

2019年3月11日
つくば国際会議場(エポカルつくば)
3階303

2019年3月11日 小角散乱UGミーティング

KEK・IMSS・PF 清水伸隆

<http://pfwww.kek.jp/saxs/>

SAXSビームラインメンバー

● PF小角散乱ビームラインメンバー: 総勢13+1名 (2019年3月11日現在)

● **BL全般・BL高度化整備**

五十嵐教之(准教授→教授(2019年4月～))、清水伸隆(准教授→教授(2019年4月～))、高木秀彰(特別助教)、森丈晴(専門技師)、大田浩正(三菱電機SC)

● **X線小角散乱測定解析支援**

(BioSAXS分野): 米澤健人(研究員、創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム(BINDS))

(マテリアル分野): 富田翔伍(博士研究員(2018年7月転出))

● **BL利用支援(日本アクシス)**

西條慎也、鈴木文俊、及川哲郎

● **解析ソフトウェア開発/データベース開発**

(SAngher/FLOUNDER/CRIP): 谷田部景子(SE)

(Synthesizer/Serial Analyzer): 高橋正剛(SE)

(Database): 大野昌樹(SE)

● **BL事務連絡、HP整備、講習会・研究会事務、etc...**

小針美由紀(秘書)



● PF制御グループ(SAXS BL測定制御・ソフトウェア開発)

永谷康子(特別技術専門職)

Photon FactoryのSAXSビームライン

3

※The ratio of application for beamtime is the latest value in FY2018.

	Application for Beamtime	Optics	X-ray Wavelength	Detectors	Camera Length	Photon Flux and Beam Size
6A	Hard and Soft materials (54.7%) Biomaterials (17.8%) BioSAXS (19.5%)	Bending Magnet Flat bent mirror (V) Asymmetric cut monochromator (H)	1.5 Å (fix) (8.27 keV)	(SAXS) PILATUS3 1M (WAXS) PILATUS 100K	0.25 ~ 2.5 m	5.0×10^{10} phs/s @Sample:V0.29×H0.44 mm ² (Camera Length= 2 m)
10C	Hard and Soft materials (25.4%) Biomaterials (5.9%) BioSAXS (61.9%)	Bending Magnet Fix-exit DCM (Water cooling) Bent cylinder mirror (Rh-coat, 2D-focusing)	0.9 ~ 1.9 Å (6 ~ 14 keV)	(SAXS) PILATUS3 2M (WAXS) PILATUS3 200K, C9728DK-10	0.25 ~ 3.0 m	5.6×10^{10} phs/s@8.3keV 2.6×10^{10} phs/s@12.4keV @Sample:V0.43×H0.70 mm ² (Camera Length= 2 m)
15A2	Hard and Soft materials (50.4%) Biomaterials (12.4%) BioSAXS (13.3%) (GI)SAXS with Tender X-ray	Short-Gap Undulator Fix-exit DCM (LN ₂ cooling) 3D-Focusing mirrors	(Exp. Stage I) 0.83 ~ 2.18 Å :5.7 ~ 15 keV (Exp. Stage II) 2.3 ~ 5.9 Å :2.1 ~ 5.4 keV	(SAXS) PILATUS3 2M (In- and Out-vacuum compatible, Low-energy calibration) (WAXS) PILATUS3 300K-W	(Exp. Stage I) 0.2 ~ 3.5 m (Exp. Stage II) 0.83 m @Tender X-ray GISAXS	(Exp. Stage I) 1.2×10^{11} phs/s@10.2keV @Sample:V0.09×H0.38 mm ² (Camera Length= 2 m) (Exp. Stage II) 6.1×10^{11} phs/s@3.6keV @V0.04×H0.3 mm ² (Camera Length= 0.83m)

Hard and Soft materials : Hard materials, Soft materials, Fiber (materials), Organic molecules.

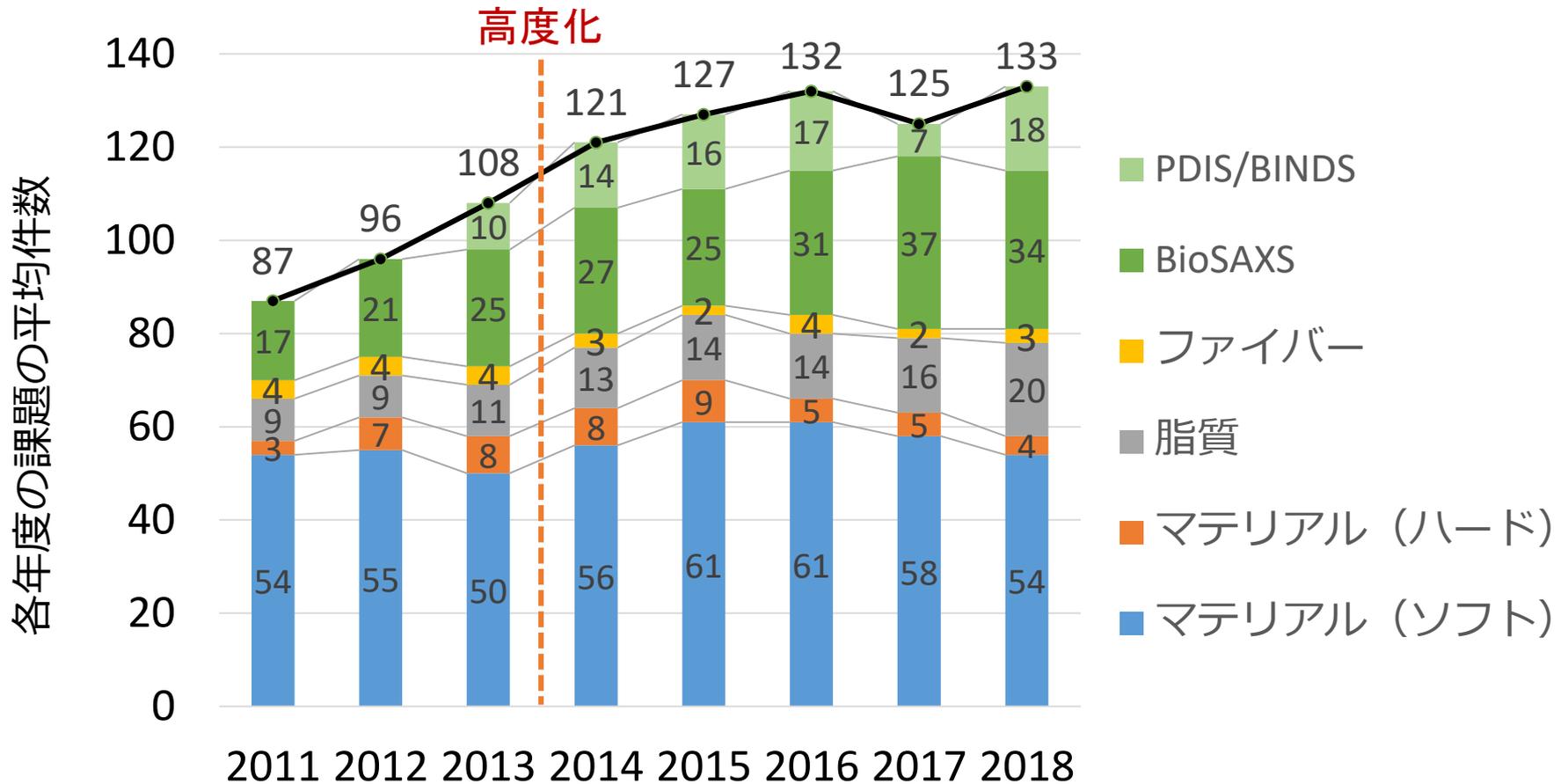
Biomaterials : Lipid, Fiber (materials), Biomineral.

