

ビームラインの現状と今後の予定

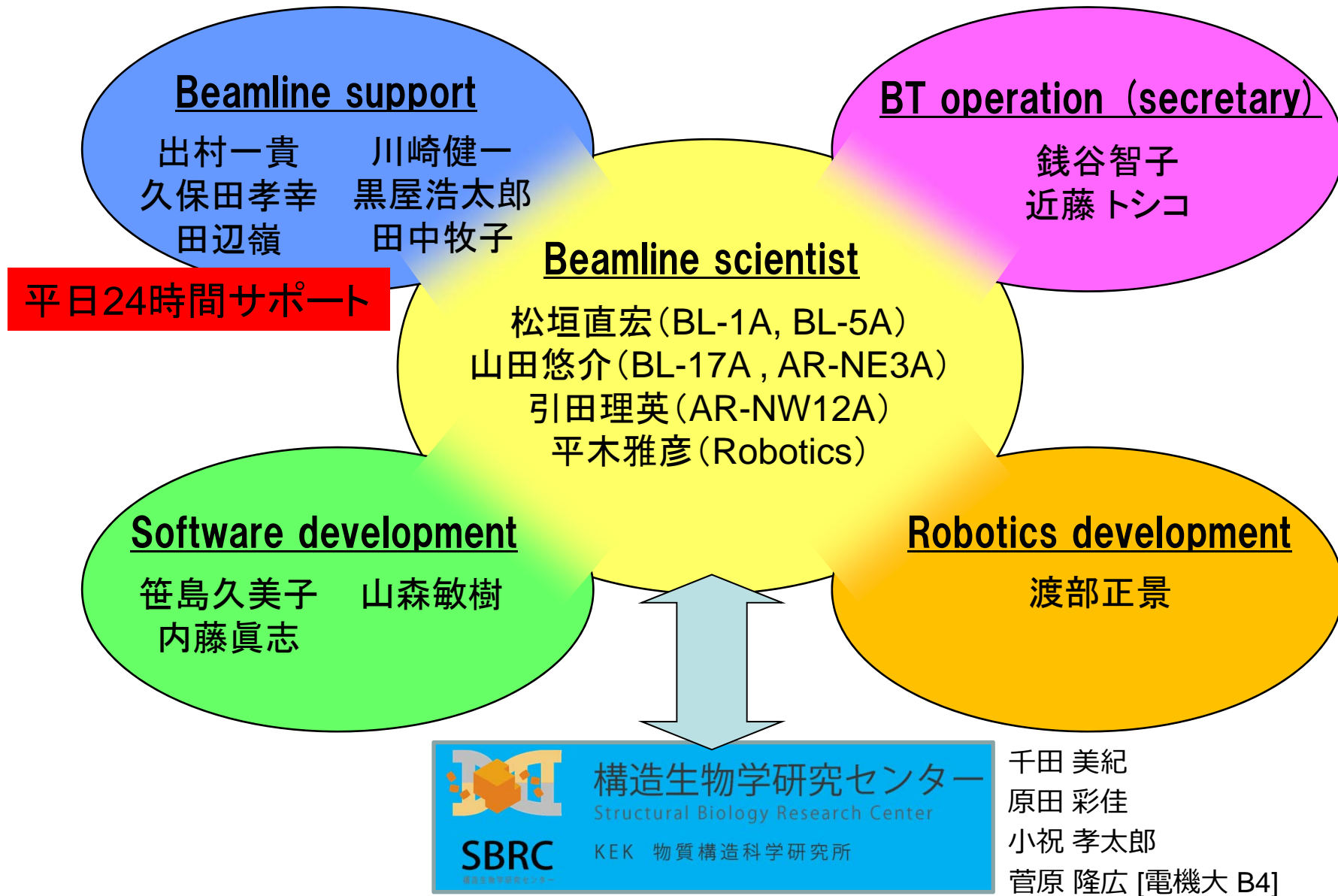
2018.3.2

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

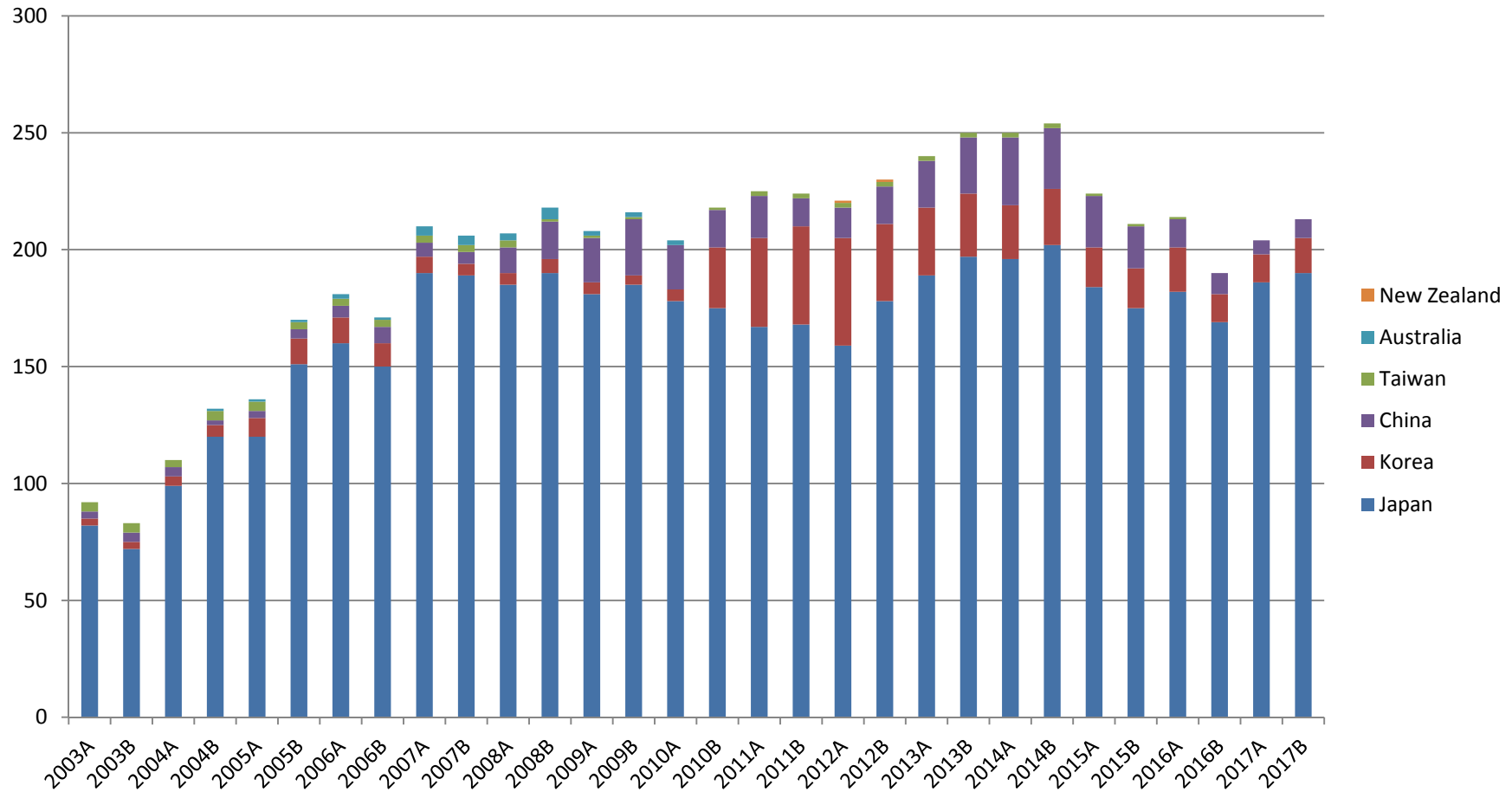
Contents

- ビームタイム利用状況
- ビームラインの高度化

