

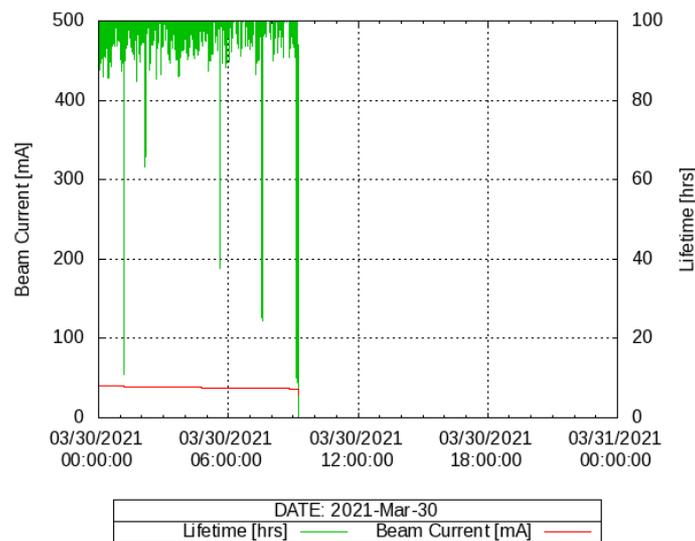
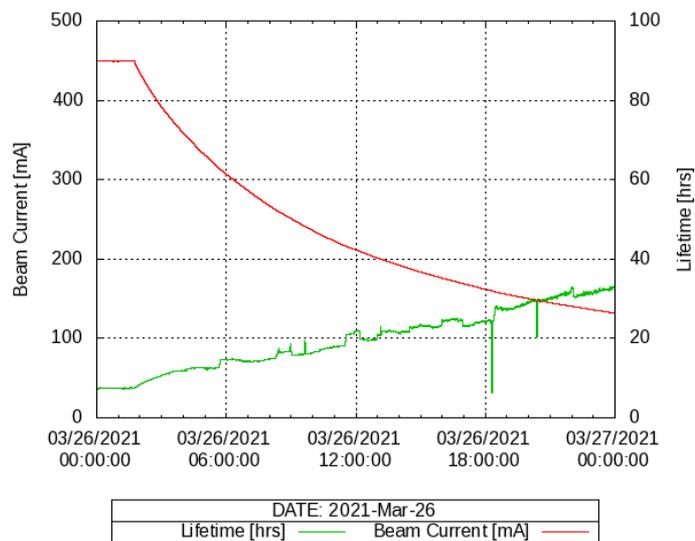
2021年4月2日  
@Zoom

2021年4月2日  
小角散乱UGミーティング

KEK・IMSS・PF 清水伸隆

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

# 入射器の重故障に伴うBTキャンセル



- 3月26日(金)午前1時44分頃に入射器パルスベンド電源に故障が発生し、蓄積リングへの入射が停止。
- 3月29日(月)に業者による調査が行われたが原因を特定できなかったため、3月30日午前9時での今期のユーザー運転終了を確定(3月30日、31日のビームタイムをキャンセル)。
- 3月30日午前9時で運転停止(その時点で40mA程度)。
- その後の調査で故障の原因が特定されました(充電器上部にある高圧ユニット部の整流用ダイオード両端にあるコンデンサーのパンク(焼損))。
- 現時点では、5月の立ち上げに間に合う見通し。

# 2021年度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11+1名

### • BL全般・BL高度化整備

五十嵐教之(教授)、清水伸隆(教授)、高木秀彰(助教)、森文晴(専門技師)

大田浩正(三菱電機SC) → SAXSからは外れる

### • X線小角散乱測定解析

米澤健人(研究員) → 転出(奈良先端大・特任助教)

小山恵史(研究員(新学術領域・BINDS)): 4月1日着任

### • BL利用支援(日本アクセス)

西條慎也、鈴木文俊、羽方望

### • 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) → タンパク質結晶構造解析BLと連携

### • BL事務連絡、HP整備、講習会・研究会事務、etc...

佐々木明由実(秘書)

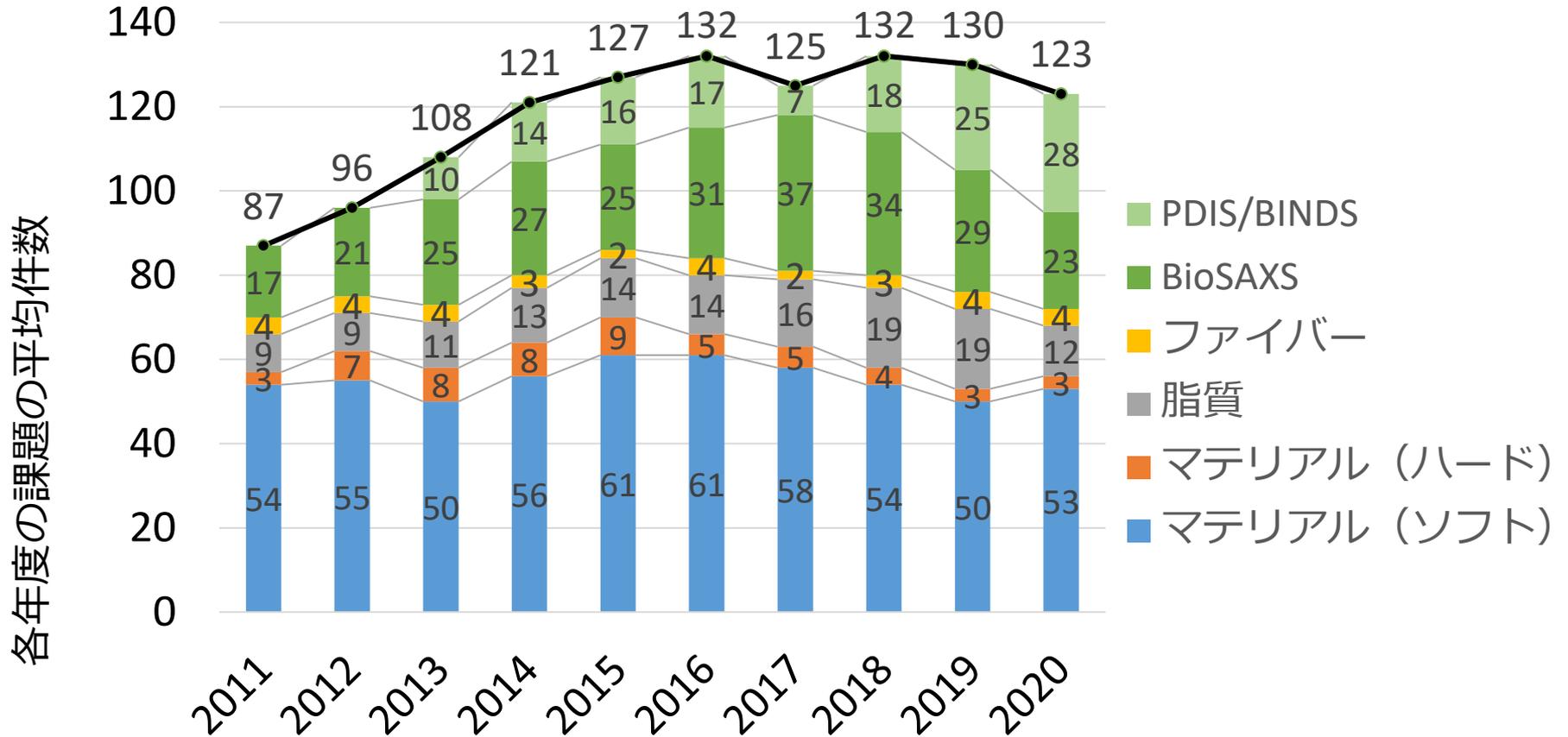
## ● PF制御グループ(SAXS BL測定制御・ソフトウェア開発)

