

2023年3月14日
@つくば国際会議場404 & Zoom

2023年3月14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: 現在11名 + 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)、森丈晴(専門技師)

- **BL利用支援(日本アクセス)**

西條慎也、中村文俊(旧姓:鈴木)、羽方望

- **BINDS測定解析支援(BioSAXS)**

菊池槇子(研究支援員、2022年12月16日～)NEW!

- **解析ソフトウェア開発/データベース開発**

(SAngher/FLOUNDER): 谷田部景子(研究支援員)

(Synthesizer/MOLASS): 高橋正剛(研究支援員(WDB))

- **BL事務連絡、HP整備、講習会・研究会事務、etc...**

(秘書)佐々木明由実(研究支援員)

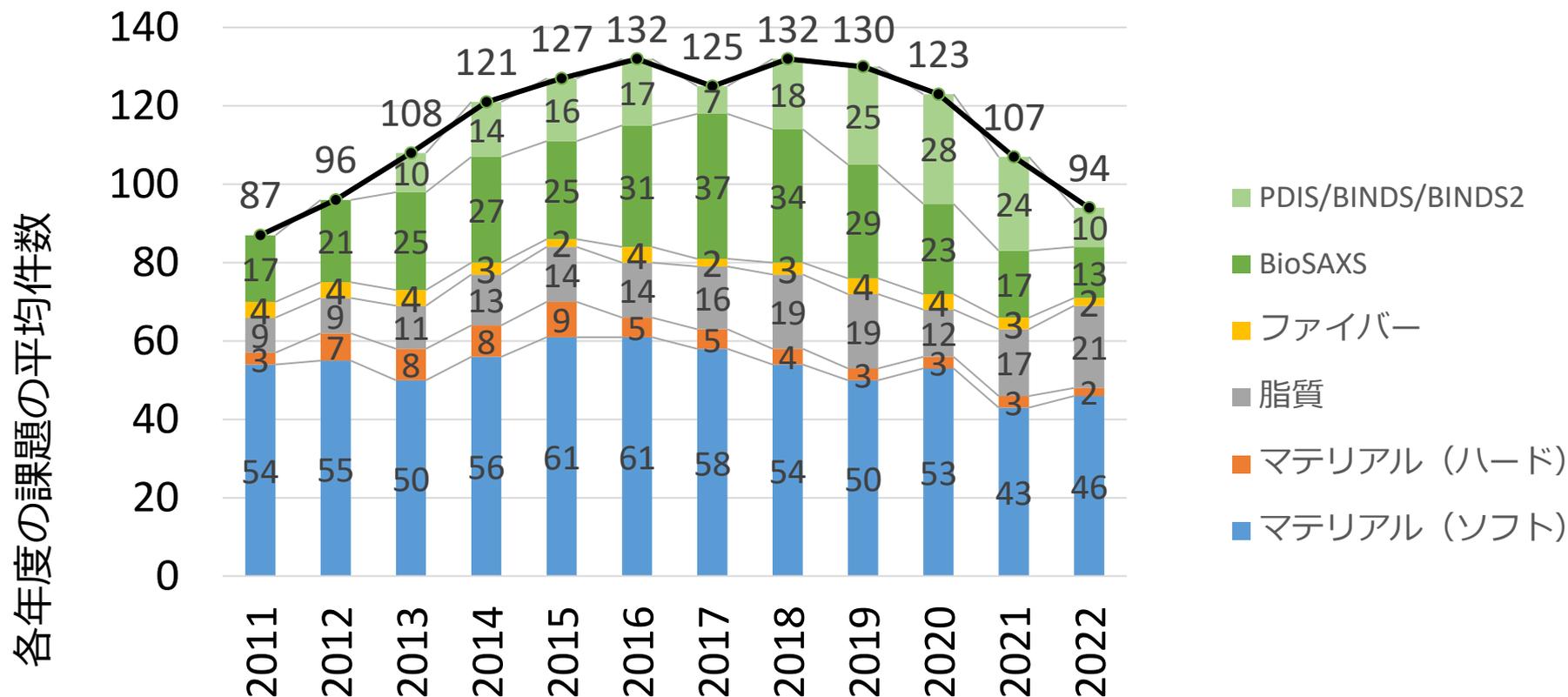
● PF制御グループ(SAXS BL測定制御・ソフトウェア開発)