体制



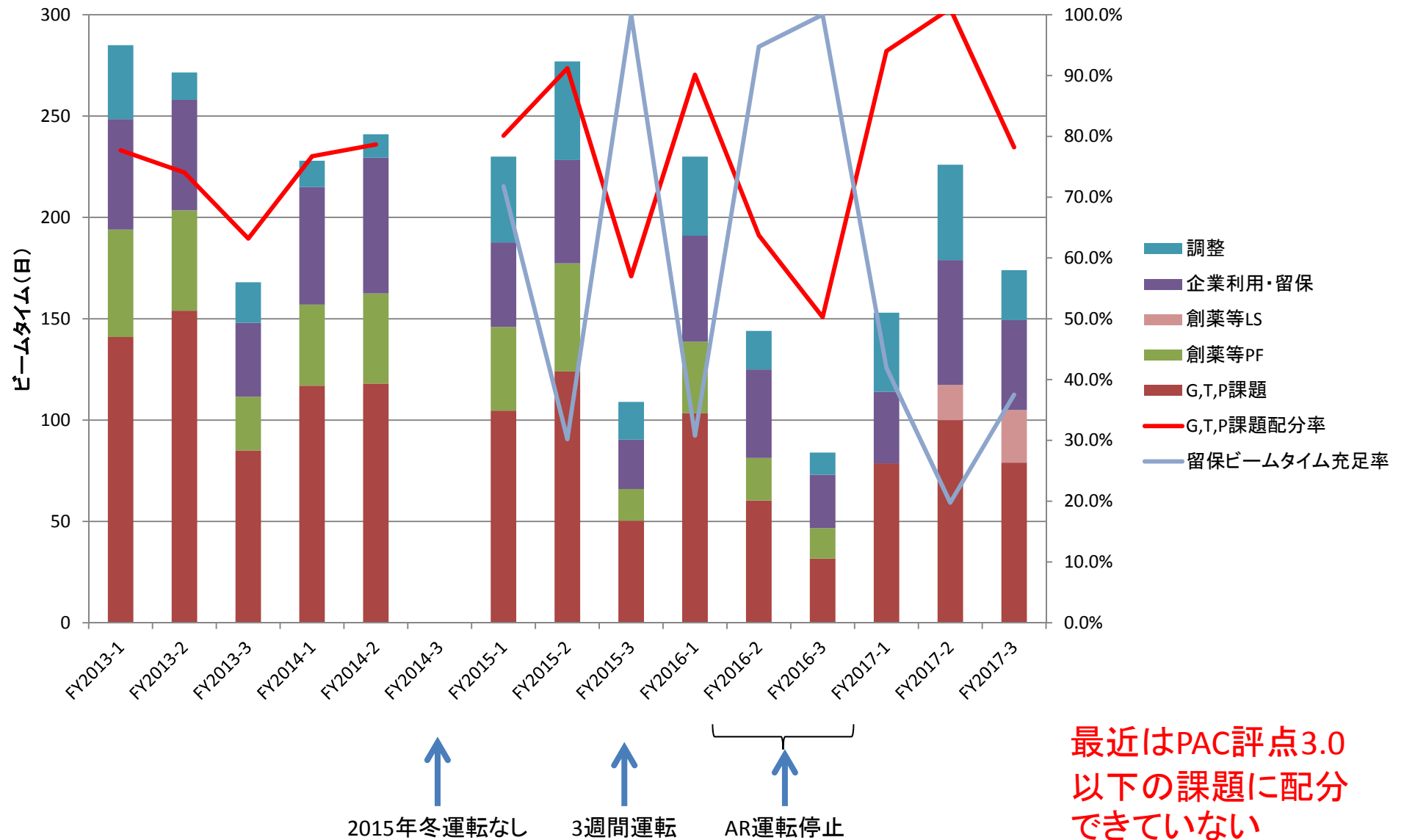
有効課題数の推移



200前後の有効課題（生命科学I）

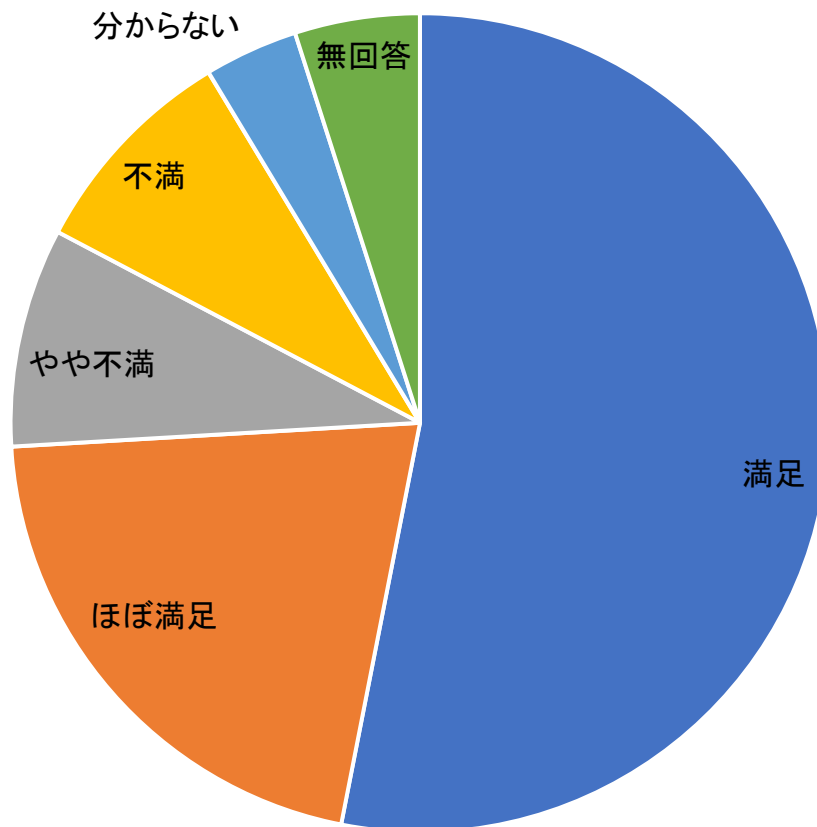
一定の割合で海外ユーザー（中国・韓国）の利用

チームタイム配分状況



ビームタイム供給量について

アンケート結果(回答数77件)



