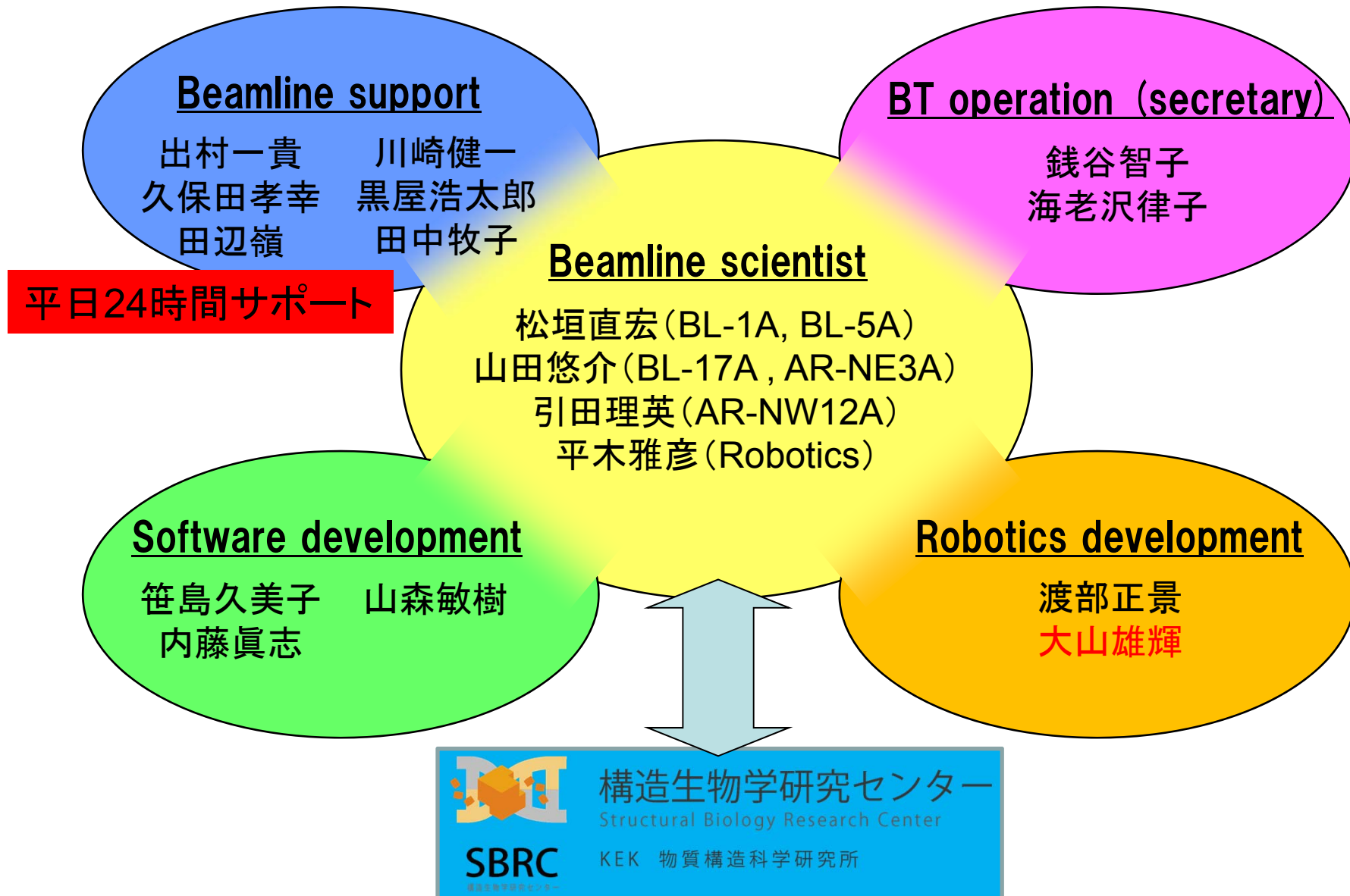


# ビームラインの現状

2017.3.13

タンパク質結晶構造解析ユーザーグループミーティング

# 体制

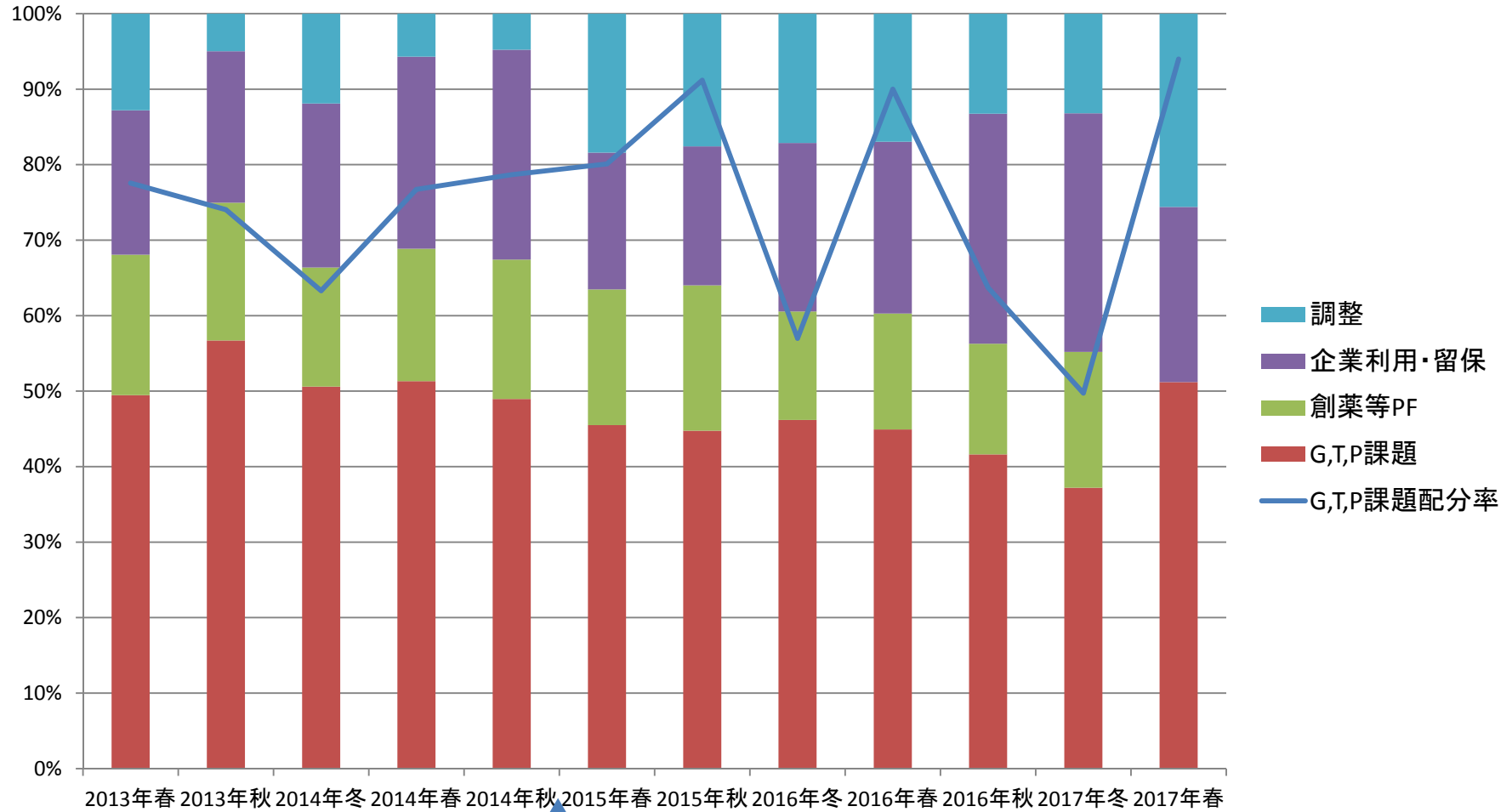


# Contents

---

- ビームラインの現状
- 今後の予定

# チームタイム配分の現状



2015年冬 運転なし  
 3週間 運転  
 AR 運転停止

最近ではPAC評点3.0  
 以下の課題に配分  
 できない状況

# 留保チームタイムの配分状況

		1A	5A	17A	NW12A	NE3A	合計
2015年 5月-6月期	開放	2	10	2	8	17	39
	希望	2	6	6	5	12	31
	配分	2	7	2	7	10	28
	配分率						90%
2015年 10月-12月期	開放	6	2	13	23	9	53
	希望	2	0	7	6	0	15
	配分	2	0	7	5	2	16
	配分率						107%
2016年 2月-3月期	開放	2	3	1	7	0	13
	希望	4	12	3	14	0	33
	配分	2	3	1	7	0	13
	配分率						39%
2016年 5月-6月期	開放	7	19	16	11	12	65
	希望	2	10	17	4	5	38
	配分	2	7	6	3	2	20
	配分率						53%
2016年 11月-12月期	開放	3	10	6			19
	希望	3	25	21			49
	配分	2	10	6			18
	配分率						37%
2017年 2月-3月期	開放	2	1	4			7
	希望	11	11	41			63
	配分	2	1	4			7
	配分率						11%

