

2024年3月26日
@4号館セミナーホール & Zoom

2024年3月26日
小角散乱UGミーティング

KEK物構研 高木秀彰

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9名 + 1名

- **BL全般・BL高度化整備**

五十嵐教之(教授→2024年4月～施設長)、清水伸隆(教授→2024年3月末転出)、高木秀彰(助教)、森丈晴(専門技師)

- **BL利用支援(日本アクシス)**

西條慎也、中村文俊、羽方望

- **BINDS測定解析支援(BioSAXS)**

菊池槇子(研究支援員)→構造生物学研究センター移動

- **解析ソフトウェア開発/データベース開発**

(SAnGler/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)

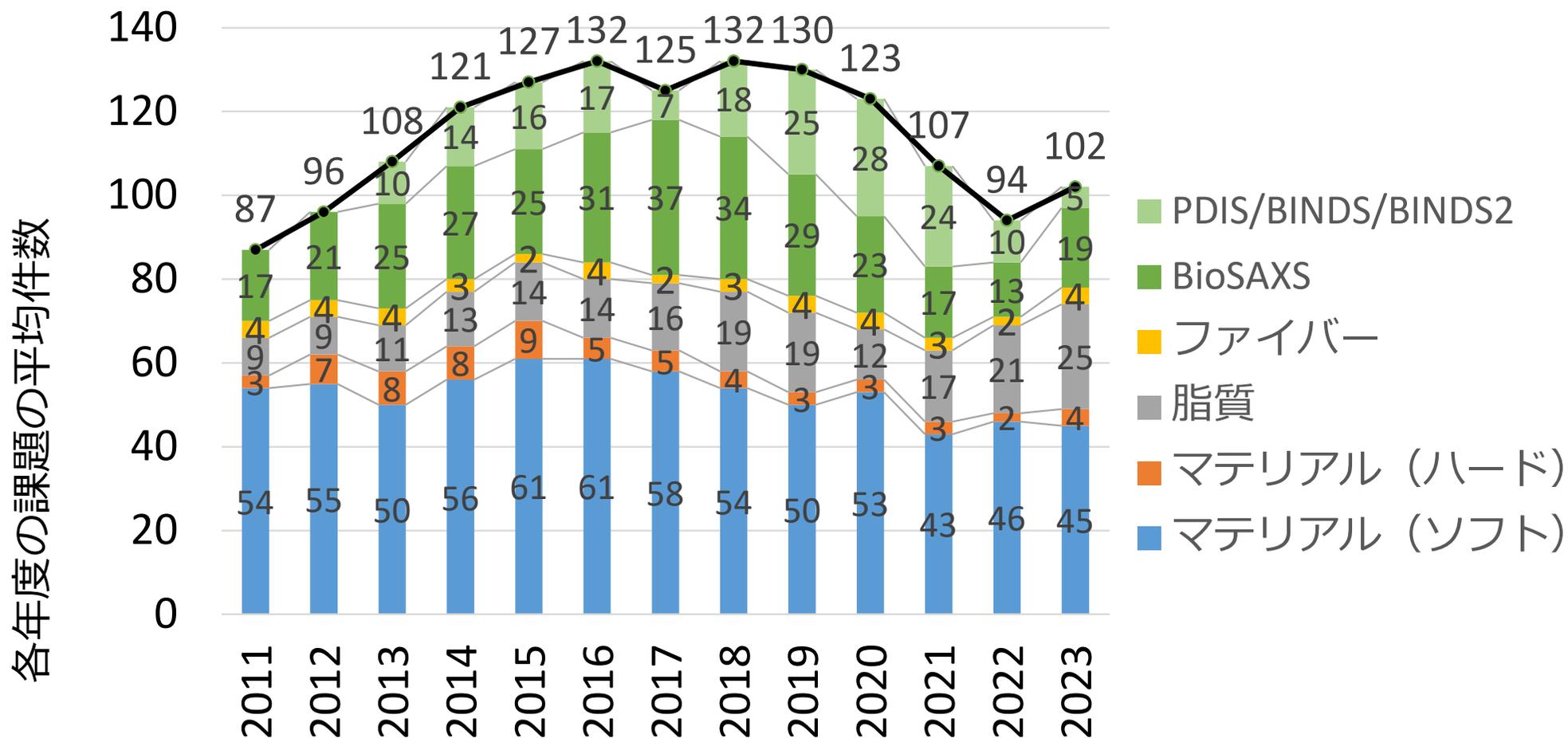
● PF制御グループ(SAXS BL測定制御・ソフトウェア開発)