供給量には満足しているが。。。

- ビームタイム配分決定時期に不満。
- 運転している期間が短い。
- 必要なときに測定できるようにしてほしい。

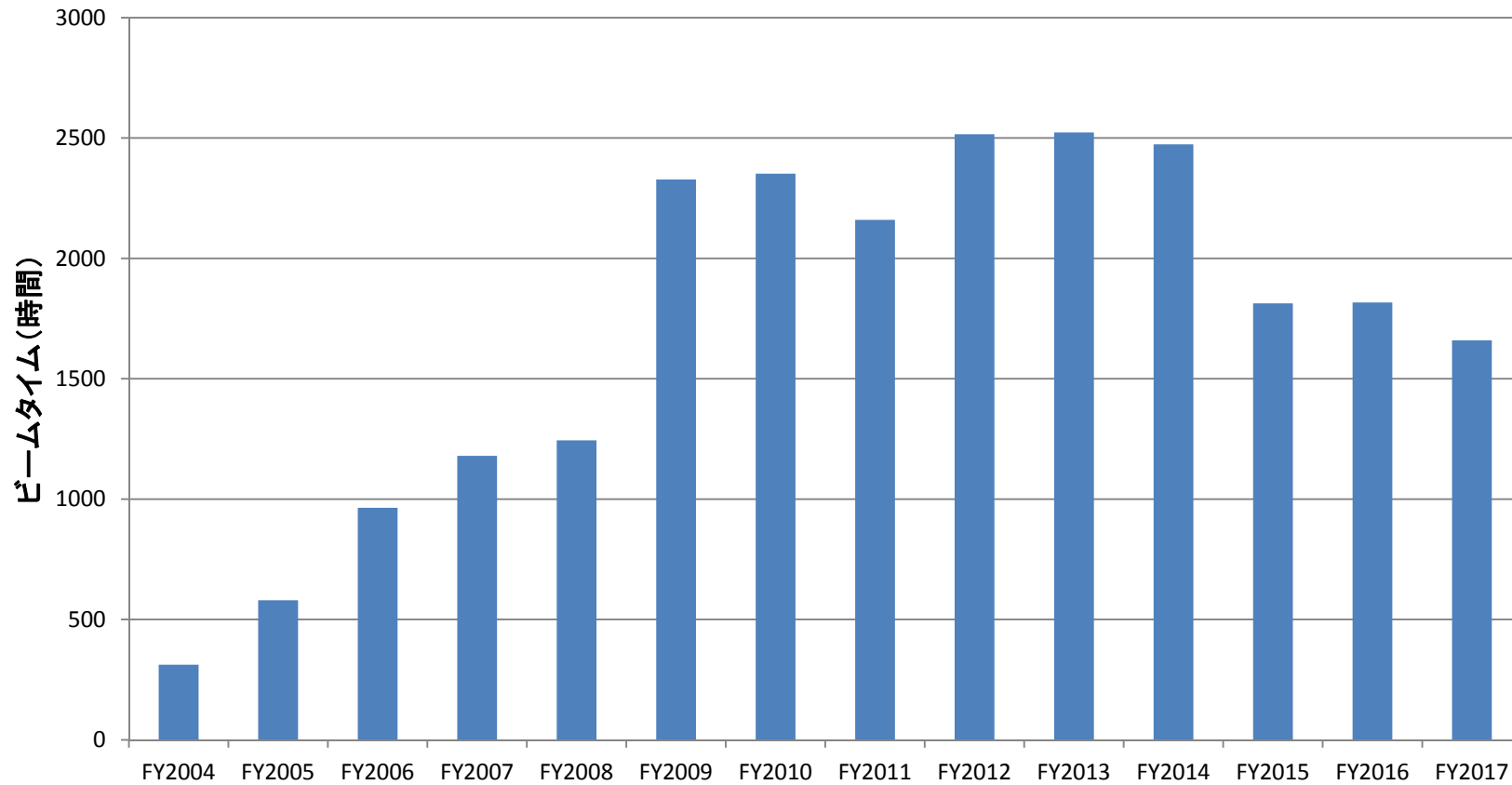
H30年度運転スケジュール案



- PFの運転時間3504時間(146日)、ユーザー運転時間3000時間
- ARの運転時間1872時間(78日)、ユーザー運転時間1500時間
- 年間光熱水料見積もり: **577,865**千円
 - (単価14.73円/kWhで計算)

産業利用ビームタイム

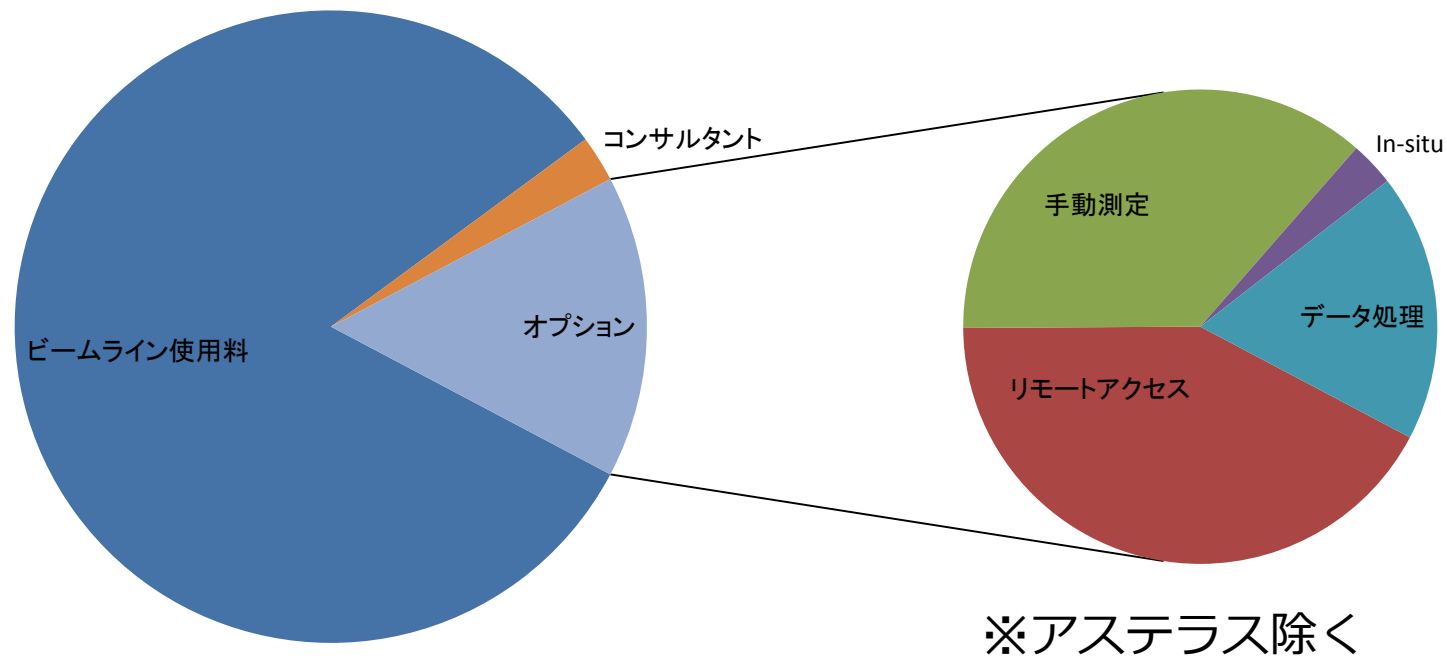
施設利用、民間共同研究による利用



↑
つくば共同体発足

全ビームタイムの10~15%

新しい施設利用制度 (FY2017)



- 測定補助、代行測定、データ解析サービス
- 結晶化、クライオ条件検討サービス

BINDSビームタイム



創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム
Basis for Supporting Innovative Drug Discovery and Life Science Research

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ビームライン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
- 北海道大学との研究協力（溶液フリーマウント等）

全自動測定システムを利用した随時ビームタイム

	利用者(G, P, T型課題)	BLスタッフ
4日前	利用申請書提出	申請内容に従って、薬品届の提出
	試料を宅急便で送付 • Unipuck (バーコードピン入り) • HDD • 返送用宅急便伝票 PReMoへの試料情報登録	試料の受け取りと保管
測定日		複数ユーザーからの試料を一度にセットし、全自動測定を実行 • 測定はPACの評点順 • 測定しきれなかった試料は次回へ繰り越し
翌営業日以降	試料の受け取り	試料とHDDの返送