単位：シフト（8時間）

# 2016年3月以降の主な整備状況

---

- BL-1A : 2台のEiger検出器を用いた測定
- BL-17A : in-situ測定システムの高度化
- BL-5A: 検出器更新 (Q315r -> Pilatus2M, 今年度のみ)
- サンプルピンのバーコード読み対応 (PAM-HC)
- X線センタリング用インターフェース

# X線検出器の現状

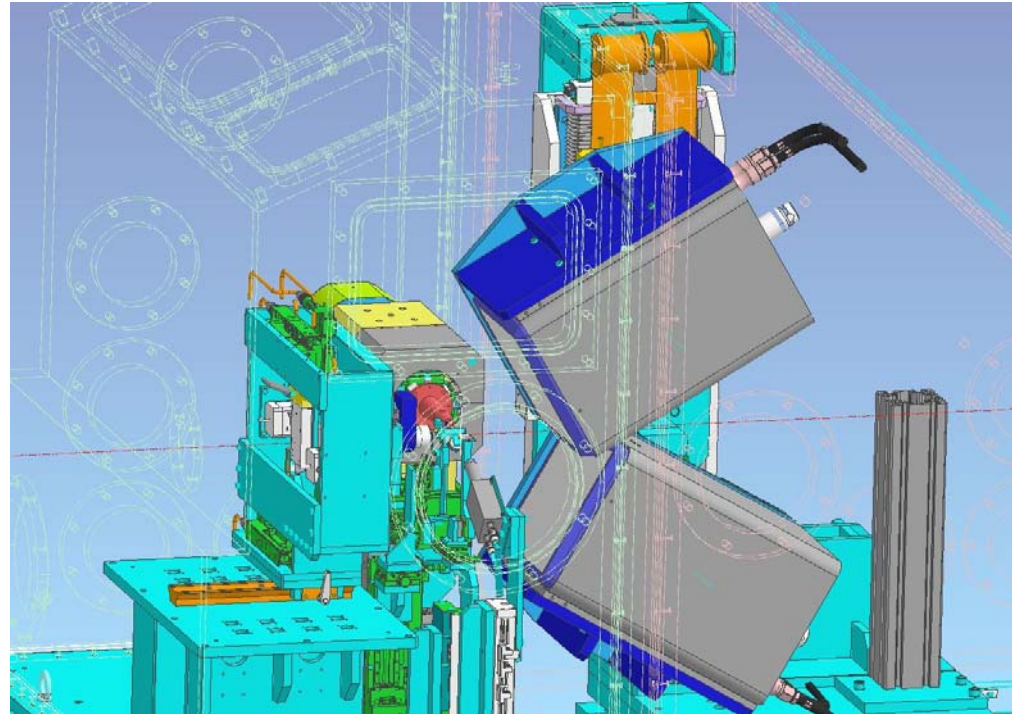
	BL-1A	BL-5A	BL-17A	NW12A	NE3A
2014.10 -	Pilatus2MF	Q315r	Pilatus3 6M	Q210r	Q270
2015.5 -	Eiger X4M	Q315r	Pilatus3 S6M	Q270	Pilatus2MF
2016.10 -	Eiger X4M	Pilatus2MF	Pilatus3 S6M	Q270	-
2017.4 -	Eiger X4M	Q315r	Pilatus3 S6M	Q270	Pilatus2MF

PDIS次期プロジェクトにおいて更新予定

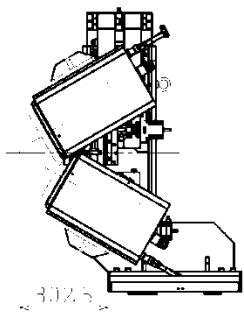
## Eiger: HDF5データファイルの処理

- XDS, HKL2000(v714)がHDF5ファイルに対応
- CBFフォーマットへの自動変換を停止する予定 (2017. 4より)

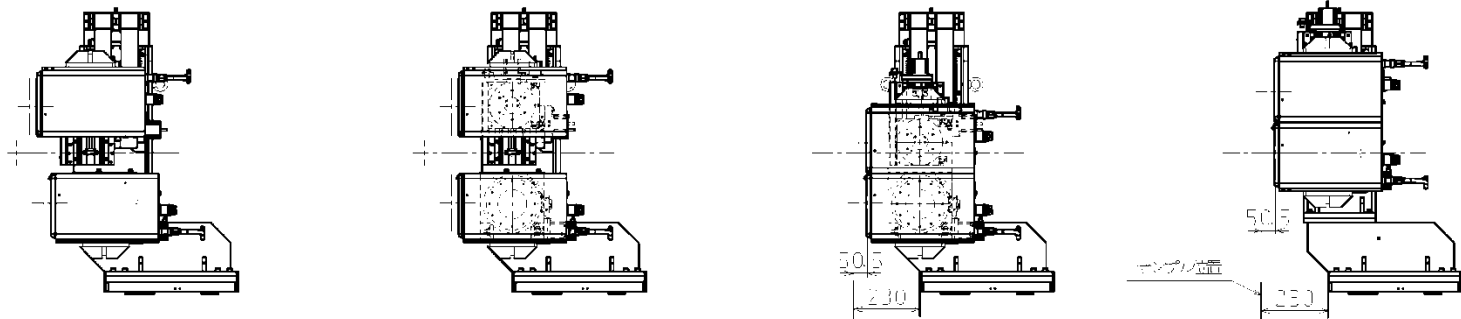
# BL-1A: Detector support for two Eiger detectors



V-shape configuration



Tandem configuration



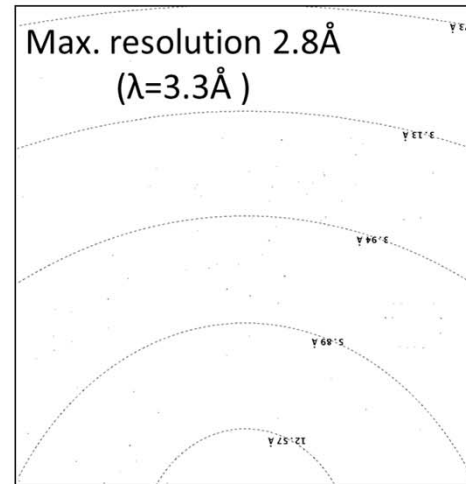
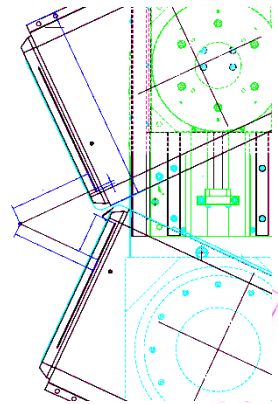
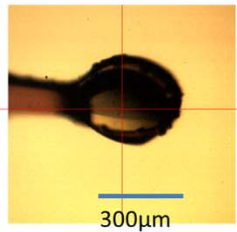
MR-native SAD/ native SAD 測定において高分解能データを精度よく測定する



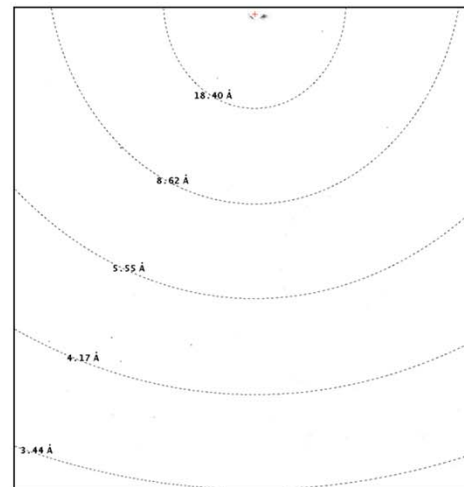
# Native SAD phasing with $\lambda=3.3\text{\AA}$

Crystal: ferredoxin reductase (BphA4)

