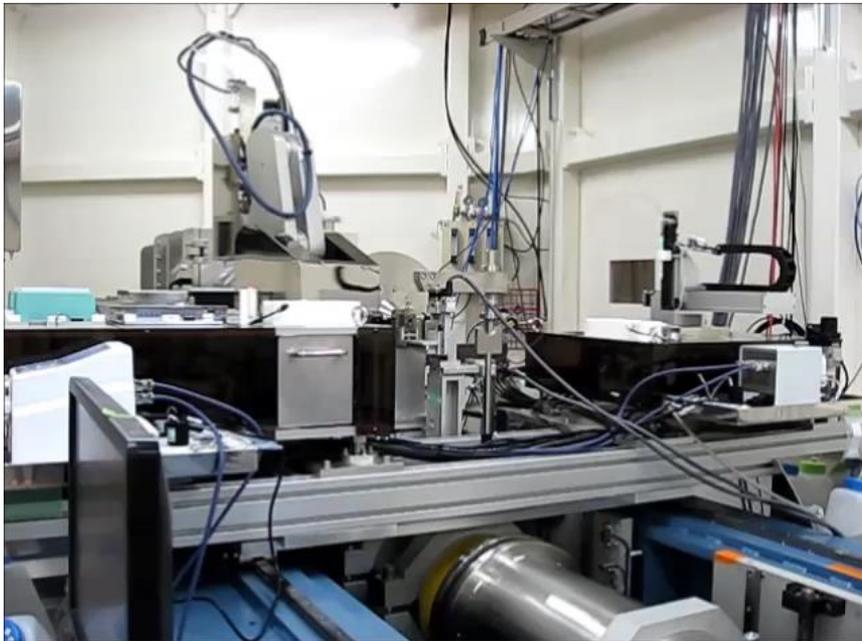
- 5分程度/サンプル(分注・セルの洗浄乾燥を含んだフル条件)
- 測定試料量20~30uL



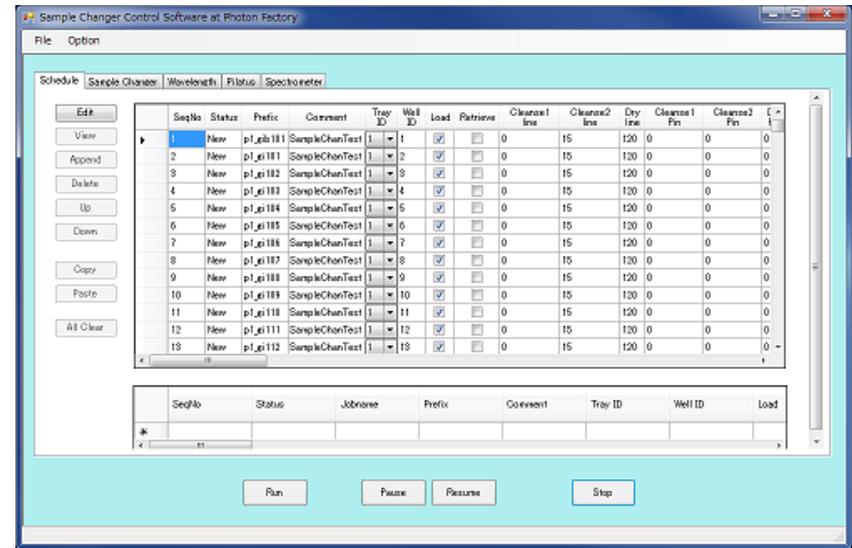
試料ロード & 回収機(セルの洗浄乾燥)