2018年5~7月期は毎週金曜日のAR-NE3Aで実施

Contents

- ビームタイム利用状況
- ビームラインの高度化

Detector upgrade

	BL-1A	BL-5A	BL-17A	AR-NW12A	AR-NE3A
FY2017	EIGER X4M (x2)	Q315r (PILATUS3 S2M)	PILATUS3 S6M	Q270	PILATUS 2M-F
	↓		↙		↓
FY2018	EIGER X4M (x2)	PILATUS3 S6M	EIGER X16M	PILATUS3 S2M	PILATUS 2M-F



創薬等先端技術支援基盤プラットフォーム

Basis for Supporting Innovative Drug Discovery and Life Science Research

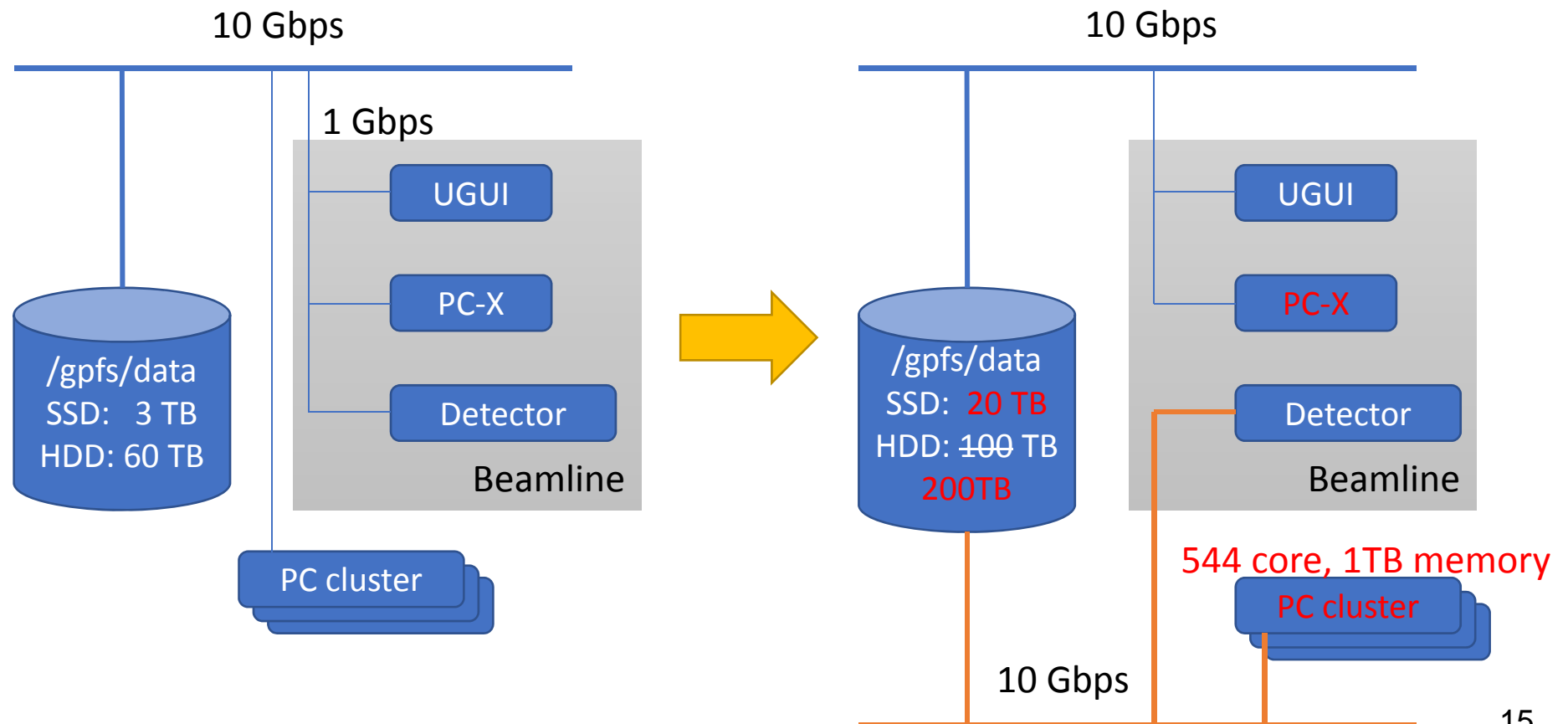
BINDS

データ処理ソフトウェア

処理ソフト	学術	商用	備考
XDS	無償	有償	KEKで有償ライセンス取得予定
HKL2000	有償	有償	2019年度以降更新しない
CCP4 (imosflm)	無償	有償	KEKで有償ライセンス取得予定無し
DIALS	無償	無償	BSDライセンス

データ測定・解析用インフラ増強

- ピクセルアレイ型検出器からの大量データに対応
- 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
- 解析クラスタの増強、ビームラインサイトの解析PCの更新