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

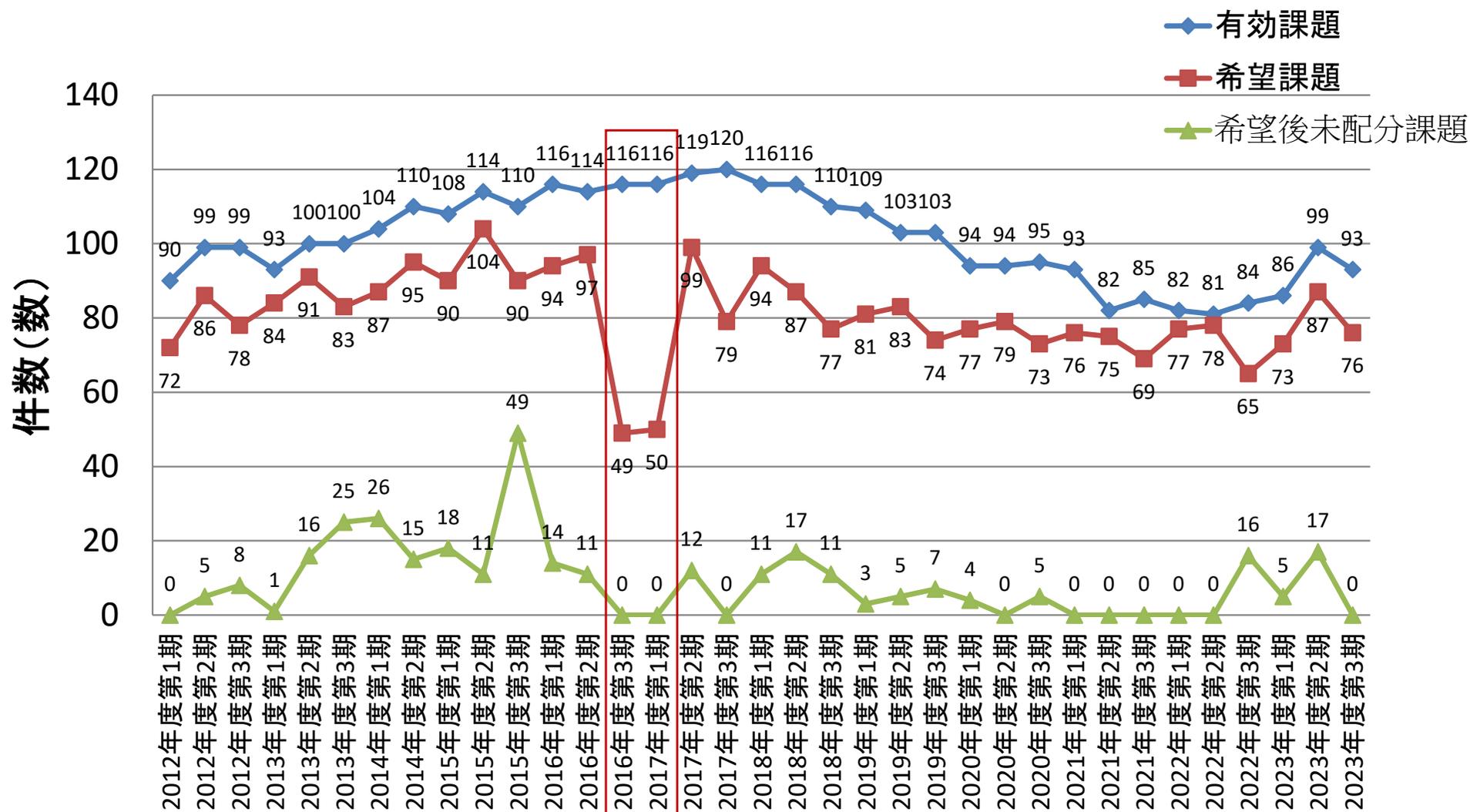
分野別の有効課題数：プラットフォーム課題、施設利用などG課題以外も全て含む

- 課題責任者：84名（2024年3月時点）



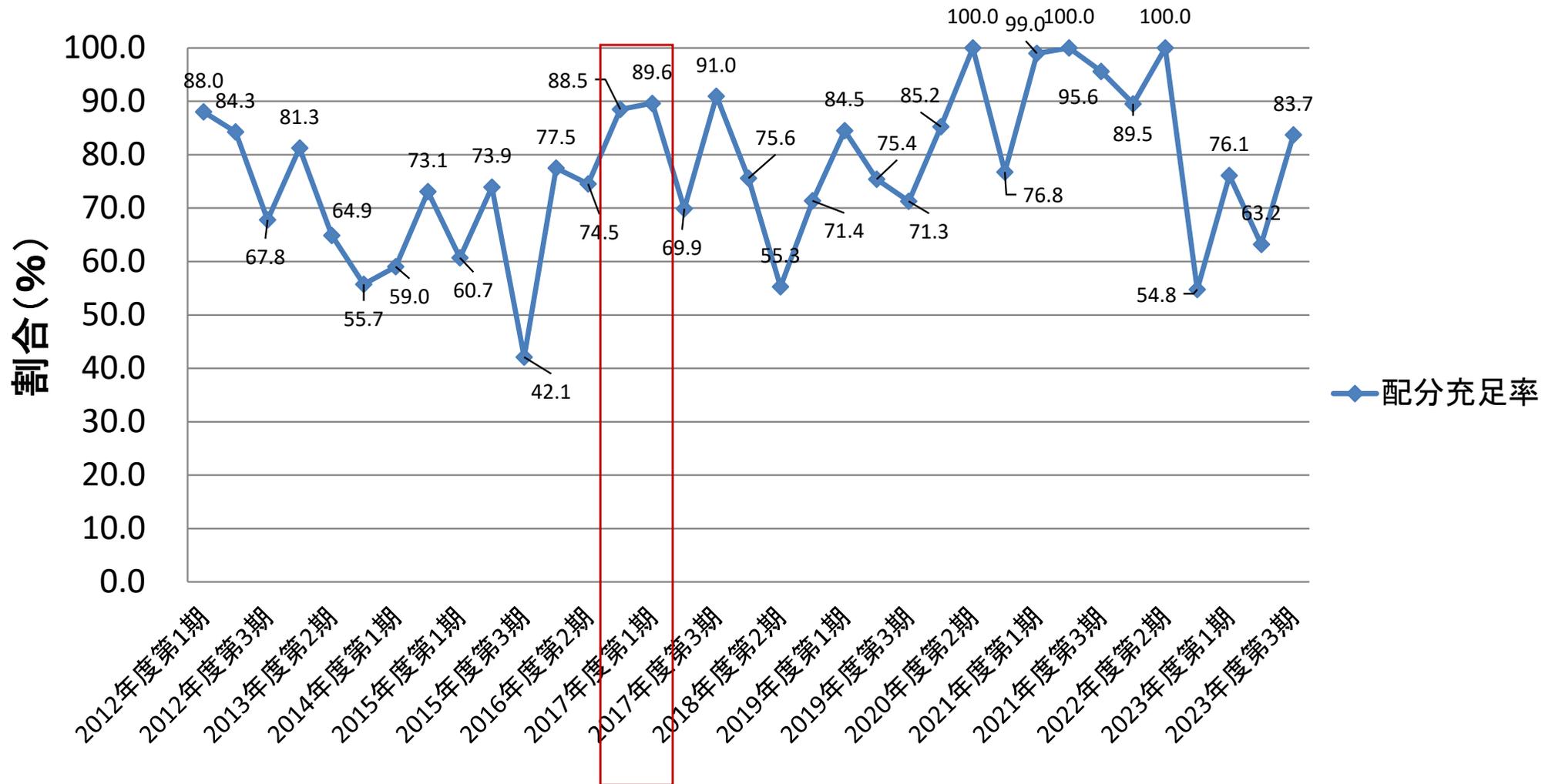
創薬等支援技術基盤プラットフォーム（PDIS）は2012～2016年度で実施された。創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム（BINDS）は2017年度より開始され、2021年度で終了。2022年度からBINDS Phase IIの名称で事業継続。2026年度まで。