BioSAXS: Protein (Structural Biology, Biophysics).

SAXSビームラインの課題・利用状況

分野別の有効課題数：プラットフォーム課題、施設利用などG課題以外も全て含む

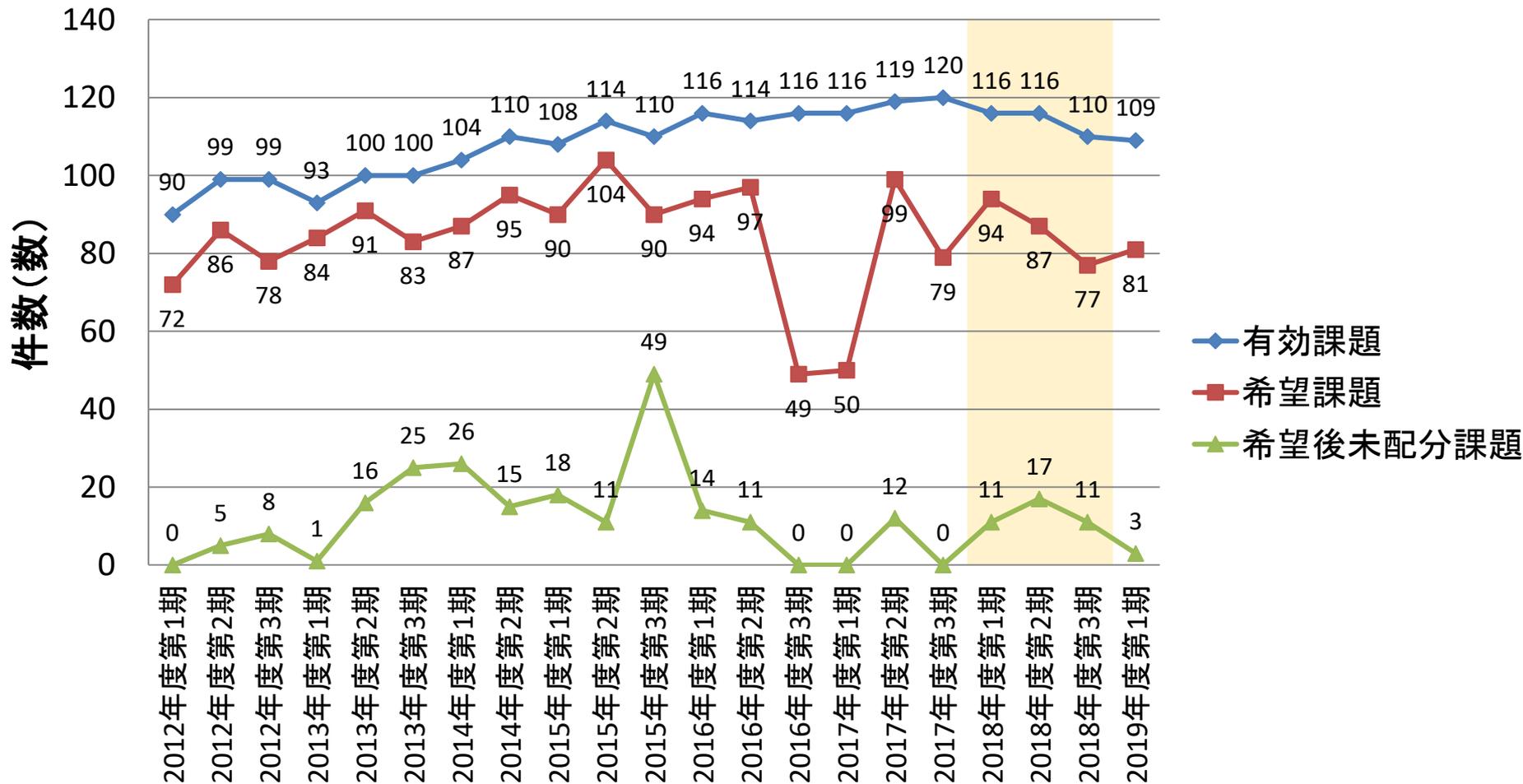
- 課題責任者：92名（2019年2月時点・2019G含まず）



- 創薬等支援技術基盤プラットフォーム(PDIS)は2012～2016年度で実施された。創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム(BINDS)は2017年度より開始され、2021年度までの予定。