Number of residues	408
Number of sulfur atoms	9 (4 Cys + 5 Met)
Space group	P6122
Cell dimensions ( $\text{\AA}$ )	a=b=98, c=170
Number of molecules / ASU	1
Co-factor	FAD



Upper Eiger detector  
(upside down)



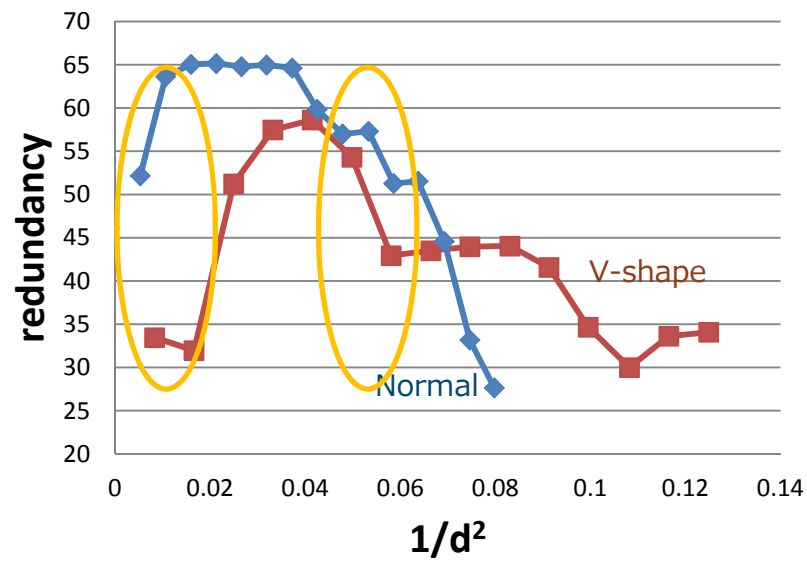
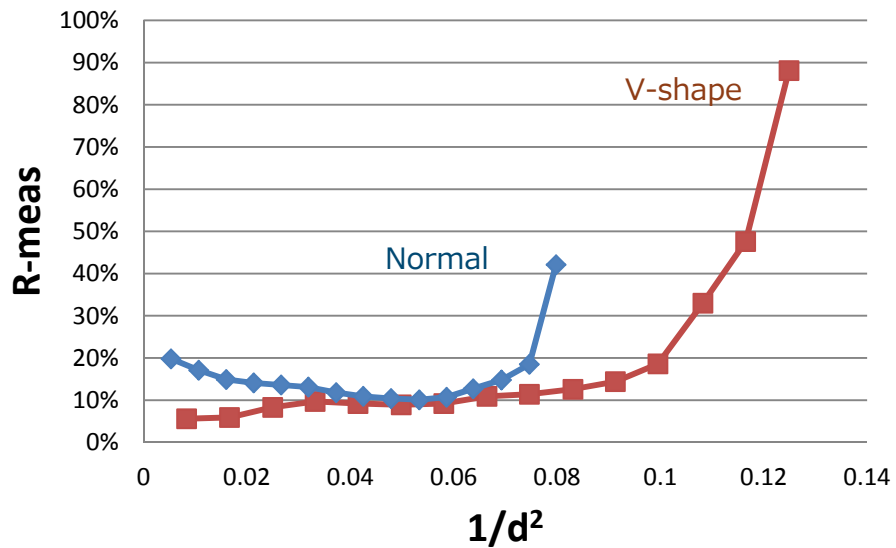
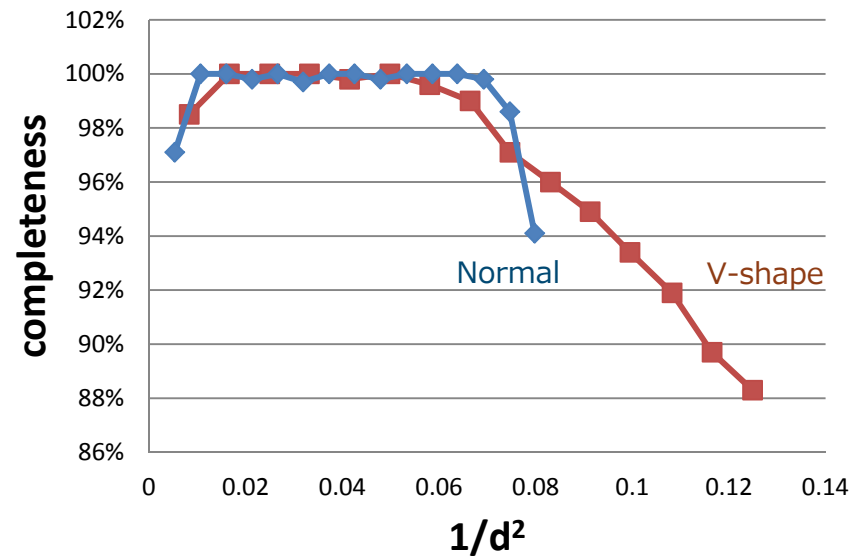
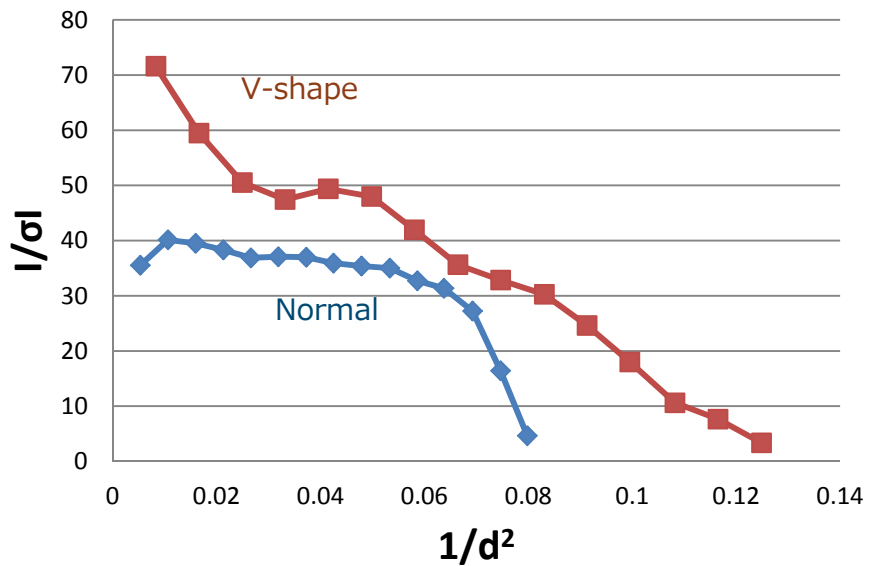
Lower Eiger detector

Upper and lower data sets are independently processed by XDS and merged by XSCALE