永谷康子(特別技術専門職)

# SAXSビームラインの課題・利用状況

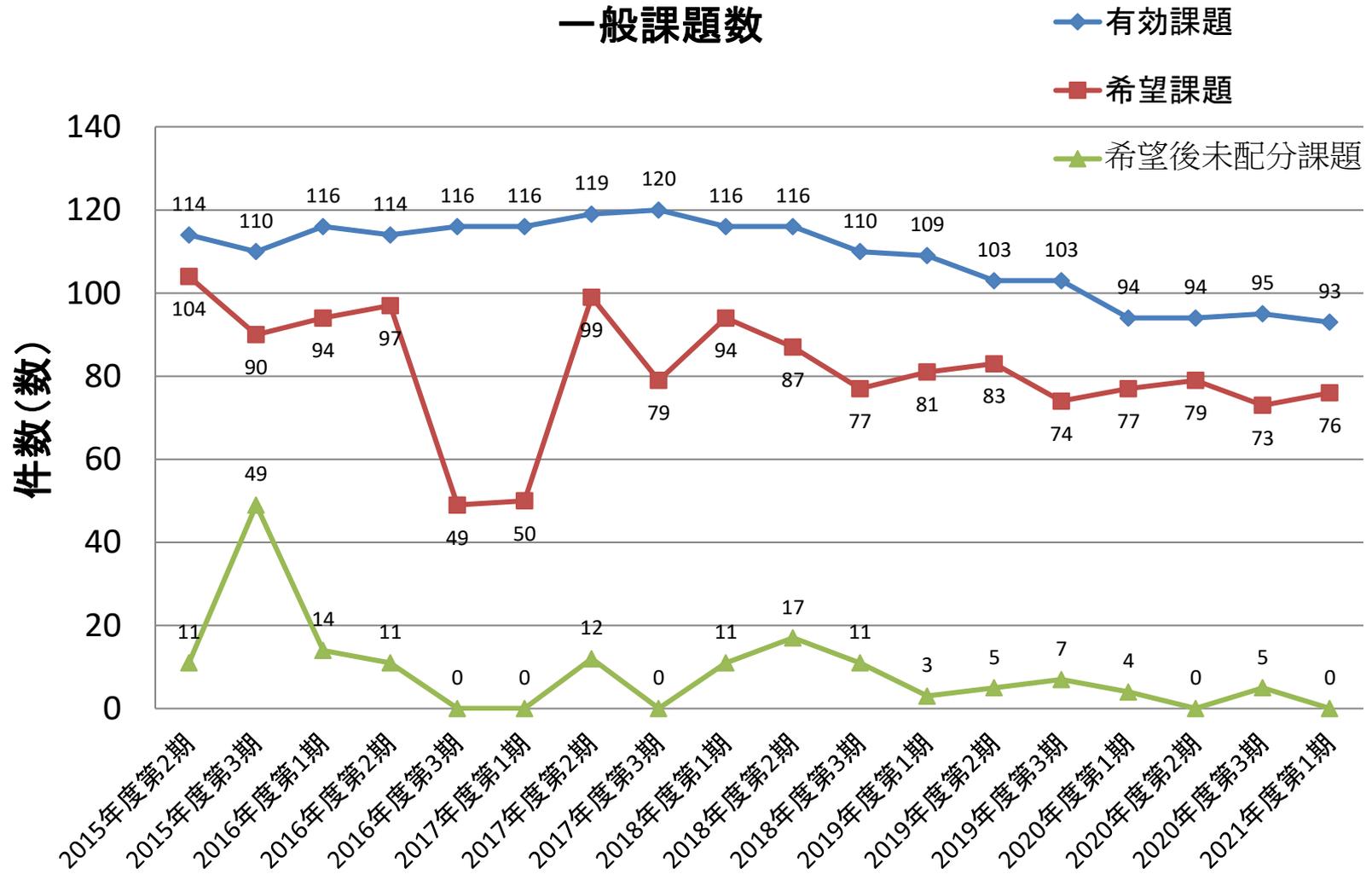
分野別の有効課題数：プラットフォーム課題、施設利用などG課題以外も全て含む

- 課題責任者：102名（2020年3月時点）



- 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。

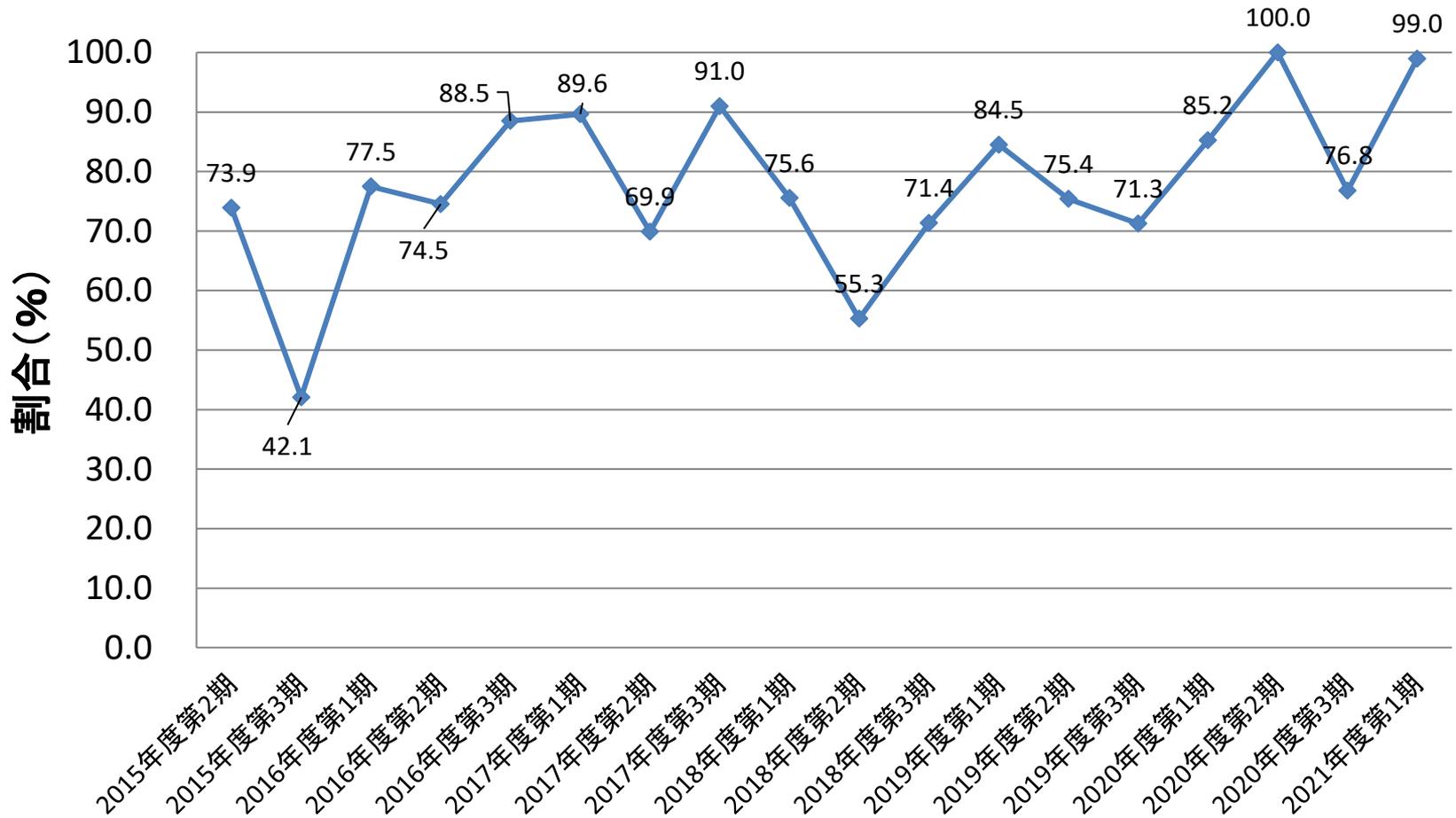
# G型/P型/施設利用/民間共同/スタッフ優先の課題数



- 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期から減少トレンド（課題再申請のルールが変更されたことも要因）。**