G型/P型/施設利用/民間共同/スタッフ優先の課題数

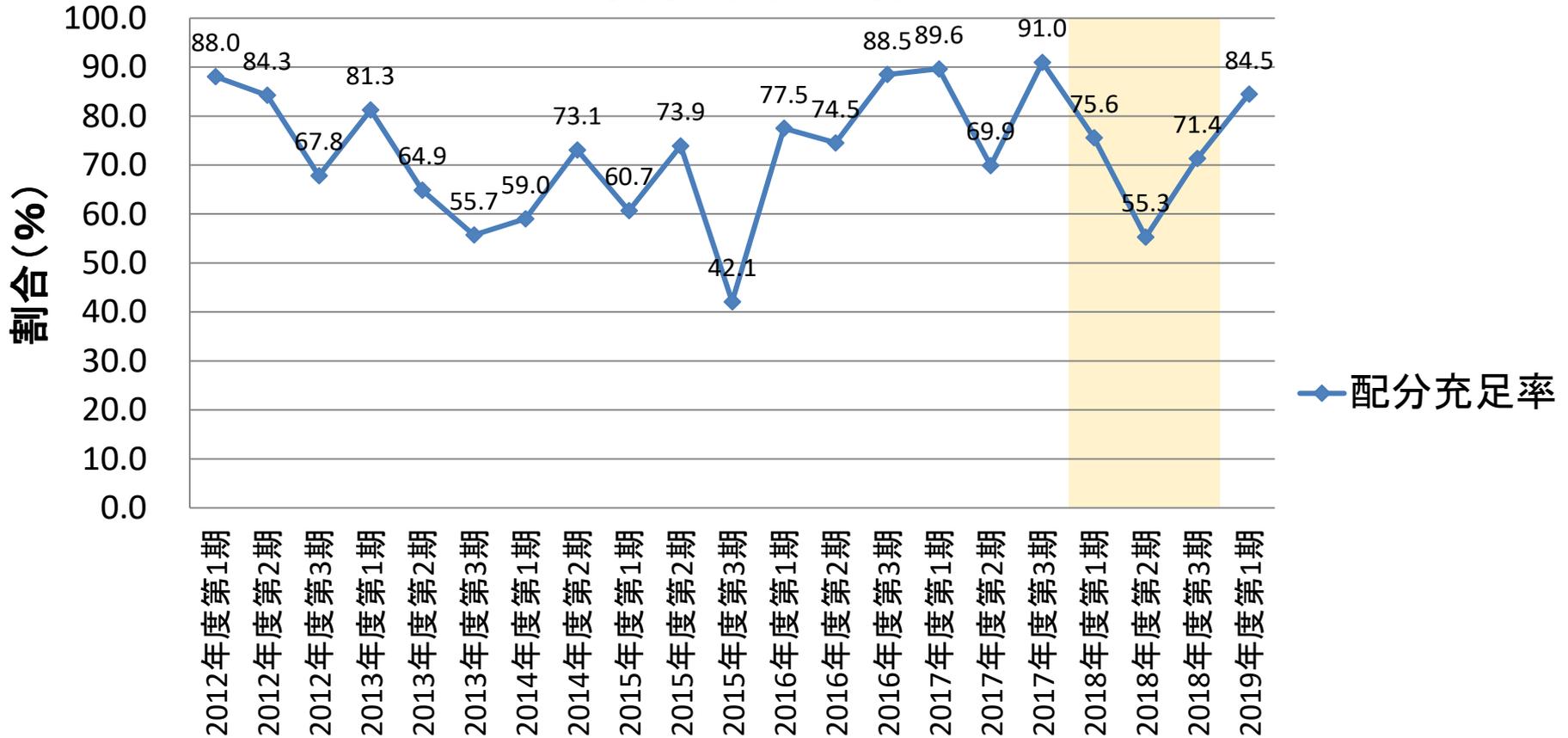
小角散乱分野：一般課題数



- 2016年第3期と2017年第1期は一つの期と見なして配分ルール策定・希望調査を行った。この期間の未配分課題はゼロ。
- 2018年度第3期から減少しているのは、課題再申請のルールが変更されたから。