G型/P型/施設利用/民間共同/スタッフ優先の課題数



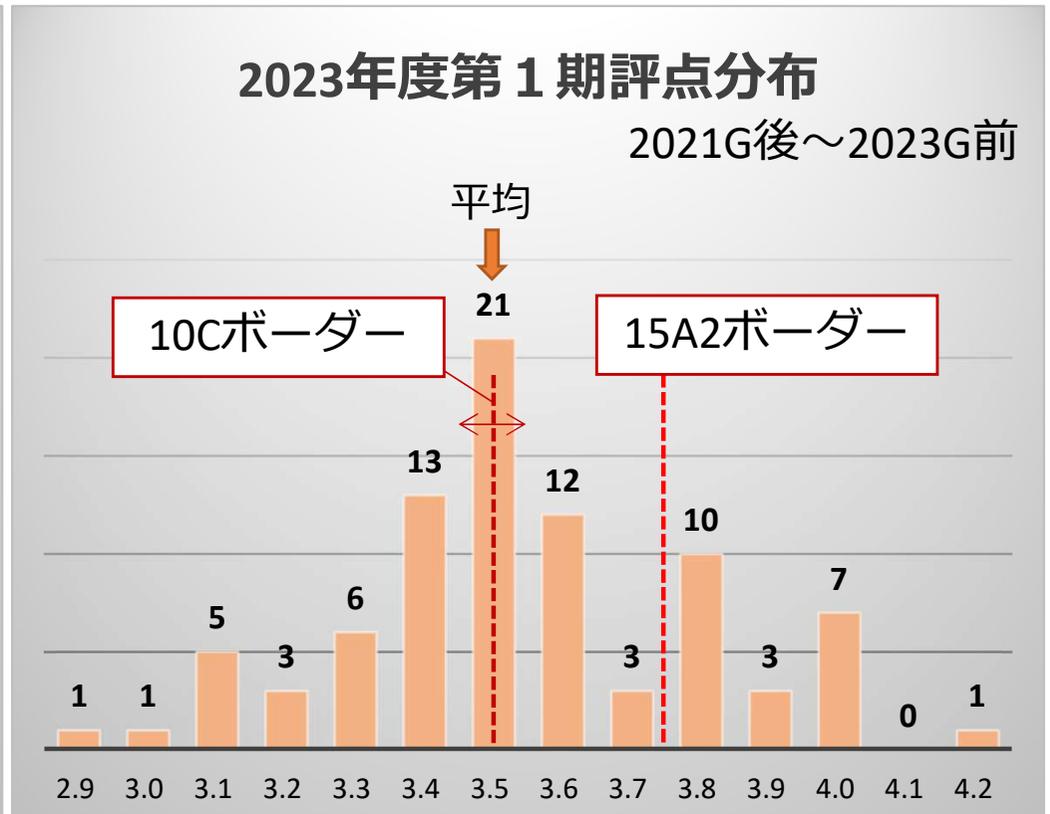
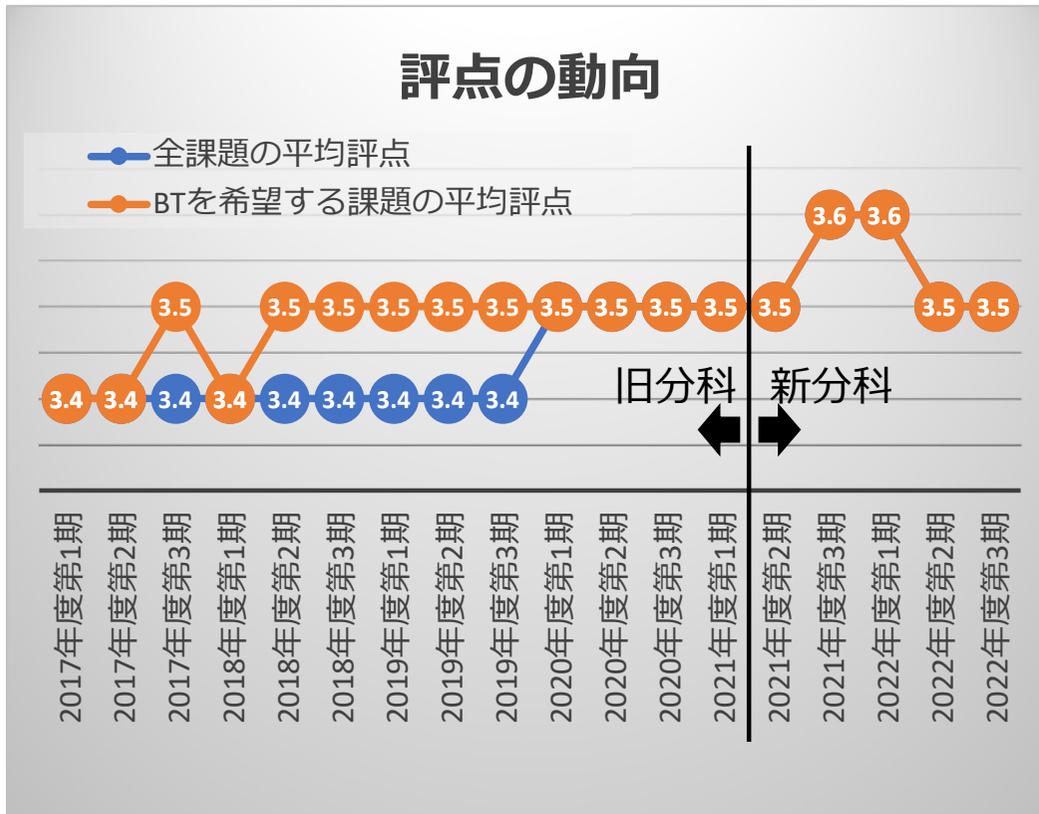
- 2016年度第3期と2017年度第1期は一つの期と見なして配分ルールを策定・希望調査を行った。この期間の未配分課題はゼロ。
- 2020年度第1期は新型コロナウイルス感染症の影響で、実際には利用されていない。
- 2018年度第3期から減少トレンド（課題再申請のルールが変更されたことも要因）。
- 2022年度第3期は電気代高騰の影響で運転時間が短縮された。