試料の分注から一切人の手を介さずに192サンプルを16時間で計測可能

# SSCを活用した全自動測定・解析システム



## 測定スケジュールソフト

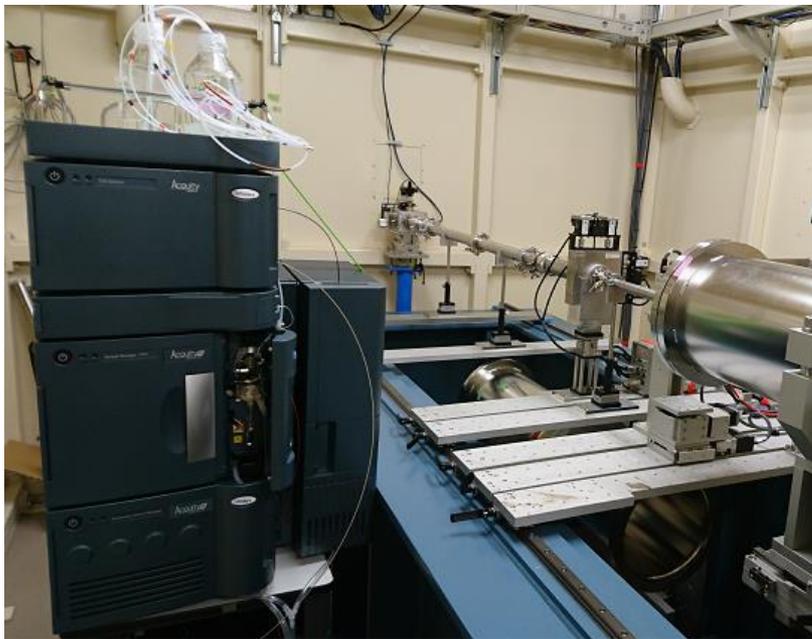


- csvファイルより最大192個の測定条件を一度に投入可能。
- 測定後のデータをPFで開発したソフトウェアSAnglerで自動的に解析し、結果を出力する。

# HPLC for SEC-SAXS

@BL-10C 2016年2月25日～

ACQUITY UPLC H-Classシステム (Waters)



推奨流速：  
SAXS測定時0.05ml/min@10/300カラム  
露光時間：20秒/イメージ

推奨カラム：Superdex 200 (Increase) 10/300 or 3.2/300 (GEヘルスケア)  
WTC-030S5 (Wyatt)

@BL-15A2

Alliance HPLC (Waters)

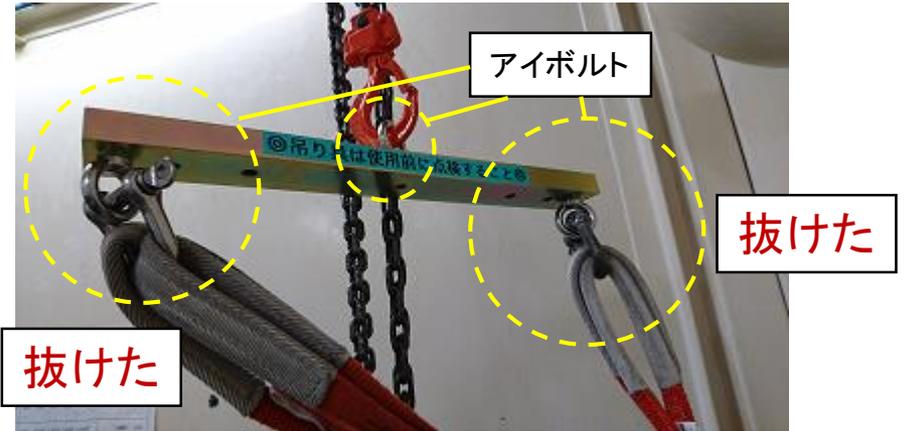


推奨流速：  
SAXS測定時0.1ml/min@10/300カラム  
露光時間：10秒/イメージ

# この1年の主なトラブル

- 2015年6月24-27日@BL-15A2
  - 低エネルギーGISAXS設定時に、4KeV以下のビームが出射でき無いトラブルが発生。26-27日のビームタイムをキャンセル。28日は4keV以上で利用された。(補填なし)
- 2015年11月9日@BL-6A
  - BL-6Aのファイルサーバーの不調による設定変更の結果、WAXD用PILATUS 100Kサーバーの設定ミスにより、100K利用出来ず。
  - 12月16日に代替ビームタイムにて補填。
- 2015年11月1日@BL-10C
  - GI用WAXDチャンバの真空窓破損のため、WAXD利用出来ず。(補填なし)
- 2015年12月9日@BL-10C
  - WAXDチャンバ用吊り具の不具合により、チャンバの落下事故発生。京都工繊大・桜井先生の研究室の学生さんが負傷。
- 2016年2月21日@BL-10C
  - BL-10C小角検出器直前のΦ300mmカプトン窓破裂。その影響で、5×6mmBS、ノーズ窓(SiN)、試料部を突破してGV5セクション窓(SiN)まで損傷でリーク。PILATUS無傷。
  - VC2ゲートバルブが正常動作せず、GV4セクションまで大気開放。(2016年度夏に交換予定)。復旧に3時間かかった(補填なし)。