G型/P型/施設利用/民間共同の配分充足率

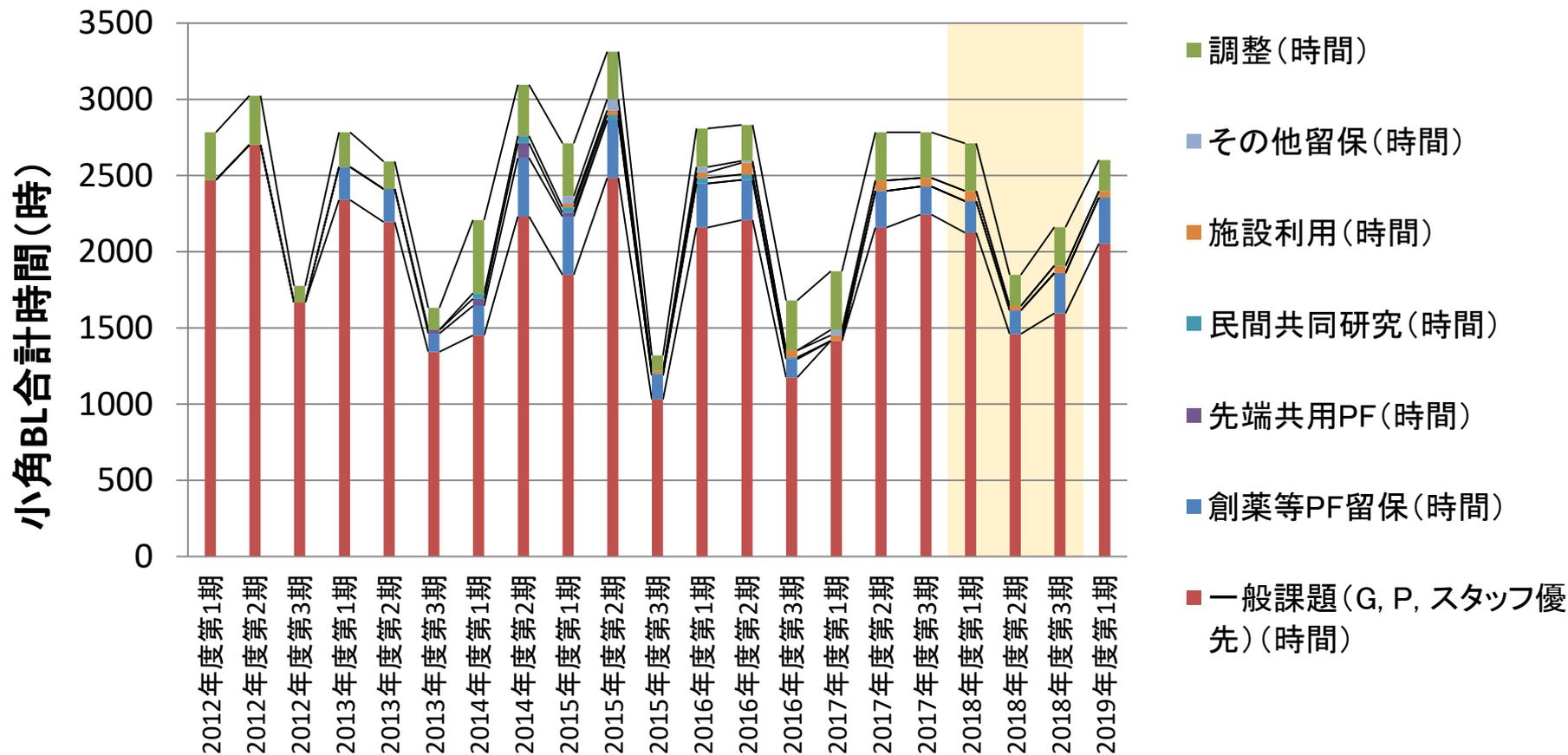
小角散乱分野:配分充足率



※2016年第3期と2017年第1期は一つの期と見なして配分ルールを策定したため、充足率が向上している。

SAXSビームラインのBT配分の内訳（時間）

小角散乱分野：BT配分の内訳（時間）

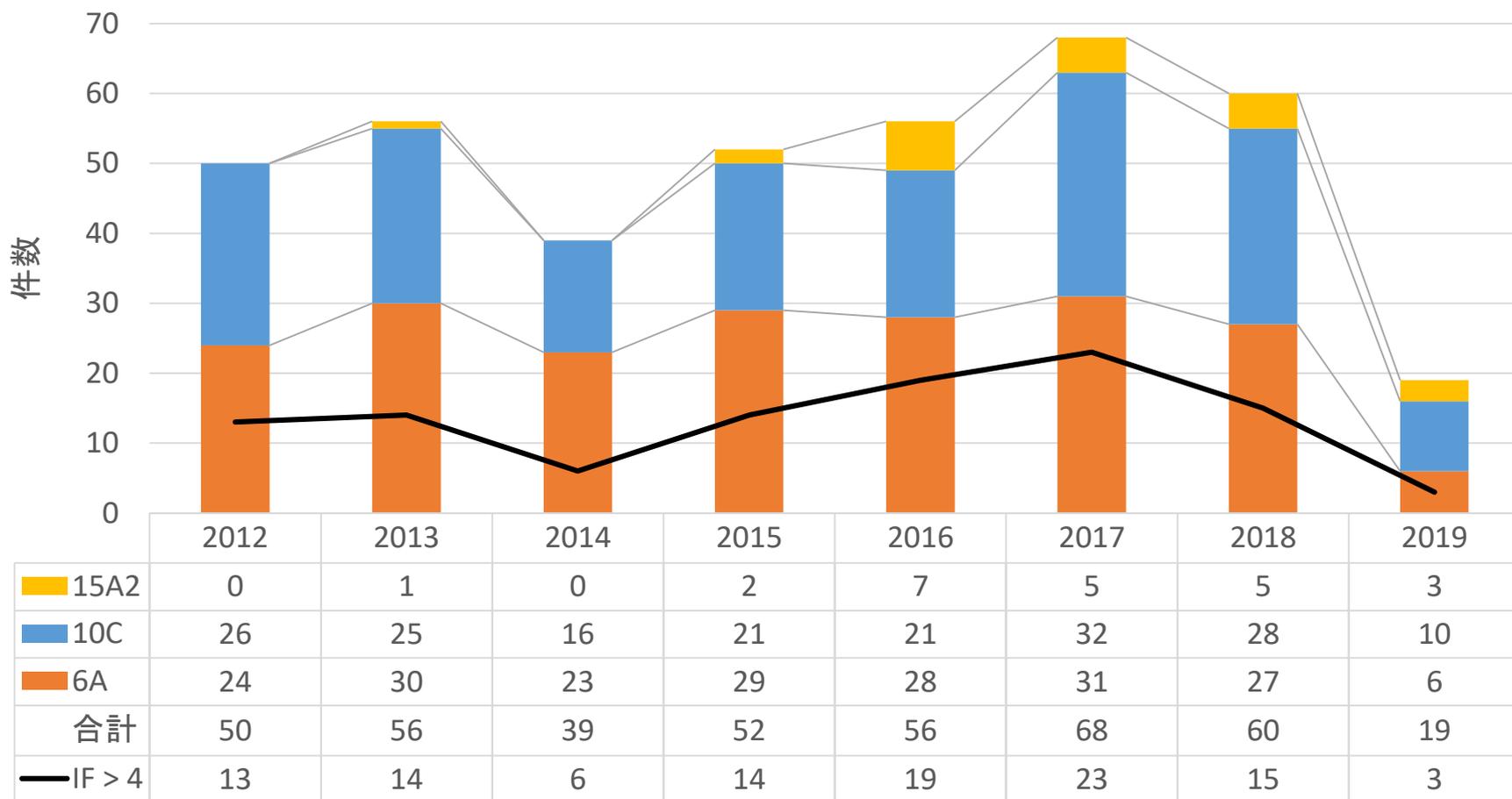


BL-6A, 10CとBL-15Aの時間の中で15A2用とされた時間のみ集計している。

論文登録数

http://pfwww.kek.jp/saxs/user_publication.htmlに掲載中

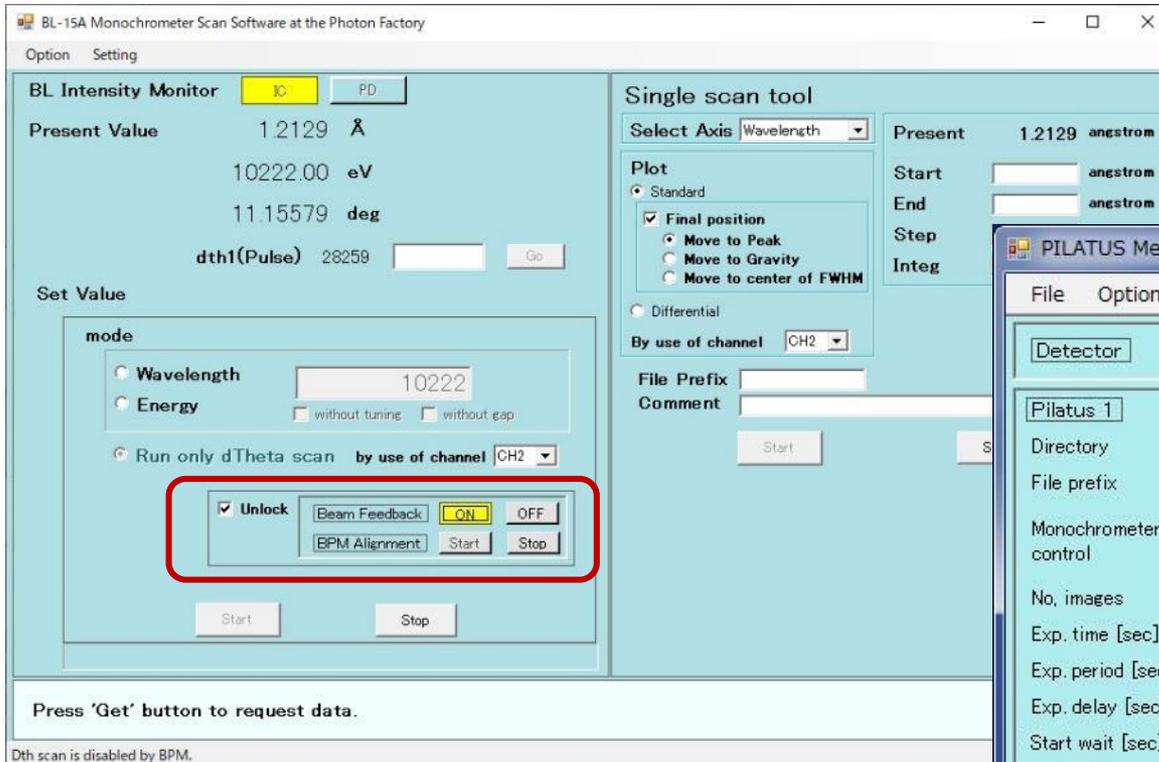
2019年3月7日現在



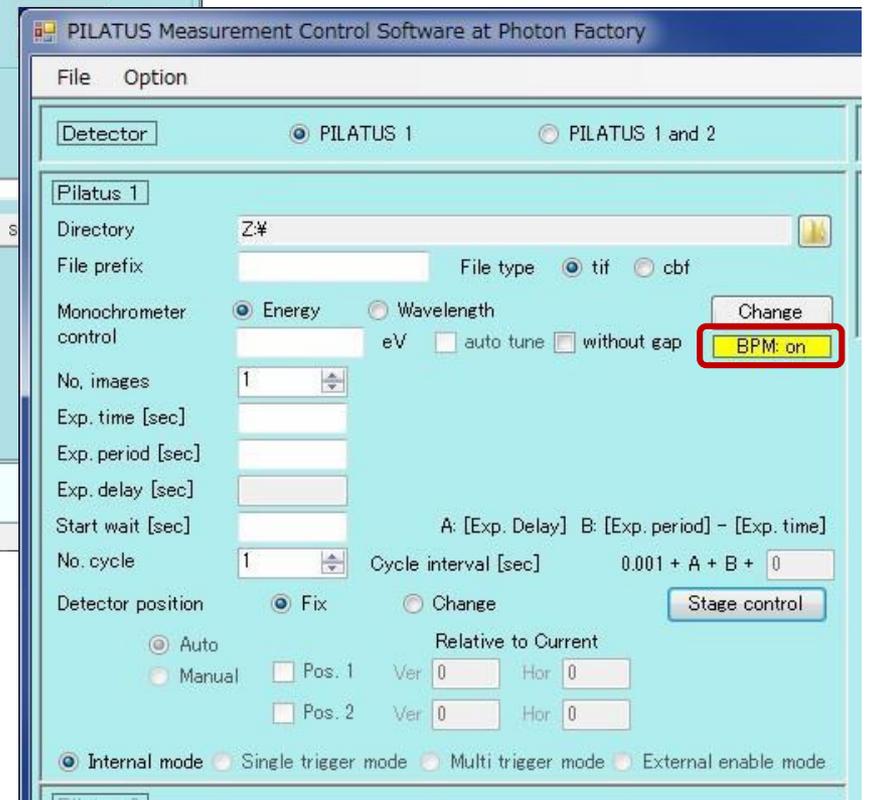
- ※補足
- 6Aは旧15Aを含む。
 - 9C(SAXS)は併用したビームラインに含まれる。
 - 複数のBLで登録されている場合は、メインで利用したBLを判定し、1つのBLのみでカウント。

BL-15A2にビーム位置フィードバック機能追加 @Hard-X線

昨年度にBPMモジュールのインストールまでは終わっており、今年度制御部の整備を実施。



フィードバック中はBPM:On表示



フィードバック中は、波長変更(=X線分光器の角度変更)時に分光器の微調整($\Delta\theta$ 角の調整)は入らない。

測定ソフトウェア更新

◆ Scan Tool

Module for Energy/Wavelength scan

Monochromer control range input

Enable range scan

Energy Wavelength

11910 ~ 11920 eV / Step 1 eV auto tune

Input ok. 'Range input' enabled. Click 'OK' if change the values.

The color of the button changes when each function becomes enable.

Stage control

Select stage type

Unuse stages

Use rotary sample changer