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

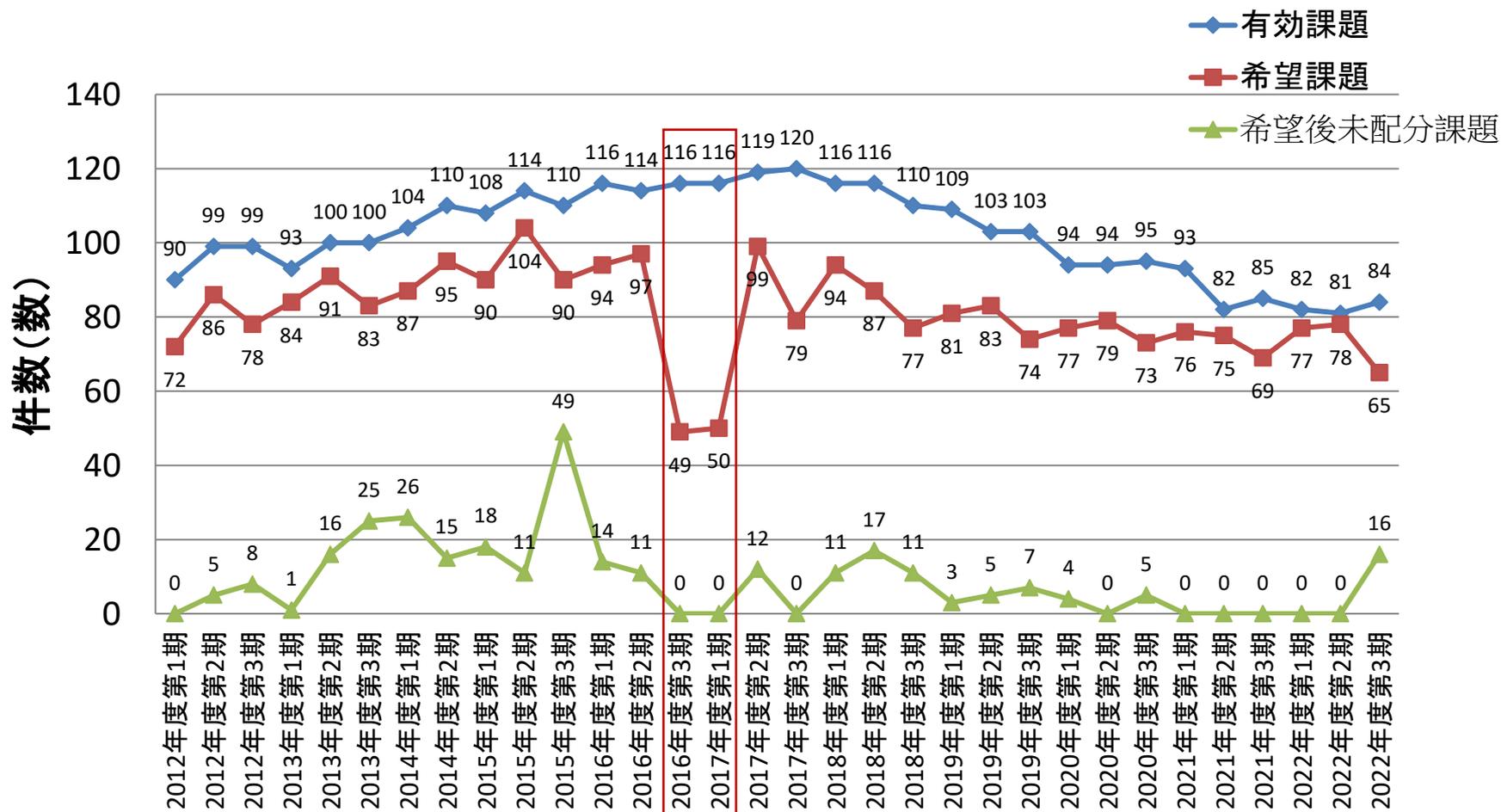
分野別の有効課題数：プラットフォーム課題、施設利用などG課題以外も全て含む

- 課題責任者：71(PF)+10(BINDS)=81名(2023年3月時点)