# 2015年12月9日に発生した事故



## 発生時刻と内容

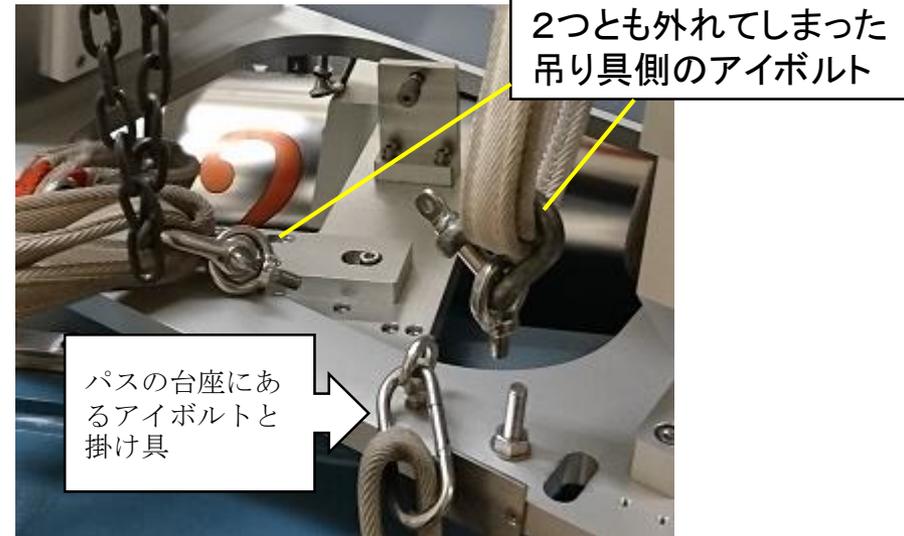
発生の日時: 2015年12月9日 午後6時27分頃

発生の場所: PF BL-10C実験ハッチ内

傷病者: ○○ さん(京工織大 大学院工芸科学研究科M1)

症状: 左手中指第2関節付近の裂傷、及び不全骨折(ひび)