試料交換ロボット (PAM) 高度化



- 液体窒素供給パイプ付近に霜が成長
- 液面計が不安定

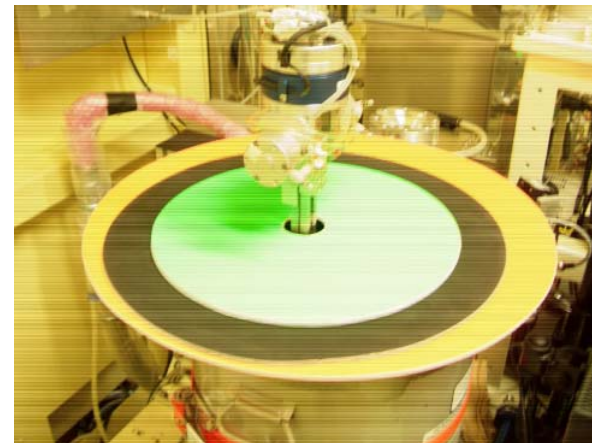
デュワー上部の改良



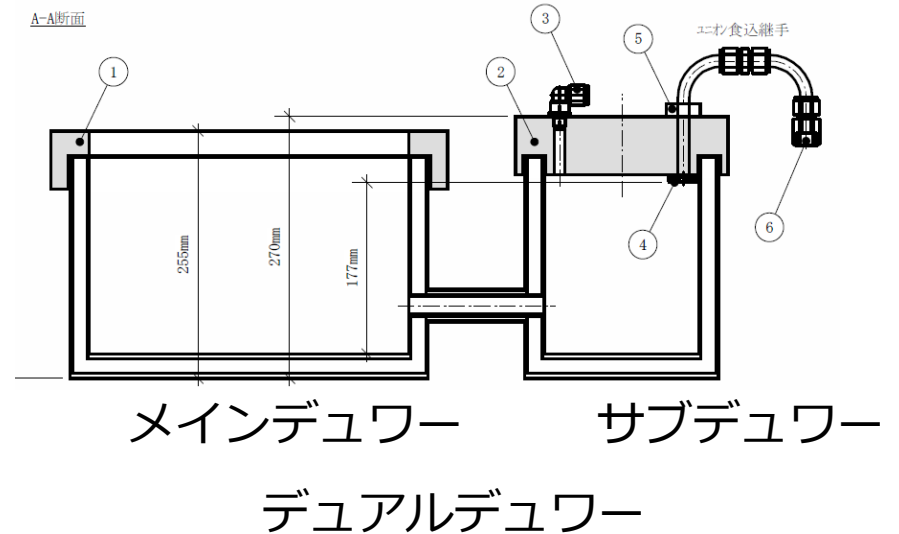
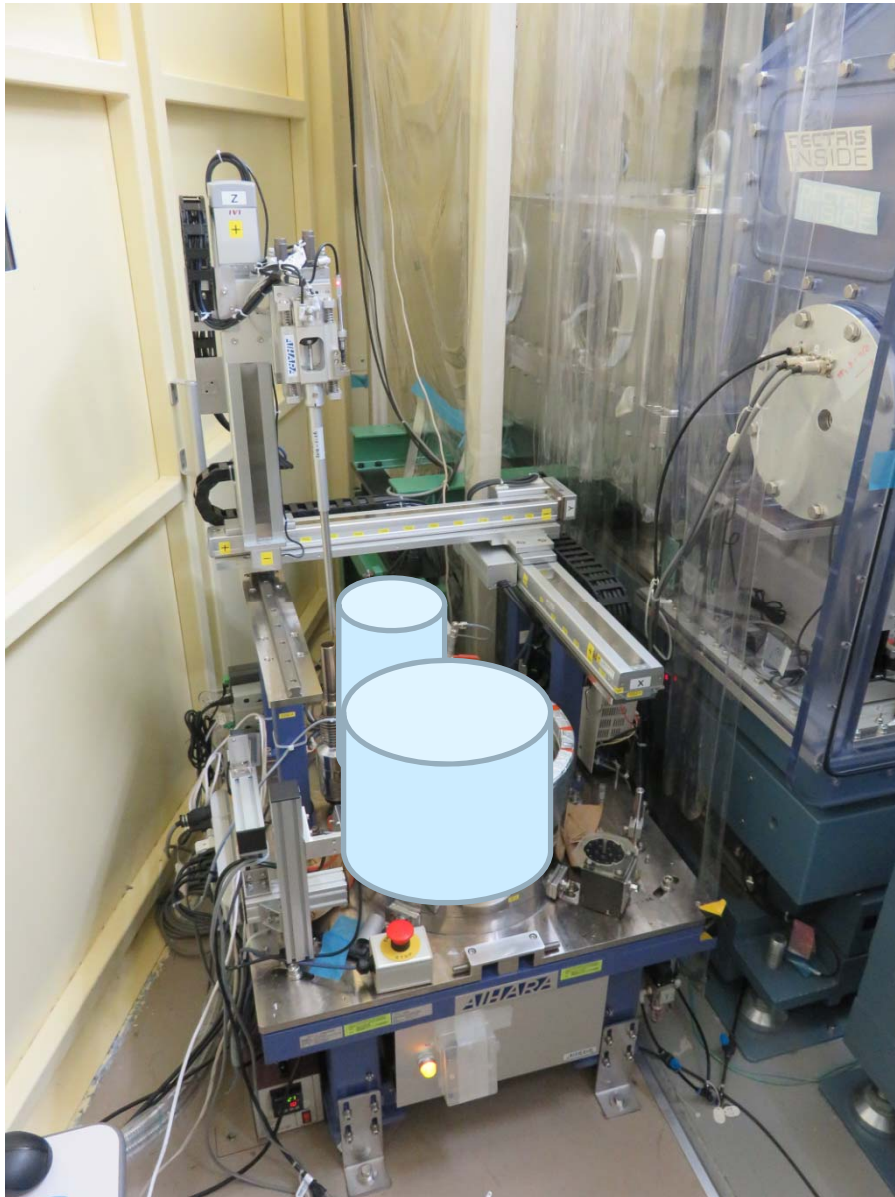
ドーナツ型フタの設置 (検討)



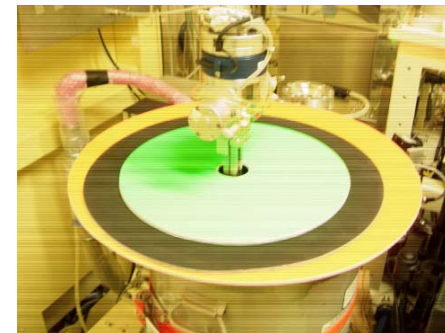
AR-NW12A



試料交換ロボット (PAM-HC) 高度化

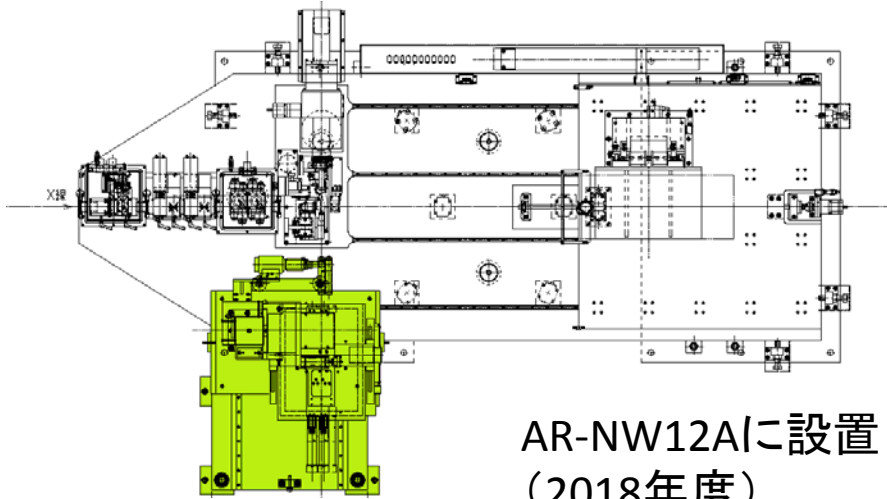


液体窒素供給時、
メインデュワーの液面の安定化
霜の舞い上がりを防ぐ

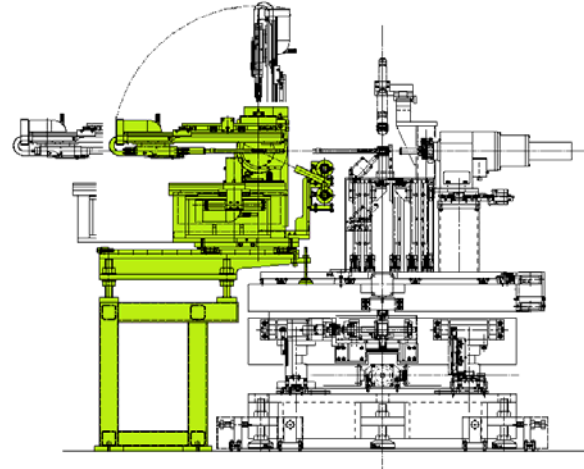


ドーナツ型フタの設置

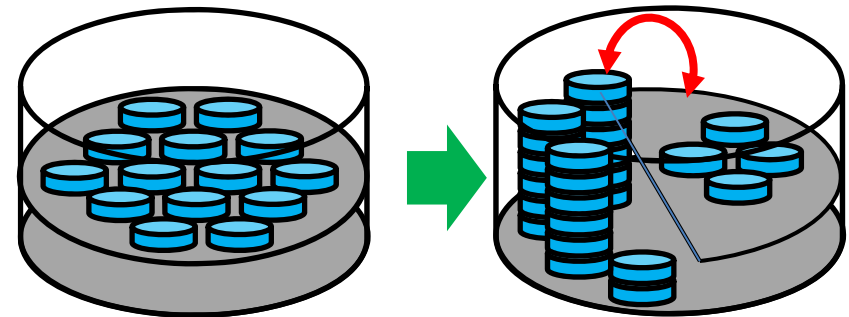
新試料交換ロボット (PAM3)



AR-NW12Aに設置
(2018年度)