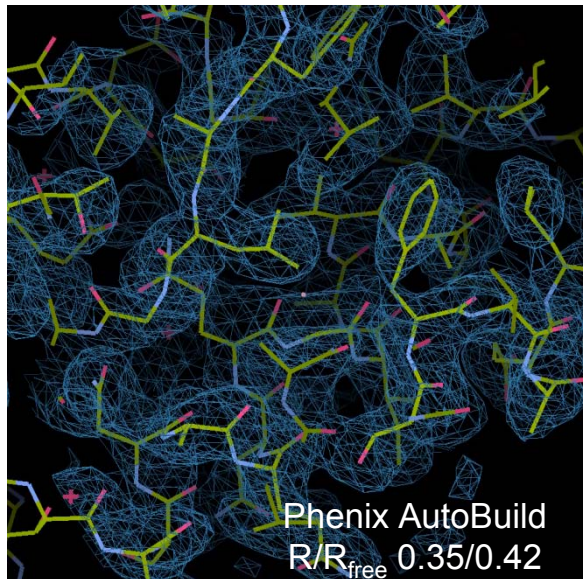
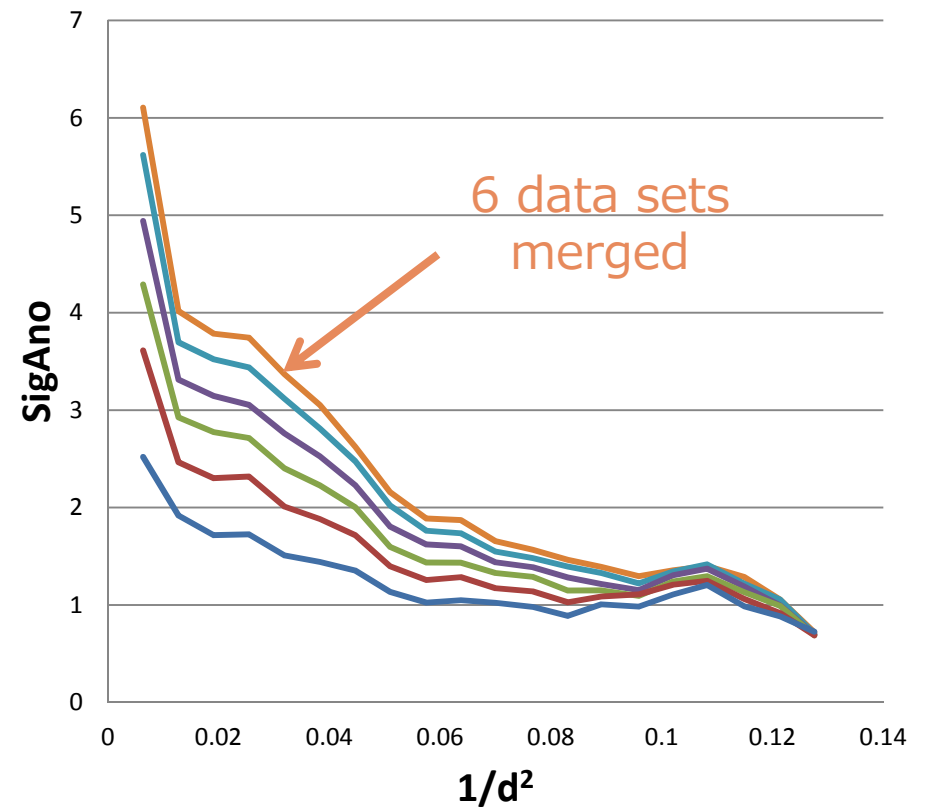
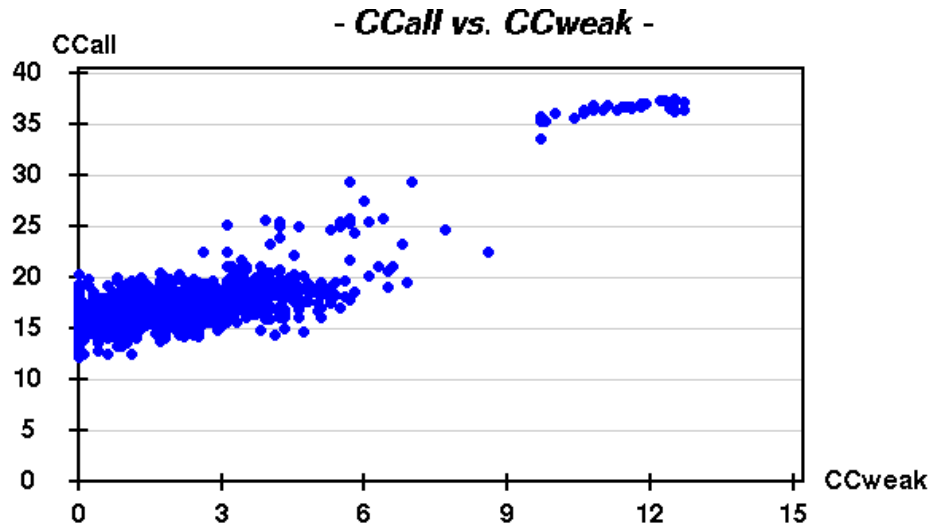
Data collection conditions

Wavelength ( $\text{\AA}$ )	3.3
Oscillation width (deg)	0.2
No. of frames	5400 (3 turns)
Exposure time (s)	0.1
Transmittance (%)	5 ( $6 \times 10^9$ phs/s)