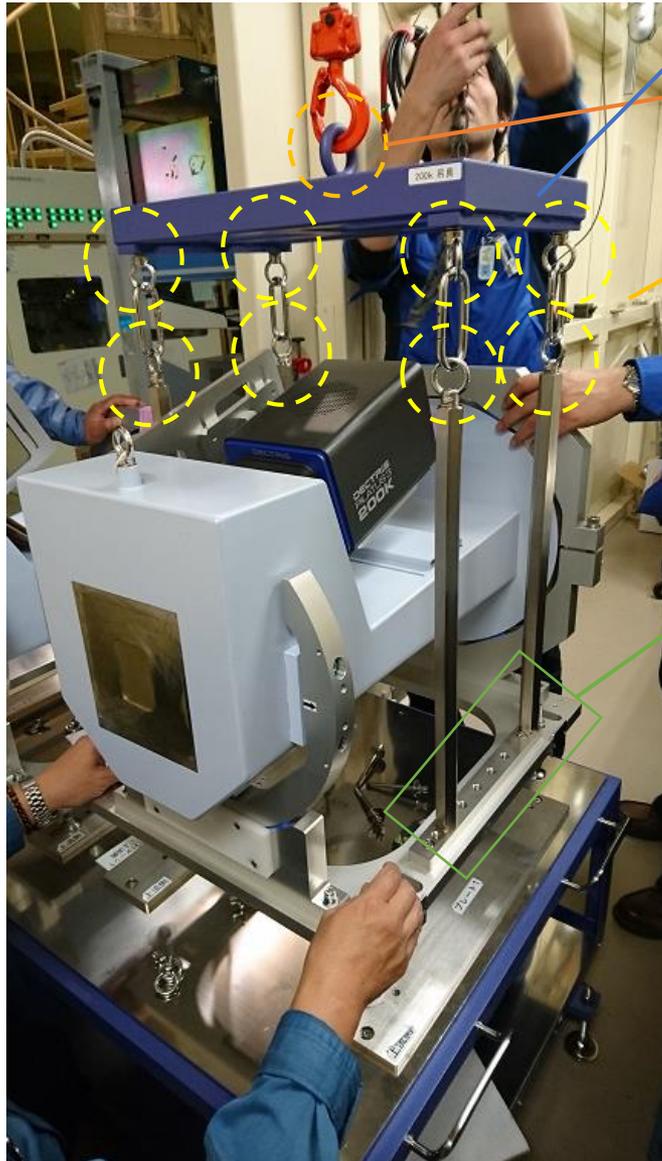
処置: 市原病院にて裂傷の縫合、及びレントゲン写真にて不全骨折との診断



# 問題点

- アイボルトに抜け防止措置が取られていなかった。
- 使用頻度が比較的あるため(週2~3回)、シャックルとスリングを吊り具につけっぱなしにして、常時チェーンブロックに吊ったままにしてあった。
  - スリングが単独で回転できるようになっていたのも、アイボルトが緩んで外れる構造になっていた。
- 使用時に吊り具の点検などは、行なっていなかった。

# 新吊り具

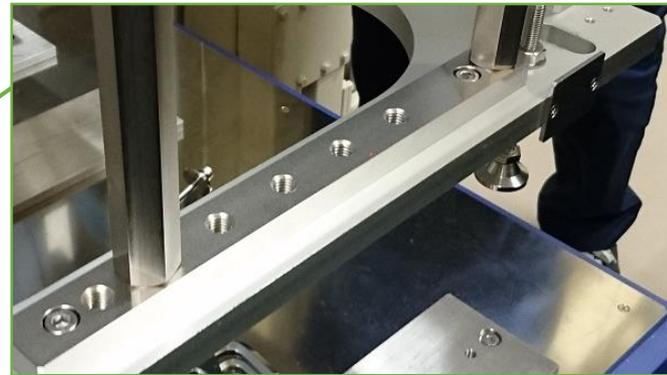


4点式吊り具

アイボルト(溶接)

アイボルト(回転式)

ねじ込み式の支柱



- このような構造なら、アイボルトや支柱の固定が緩むように、単独で回転することはありえないため、抜ける可能性はほとんど無い。
- ただし、支柱は、吊り具をつける前に点検を行う様にする。