# G型/P型/施設利用/民間共同の配分充足率

## 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。
- 2020年第1期は新型コロナウイルス感染症の影響で、実際には利用されていない。
- 2019～2021年にかけて、徐々に充足率が緩和している様に見える。

# 2021年5-6月の配分結果

○有効課題数：93（G型91、P型2）

○BT配分を希望する課題数：76

⇒BL-15A2第1希望課題数：11（G型11）

⇒BL-10C 第1希望課題数：36（G型36）

⇒BL-6A 第1希望課題数：29（G型）

○全有効課題の平均評点：3.5（BT配分を希望した課題の平均評点は3.5）

○評点に基づく傾斜配分ルール

⇒BL-6A, 10C 全課題希望通り  
BL-15A2 3.6以上：48時間まで  
3.5以下：24時間まで  
※P型の配分希望無し。

○BT配分可能時間：3072.24時間（51.67(6A)+51.67(10C)+24.67(15A2)日）

○ユーザー総希望時間：2352時間

○ユーザー総配分時間：2328時間（47(6A)+36(10C)+14(15A2)日、全BTの75.8%）

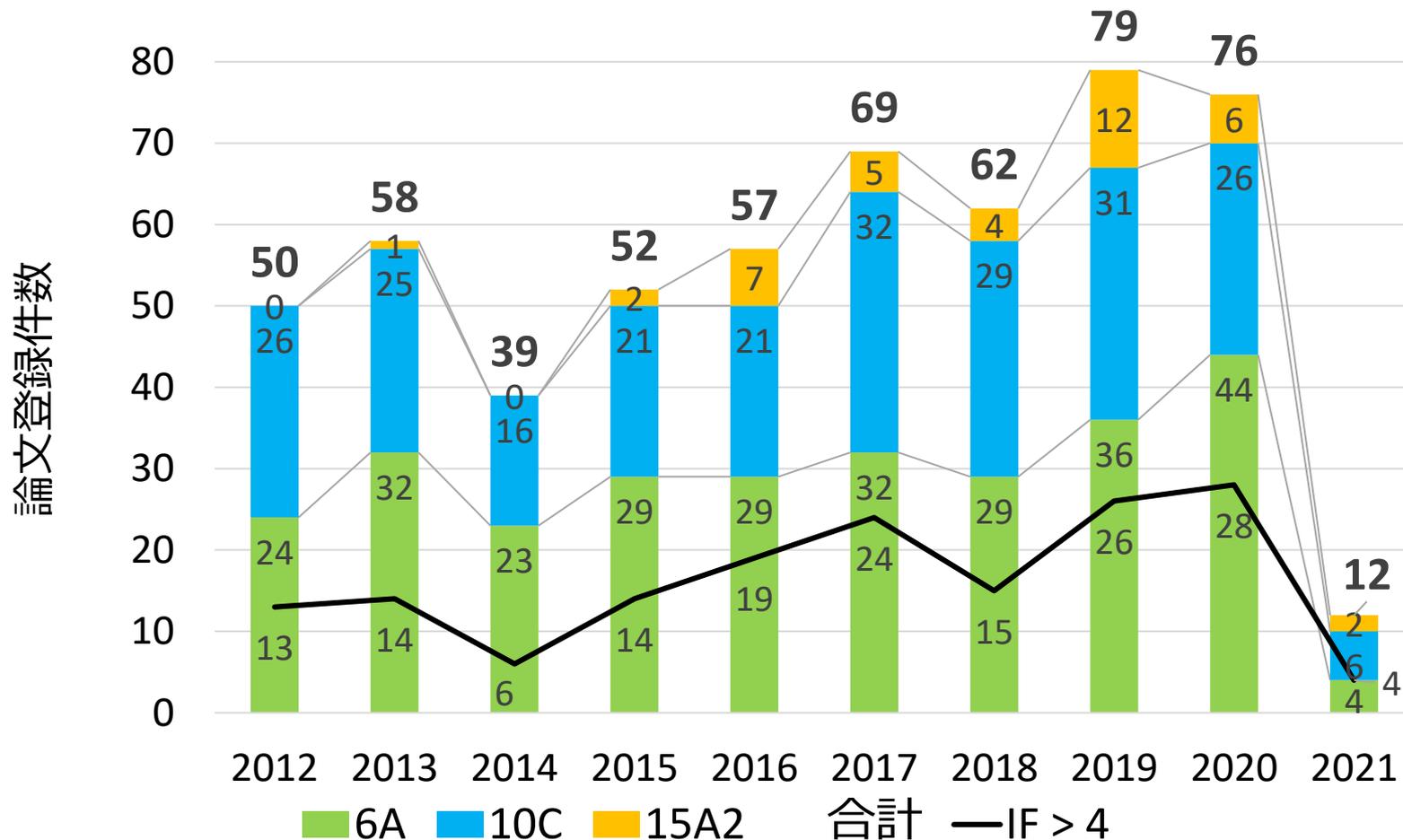
⇒配分充足率：99.0%

- 2021年度のPFプロジェクト経費は、2020年度の約1割増となった。最低限の利用運転としてPF3000時間およびPF-AR2000時間を設定しているが、2021年度については2割増となる3600時間と2400時間を計画している。
- 2018年度頃までの混雑具合に合わせてBT希望時間がかかなり抑えられているため、充足率が緩和している。2021年度は運転時間が2割増えるため、希望日数を実験の状況に合わせて検討頂きたい。

# 論文登録数

[http://pfwww.kek.jp/saxs/user\\_publication.html](http://pfwww.kek.jp/saxs/user_publication.html)に掲載中