# Data Statistics

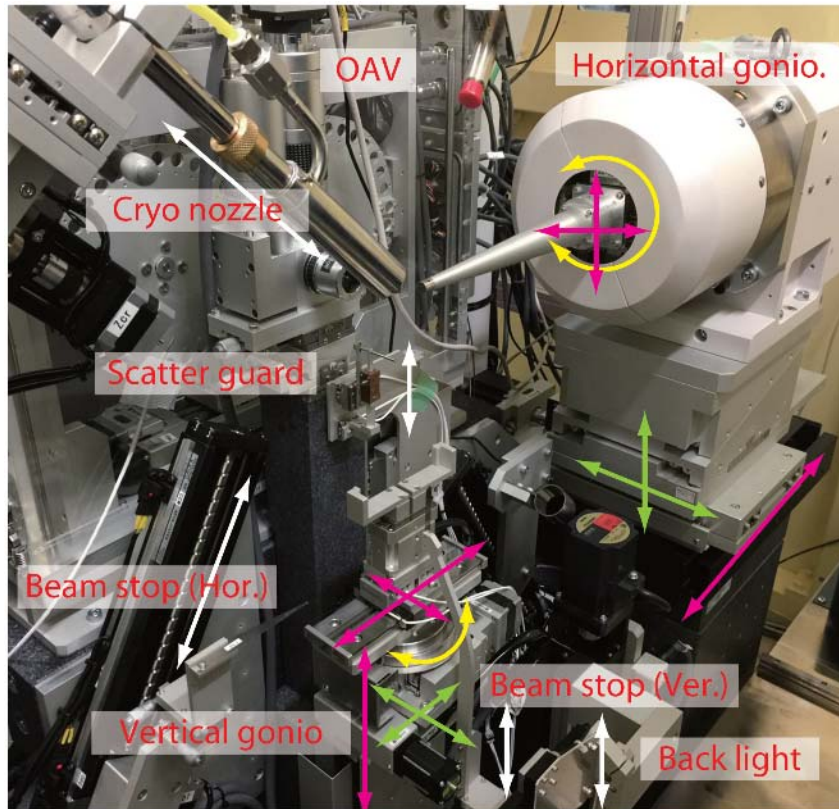


# Automated structure solution

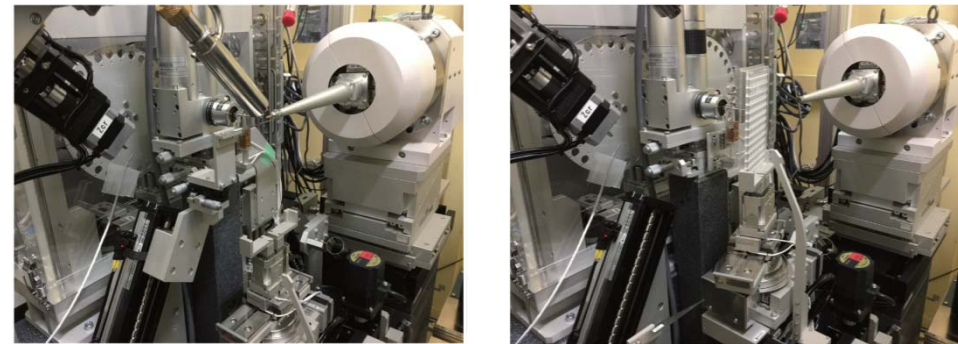


327/415 residues  
(79%) built

# BL-17A: In-situ測定環境



Two goniometer heads  
Horizontal gonio.: Cryo pin  
Vertical gonio.: Plate



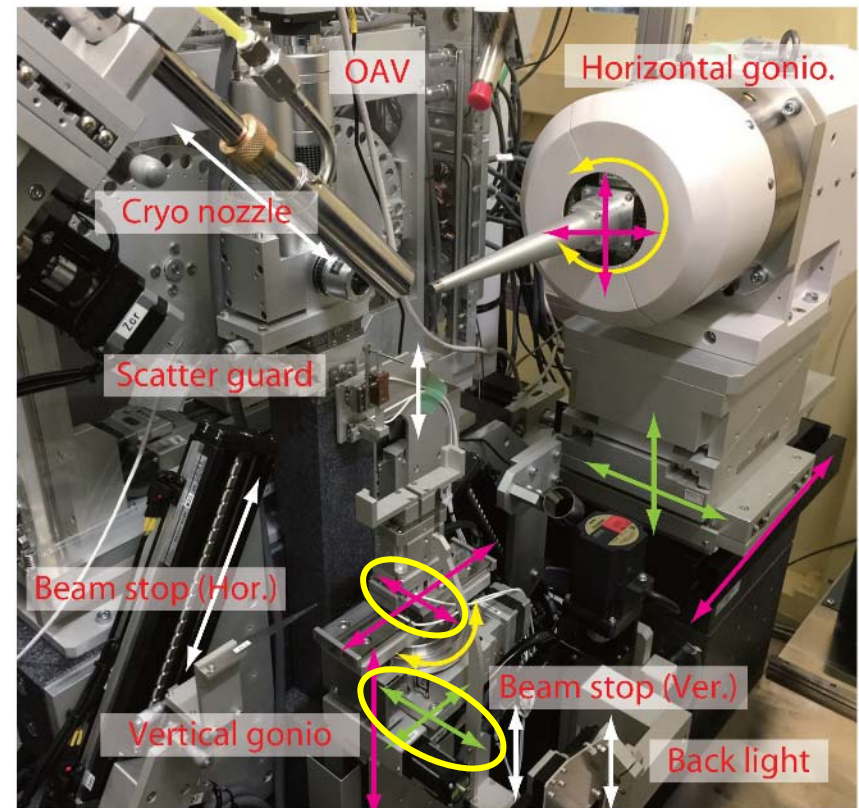
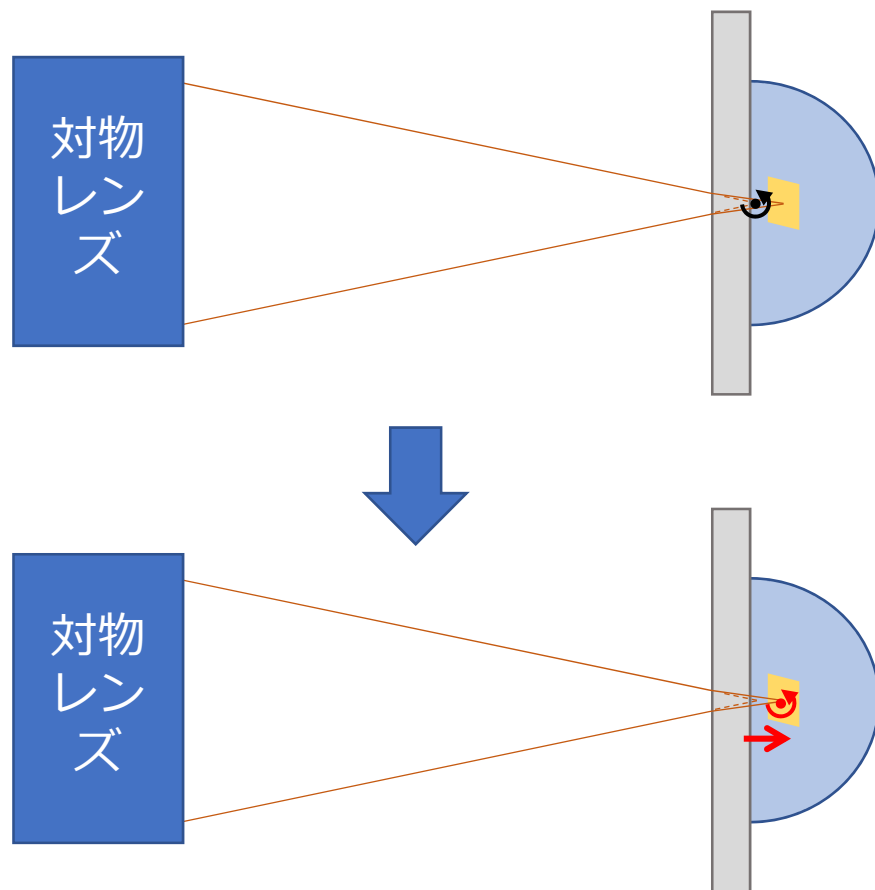
Users can switch two modes by software whenever they want.



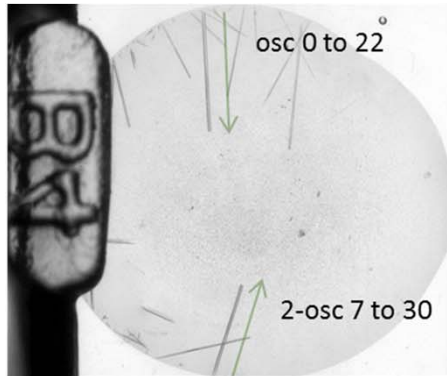
Any SBS plate can be handled.

- In-Situ01
- CrystalQuick X
- KEK
- MRC-2
- Violamo
- Intelli plate
- ...

# データセット収集



# 幅20 $\mu\text{m}$ の結晶からのIn-situデータ収集



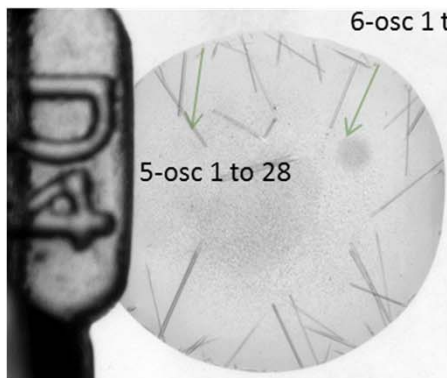
30 datasets

+



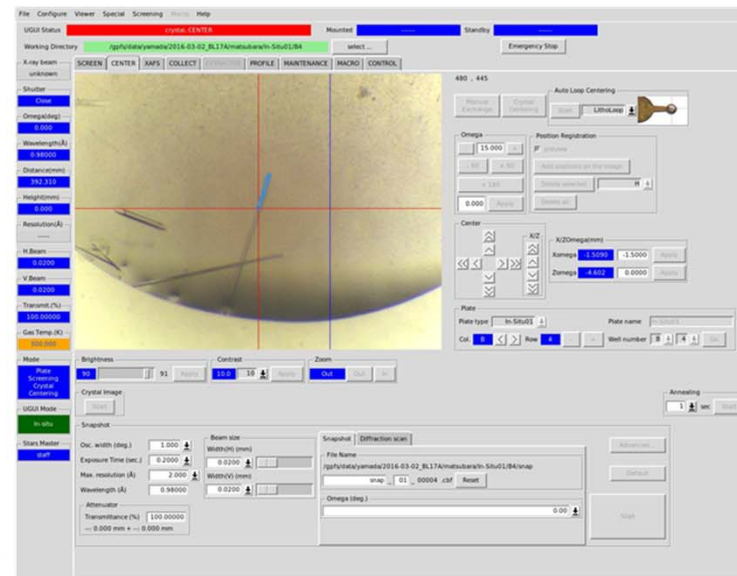
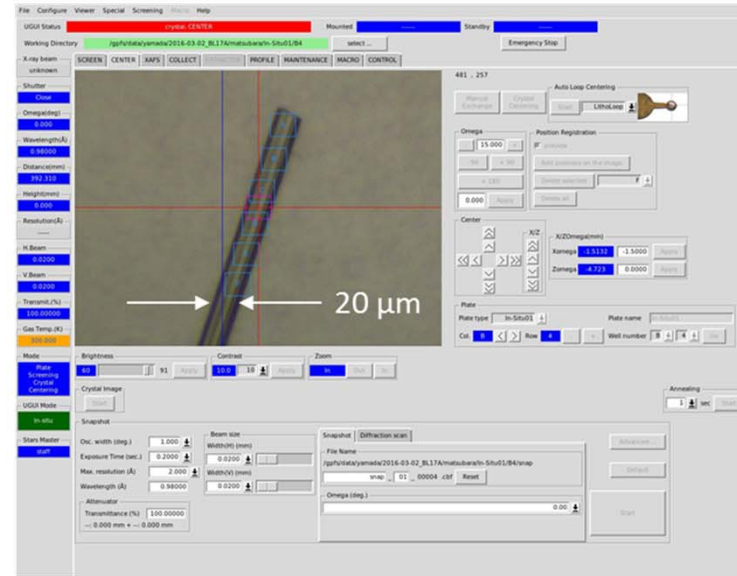
47 datasets