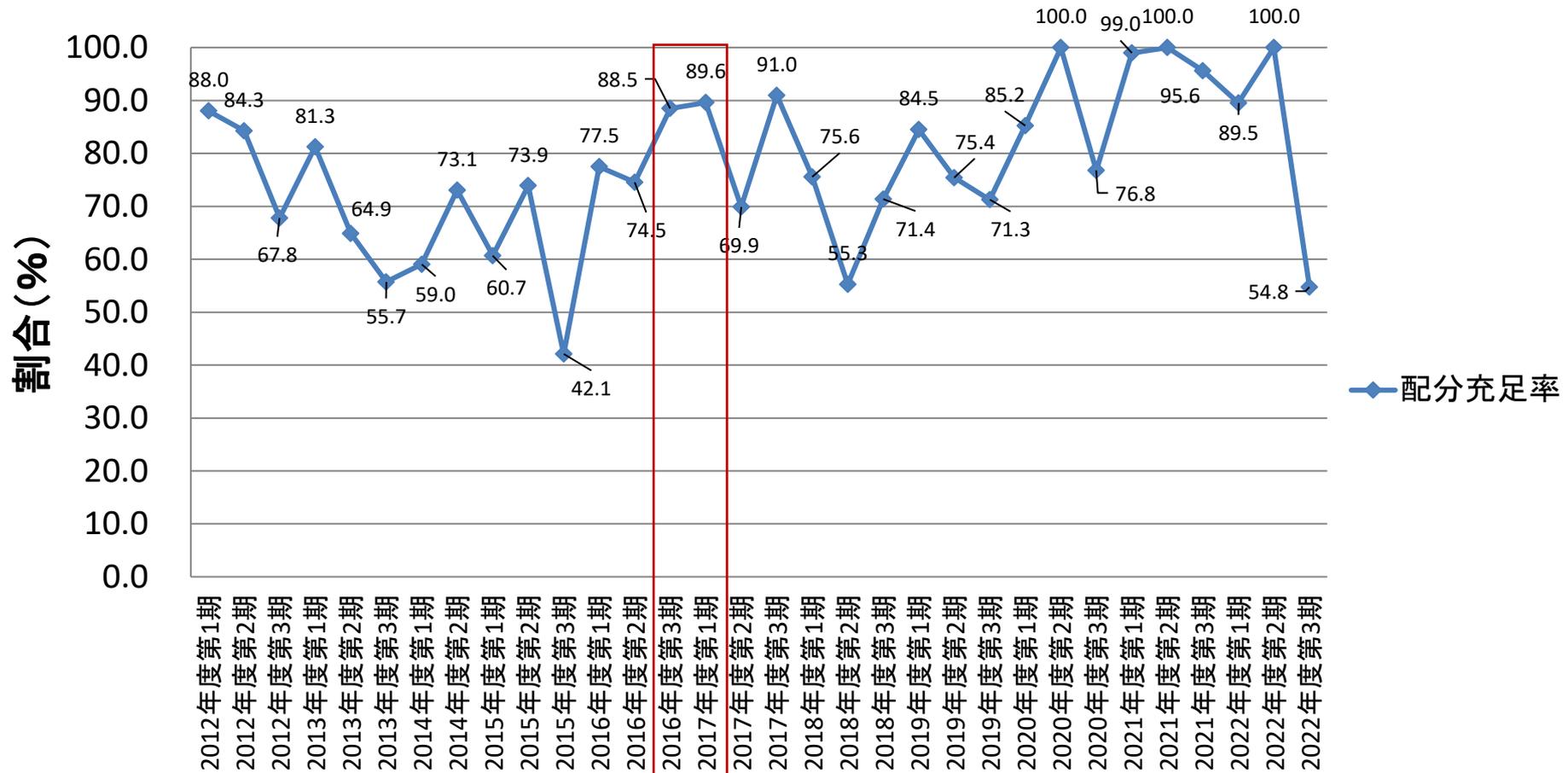
創薬等支援技術基盤プラットフォーム(PDIS)は2012～2016年度で実施された。創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム(BINDS)は2017年度より開始され、2021年度で終了。2022年度からBINDS Phase IIの名称で事業継続。2026年度まで。