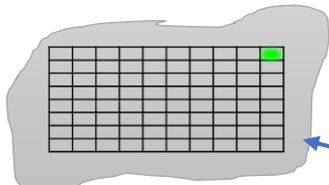
Use sample stage scanning

Use ω theta scan

Use custom scan

Detector position variation (Auto=3 places)

Selection of the stage to use



Green laser virtually shows the X-ray beam position.

Sample

Pos. 3 <Please select>

Quickscan input: Start.

Pos. 1 Sample horizontal mm -7.5

Ok

Input ok. 'Stage control' enabled. Click 'Ok' if change the values.

Stepwise Scanに加えてRaster Scan機能を追加(開発中)

◆ GI Sample Auto Alignment

PILATUS Measurement Control Software at Photon Factory

File Option

Settings for pilatus

Settings for monochromer

Automatic GI sample stage alignment

Show log

File prefix saxs2 File type tif cbf

Monochromer control Energy Wavelength auto tune without gap BPM: off

No. images 10

Exp. time [sec] 3

Exp. period [sec] 3.01

Automatic GI sample stage alignment

Option

Sample stage

	Present	Absolute	Relative
ThetaY Er: GI.ThetaY deg		Go	Go
Ver 0.00000 mm		Go	Go

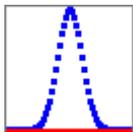
Automatic GI sample stage alignment

Start Stop

Info

Click [x] button to close this window.