+



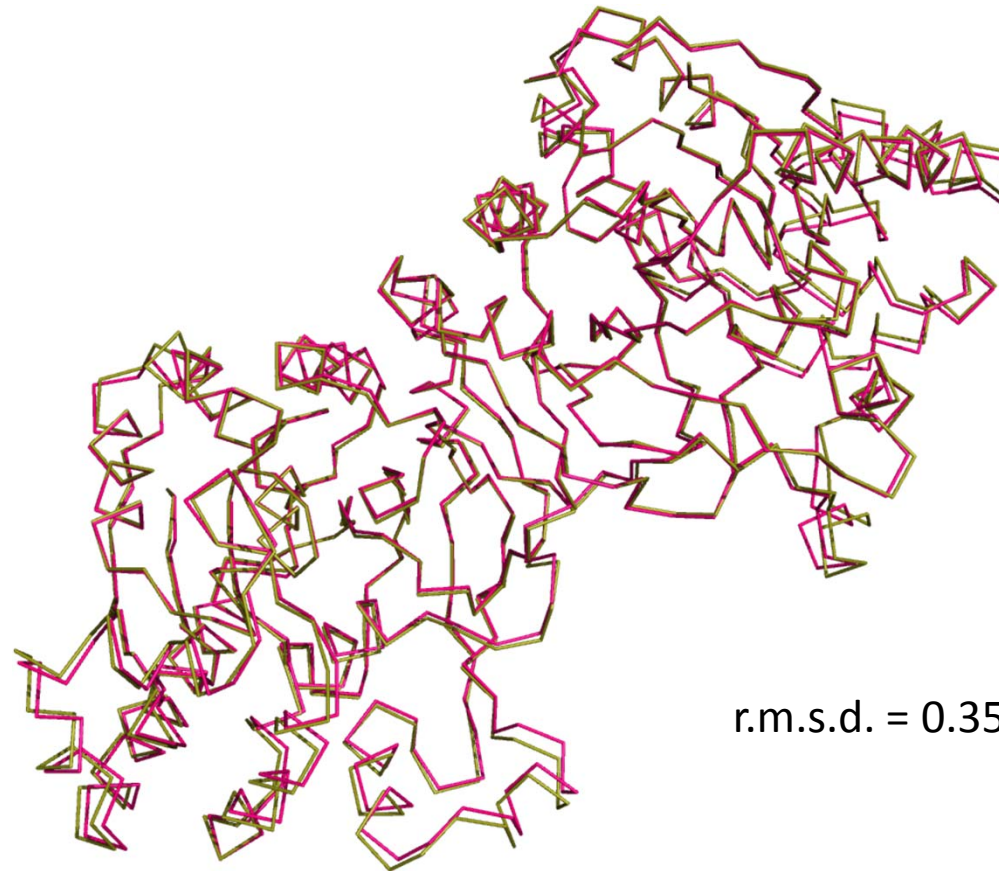
45 datasets

→ merged 117 datasets



# MRによる構造解析結果

XDS  
↓  
XSCALE  
↓  
Phaser-MR  
↓  
Autobuild  
↓  
Phenix.refine



Cryo at 1.85 Å  
in\_situ at 3.0 Å

r.m.s.d. = 0.35

# 今後の予定

---



# PDIS次期プロジェクト

---

創薬等ライフサイエンス研究のための相関構造解析  
プラットフォームによる支援と高度化  
(FY 2017 – 2021)

放射光PX, SAXSに加えcryoEM, NMRを相関構想解析の柱に

## PFにおける支援と高度化

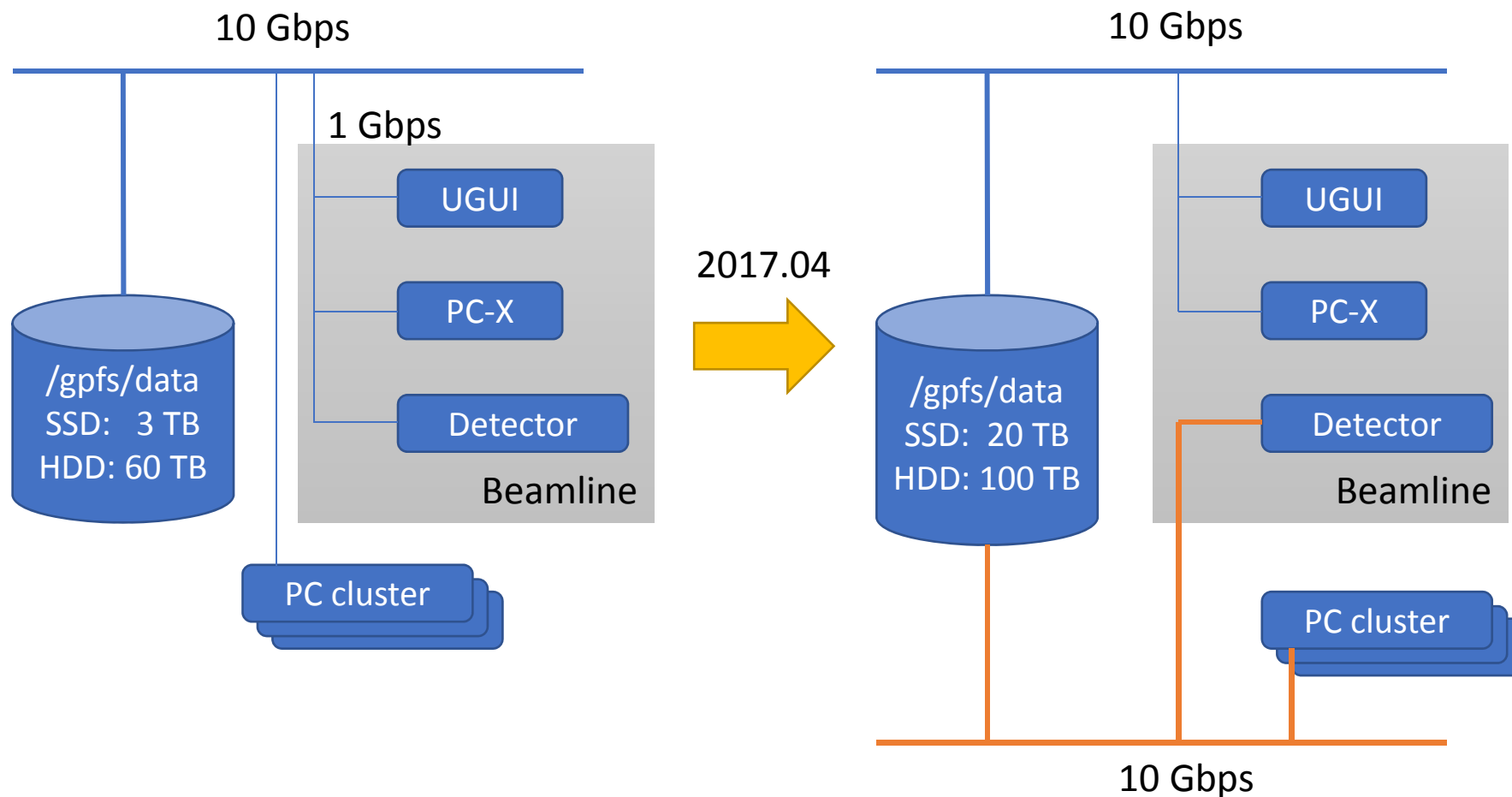
- ビームタイムの供出（2017. 11 以降）。全ビームタイムの20%程度。
- X線検出器の高度化。CCD -> PAD
- 新型サンプルチェンジャーの開発。1～3年目で試作、以降順次ビームラインへ導入。
- データベースシステム（PReMo）の高度化

# 新しい施設利用制度

		単価/時
ビームライン使用		53,550
代行測定	リモートアクセスによる測定	
	全自動測定	
	簡易手動測定	
	手動測定	
	サンプルチェンジャー使用しない測定	
	In-situ回析計を用いた測定	
	PXSを用いた1次スクリーニング 及びIn-situ回析計を用いた測定	
	PXSを用いた2次スクリーニング 及びIn-situ回析計を用いた測定	
	回析データセット処理	
解析	In-situ回析データセット処理	
	クライオ条件検討	
	Native-SAD構造解析	

# データ測定、解析専用ネットワークの整備

- 検出器、解析クラスタとファイルストレージ間のネットワーク高速化
- ネットワーク全体の安定化



# 回折データの自動処理

## 解析クラスタの増強

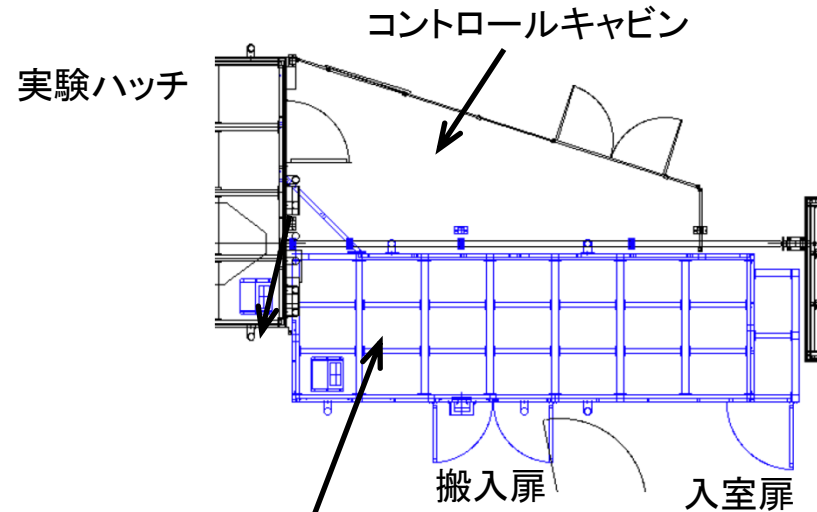
	2017年3月まで	2017年4月以降
ノード数	8	14
総CPUコア数	256	544
総メモリ容量 (GB)	256	1,024
ネットワーク	1 Gbps	10 Gbps

## 回折データ自動処理・解析 (NSLS-IIとの共同研究)

### XDS

- 自前のスクリプト -> fast\_dp改良版
- 他のパイプラインに順次対応
- DIALS (Xia2), AutoPROC, ...
  - SHELXC/D/E
  - DIMPLE
  - ...