2021年3月31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。

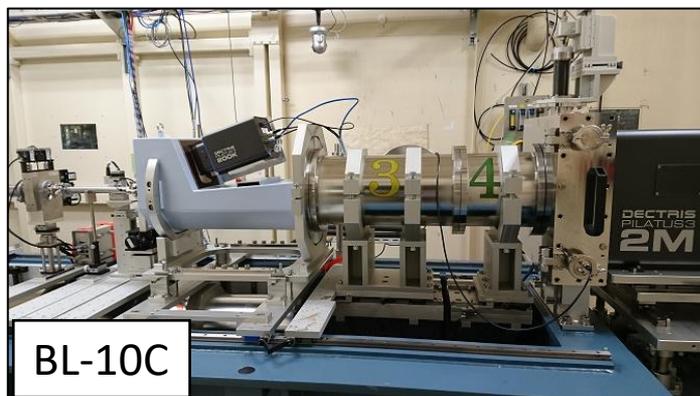
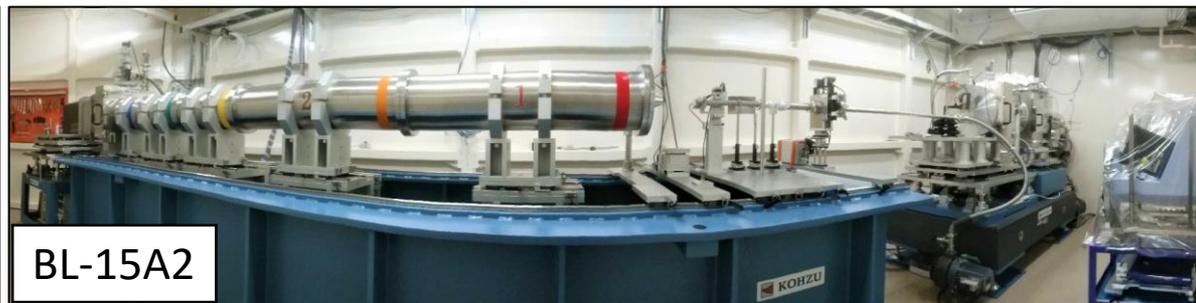
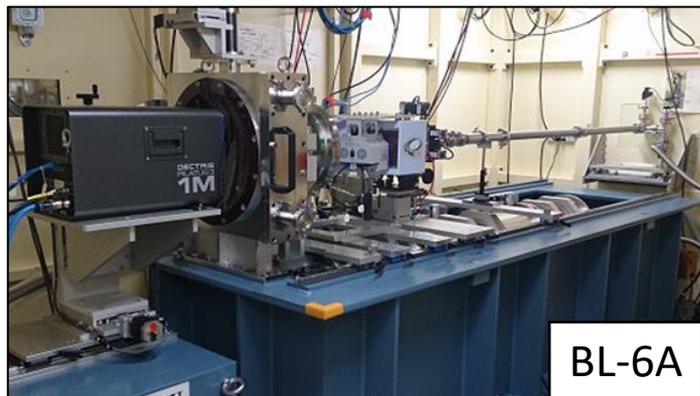
# Photon FactoryのSAXSビームライン

※The ratio of application for beamtime is the latest values in FY2020.

	Application for Beamtime	Optics	X-ray Wavelength	Detectors	Camera Length	Photon Flux and Beam Size
6A	Hard and Soft materials (54.3%) Biomaterials (23.6%) BioSAXS (15.7%)	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 <sup>10</sup> phs/s @Sample: V0.29×H0.44 mm <sup>2</sup>  (Camera Length= 2 m)
10C	Hard and Soft materials (38.5%) Biomaterials (10.4%) BioSAXS (48.9%)	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 <sup>10</sup> phs/s@8.3keV  2.6 × 10 <sup>10</sup> phs/s@12.4keV @Sample: V0.43×H0.70 mm <sup>2</sup>  (Camera Length= 2 m)
15A2	Hard and Soft materials (53.7%) Biomaterials (3.0%) BioSAXS (28.4%) (GI)SAXS with Tender X-ray	Short-Gap Undulater Fix-exit DCM (LN <sub>2</sub> cooling) 3D-Focusing mirrors	(Exp. Stage I) <b>Hard X-ray</b> 0.83 ~ 2.18 Å :5.7 ~ 15 keV  (Exp. Stage II) <b>Tender X-ray</b> 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 <sup>11</sup> phs/s@10.2keV @Sample: V0.09×H0.38 mm <sup>2</sup>  (Camera Length= 2 m)  (Exp. Stage II) 6.1 × 10 <sup>11</sup> phs/s@3.6keV @V0.04×H0.3 mm <sup>2</sup>  (Camera Length= 0.83m)

Hard and Soft materials	: Metal, Polymer, Fiber, Liquid crystal, Organic molecules, etc...
Biomaterials	: Lipid (DDS, etc...), Bio Fiber, Bio Minerals, etc...
BioSAXS	: Biological solution scattering (Protein, DNA/RNA, etc...)

# BL-6A, BL-10C, BL-15A2

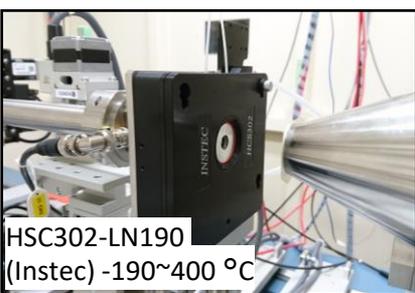
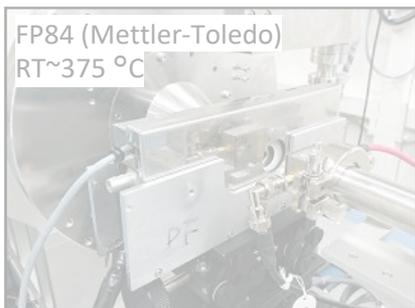


- BL-6A (8.3 keV fix)
  - Max. Camera Length = 2.5 m
  - Max. SAXS Reso. =  $\sim 100$  nm
- BL-10C (7.0  $\sim$  14 keV)
  - Max. Camera Length = 3.0 m
  - Max. SAXS Reso. =  $\sim 150$  nm

- HX mode (5.7  $\sim$  15 keV)
  - Max. Camera Length = 3.5 m
  - Max. SAXS Reso. =  $\sim 400$  nm
  - Sample/Detector@Air
- TX mode (2.1  $\sim$  5.4 keV)
  - Max. Camera Length = 0.8/6.5 m
  - Max. SAXS Reso. =  $\sim 300/1500$  nm
  - Sample/Detector@In-Vacuum

# Devices for Sample (Material Science)

## ◆ 加熱冷却ステージ



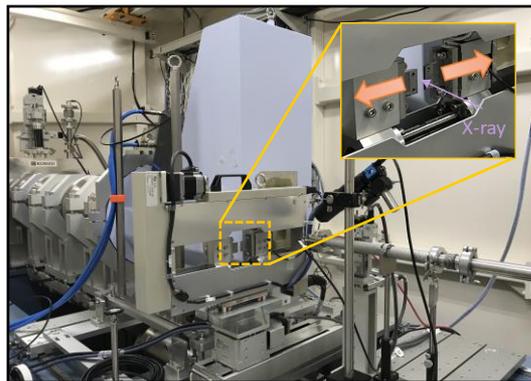
Sample Cells for Instec stage

## ◆ 回転サンプルチェンジャー



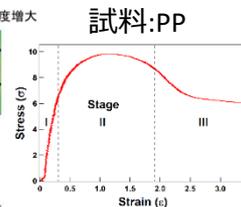
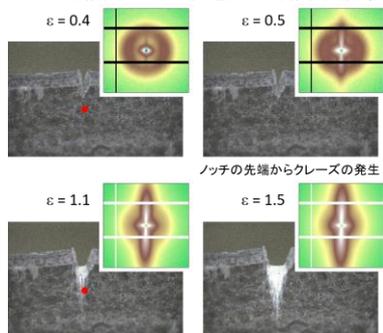
- 36連装 (理学相原精機)  
主に固体・粉末試料用

## ◆ 1軸引張試験機



- ISUT-2207 (アイエス技研)  
ストローク: 190 mm (10~200 mm)  
ロードセル定格: 200N  
延伸速度: 0.1~1000.0 mm/min