Tender-GI測定システムの機能が、Hard-X線でのGI測定でも利用可能に。



SEC-SAXS自動解析ソフトウェアSerial Analyzer

<http://pfwww.kek.jp/saxs/SerialAnalyzer.html>

Serial Analyzer 1.0.1 (2018-09-03 python 3.6.3 64bit)

Folder Settings Options Tests Demos References

Input
 X-ray Scattering Data Folder: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02 File Ext: *.dat
 UV Absorbance Data Folder: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02 File Name: OAGIwyatt02_UV.txt

Output
 Analysis Result Folder: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02
 Subfolder: analysis-001
 Book Name: analysis_report_Ltix

Refresh Analyze all

File	File Name	Last Modified	Exclude
0	OAGIwyatt02_00000_sub.dat	2017-02-09 21:53:02	
1	OAGIwyatt02_00001_sub.dat	2017-02-09 21:53:02	
2	OAGIwyatt02_00002_sub.dat	2017-02-09 21:53:02	
3	OAGIwyatt02_00003_sub.dat	2017-02-09 21:53:02	
4	OAGIwyatt02_00004_sub.dat	2017-02-09 21:53:03	
5	OAGIwyatt02_00005_sub.dat	2017-02-09 21:53:03	
6	OAGIwyatt02_00006_sub.dat	2017-02-09 21:53:03	
7	OAGIwyatt02_00007_sub.dat	2017-02-09 21:53:03	

Serial Analysis
 Input / Output: X-ray Scattering Data: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02
 UV Absorbance Data: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02\OAGIwyatt02_UV.txt
 Result Book: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02\analysis-001\analysis_report_Ltix

X-ray Scattering Data
 Apply Averaging on Elution Axis
 Average elution curve to average: 3
 Save averaged data to: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02\analysis-001\average
 Name postfix: _arg as in OAGIwyatt020000_sub_arg.dat

Conv. Factors: Absorbance(280) = Path Length Factor (1.000) = Extinction (1.000)

Analysis Stages
 X-ray Scattering Base Correction
 Guinier Analysis
 Extrapolation to Zero Concentration
 Enable base zoom
 Elution model

Run Cancel

Mapping and Baseline correction

ElutionMappedCanvas - W:\Develop\SerialAnalyzer\SerialAnalyzer\OAGI_Ant_Far

(a) Elution from UV absorbance at $\lambda=280$ (b) Elution from X-ray scattering at $q=0.02$ (c) Mapped elutions (X-ray scattering scale)

See drift in 3D

56 71 55

UV Absorbance Baseline Adjustment
 No correction to input data
 Correction to input data
 correct with (standard shifted) baseline using (LPM LB)
 Linear adjustment by hermite optimization

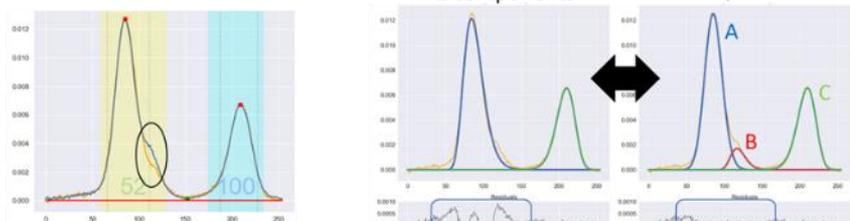
X-ray Scattering Baseline Adjustment
 No correction to input data
 Correction to input data (Low Percenile Method)
 correct with (linear quadratic splined) baseline
 Linear adjustment by hermite optimization

Mapping Precision Measure
 1811141 RMSD=0.47547
 602826 RMSD=0.2015

Mapping Helper Advanced Settings

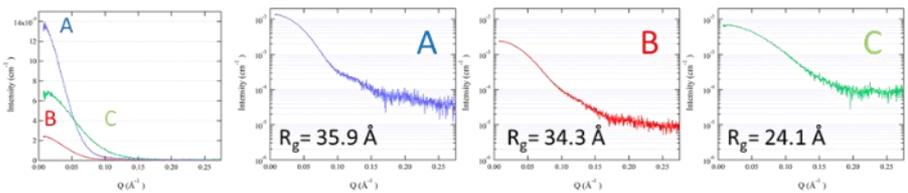
(Ex.) SEC-SAXS analysis of Aldolase /Ovalbmin Mix. solution.

Multiple components decomposition: Fitting analysis by the model function, EGH (Exponential Gaussian Hybrid)



Displacement of chromatograms of UV-Vis and SAXS → Suggestion of the presence of another component.

The residual in 3 components is smaller than that in 2 components.



Serial Analysis Progress

Input / Output X-ray Scattering Data: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02
 UV Absorbance Data: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02\OAGIwyatt02_UV.txt
 Result Book: D:\Software_trial\PyTools\OAGIwyatt_02\analysis-001\analysis_report_Ltix

Progress
 stage bar time todo done state
 Guinier Analysis [100%] 0' 43" 215 215 done
 Extrapolation [100%] 1' 49" 93 86 doing
 cumulative time 2' 32"

Execution Log
 23:47:05 1st peak desc-side rg re-estimation done with extrapolated Rg:35.9
 23:47:18 Killed the remaining process pid=7558
 23:47:19 1st peak desc-side book done.
 23:47:25 1st peak desc-side atsas book done.
 23:47:33 1st peak overlay book done.
 23:47:33 Guinier boundary is assumed at $Q(92)=0.0559$.
 23:47:33 2nd peak asc-side extrapolation done.
 23:47:36 2nd peak asc-side atsas result: $R_g=24.3456 \text{ \AA}$ $I(0)=0.100895$
 23:47:36 2nd peak asc-side rg re-estimation done with extrapolated Rg:24.9
 23:47:50 2nd peak desc-side book done.
 23:47:57 2nd peak desc-side atsas book done.
 23:47:57 Guinier boundary is assumed at $Q(92)=0.0559$.
 23:47:57 boundary test deferred by guinier_boundary=92
 23:47:57 2nd peak desc-side extrapolation done.
 23:48:01 2nd peak desc-side atsas result: $R_g=23.7605 \text{ \AA}$ $I(0)=0.0967977$
 23:48:01 2nd peak desc-side rg re-estimation done with extrapolated Rg:24.2
 23:48:14 Killed the remaining process pid=7566
 23:48:14 2nd peak desc-side book done.
 23:48:20 Killed the remaining process pid=7600