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を策定・希望調査を行った。この期間の未配分課題はゼロ。
- 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。
- 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）。
- 2022年度第3期は電気代高騰の影響で運転時間が短縮された。

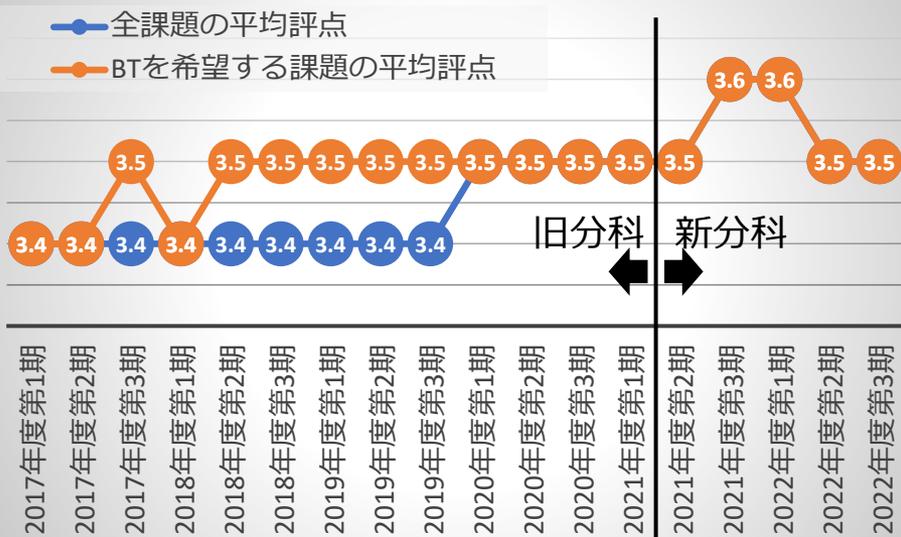
G型/P型/施設利用/民間共同の配分充足率



- 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年にかけて総課題数の減少と運転時間の増加に伴い、徐々に充足率が緩和。2022年度第3期は電気代高騰の影響で運転時間が短縮された。

