

全自動測定のパラメータ設定、どうしてですか？

How should the parameters for fully automatic measurement be set?

沼本 修孝

東京医科歯科大学難治疾患研究所

Nobutaka Numoto

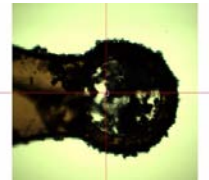
Medical Research Institute, Tokyo Medical and Dental University (TMDU)

全自動測定に完全に依存しています

- 2019年11月～ 全自動測定のみ利用
- 2019年6月 来所実験をやめることを決意
- 2018年5月～ 全自動測定的一般リリース
- 2016年11月 初めて結晶交換ロボットを使う
(貸し出しキット使用)

測定中に何も考えていない
ことに疑問を感じ始める

霜問題の解決



結晶に霜をつけないためのたったひとつのこと...

■ Unipuckは10分間冷却しましょう



PF構造生物ビームライン実験マニュアルより
https://www2.kek.jp/imss/pfweis/manual/ja/movingimage_manual.html

測定に必要なパラメータ

- 露光時間 -> Doseから決まる
- 検出器距離 -> better than 1.5 Å resolution

2020-02-28-BL17A.0

ホーム 挿入 ページレイアウト 数式 データ 校閲 表示

Z4

| | A | B | C | D | E | F | G | H | I | J | K | L | M | N | O | P | Q | R | S | T | U | V | W | X |
|---|-------------|------|--------------|---------|-----------|---------|---------|-----------|-----|-------|-------------|--------------|------------|-----------|----------|------------|---------------|--------------|--------|--------|---------------|---------|------------|---|
| 1 | ContainerID | Port | CrystallID | Protein | Directory | Barcode | Comment | Screening | Run | Start | Total_frame | Start_omega | Snap_omega | Osc_width | Exp_time | Wavelength | Max_resolutio | Camera_heigl | Hwidth | Vwidth | Transmittance | Binning | Divergence | |
| 2 | | 3682 | 1 Sample1-01 | Sample1 | 1 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 3 | | 3682 | 2 Sample1-02 | Sample1 | 2 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 4 | | 3682 | 3 Sample1-03 | Sample1 | 3 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 5 | | 3682 | 4 Sample1-04 | Sample1 | 4 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 6 | | 3682 | 5 Sample1-05 | Sample1 | 5 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 7 | | 3682 | 6 Sample1-06 | Sample1 | 6 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 8 | | 3682 | 7 Sample2-01 | Sample2 | 7 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |
| 9 | | 3682 | 8 Sample2-02 | Sample2 | 8 | | | 2 | 1 | 1 | 1800 | 0 0 30 60 90 | | 0.1 | 0.1 | 0.98 | 1.5 | 0 | 0.04 | 0.02 | 50 | 2 | 1 | |

データ収集に失敗しないためのたったひとつのこと...

■ Hirata limit を守りましょう

10^{10} photon/ μm^2

生物物理 59 (4), 001-004(2019) DOI: 10.2142/biophys.59.215

↓ @ 1 Å

5 MGy

*Henderson limit = 20 MGy



Dr. Kunio Hirata (RIKEN)



Dr. R. Henderson (MRC)

BL諸元表から露光時間、減衰率を求めることができる

SBRC beamline list in the Photon Factory (2019.5-)

古い資料です

updated on

2019/4/12

| Beamline | BL-1A | BL-5A | BL-17A | AR-NW12A | AR-NE3A |
|------------------------------------|---|------------------------------|---------------------------------|---|--------------------------------|
| Starting year | 2010 | 2004 | 2006 | 2003 | 2009 |
| Status | Operational | Operational | Operational | Operational | Operational |
| Synchrotron Ring | PF 2.5GeV (450mA@Multi-Bunch, 400mA@Hybrid-Bunch) | | | PF-AR 6.5GeV/5.0GeV (50mA@Single-Bunch) | |
| Injection | top-up | | | top-up | |
| Light Source | Short-gap undulator | Multipole wiggler | Short-gap undulator | Undulator | Undulator |
| Wavelength available (Å) | 0.96 - 1.1 1.9, 2.7 - 3.3 | 0.75 - 1.9 | 0.9 - 2.1 | 0.75 - 1.9 | 0.75 - 1.9 |
| Energy resolution ($\Delta E/E$) | - | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} |
| Typical beam size (H x V) (mm) | 0.013 x 0.013 | 0.20 x 0.20 | 0.040 x 0.016 | 0.20 x 0.20 | ϕ 0.20 |
| Photon flux (photons/sec) | 0.9×10^{11} (@ 1.1 Å) | 2×10^{11} (@ 1.0 Å) | 3.1×10^{11} (@ 0.98 Å) | 3.9×10^{11} (@ 1.0 Å) | 1.2×10^{12} (@ 1.0 Å) |
| Detector | EIGER X 4M (x2) | PILATUS3 S6M | EIGER X 16M | PILATUS3 S2M | PILATUS 2M-F |
| Type | PAD | PAD | PAD | PAD | PAD |
| Active area (mm ²) | 155.2 x 162.5 | 423.6 x 434.6 | 311.2 x 327.8 | 253.7 x 288.8 | 253.7 x 288.8 |
| Pixel size (μm ²) | 75 x 75 | 172 x 172 | 75 x 75 | 172 x 172 | 172 x 172 |
| Pixel number | 2070 x 2167 | 2463 x 2527 | 4150 x 4371 | 1475 x 1679 | 1475 x 1679 |
| Frame data size (MByte) | 2 | 6.2 | 8 | 2.5 | 2.5 |
| Readout time (msec.) | 0.003 | 2.04 | 0.003 | 2.04 | 2.3 |
| Max. frame rate (Hz) | 750 | 25 | 133 | 25 | 60 |
| Detector distance (mm) | 60 - 400 | 90 - 950 | 185 - 650 | 75 - 950 | 60 - 500 |
| Detector vertical offset (mm) | - | 0 -150 | - | 0 - 150 | 0 - 150 |
| Sample changer | PAM-HC | PAM | | | |
| Software for image processing | XDS, iMosflm, DIALS | | | | |