Automatic Guinier Analysis / Zero-conc. Extrapolation

各種マニュアル

- 主に試料回りの装置に関する測定操作マニュアルなどを公開しています。

http://pfwww.kek.jp/saxs/PF-SAXS_beamline_Information.html
[PF小角散乱HP]→[ビームライン]→[BL詳細情報(マニュアル等)]

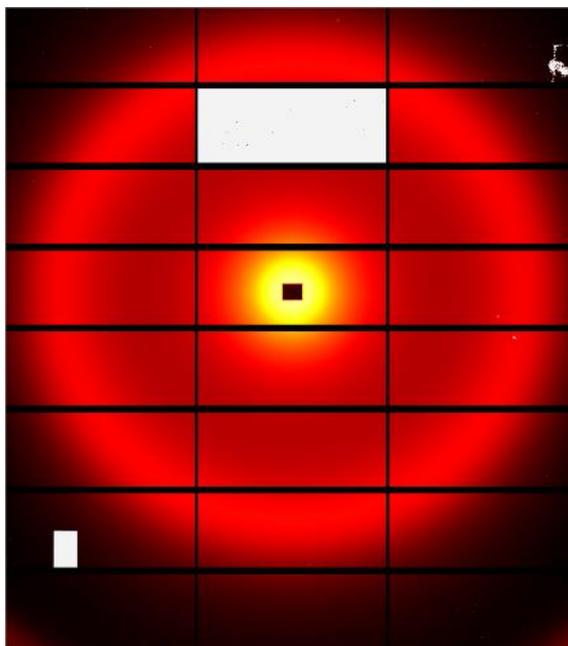
ビームライン操作マニュアル

■ BL-6A	新制御ソフト操作マニュアル
	実験ハッチBNCケーブル配線図
■ BL-10C	新制御ソフト操作マニュアル
■ Online HPLC	SEC-SAXS測定操作マニュアル ver2.0 ^{NEW}
	SEC-SAXS Manual (English) ^{NEW}
	SEC-MALS解析マニュアル ^{NEW}
■ Rotary Sample Changer	回転サンプルチェンジャー操作マニュアル ^{NEW}
■ Linkam Hot/Cold Stage	Linkam社製加熱冷却ステージ操作マニュアル ^{NEW}
■ INSTEC Hot/Cold Stage	INSTEC社製加熱冷却ステージ操作マニュアル ^{NEW}
■ GISAXS stage	GISAXSステージ操作マニュアル ^{NEW}
■ Solution Flow system	Solution Flow system 操作マニュアル ^{NEW}

マニュアルは随時更新されますので、利用前には最新のバージョンを確認下さい。

この1年の主要トラブル

- 2018年4月@Instec
 - Instecステージのコントローラに直接熱電対を接続して試料部実温度をモニターできるように改造を行なったが、製造メーカーの不手際で、正常動作せず。日本代理店側と米国製造メーカー側で現在も修理対応中。現在、日本代理店から代替機をレンタル中。
- 2018年6月19日@BL-10C
 - BL-10Cで、カメラ長用真空パス最下流の窓が破断。PILATUS3 2Mも損傷。3つのモジュールに不具合が発生したためDectris社(スイス)に返送して修理。BL-10Cは夏前までPILATUS 300Kで運用。最終的に、1モジュールを新品と交換、その他2モジュールは修理、その他モジュールの再配置を行ない復帰。11月から利用再開。



- 2018年7月5日@BL-10C
 - HPLCの自動サンプル注入機構内で詰まりが発生し、試料を全損。⇒修理。

この1年の主要トラブル

- 2018年7月6日@BL-6A
 - Type1WAXSチェンバーの上流スペリオ窓が前日22時過ぎからリークを始め、最終的に3時半に破損。5x6BSも破損。その状態でも測定が継続され、PILATUS3 1Mにダイレクトが入り続けた。
⇒真空パスの真空値が明瞭に分かる様に、視認性の良い表示器を備えたゲージに交換(全ビームライン)



- 2018年12月2日、2019年2月17日@BL-10C
 - 試料温調用チラーが故障(振動による影響か、本体内部ポンプが分解!)。老朽化のため、BL-6A機と合わせて新たに購入。旧6A機は予備機に。
 - 2019年2月16日に新チラーの利用を始めたが、水配管の施工不良による漏水で基盤が損傷し修理へ。再度、BL-10Cにもう一台の新チラーを導入し、BL-6Aは予備機で運用中。故障機は基盤交換後、5月から再運用予定。
- 2018年12月13日
 - BL-10Cファイルサーバーへのアクセス不調に。予備の旧サーバーを利用する用に設定変更して対応。その後調査を行なうが、再現せず。
- 2019年1月7日@BL-10C
 - BL-10Cでファイルサーバーのディスク1個が不良に。交換対応。上記トラブルと関連しているかは不明。

課題申請に関する注意事項

- (基本情報) : <https://www2.kek.jp/uskek/apply/pf.html>

<https://www2.kek.jp/imss/pf/use/proposal/>

- (課題の再申請) 採択されたけれども評点が低いためにビームタイムが配分されない課題について、**より高い評価を得るために、採択された課題を取り下げてから再申請を行うことができます。**このような申請を提出する場合には**申請書の中の課題名の最初に再申請であることを明記**して下さい。補足事項:再申請の場合は、PF-PACにおいて、取り下げた課題の申請書、レフリーコメント、評点を考慮した審査が実施されます。
- (課題の取り下げ) 採択された共同利用実験課題を取り下げる場合は、**課題責任者の方が、課題取下げ願い(フォーマットあり)を共同利用係宛てに送付**してください。

高エネルギー加速器研究機構 研究協力部研究協力課

共同利用支援室 共同利用係

TEL: 029-864-5126

E-mail:kyodo1@mail.kek.jp

- 再申請が可能なのは、**最初の課題でビームタイムを利用していない場合に**限ります。
- (注意事項)
 - 課題を再申請する際に、最初に採択された評点が低い方の課題で既にビームタイムを利用していた場合は、この内容での再申請は認められないため、申請自体が無効(審査の対象外)となります。
 - そのような場合は、内容が全く異なる新しい課題を別途申請するか、課題の終了届に関して共同利用係に確認を頂くようにお願いします。

(New) 論文発表時の引用文献

3BLと特定装置、ソフトウェアに関する引用文献が揃いましたので、ご紹介しておきます。論文など発表時には必ず引用をお願いします。SAXS-BLのHPも更新してありますので、そちらでもご確認ください。