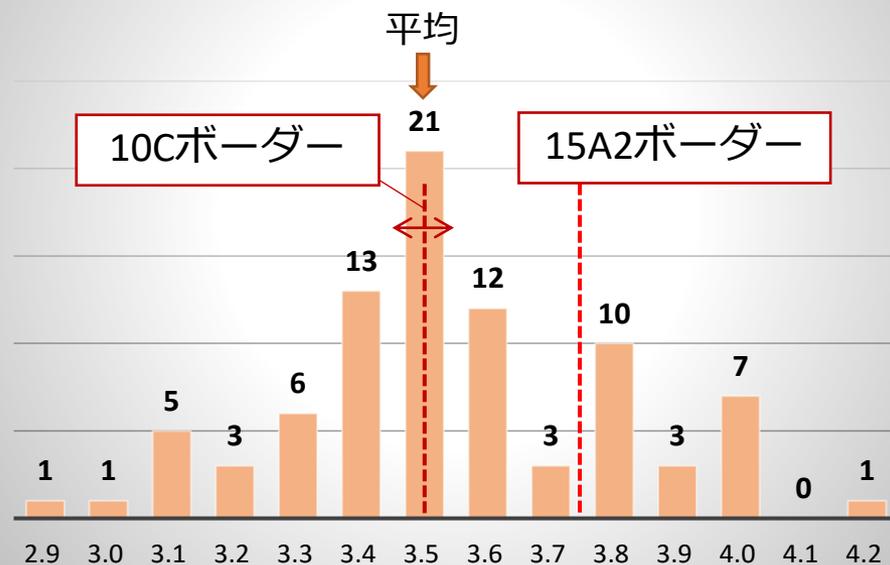
SAXS分野の評点の動向・分布

評点の動向



2023年度第1期評点分布

2021G後～2023G前

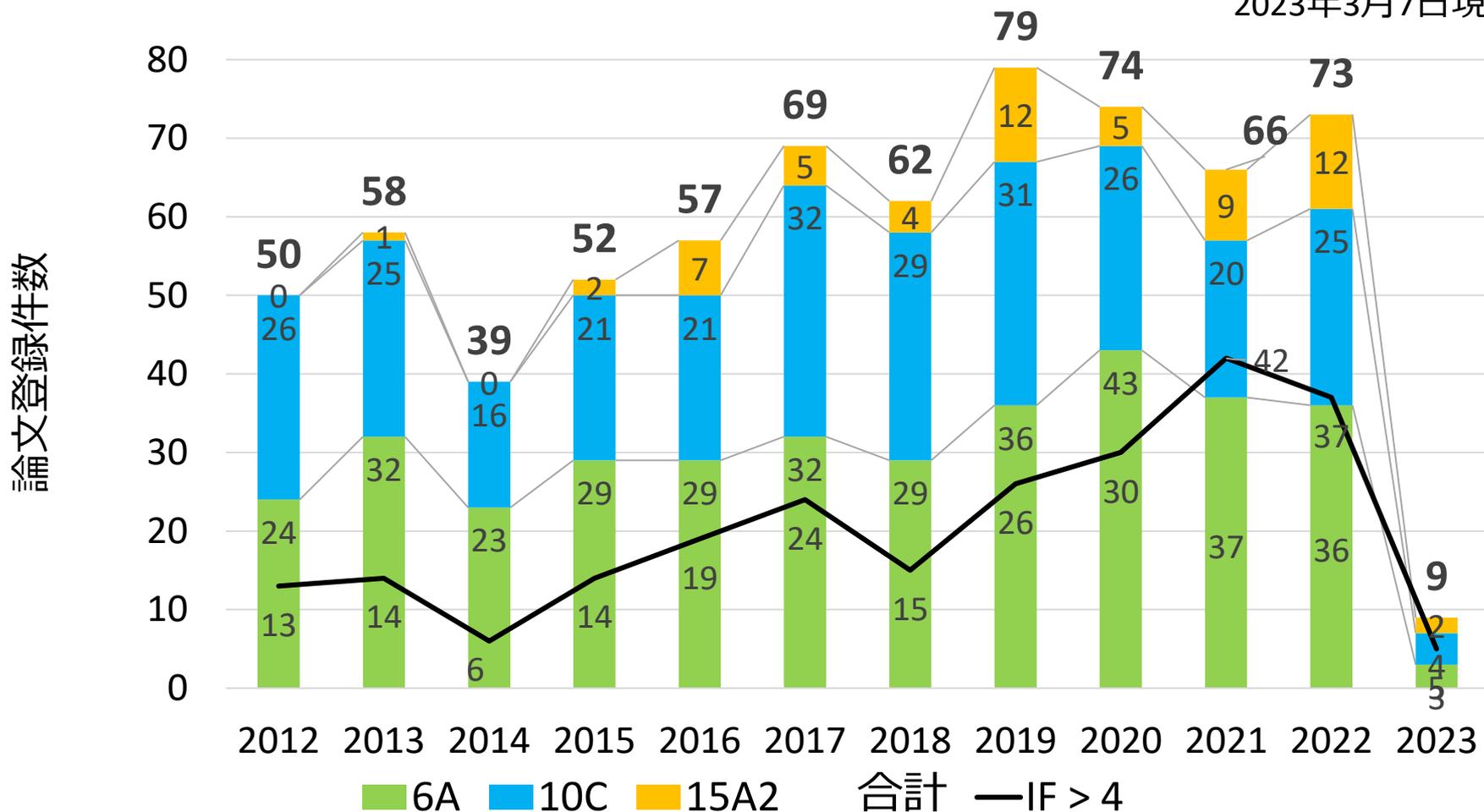


- 評価基準は変更されていないが、内容の良い（内容がよく検討された）課題の割合が増えてきた結果、評点分布が徐々に高得点側にシフトして、平均評点も少しずつ上昇する傾向になっている。
- 現在の平均評点は3.5。分布図もピラミッド様になっています。
- 一方で、評点に応じて使用できるビームラインに制限があり、**確実に利用するためにはBL-10Cは3.6以上、15A2は3.8以上必要。運転時間が減少するとより厳しい傾向になる。**

論文登録数

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

2023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。

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

● 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

● [NEW!] MOLASS

- Yonezawa, K., Takahashi, M., Yatabe, K., Nagatani, Y. and Shimizu, N. MOLASS: Software for automatic processing of matrix data obtained from small-angle X-ray scattering and UV-visible spectroscopy combined with size-exclusion chromatography. *Biophys. Physicobiol.* **20**, e200001 (2023). Doi: 10.2142/biophysico.bppb-v20.0001

● 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

2022年度の更新