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

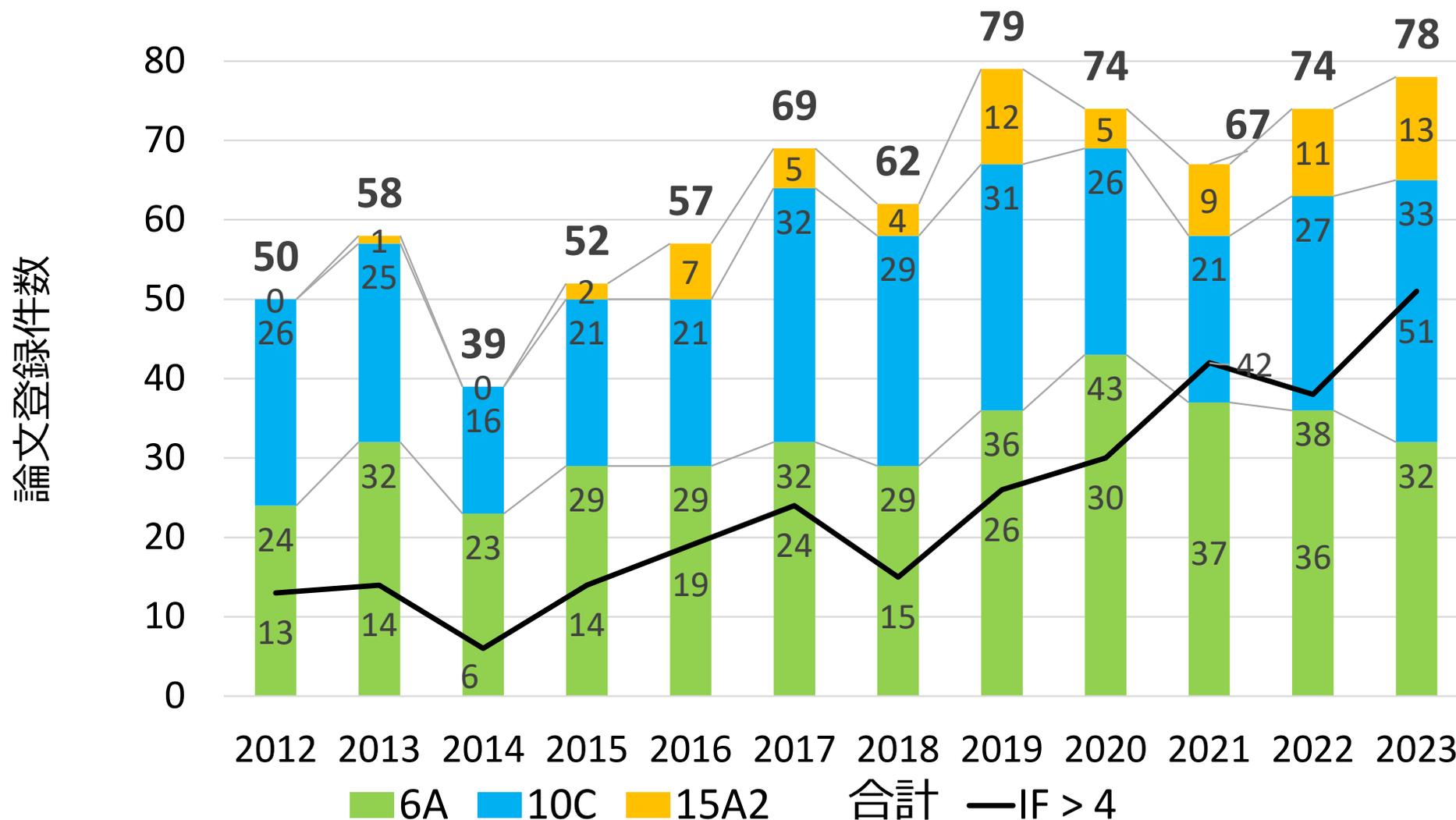


- 評価基準は変更されていないが、内容の良い（内容がよく検討された）課題の割合が増えてきた結果、評点分布が徐々に高得点側にシフトして、平均評点も少しずつ上昇する傾向になっている。
- 現在の平均評点は3.5。分布図もピラミッド様になっています。
- 一方で、評点に応じて使用できるビームラインに制限があり、**確実に利用するためにはBL-10Cは3.6以上、15A2は3.8以上必要。運転時間が減少するとより厳しい傾向になる。**