子午線方向にストリーク状の散乱 子午線方向の散乱強度増大



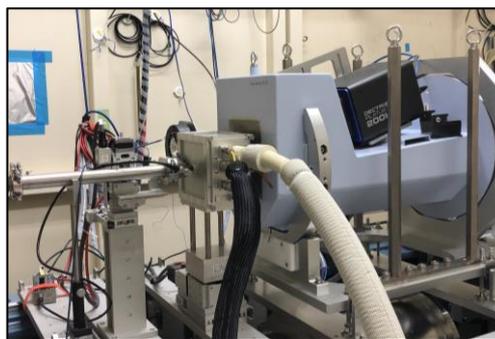
S-Sカーブを測定しながら SAXS/WAXS 同時測定が可能になった。

## ◆ GISAXSステージ



BL-10C/15A2

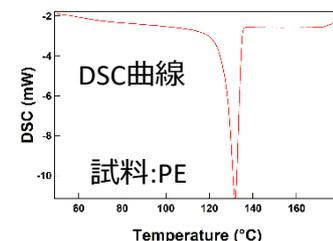
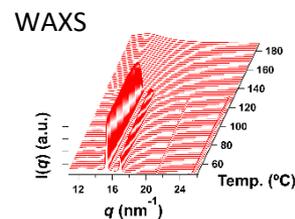
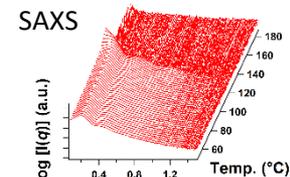
## ◆ SAXS用DSCステージ



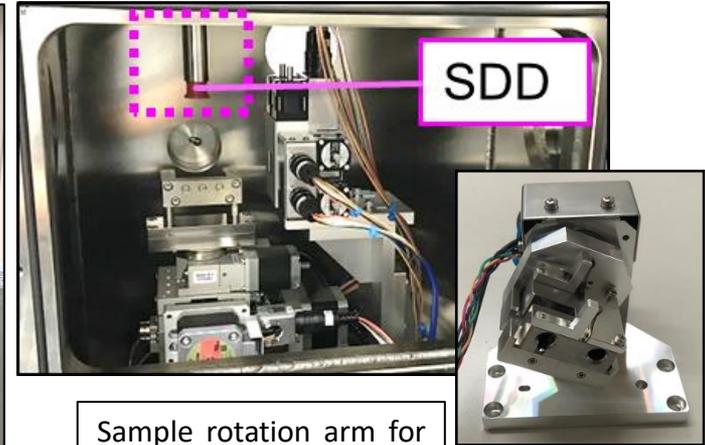
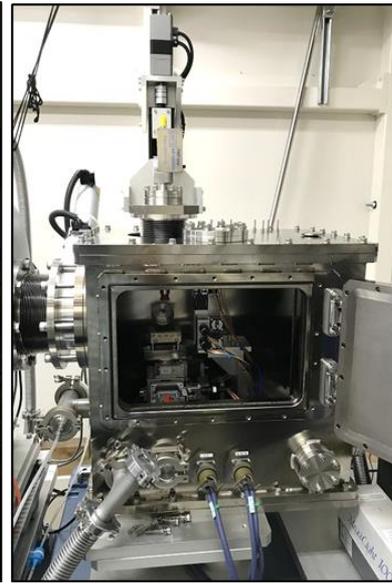
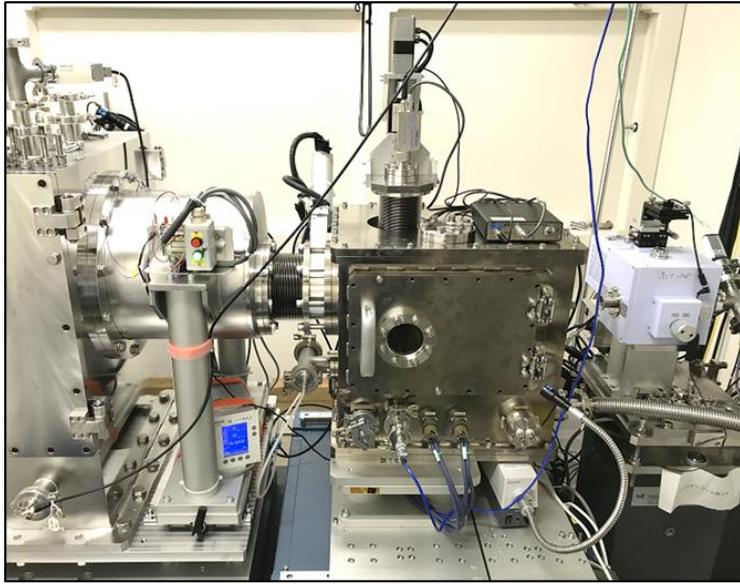
- AA1712-1303 (Rigaku)  
計測可能散乱角  $2\theta < 30^\circ$   
温度範囲:  $-50 \sim 300 \text{ }^\circ\text{C}$   
DSC測定範囲:  $\pm 100 \text{ mW}$   
最大昇温速度:  $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$   
最大降温速度:  $-2 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$   
測定雰囲気: 大気・不活性ガス

通常サンプルパン: 固形物 (短波長)  
密閉用サンプルパン: 液体 (短波長)  
X専用穴あきサンプルパン: 固形物

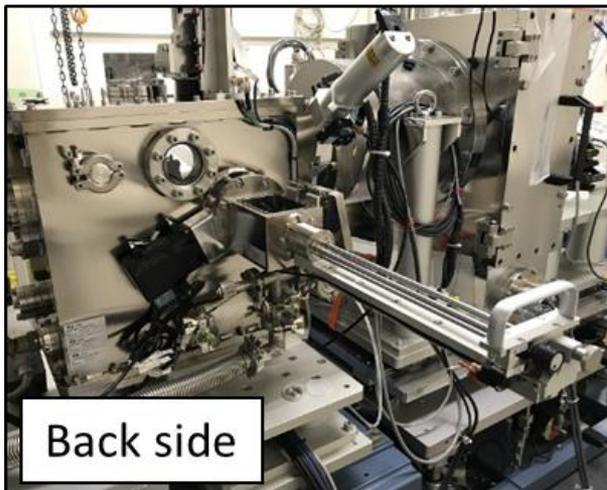
DSC/SAXS/WAXS同時測定が可能に。



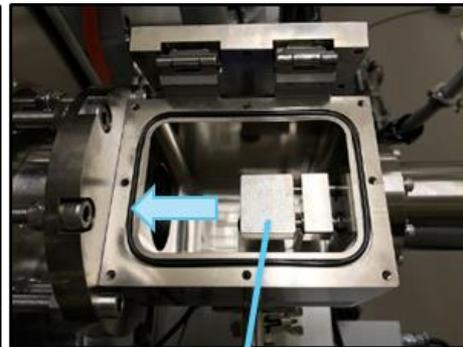
# In vacuum GI-(A)SAXS/XRF Simultaneous Measurement System using Tender X-ray at BL-15A2



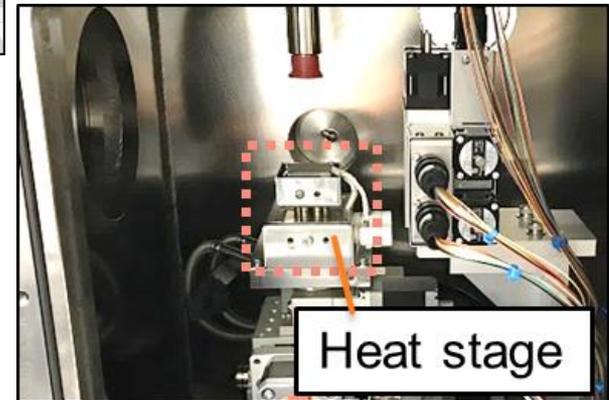
Sample rotation arm for SAXS/XRF measurement