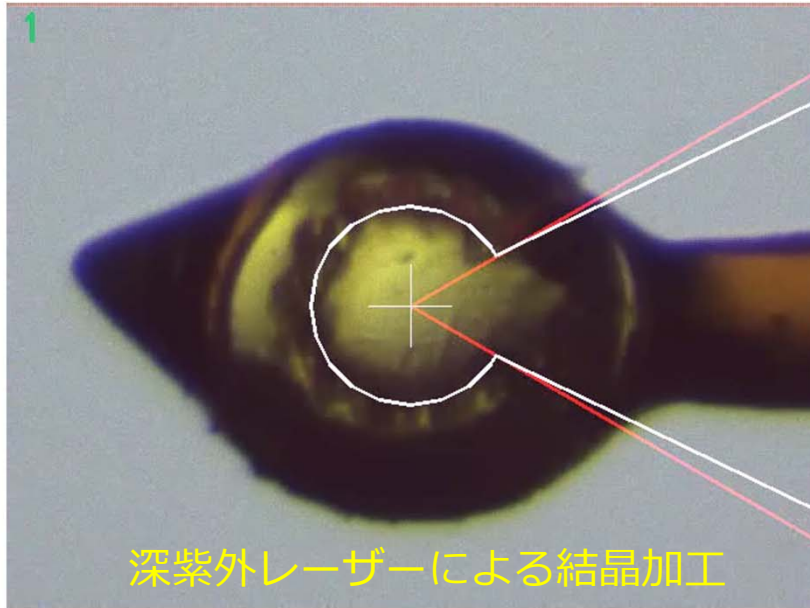


SPring-8 BL41XU

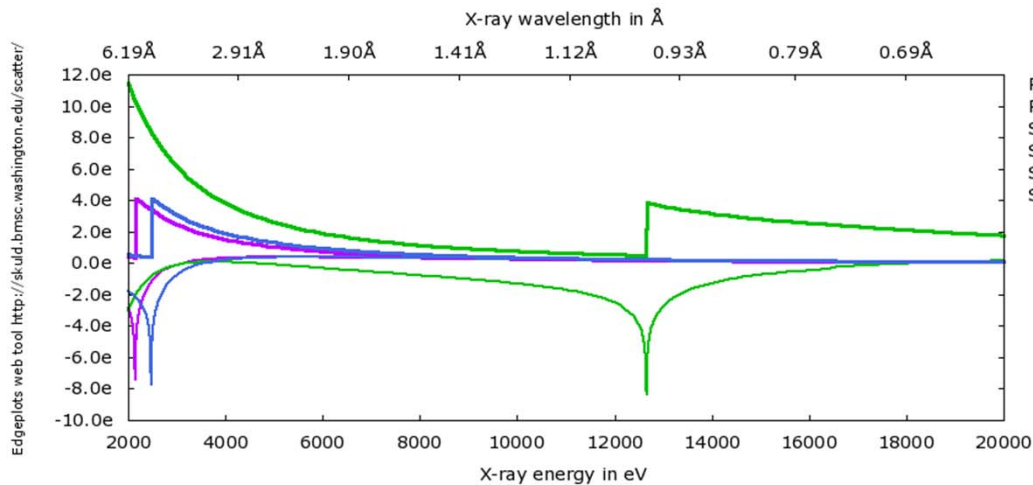
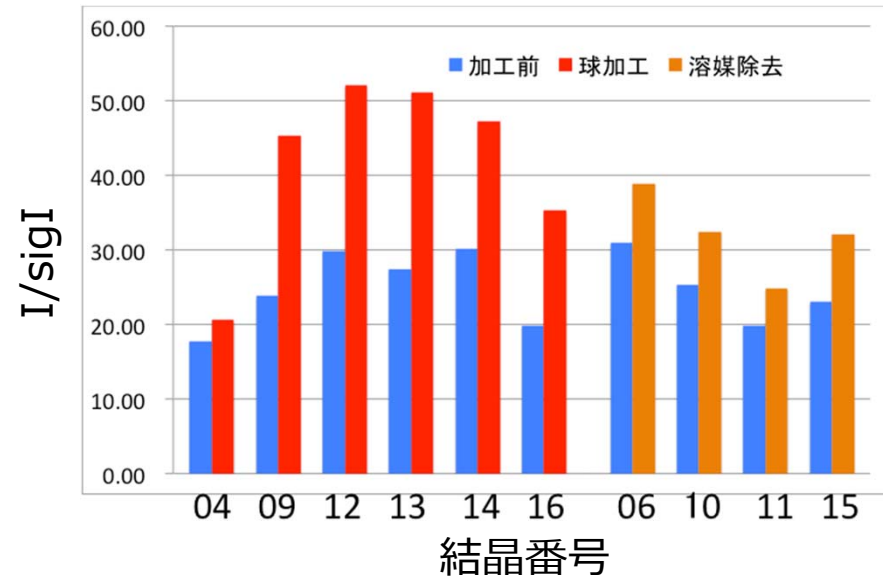


デュワー内のカセットの数を
増やす方策について検討

BL-1A : 結晶加工とNative-SAD



BL-1A: $\lambda=2.7\text{\AA}$ で収集したデータのI/sigI



I23@DLSでPの異常分散のみを使ったSADによる位相決定に成功 (400残基中、P原子2個)

BL-5Aの現状

回折計更新（2018年5月公開）

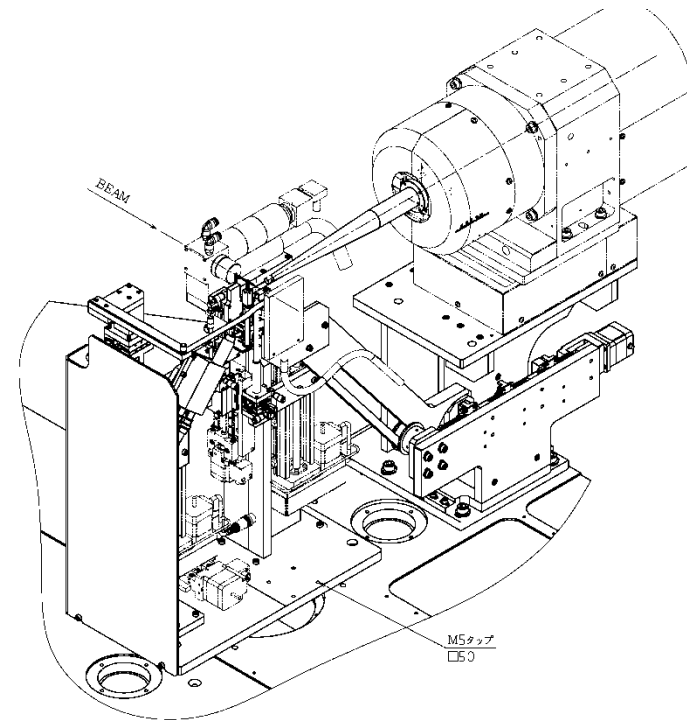
- 同軸観察系
- ビームストッパーの改良
- 高分解能測定対応
 - 検出器距離：120mm（将来的に60mm）

検出器の更新

Q315r

-> PILATUS3 S2M (2018.2~)

-> **PILATUS3 S6M (2018.5~)**



高分解能データ測定

	BL-1A	BL-5A
Detector	Eiger X4M (x2) V-shape	Pilatus3 S6M
Wavelength	1.1 Å	0.75 Å
Sample to Detector distance	2 theta _{max} ~ 90 deg	120 mm (60 mm in future)
Max. resolution	0.8 Å	0.75Å (0.63 Å)
Detector efficiency	High	Low
Completeness	Low (mini-kappa goniometer required)	High
Parallax	Small	Large

BL-17Aの現状

In-situ回折計を用いたプレート実験

- 利用実績が徐々に増加
- スクリーニングで得られた結晶の評価がメイン
- プレートの素材が重要
 - In-Situ 1 (Mitegen)
 - Diffrax (MDL, LCP)