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

● 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

BL-10CのSAXS用検出器(PILATUS3 2M)が破損

BL-10Cハッチ内写真

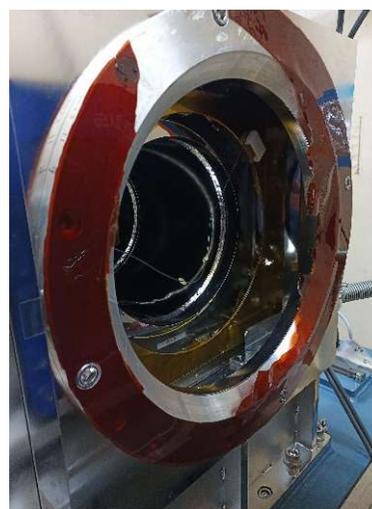
2024年2月20日朝に真空パスが破裂し、検出器が破損



真空
(数Pa)

スペリオ
フィルム
(25μm)

カプトン
フィルム
(250μm)

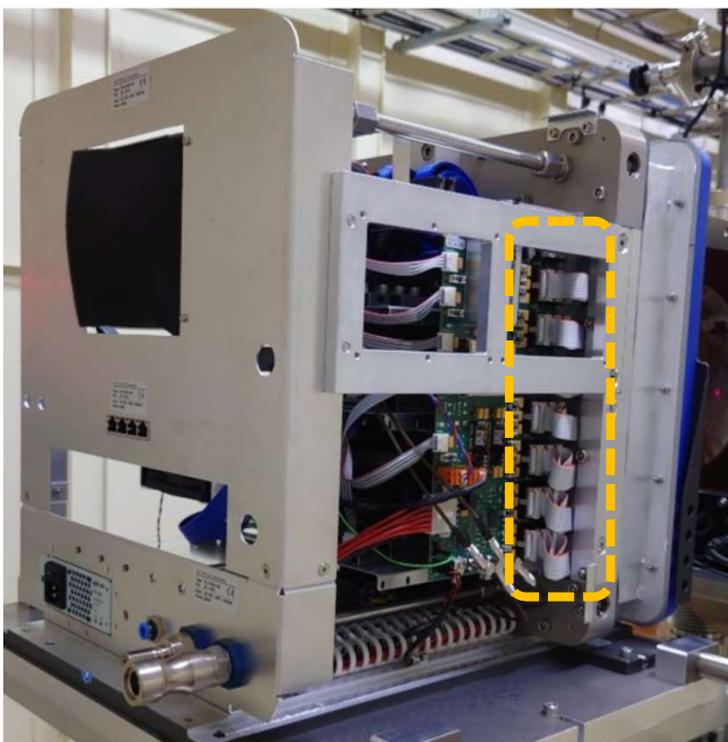


破損

検出器全面に貼ってあったアルミマイラ膜は破れ、一部のモジュール素子が真空に負けて剥がれた。

PILATUSの状態確認

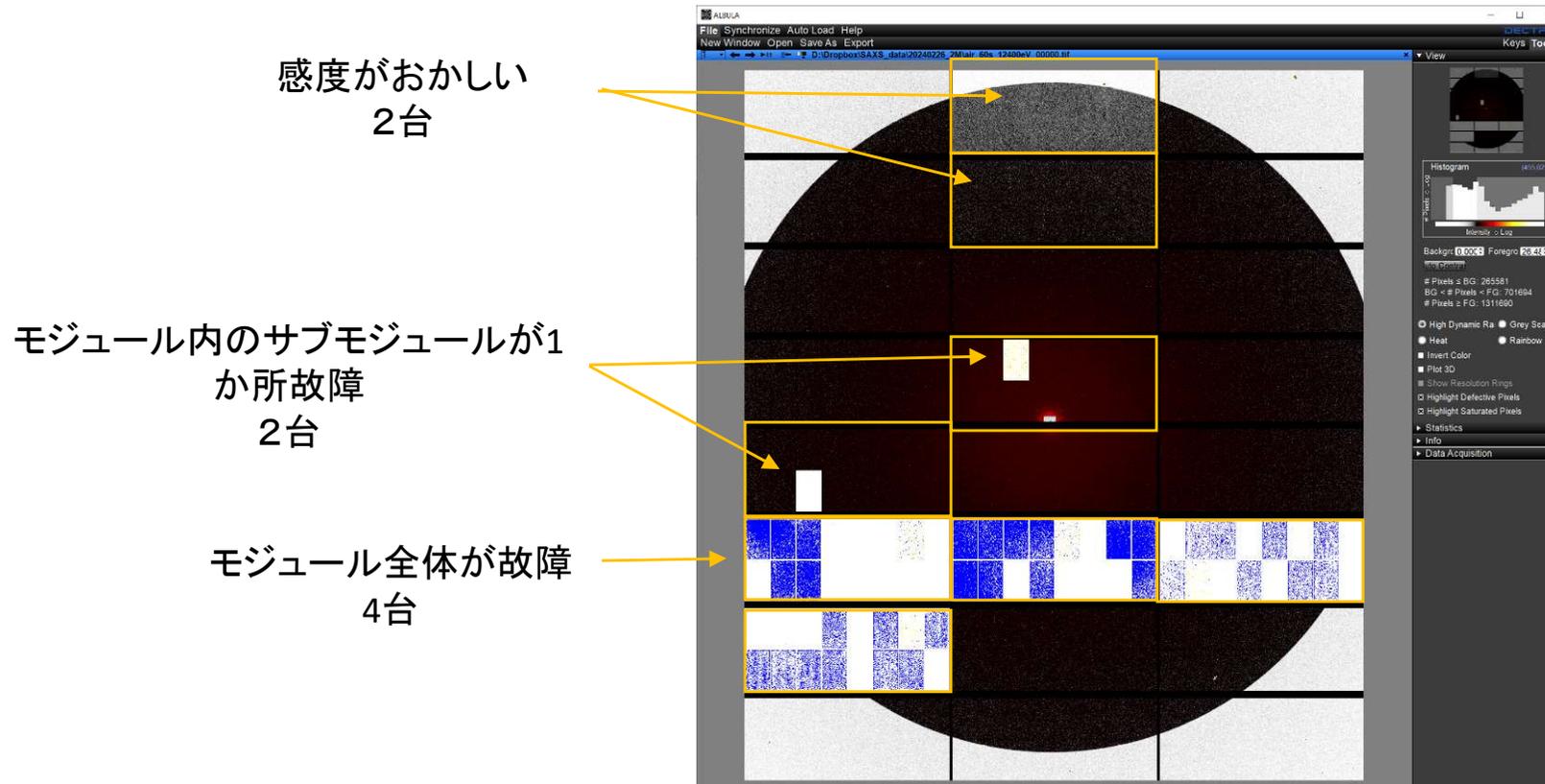