# 来年度導入・高度化予定

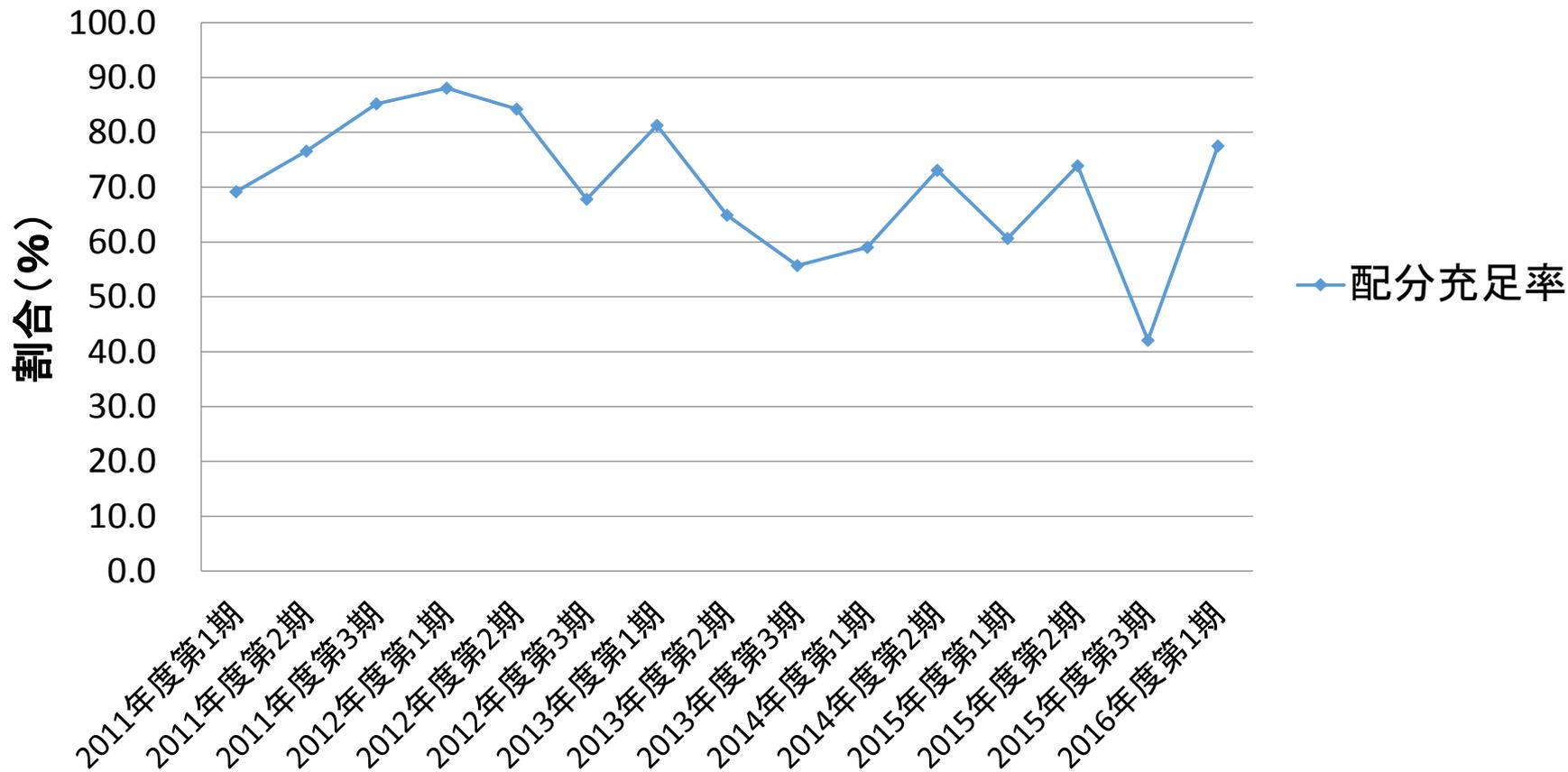
- BL-10C新ファイルサーバー(5月～)
- 新型フライングタイプのPD入りビームストッパー(5月～)
  - SPring-8 BL45XUで利用中で、BSを支える柄の影がほぼありません(0.01mmの金のワイヤーを使用しています)。BL03XUとも一緒に、理学相原精機さんにて制作頂く予定です。
  - V3×H5mm、V4×H6mm、V4×H7mmを新作しています。問題なければ、順次増殖させていただきます。
- BL-6A新ファイルサーバー(10月～)
- リンカム・冷却加熱ステージ(5月～?)
  - 追加工が必要なため、間に合えば・・・
  - サンプル固定に関して、すでにお使いの先生方から情報を伺いたいです！！
- INSTEC社製加熱冷却ステージ(10月～)
  - SPring-8 BL40B2の大田さんから紹介いただきました。
  - 溶液用セルが出し入れできる構造で、昇温・降温を瞬時に行うことが可能になります。
- BL-10C分注機の高度化(10月～)
  - BL-15A2のサンプルチェンジャーと同じ制御ソフトで利用出来るようになりますので、利用しやすくなります。

# BT配分の状況

	2015年度第1期	2015年度第2期	2015年度第3期	2016年度第1期
配分充足率(%)	60.7	73.9	42.1	77.5
有効課題数	108	114	110	114
希望課題数	90	104	90	94
希望後未配分課題数	18	11	49	14
BT配分可能時間(時間)	2712	3312	1320	2808
ユーザー総希望時間(時間)	3144	3450	2528	2880
一般課題(G, P, スタッフ優先)(時間)	1848	2484	1032	2160
一般課題(G, P, スタッフ優先)(%)	68.1	75.0	78.2	76.9
創薬等PF留保(時間)	384	378	156	288
創薬等PF留保(%)	14.2	11.4	11.8	10.3
先端共用PF(時間)	24	0	0	0
先端共用PF(%)	0.9	0.0	0.0	0.0
民間共同研究(時間)	36	36	12	36
民間共同研究(%)	1.3	1.1	0.9	1.3
施設利用(時間)	24	30	20	36
施設利用(%)	0.9	0.9	1.5	1.3
その他留保(時間)	48	72	0	36
その他留保(%)	1.8	2.2	0	1.3
調整(時間)	348	312	100	252
調整(%)	12.8	9.4	7.6	9.0
未配分課題の割合(%)	20.0	10.6	54.4	14.9
15A2を第1希望だが他BLに配分(件数)	5	4	10	4
10Cを第1希望だが他BLに配分(件数)	8	12	6	9
6Aを第1希望だが他BLに配分(件数)	0	0	0	0