Back side



Sample Holder



Heat stage

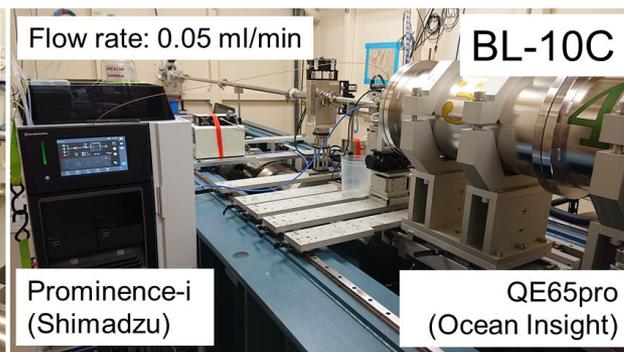
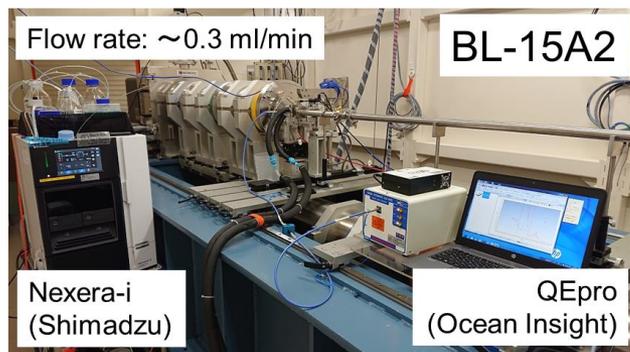
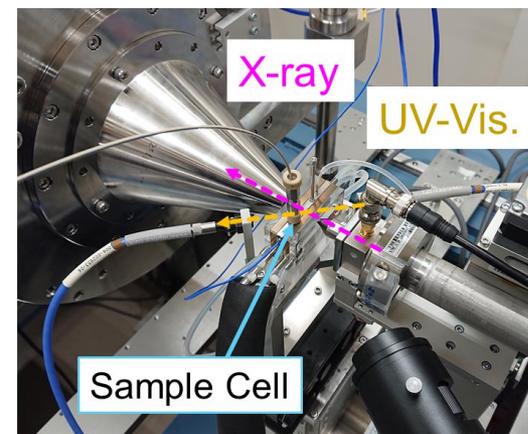
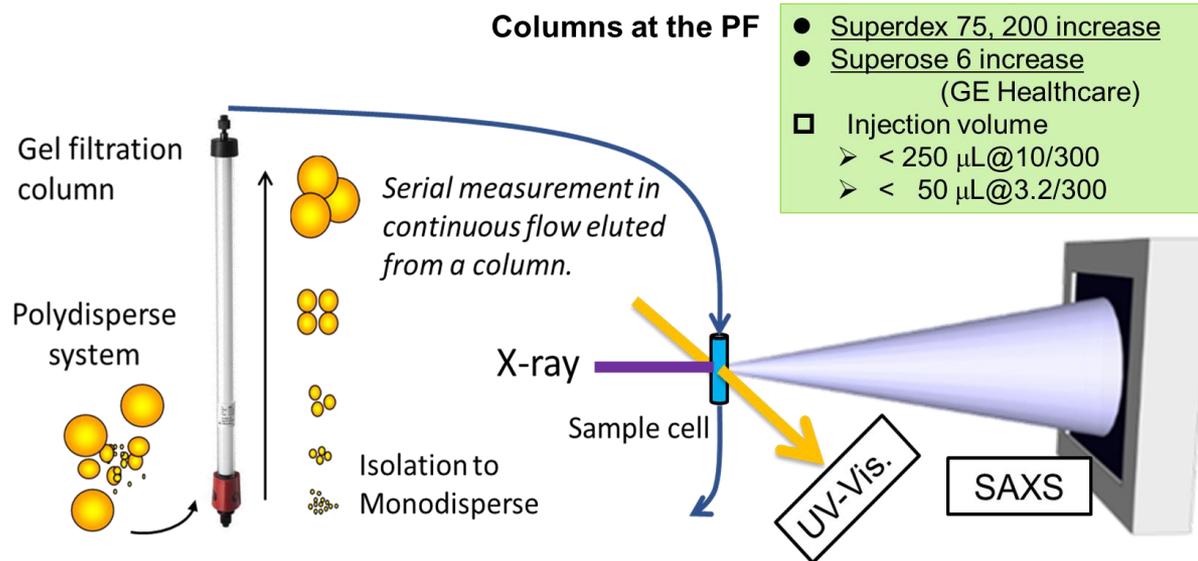
- ◆ Substrate-sample Exchange Arm
- Users can exchange the sample without leaking the entire sample chamber.

- SAXS : Hierarchical structure analysis
- ASAXS : Structure distribution analysis of target element
- XRF : Chemical state analysis of target element

# Devices for Sample (BioSAXS)

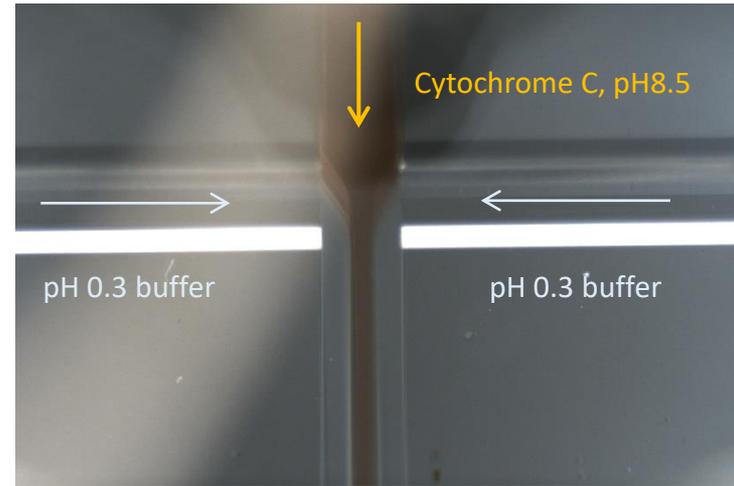
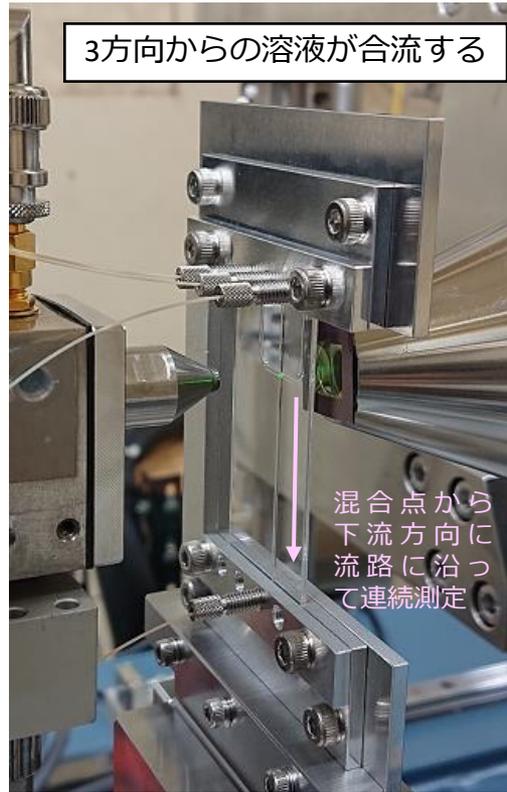
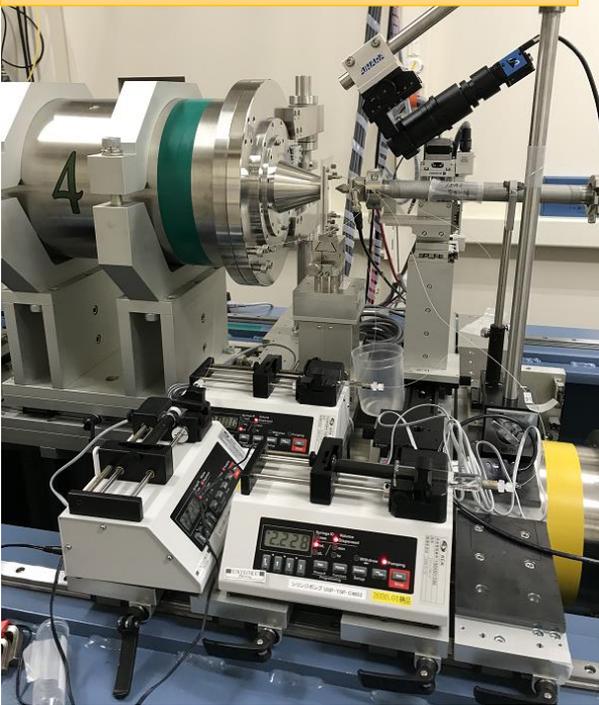