- BL-15A2ハッチ内オイルフリーポンプの更新
(2023年1月～)

- スクロールポンプ(アネスト岩田)からドライ真空ポンプ(NeoDry、檜山工業)に更新。
- BL-6Aと10Cは更新済み。静音・低振動化。



- BL-6AとBL-10Cのビームストッパーを更新
(2022年10月～)

- BL-15A2と同じPD+シンチレーターの方式に変更。



- 多角度静的光散乱装置 & 示差屈折率計の更新@生理試料準備室(2023年2月～)

- マニュアル更新済み。
- 新しい示差屈折率計はバッファの絶対RI値を計測可能。バッファごとに解析に向けて適切な値を設定することができます。



2022年度の更新

- 多本架低速冷却遠心機@生理試料準備室(2023年2月～)
 - ・ 低温室の利用停止に伴う代替措置。
 - ・ 主に試料濃縮用などに利用できます(50 or 15 mlチューブ)。
- SEC-SAXS/MALS用のカラム(現状)
 - ・ 多様な使用条件に対応するために、以下のカラムを新たに調達しています。利用のご希望があれば、ご連絡ください。
 - ・ 主にシリカのカラムになっています。pHが7.5以下での利用になります(アルカリ条件ですとシリカが溶けます)。その点だけご注意ください。
 - ・ カラムボリュームも多様ですので(5~17ml)、試料の状況(試料量・分子量)に応じて選択ください。
 - ・ (既存)Superdex 200 increase 10 or 3.2 /300、Superdex 75 increase 10 or 3.2/300、Superose 6 increase 10/300(Cytiva)
 - ・ (追加)COSMOSIL 5Diol-300-II (ナカライ); KW403-4F、LW-803、Ohpak LB-804 (Shodex); BioSEC-3(4.6×300、7.8×300)(Agilent)



新二次元WAXSチャンバーの開発@15A2

チャンバーの回転

0°

45°



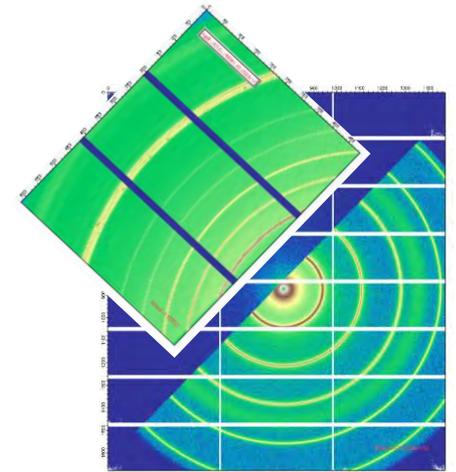
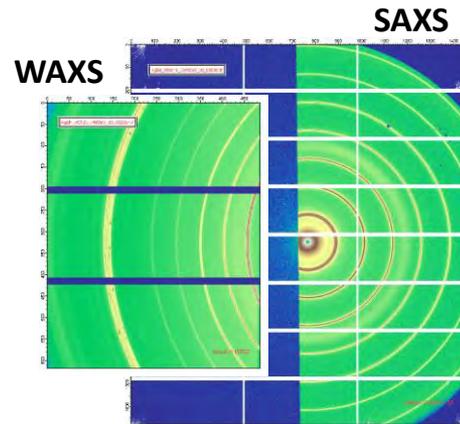
検出器(SAXS)
PILATUS 2M