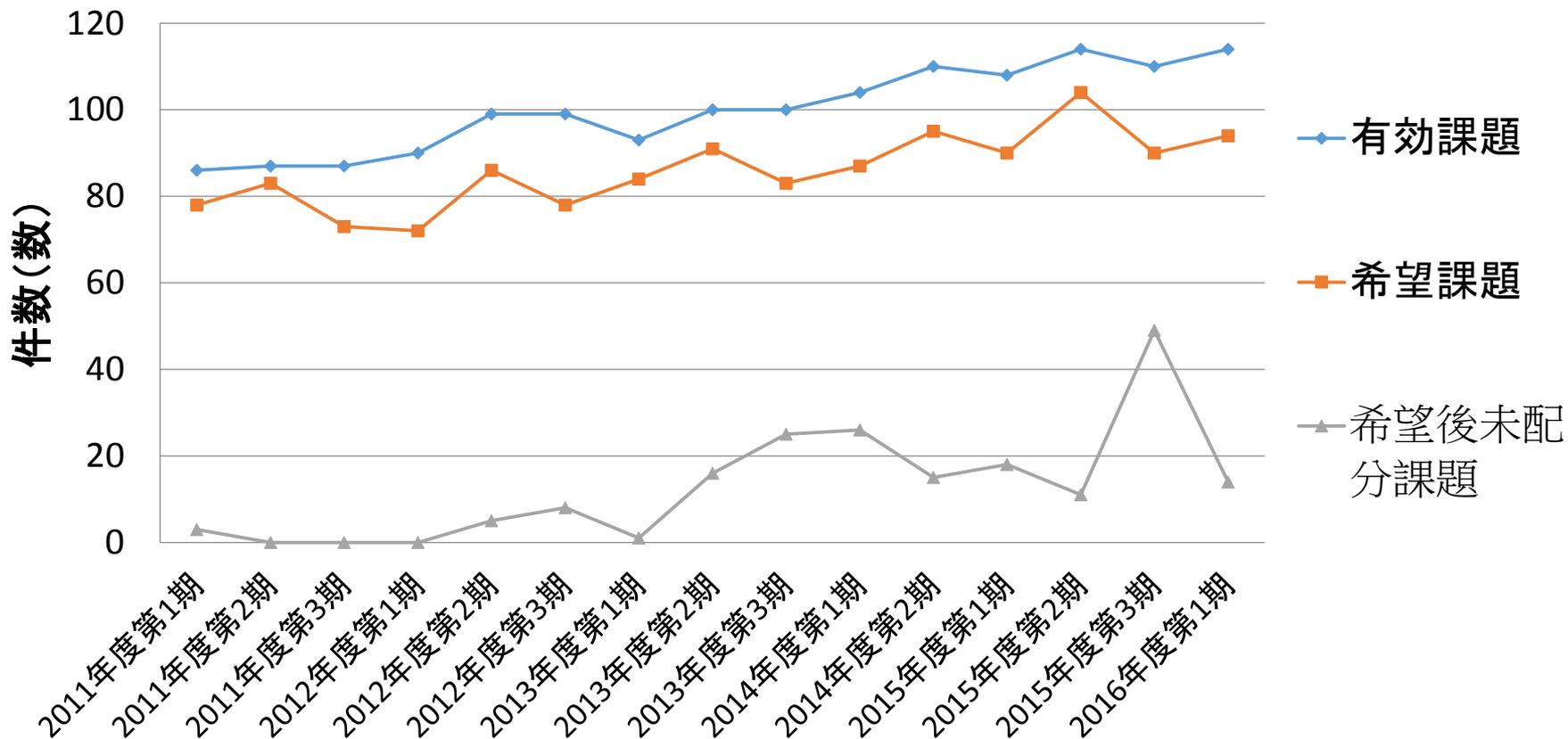
# 配分充足率

## 小角散乱分野:配分充足率

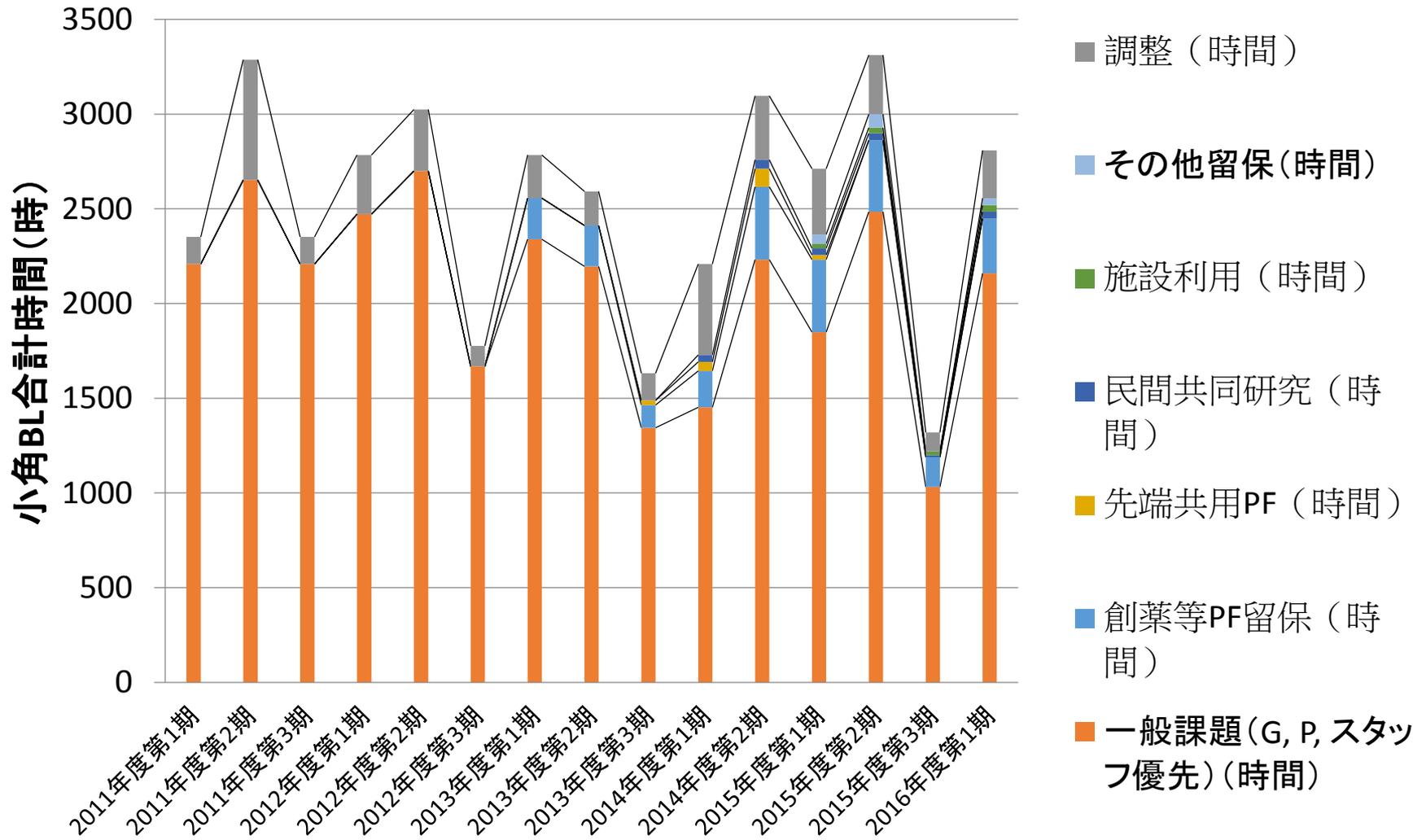


# 課題数

## 小角散乱分野：一般課題数



# BT配分の内訳(時間)



- 先端共用プラットフォームは2015年度で終了。
- 創薬等プラットフォームは2016年度で終了。

# BT配分の内訳(割合)