# NW12A : レーザーブースの設置



## レーザーの仕様

発振波長	強度
Multiline UV	0.05 W
476.5 nm	0.1 W
488.0 nm	0.25 W
514.5 nm	0.25 W
520.8 nm	0.13 W
530.9 nm	0.13 W
568.2 nm	0.15 W
647.1 nm	0.25 W
Multiline 'Whitelight'	2.5 W



建設前

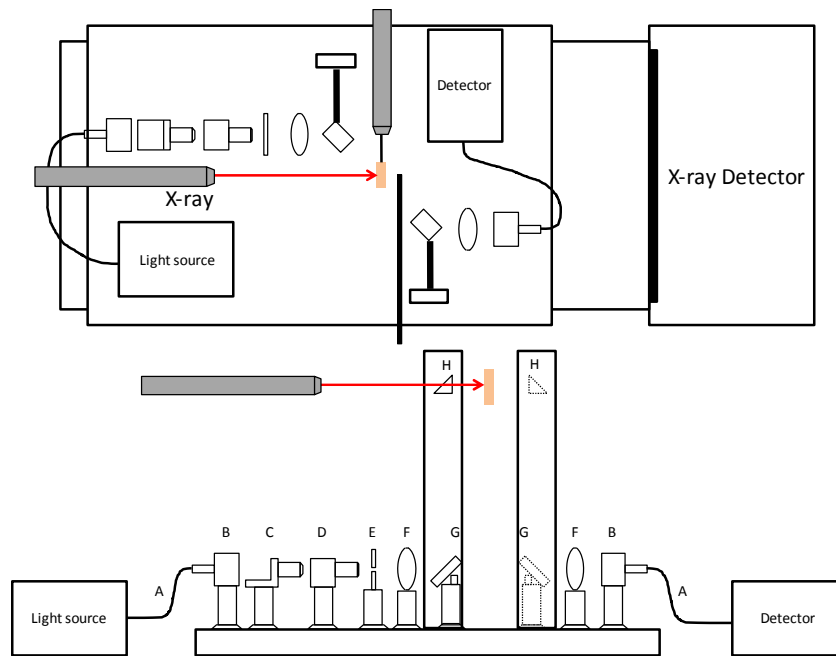
建設後

- 発振波長は、紫外領域から650 nm付近までの波長をカバーしており、様々なタンパク質にラマン分光測定を適用可能
- 高強度の白色光も出力でき、結晶の吸収分光も可能

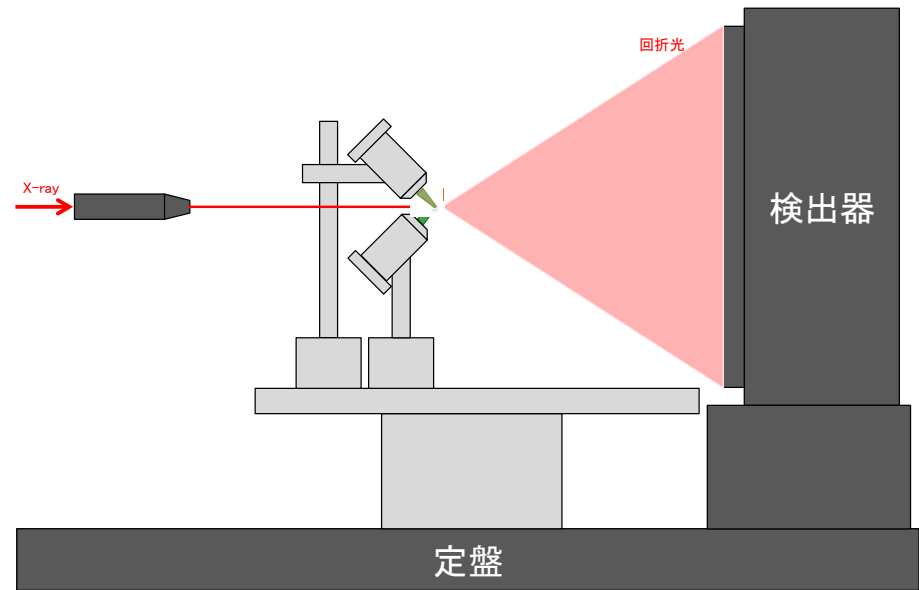
オフラインレーザーシステムは4-5月で調整後、秋のビームタイムから公開予定

# NW12A : 顕微分光装置の開発

オンライン吸収分光測定装置(案)



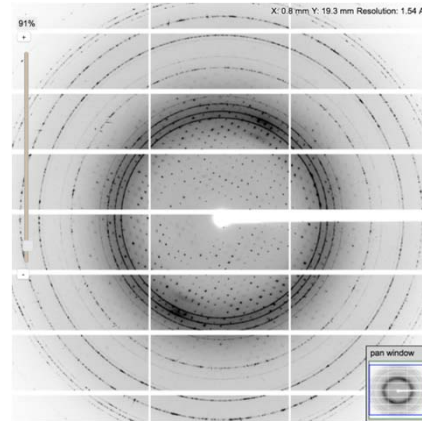
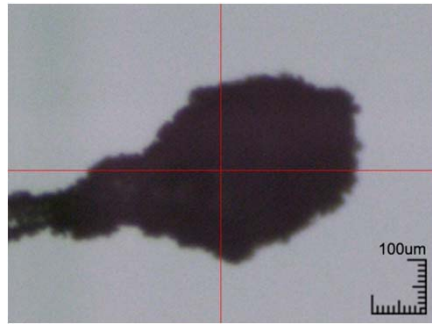
オンラインラマン分光測定装置(案)



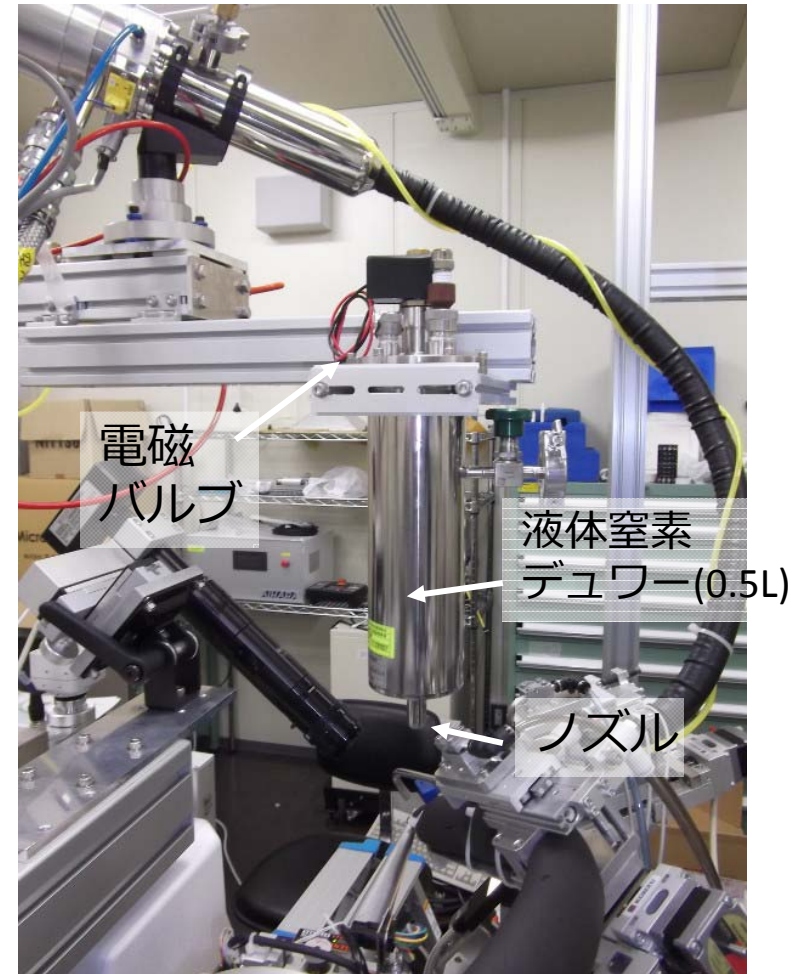
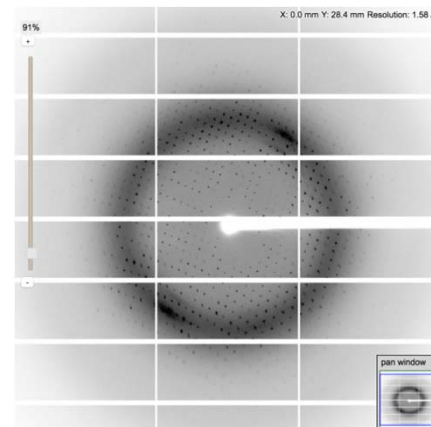
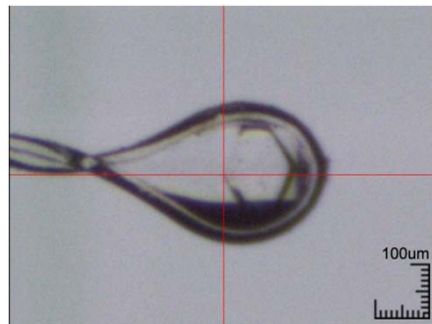
上記オンラインシステムの案を基に、オフライン測定系の開発を行っている。