BL諸元表から露光時間、減衰率を求めることができる

SBRC beamline list in the Photon Factory (2019.5-)

古い資料です

updated on

2019/4/12

| Beamline | BL-1A | BL-5A | BL-17A | AR-NW12A | AR-NE3A |
|------------------------------------|---|------------------------------|---------------------------------|---|--------------------------------|
| Starting year | 2010 | 2004 | 2006 | 2003 | 2009 |
| Status | Operational | Operational | Operational | Operational | Operational |
| Synchrotron Ring | PF 2.5GeV (450mA@Multi-Bunch, 400mA@Hybrid-Bunch) | | | PF-AR 6.5GeV/5.0GeV (50mA@Single-Bunch) | |
| Injection | top-up | | | top-up | |
| Light Source | Short-gap undulator | Multipole wiggler | Short-gap undulator | Undulator | Undulator |
| Wavelength available (Å) | 0.96 - 1.1 1.9, 2.7 - 3.3 | 0.75 - 1.9 | 0.9 - 2.1 | 0.75 - 1.9 | 0.75 - 1.9 |
| Energy resolution ($\Delta E/E$) | - | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} | 2.5×10^{-4} |
| Typical beam size (H x V) (mm) | 0.013 x 0.013 | 0.20 x 0.20 | 0.040 x 0.016 | 0.20 x 0.20 | ϕ 0.20 |
| Photon flux (photons/sec) | 0.9×10^{11} (@ 1.1 Å) | 2×10^{11} (@ 1.0 Å) | 3.1×10^{11} (@ 0.98 Å) | 3.9×10^{11} (@ 1.0 Å) | 1.2×10^{12} (@ 1.0 Å) |
| Detector | EIC (EIGMA) | FEL (FELIX) | FEL (FELIX) | FEL (FELIX) | FEL (FELIX) |
| Type | 18.8 s | 2000 s | 20.6 s | 1026 s | 262 s |
| Active area (mm ²) | 155.2 x 162.5 | 423.6 x 434.6 | 311.2 x 327.8 | 253.7 x 288.8 | 253.7 x 288.8 |
| Pixel size (μm ²) | 75 x 75 | 172 x 172 | 75 x 75 | 172 x 172 | 172 x 172 |
| Pixel number | 2070 x 2167 | 2463 x 2527 | 4150 x 4371 | 1475 x 1679 | 1475 x 1679 |
| Frame data size (MByte) | 2 | 6.2 | 8 | 2.5 | 2.5 |
| Readout time (msec.) | 0.003 | 2.04 | 0.003 | 2.04 | 2.3 |
| Max. frame rate (Hz) | 750 | 25 | 133 | 25 | 60 |
| Detector distance (mm) | 60 - 400 | 90 - 950 | 185 - 650 | 75 - 950 | 60 - 500 |
| Detector vertical offset (mm) | - | 0 - 150 | - | 0 - 150 | 0 - 150 |
| Sample changer | PAM-HC | PAM | | | |
| Software for image processing | XDS, iMosflm, DIALS | | | | |

最新の情報 (dose base)

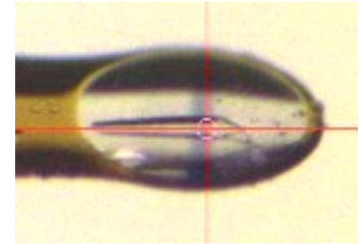
各ビームラインでの測定条件のデフォルト値

| | BL1A | BL5A | BL17A | AR-NW12A | AR-NE3A |
|-------------------------------|---------|-----------|---------|-----------|------------|
| Beam size (μm^2) | 13 x 13 | 200 x 200 | 40 x 16 | 200 x 130 | $\phi 100$ |
| Wavelength (\AA) | 1.0800 | 1.0000 | 0.9800 | 1.0000 | 1.0000 |
| Flux (ph/s) | 4.0E+10 | 1.5E+11 | 1.5E+11 | 1.3E+11 | 2.5E+11 |
| Dose rate (kGy/s) | 181 | 2.35 | 151 | 9.71 | 16.4 |
| Total frame | 720 | 720 | 720 | 720 | 720 |
| Osc width | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 |
| Exp time | 0.1 | 0.5 | 0.1 | 0.5 | 0.25 |
| Transmittance | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Max reso. (\AA) | 1.8 | 1.8 | 1.8 | 1.8 | 1.8 |
| Total flux | 2.9E+12 | 5.2E+13 | 1.1E+13 | 4.6E+13 | 4.5E+13 |
| Total dose (MGy) | 13.032 | 0.846 | 10.872 | 3.4956 | 2.952 |
| Total time (sec.) | 72 | 360 | 72 | 360 | 180 |

全自動測定で感じたこと

■ 比較的良質な単結晶を用いる

- クラスタ状結晶などは現状厳しい
- 結晶の長軸とループの軸が平行になるように拾う



■ ひとつの条件で複数の結晶を準備（数で勝負）

- ひとつひとつに完璧な実験を求めない
- Serendipityは十分に期待できる

■ HDDの容量に気をつける

- Unipuckひとつで約400 GB @BL-17A