真空事故が起きた翌朝にデクトリスジャパンの技術者が来所。



- ・アルミマイラが破れたために、検出器内を乾燥できない。
→ 応急処置的に全面にカプトンフィルムを貼ってテープで密閉
- ・不具合が発生するモジュールの通電を順番に遮断しながらオールグリーンで検出器が立ち上がるようになった。
- ・マシンスタディでX線が使えなかったため、いったんSAXS検出器をPILATUS300kに交換(BL-15A2の2D-WAXSチャンバーは使用不可に)。

破損直後の検出器の状態

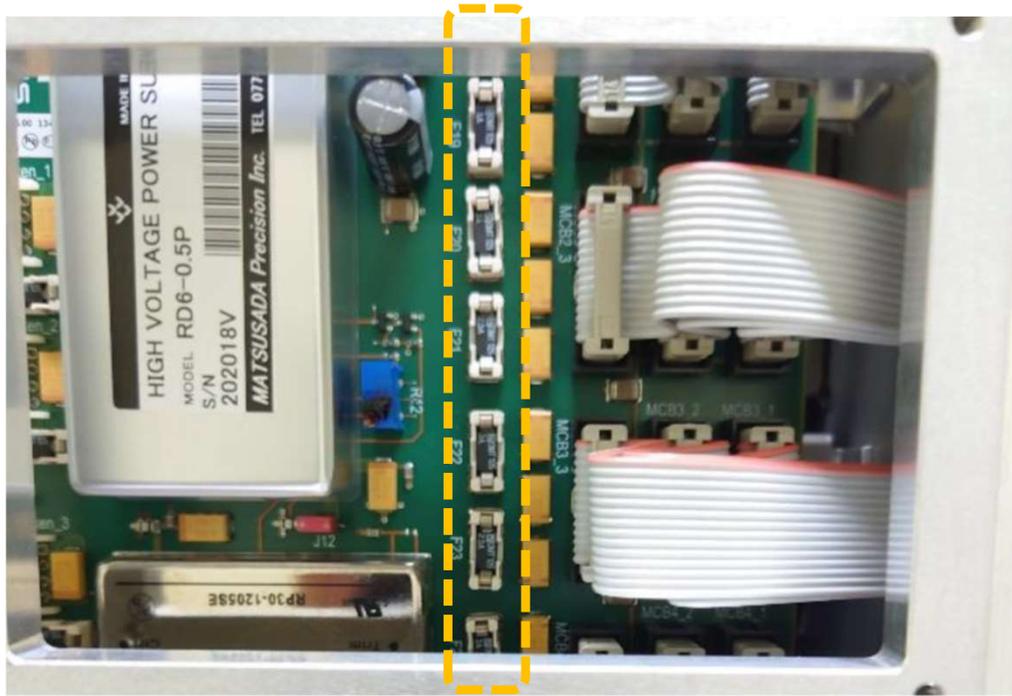
X線が使える2/26にX線を入れて画像の確認



モジュール全24台中8台が故障

PILATUSのヒューズ交換

デクトリスジャパンからヒューズの交換を指示されたので交換

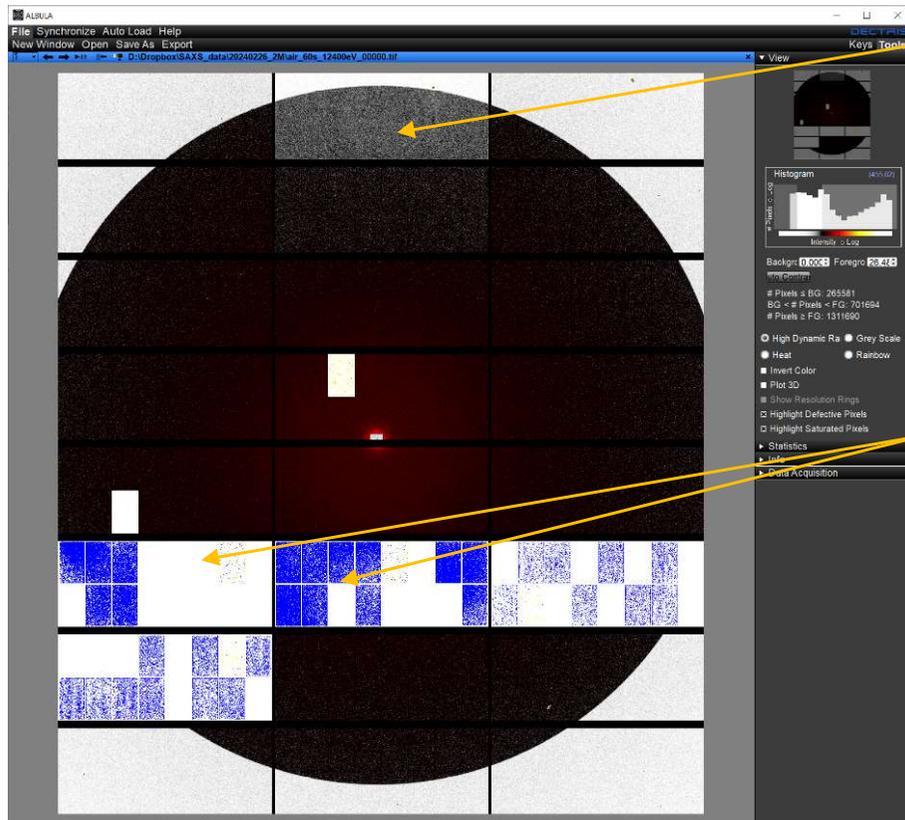


ヒューズ
(2個で1セット)