- BL-6A
 - Takagi, H., Igarashi, N., Mori, T., Saijo, S., Ohta, H., Nagatani, Y., Kosuge, T. and Shimizu, N. Upgrade of small angle x-ray scattering beamline BL-6A at the photon factory.
AIP Conf. Proc. **1741**, 030018 (2016). doi: 10.1063/1.4952841
 - Shimizu, N., Mori, T., Igarashi, N., Ohta, H., Nagatani, Y., Kosuge, T. and Ito, K. Refurbishing of Small-Angle X-ray Scattering Beamline, BL-6A at the Photon Factory.
J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 202008 (2013). doi: 10.1088/1742-6596/425/20/202008 (※こちらはBL-6A光学系が掲載)
- BL-10C
 - Shimizu, N., Mori, T., Nagatani, Y., Ohta, H., Saijo, S., Takagi, H., Takahashi, M., Yatabe, K., Kosuge, T. and Igarashi, N. BL-10C, the small-angle x-ray scattering beamline at the photon factory.
AIP Conf. Proc. **2054**, 060041 (2019). doi: 10.1063/1.5084672
- BL-15A2 Hard-X
 - Takagi, H., Igarashi, N., Nagatani, Y., Ohta, H., Mori, T., Kosuge, T. and Shimizu, N. New high-brilliance small angle x-ray scattering beamline, BL-15A2 at the photon factory.
AIP Conf. Proc. **2054**, 060038 (2019). doi: 10.1063/1.5084669
- BL-15A2 Tender-X
 - Takagi, H., Igarashi, N., Mori, T., Saijo, S., Nagatani, Y., Ohta, H., Yamamoto, K. and Shimizu, N. Structural analysis of polymer thin films using GISAXS in the tender X- ray region: Concept and design of GISAXS experiments using the tender X- ray energy at BL-15A2 at the Photon Factory.
J. Appl. Phys. **120**, 142119 (2016). doi: 10.1063/1.4961977
- SEC-SAXS/SEC-MALS
 - Bernadó, P., Shimizu, N., Zaccai, G., Kamikubo, H. and Sugiyama, M. Solution scattering approaches to dynamical ordering in biomolecular systems.
BBA - General Subjects **1862**, 253-274 (2018). doi: 10.1016/j.bbagen.2017.10.015
- SAngler
 - 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. **1741**, 050017 (2016). doi: 10.1063/1.4952937
- Serial Analyzer
 - Yonezawa, K., Takahashi, M., Yatabe, K., Nagatani, Y. and Shimizu, N. Software for serial data analysis measured by SEC-SAXS/UV-Vis spectroscopy.
AIP Conf. Proc. **2054**, 060082 (2019). doi: 10.1063/1.5084713
- Synthesizer
 - Shimizu, N., Mori, T., Nagatani, Y., Ohta, H., Saijo, S., Takagi, H., Takahashi, M., Yatabe, K., Kosuge, T. and Igarashi, N. BL-10C, the small-angle x-ray scattering beamline at the photon factory.
AIP Conf. Proc. **2054**, 060041 (2019). doi: 10.1063/1.5084672

成果登録に関する協力のお願い

- 様々な場面でPF SAXSビームラインを活用した成果を紹介することを求められております。
 - KEK研究成果管理システム (<https://www2.kek.jp/imss/pf/science/pubdb/>) から成果の登録をお願いします。
 - 登録された成果は、PF小角散乱HPでも公開しております。
http://pfwww.kek.jp/saxs/user_publication.html
- 論文発表された成果に関して、成果を紹介するためのスライド1枚を依頼させて頂いております(ただ現在は、依頼に関して一定条件($IF \geq 4$)を設けております)。
 - お忙しいところ大変恐縮ですが、ご協力のほど、よろしくお願い致します。
 - BL-15A2とBL-10Cハッチ背面通路側の大画面液晶ディスプレイで、スライドショーを表示しております(所内外から好評です)。
 - また、施設側の講演等でBLからの成果(利用例)として紹介させて頂ければと存じます。

来年度の状況

● 創薬等ライフサイエンス研究支援基盤事業(2017～2021年度)

- 創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム(BINDS)にビームタイムを15～20%程度供出します(BL-10CとBL-15A2。BL-6Aはありません)。
- μ 流路SAXSシステムは、共同研究ベースですが供用を開始します。詳細は明日、米澤さんがポスターを出しています。

● 高度化/整備予定

- BL-15A2: 上下流の定盤を繋ぐ、カメラ長約6.5m化を進めます。詳細は明日高木さんがポスターを出しています。
- 引張試験機など、未整備の装置の導入を進める(秋以降供用開始)予定。

● ビームタイム運営

- 引き続き、平日と休日の一部は利用支援スタッフによる運営を行ないます。
- **利用支援スタッフの勤務時間は17時45分まで**です。カメラ長や装置変更などの依頼は、17時45分までに終わることを目処に、依頼頂くようにお願いします。どうしても、その時間を過ぎる場合等はお相談ください。
- 問題がある場合は常勤スタッフもすぐにサポートできる様にしてありますが、何卒ご協力のほど、よろしくお願い致します。

お知らせ1

① 第1回タンパク質X線溶液散乱講習会（アドバンスコース）

- <https://pf-form.kek.jp/2019biosaxs-a1/>
- Serial Analyzerの使用方法のみに関する講習会を開催します。
- 4月23日（火）13～17時@KEK研究本館1階会議室
- PFでSEC-SAXS測定を実施しているグループに個別にご連絡中。

② BioSAXS/BioSANSに関するPF研究会

- （仮）BioSAXS/BioSANSが拓く生体高分子の分子間相互作用解析の最前線
- 提案代表者：杉山先生（京大）、井上先生（京大）、上久保先生（奈良先端大）、清水伸隆（KEK物構研）
- 8月のお盆前、もしくは9月第2週辺りでスケジュールを検討中。
- 講演者も調整中。
 - DENSS開発者のTomas Grantさん依頼中（前向きなお返事）。SSRLの松井さんOK。国内の講演者の方にはこれから依頼を進めて参ります。
- 5月頃にHPオープン予定。

お知らせ2

[小角散乱ユーザーグループ親睦会]

場所: ワインとピザ ビストロポリツァ

<https://r.gnavi.co.jp/pse3zxak0000/>

つくば駅横BiViつくば2階

※建物内では無く、ペDESTリアンデッキに面しております。

ローソン横でライトオンの向かい側

時間: 19時30分～

★満喫コース★ 5,000円、2時間

参加者: 17名