## ◆ Simultaneous SEC-SAXS/UV-Vis. Spectroscopy system

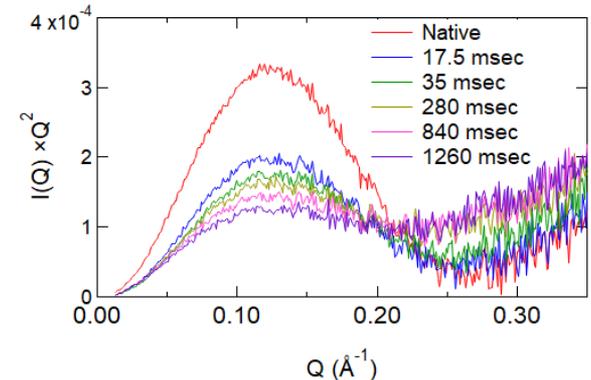


# 流路型時分割SAXS溶液セル

真栄城博士（北海道大学）との共同研究  
(MicroTAS Proceedings, 2019)



基板：COP樹脂性：幅1.0×深さ0.7 mm  
窓材：COP樹脂性：厚み0.4 mm



- 溶液を流しながら計測するため、放射線損傷を抑制した小角から高角まで高S/Nの時分割実験が可能。
- 流速と混合点からの距離に応じて時間分解能が確定（PFにおいては、およそ十数ミリ秒～秒のオーダー）。
- 試料zステージを一定間隔（時間ステップに相当）で自動スキャンしながらの連続測定が可能。

- Cytochrome Cを用いた酸変性テスト実験（pH8.5から酸性方向へ）
  - 3方向からの流れが合流し層流を形成。
  - 徐々に拡散しながらpHの減少に伴い変性構造へ向かう。



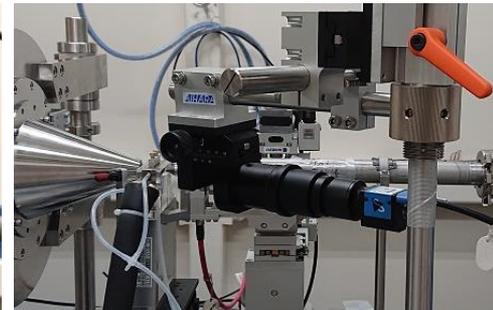
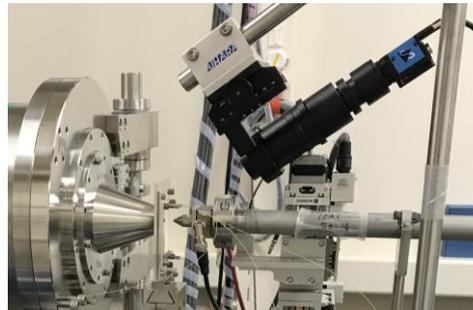
# 論文発表時の引用文献

論文など発表時に引用をお願いします。SAXS-BLのHPにも掲載しています。

- 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. Saijo, 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

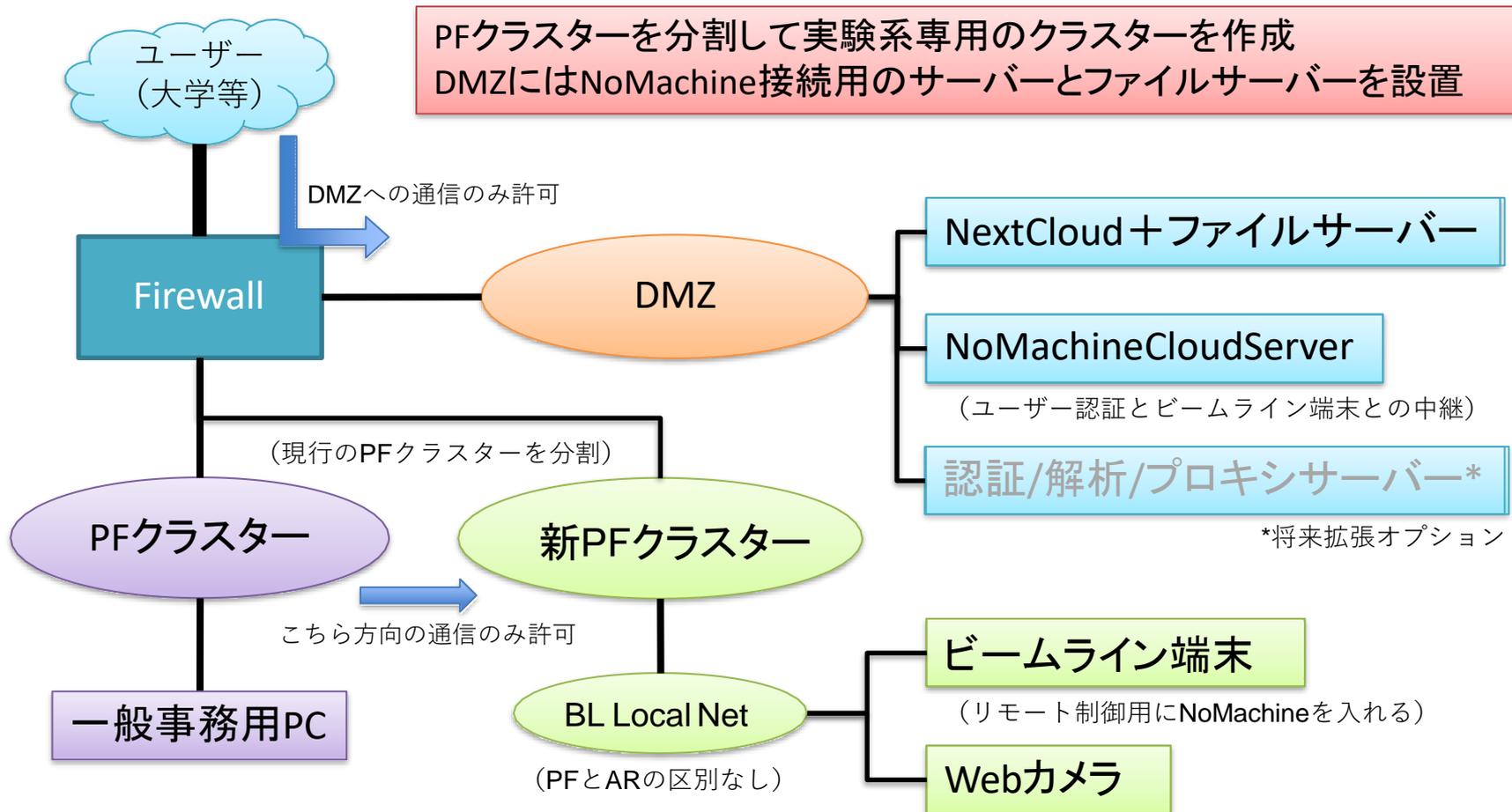
# その他

- BL-6Aのファイルサーバー更新(2021年1月)。
- 利用者増に対応するため、Instec社製ステージ2台目を調達。利用は2021年10月から開始予定。
- BL-6A, 10Cの真空ポンプの更新。
  - カメラ長変更時のポンプの操作手順が変更されています。マニュアルはポンプの所に掲示されています。
- 試料観察カメラの設置
  - X線光軸とは別軸からの観察のため、残念ながら全ての実験で利用できるわけでは無いが、活用を頂きたい。
- Webカメラの更新