検出器(WAXS)
PILATUS 300k

X-ray

新2D-WAXSチャンバー

- WAXS用検出器のPILATUS300kは上下と並進はモーター制御、チャンバーの回転は手動でできる。
- WAXSのカメラ長は233~306mm、チャンバーの回転は0°~90°まで自由に選べる。
- WAXSの測定可能な方位角は最大80°。

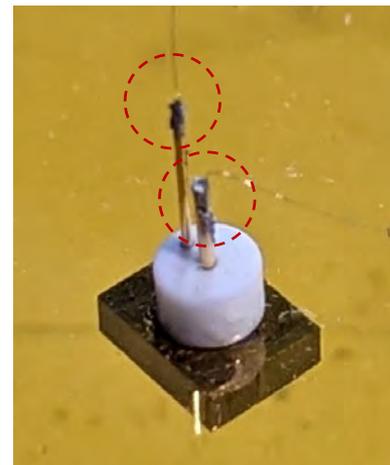


不具合対応状況

- BL-10Cの微量分光光度計のパソコンの不調→更新(Windows 11)
- 15A2ファイルサーバーのRAIDディスク1基不調→交換
- PILATUS3 300K-WのDCU不調@BL-15A2
 - DCU(Disk Control Unit)が接続・動作不調になり、サーバーユニットを更新。

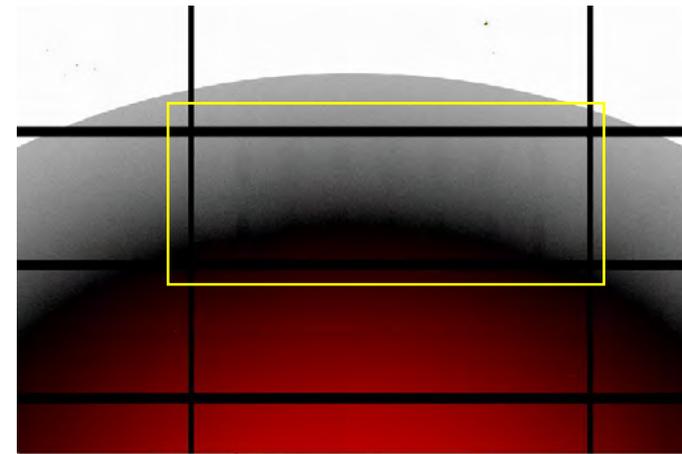


- 更新したPD+シンチタイプのBS4基の配線不良
 - 真空リークに伴う衝撃でワイヤーが外れた。
 - 再度のハンダ付で復帰。
 - 真空配管 & リークポート位置に変更により対応。
- 真空用SDD検出器の破損@15A2
 - Tender-X線用回折計に設置されている真空用SDDが、溶液試料計測時に試料セルの破損により溶液を被って破損。修理対応中(2024年度での契約)。