- ・2/26夕方に清水さんと1セット交換
- ・手持ちのヒューズがなくなったので急遽デクトリスジャパンから送ってもらい2/29に5か所交換

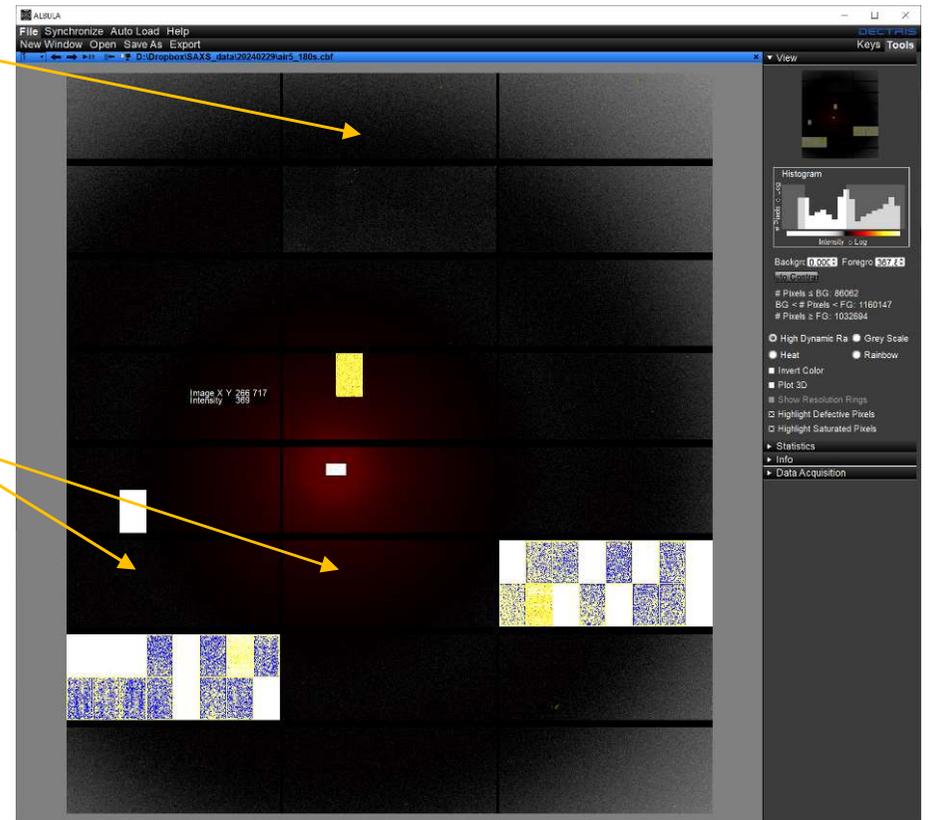
ヒューズ交換の後の画像

交換前



復旧

交換後



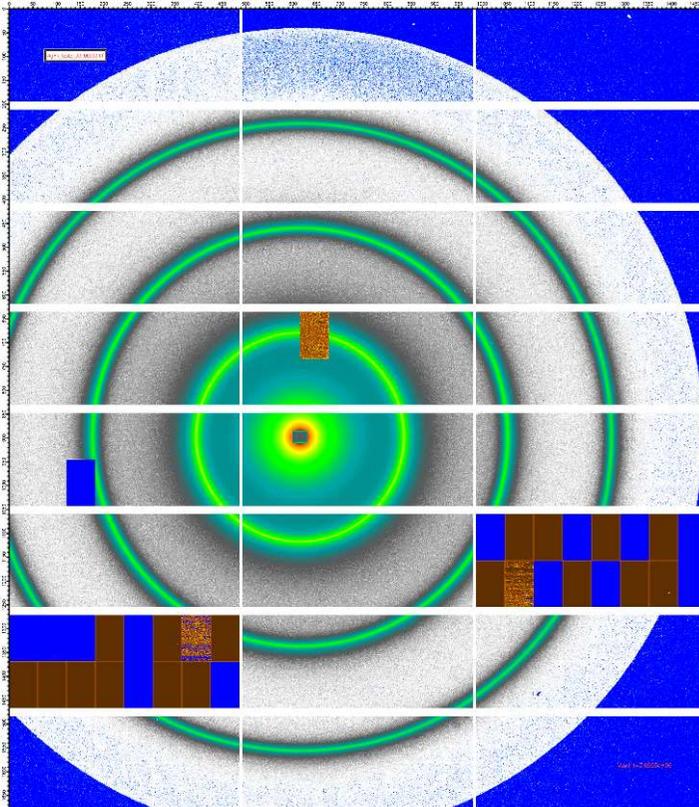
復旧

ヒューズ交換で3台復旧

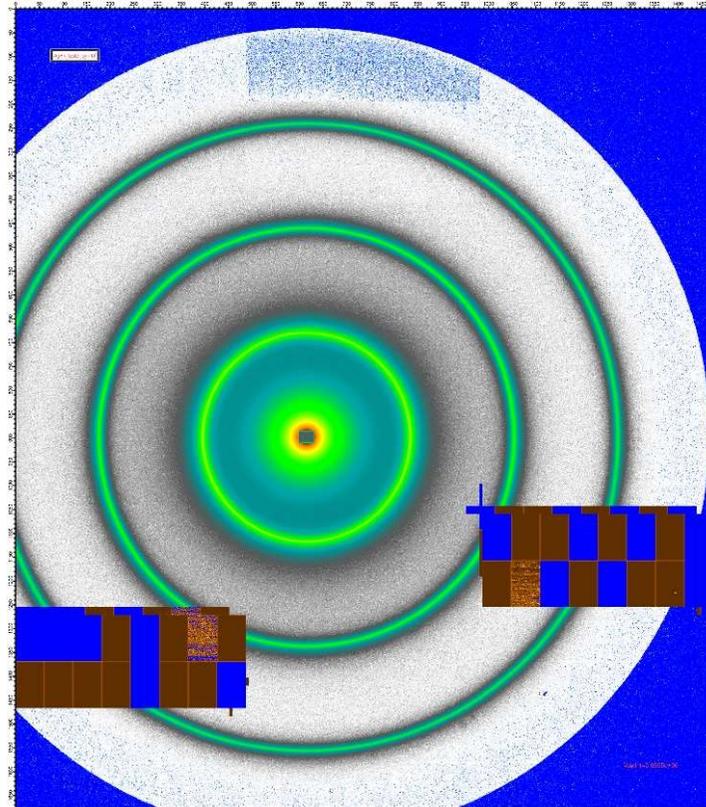
サブモジュール欠損部分の復元

PILATUSのモジュールのつなぎ目を3枚測定で消すソフトを開発しており、そのソフトを使うとサブモジュールの欠損部分のデータを取得できた

オリジナルデータ



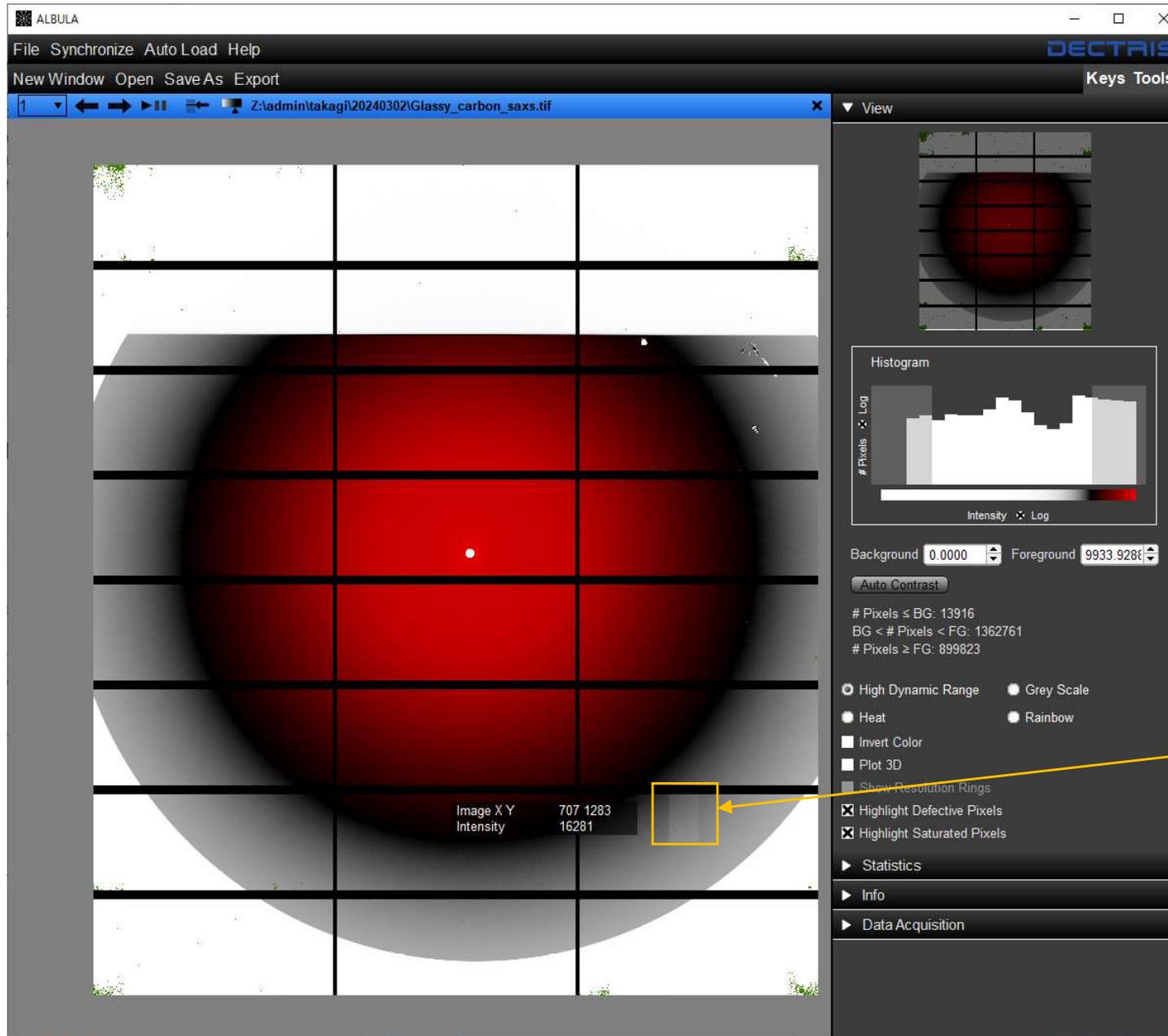
画像再構成後



湿気の問題

- 応急措置として検出面の全面に貼ったカプトンフィルムの貼りが甘いと、隙間から湿気が入り込み Humidityエラーで測定ができなくなった(3/12と3/16)。
- 窒素ガスを流す流量が250 mL/minを超えない。真空事故によって窒素ラインが詰まったか、カプトンの接着面から
- 同じく真空事故でアルミマイラが剥がれたPILATUS3 1M(SPring-8)ではグラッシーカーボンフィルム？(アモルファスカーボン)を接着剤で密閉して使用している。
- デクトリスがアルミマイラ膜だけを取り扱わなくなった(前面の構造体を含めて取り扱っている)ので、接着するのも手かもしれない。まずは密閉性の高いテープで試してみる。

BL-15A2の2Mも不具合発生



モジュール内のサブモジュール
が1か所故障

2024年度の運用とお願い

- 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(事前に情報を頂けると大変助かります)。
- 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を担当する人材がいないため、HPLC運用などでご迷惑をおかけすることが多々あると思いますがご容赦ください。