# AR-NE3A: 液体窒素滴下装置

2017年10月以降公開予定



[http://www.mitegen.com/mic\\_catalog.php?c=iceoff](http://www.mitegen.com/mic_catalog.php?c=iceoff)



オフライン環境でのテスト

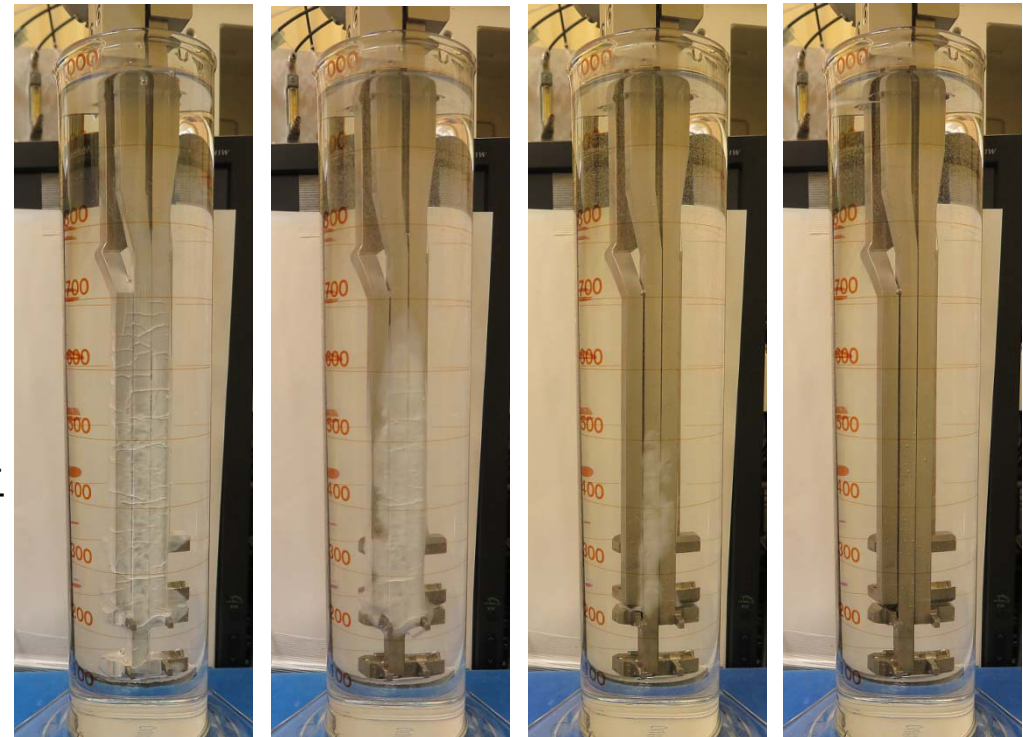
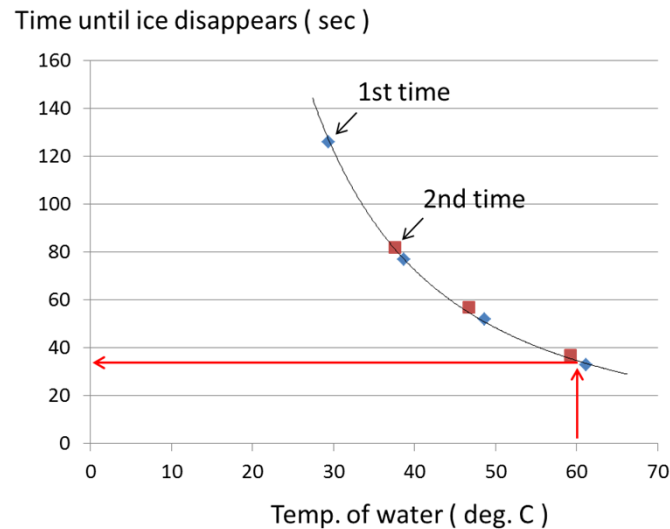
# 試料交換システム：トングの急速乾燥

## 高速化

- ~~CheckCassetteの時間を短く~~
- トング乾燥の時間を短く  
→ お湯を使う + 吹き飛ばし  
→ ドライヤ不要

## 安定化

- 液面センサ改造予定
- 強力なヒーターで霜の混入を防止



0'00''

0'30''

1'00''

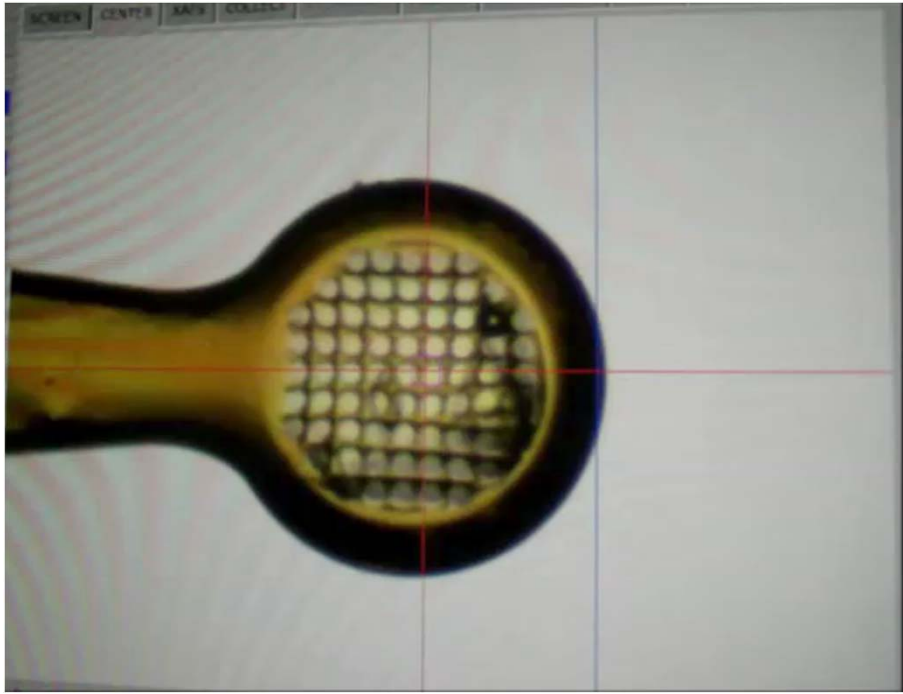
1'11''

38℃のお湯だと1'11"、  
60℃だと36"で氷が消える。

40℃のお湯で1分、水滴吹き飛ばしで1分。8分→2分へ短縮！



# 回折スキャン高度化



- スキャン動作の高速化
- 評価システムの高速化

20 $\mu$ m beam, 10Hz スキャン (4倍速)

- 回折センタリングを利用した全自動測定
- 結晶の位置を自動登録し各位置でsmall wedgeでデータ収集を行う