# 放射光実験施設 基盤ネットワーク機能の強化

PF/PF-ARのリモート化・自動化におけるデータの集約化とセキュリティの強化を目的とした広帯域ネットワークシステムの構築を推進中



※新PFクラスターは10Gbpsの新規インフラ利用のため、PF建屋内において旧PFクラスターとは物理的にも分離される

# 新PAC分科 (2021年度～) 2021/3/31 version

新分科

ビームライン

主なサイエンス分野・キーワード

主な手法

第1分科

2A/B, 3B, 7A, 11A, 11B, 11D,  
13A/B, 16A, 19A/B, 20A, 27A,  
28A/B, SPF-A3/A4/B1/B2

表面科学, 原子分子科学, 構造物性学, 放射線生物学, 材料科学, 地球惑星科学, 環境科学, 電子物性学, 磁性材料学, 触媒化学, 分析化学, 軟x線光学, 医学利用, 検出器開発, 光学素子評価

光電子分光, 軟x線吸収分光, 軟x線顕微鏡, 共鳴軟x線散乱, 軟x線反射率, 陽電子回折, ポジトロニウム飛行時間

第2分科

3A, 4B2, 4C, 6C, 7C, 8A, 8B,  
10A, 14A, 18B

固体物理学, 構造物性学, 物質物理学, 電子物性学, 表面科学, 磁性材料学, 物質化学, 材料科学, 高圧科学, 地球惑星科学, 検出器開発

粉末x線回折、単結晶x線回折・散乱、共鳴x線散乱

第3分科

4A, 9A, 9C, 12C, 15A1, 27B,  
NW2A, NW10A

物質化学, 材料科学, 触媒化学, 地球惑星科学、環境科学, 磁性材料学, 放射線生物学, 構造物性学, 食品科学, エネルギー科学, 原子力基盤研究

硬x線吸収分光, 硬x線顕微鏡, x線反射率

第4分科

1A, 5A, 17A, NE3A, NW12A

構造生物学, 生物物理学, 生化学, 創薬科学, 分子生物学, 農芸化学, 無機/有機化学, ナノ構造科学, 放射線物理化学

蛋白質結晶x線回折

第5分科

6A, 10C, 15A2

高分子科学, 繊維科学, 脂質科学, 液晶科学, 材料科学, 食品科学, 無機/有機化学, ナノ構造科学, 構造生物学, 生物物理学, 生化学, 分子生物学

小角x線散乱

第6分科

3C, 14B, 14C, 18C, 20B, NE1A,  
NE5C, NE7A, NW14A

高圧科学, 構造物性学, 地球惑星科学, 電子物性学, 物質化学, 材料科学, x線光学, 医学利用

高圧環境下計測, 核共鳴散乱, x線トポグラフィー, x線イメージング, 時間分解計測

# 分科会の再編：課題申請時の変更

## 小角散乱ビームライン（BL-6A, 10C, 15A2）利用課題は**新第5分科**

- **利用希望ビームラインを設定することで、自動的に審査分科が決定される。** 複数分科にまたがるビームラインの利用を希望する課題は、それぞれのビームラインが含まれる分科で審査され、分科ごとの評点が決定される。
- （再編の効果）分科の名実不一致の解消：申請時に分科を意識する必要がなくなり、申請と異なる分科で審査されることがなくなる。
- （※課題審査では、学問的・技術的な価値を重視、技術的な実行可能性と実験組織の能力を考慮して、評点と採否を決定）複数分科評点の解消：一つのビームラインにおいて複数分科による評点の混在がなくなるので、ビームタイム配分が公平かつ容易になる。
- 分野横断的な第6分科を設定：測定装置部門の活動と連携して、第1分科～第5分科への波及効果を加速できる。

# 課題審査手順・評価基準

---

G(一般)型課題については、課題毎に選定されたレフェリーが、[1]学問的・技術的な価値(学問と技術の観点から総合的に評価)、[2]技術的な実行可能性、および、[3]実験組織の能力について、書面審査を行います。審査委員会は、[1]を重視して、評点と採否を決定します。[2]と[3]は参考情報の位置付けです。

今回の変更では、学術施設としてのミッションに照らして、[1]に技術開発の要素を明示しました。利用研究と開発研究の両方とも大切と考えています。[1]と[2]の両方に技術が含まれますが、[1]は価値、[2]は実行可能性の評価です。なお、所外レフェリーが[2]と[3]を評価することの困難さが指摘されていきましたので、それらは参考情報とすることにいたしました。今回の変更は、課題審査をより公平で正確なものにすることを目的としており、評点分布については、従来通りとなることを想定しています。

放射光共同利用実験課題審査手続き・評価基準

[https://www2.kek.jp/uskek/apply/pfpac\\_process.html](https://www2.kek.jp/uskek/apply/pfpac_process.html)

※レフェリーによる総合評価は廃止しています。[2]と[3]は課題審査委員会(PAC)における評価の際に考慮します。[1]では、純粋に学問的・技術的な価値を評価してください。

※評価(点数)とコメントが不整合な場合も見受けられます。評価の理由が委員会と申請者に伝わるようなコメントをお願いします。

# 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。

# ビームライン再整備

---

## ビームライン再整備検討WG(委員長:清水測定装置部門長)

・ 光電子分光	: 北村未歩	2020年9月設置
・ 軟X線吸収分光	: 足立純一	
・ 軟X線顕微鏡	: 山下翔平	
・ 回折・散乱	: 中尾裕則	
・ X線吸収分光	: 阿部仁	
・ タンパク質結晶解析	: 松垣直宏	
・ 小角散乱	: 高木秀彰	
・ 高圧	: 柴崎裕樹	
・ 超高速時間分解	: 野澤俊介	
・ X線光学・イメージング	: 平野馨一	

実験施設としての新展開や各測定手法の先端化を図るため、ビームライン再整備の具体的な検討を加速する。再整備には再編が伴うが、ビームラインの多様性は重要であるので、それを損なうような再編は可能な限り行わない。

PF-PACの制度変更にした手続きを想定してる。WGを中心に、施設スタッフ、PF-PAC委員、関係者と協議しながら検討を進め、PF-PAC全体会議で審議する。

# 共同利用実験旅費

---

G型・P型・U型課題のチームタイムには、1名までPFから旅費を支給します。ただし、KEK宿舎利用とし、一律、シングル・バス付の部屋の料金を支給します。宿泊開始日の2週間前までに申し込んで満室であった場合には外泊補助として同額を支給します。日当は支給されません。

1. 外部資金等をお持ちの方は、できるかぎりPFからの**旅費の支給を辞退**していただきますようお願いいたします。
2. 外部資金をお持ちでない研究室など、PFに学生を派遣することが難しい場合には、**学生に限りもう1名追加で旅費を支給**します(合計で最大2名)。旅費申請時には、「特記事項」に「2人目」とご記入ください。この2人目への支給には、主に辞退分を充当させていただくため、年度の途中で打ち切る場合がありますのでご了承ください。
3. 実験準備のために前もって来所が必要な場合や、複数のチームタイムが連続している場合など、**チームタイム前後の宿泊費も支給**します。

**※旅費支給を辞退される課題の責任者の方は、辞退の登録にご協力ください。**

<https://pf-form.kek.jp/donate-travel-expenses/>