LCPプレートからの測定

伸縮性ヘリウムパス

検出器の更新 (2018年5月から)

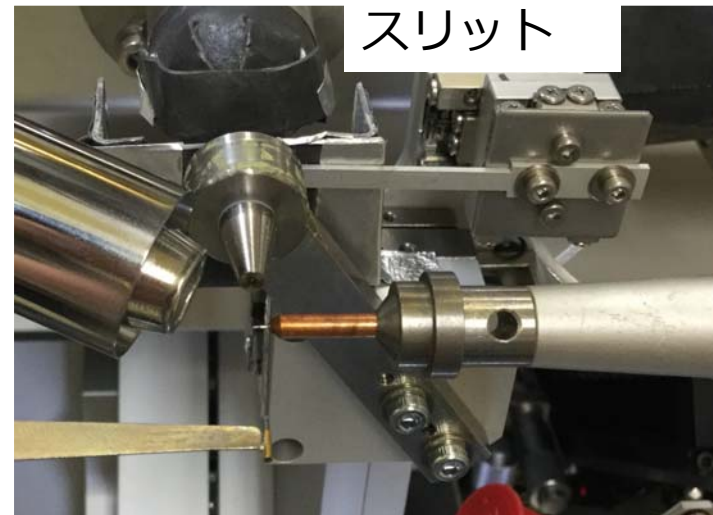
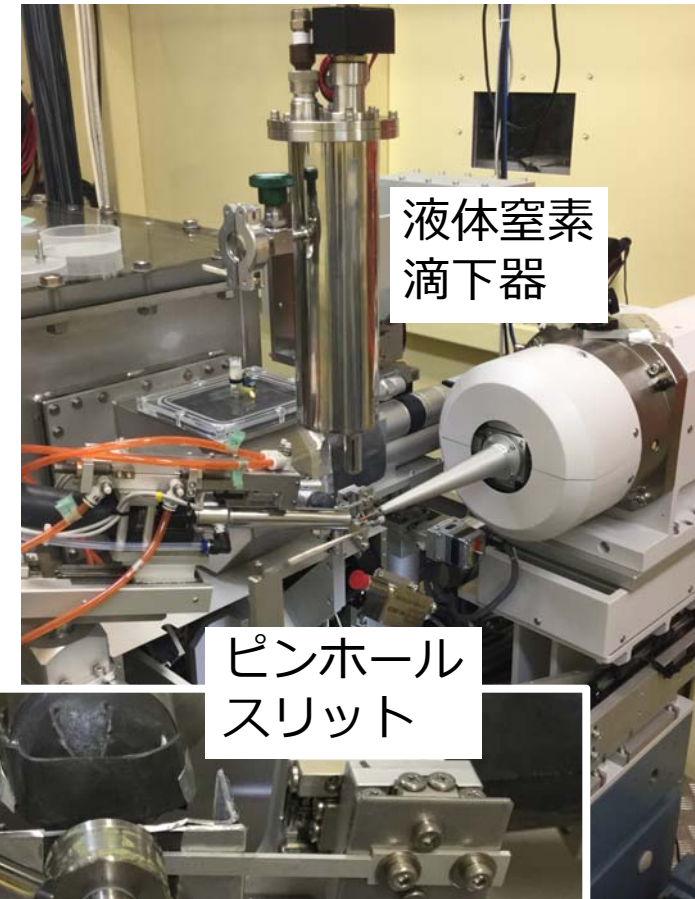
- PILATUS3 S6M -> EIGER X16M



AR-NE3Aの現状

2018年2月に回折計を更新

- 同軸観察系
- ピンホールスリット
 - Φ 0.2, 0.1, 0.05 mm
- 液体窒素滴下器
(2018年秋以降)



全自動測定システム開発

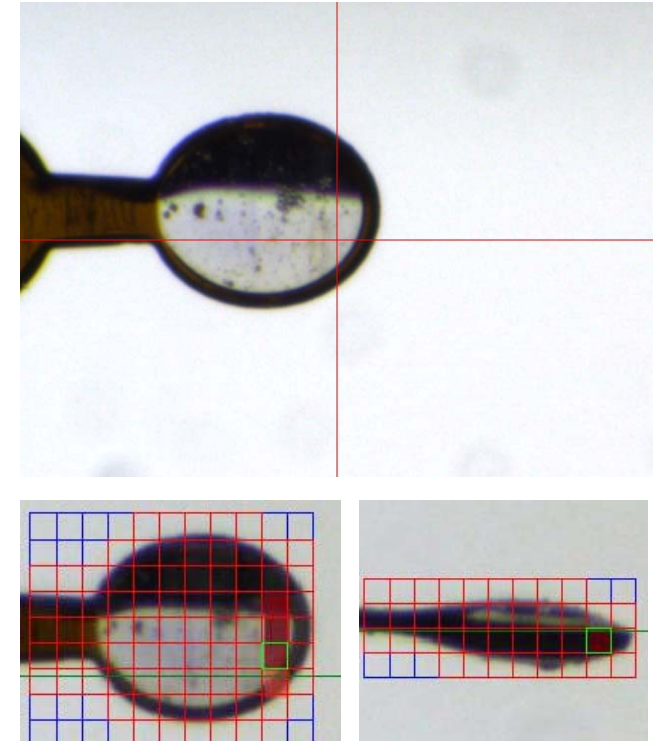
X線回折スキャンによる結晶の外形認識を導入

現在の制約

- 試料が均一な単結晶であることを過程
- データ測定条件は測定前に指定

全自動測定の流れ

1. 試料交換
 2. ループの3次元形状認識
 3. ループ正面でのX線2次元スキャン
 4. 重心位置へ移動
 5. 90度回転して、鉛直方向の1次元スキャン
 6. 重心位置へ移動
 7. 試料像の取得(センタリング結果の確認)
 8. データ測定 (CSVファイルの測定条件)
- ~2分



スキャン条件

ビームサイズ	φ 50 μm
ステップ幅	50 μm
露光時間	0.5 秒/ステップ

AR-NW12Aの現状

レーザーブースの建設



建設前

建設後

(2017年4月完成)

検出器の更新 (2018年5月～)

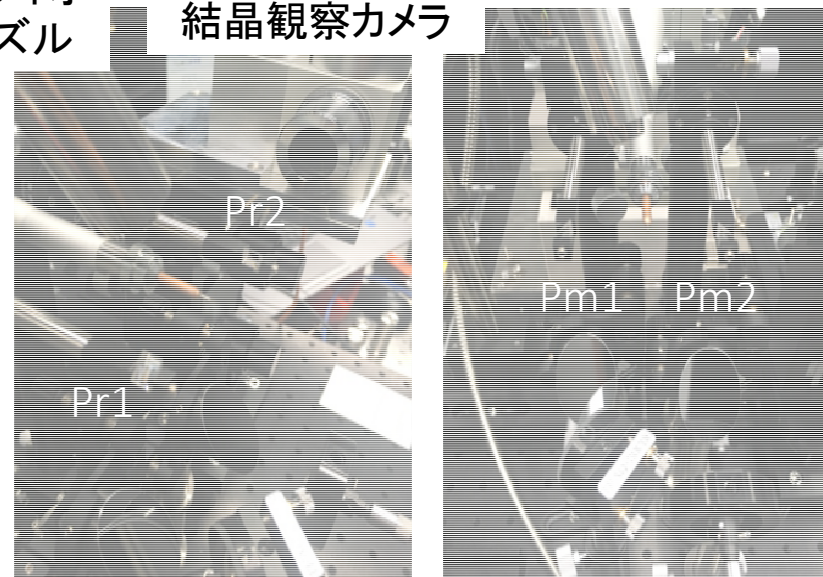
ADSC Q270 → PILATUS3 S2M

オフライン分光装置

オフライン吸収測定装置はリングの運転に関わらず利用可能。

クライオ
ノズル

結晶観察カメラ



Pr: プリズム (5 mm x 5 mm)