不具合対応状況

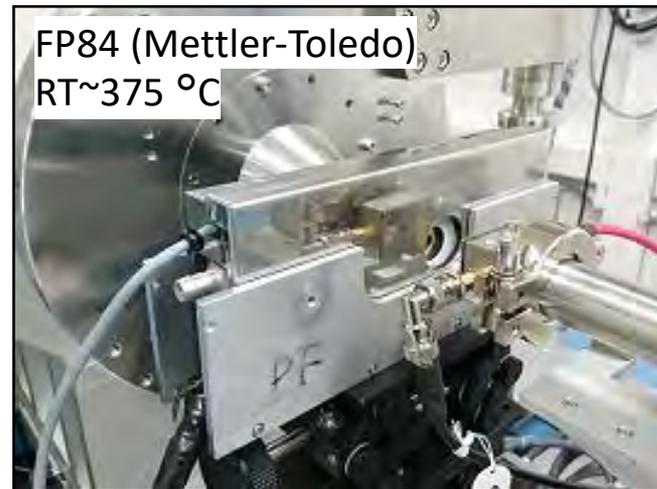
- BPMの故障@15A2
 - 第3期運転時にBPMの故障を確認。販売終了品のため代替品をメーカーより調達中(2023年度内納品)。5月末の運転から利用可能か？
- PILATUS3 2Mの1モジュールに縞状の模様(ノイズレベルが高い状況)が発生している@BL-10C
 - 第3期運転開始時より、中央上から2段目のモジュールに縞状の模様が発生。検出器の位置を調整しながら利用を継続。
 - メーカーとのやり取り・調査作業により、モジュールの交換が必要と判断。また、調査中に通信用ボードのFANも停止していることも発見(こちらも交換必要)。
 - 予算次第だが、うまくいけば4月中に交換して、4月末からの運用に間に合う予定。ダメな場合は、5月末、もしくは夏の停止期間中の交換になる。



2023年度の運用とお願い

- 2022年度と特に変更ありません。
 - カメラ長変更などのセッティング変更は、平日・休日に関わらず17時30分ぐらいまでに終了するようにご協力お願いします。装置によっては入れ替えに時間がかかるものもありますので、朝の調整時点で支援スタッフと相談して下さい(事前に情報を頂けますと大変助かります)。
 - 各期の最後に産業利用促進のためのビームタイムが数日留保されています。1ヶ月前までに利用申請が無かった場合は、これまで通りG型などの有効課題ユーザーに開放されますので、再募集を行いません。
 - アンケート時に希望した装置で、実際に利用できるものはビームタイム表のDevice欄に記載されています。希望した装置を利用しない、もしくは別の装置を使用したい等、変更があるような場合は、できるだけ早めにご一報頂きますよう、よろしくお願い致します。
 - BINDS留保はBINDS課題に利用されます。G型課題のBioSAXSユーザーでHPLCの利用(SEC-SAXS)が必須の場合は、BINDS課題の申請をご検討ください(<https://www.binds.jp/>)。
 - (BioSAXS)HPLCの利用の際にPFのカラムを使用される場合は、早めにご連絡ください。また、MALSをビームタイムに合わせて使用される場合も、早めにご連絡ください。
 - MALSに関しては、課題ユーザーはビームタイム外でも利用できますので、事前にお問い合わせください。

METTLER TOLEDO製冷却加熱ステージ運用停止



- 長年利用頂いておりましたが、**2023年度第1期の運転をもって、PFの同ステージの利用を終了**と致します（持ち込まれているステージは、もちろん無関係です。PF所持のステージの話です）。
- すでにほとんどのユーザーの方はInstec社製ステージに移行していらっしゃると思います。昨年度よりInstec社製ステージも2台体制になりましたので、FP84ステージの運用を終了します。

【重要】ユーザーの個人線量管理の変更について

- 2023年度から、KEKにおける放射線作業についての個人線量管理は、KEKが貸与する線量計で行います（各個人が、共同利用者支援システムにログインして線量を確認することができるようになります）。
- このため、KEKとしてはユーザーの皆さんに所属機関発行の個人線量計の持参は求めません。ただし、所属機関の要請がある場合は、それに従って下さい。また、個人線量計の持参は求めませんが、所属機関において放射線業務従事者に認定されている必要はありますので、ご注意ください。

秋以降の運転状況

- 秋以降の運転の状況については、現状不明です。
 - 電気代と直線加速器の工事の関係から、春～夏の運転も変則的な期間になっております。ゴールデンウィーク中にビームタイムが配分されるユーザーの皆様には申し訳ございません。ご協力の程、よろしくお願いいたします。
 - 電気代や燃料費の高騰により、秋以降の運転の状況も全く分かりませんが、引き続き十分な運転時間を確保できるように対応して参ります。