Pm: 軸外放物面ミラー ($f=101.6$ mm)

波長: 400 - 700 nm

ビームサイズ: $\Phi 250$ μm 程度

最適な結晶の厚み: 50 μm 以下

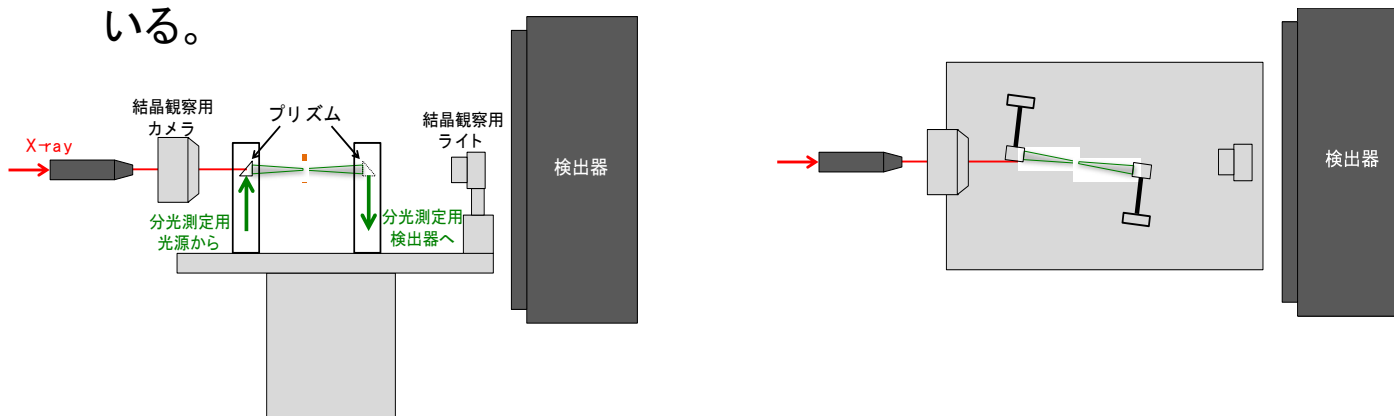


オンライン顕微分光装置

NW12Aにオンラインの顕微分光装置を組み込んだ回折計を設置する

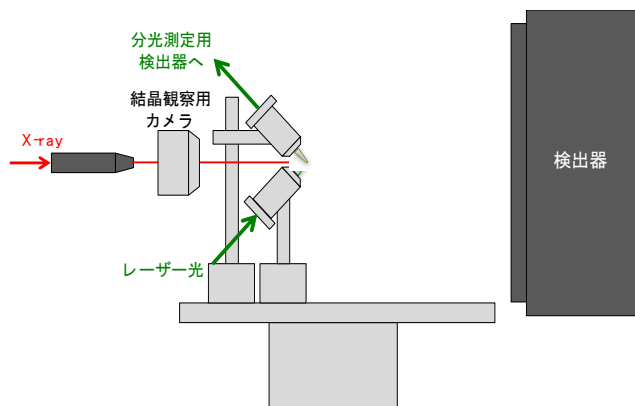
オンライン吸収測定装置

X線とほぼ同軸になるように光学系を調整し、回折実験との同時測定が可能な装置を目指している。



オンラインラマン測定装置

回折実験との同時測定が可能な装置を目指している。

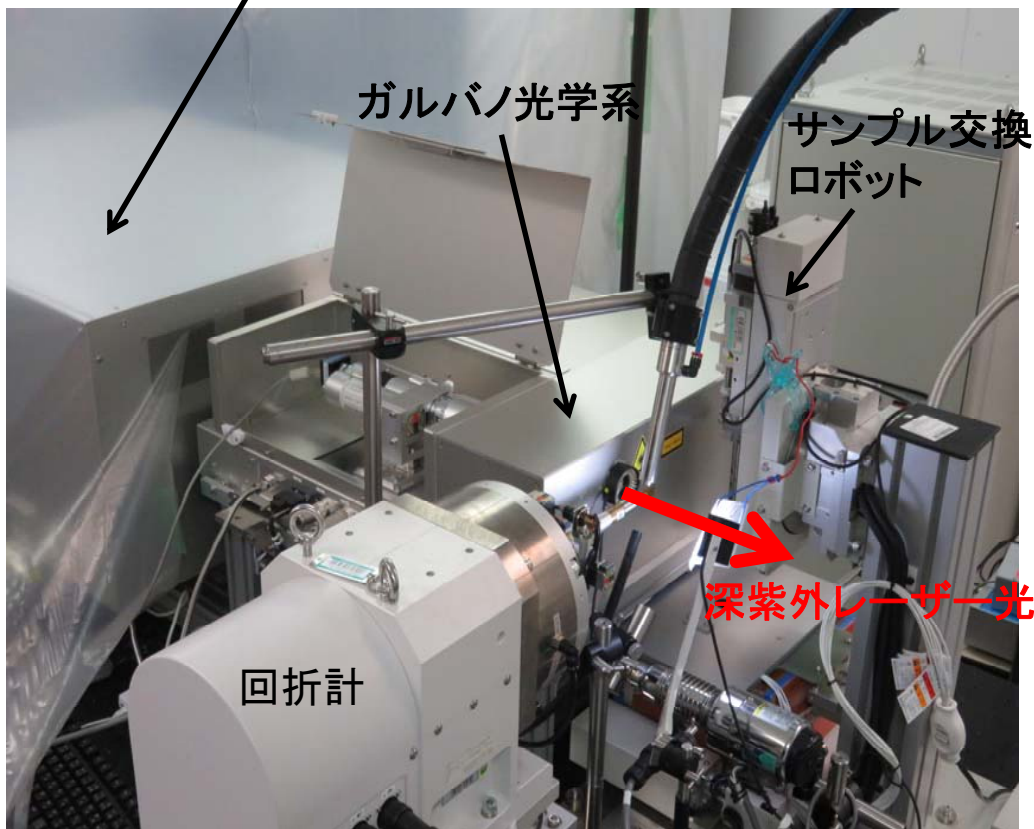


2018年度中の公開予定

深紫外レーザータンパク質結晶加工機の導入

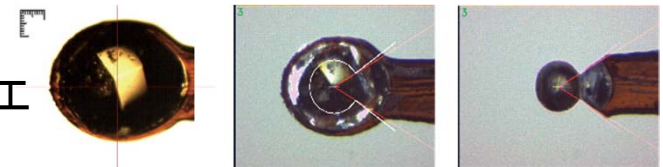
SPring-8で使用されている結晶加工機をNW12Aのレーザーブースに移設

193nm固体レーザーヘッド

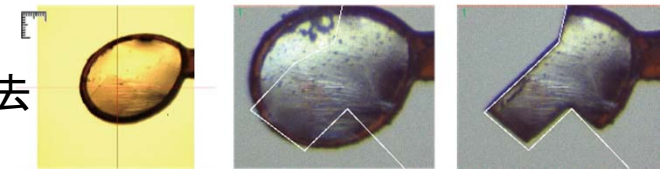


加工例

球状加工



溶媒除去



利用目的

- X線回折データ収集における溶媒部分やループ部分の除去、不意均一部分の除去
- 結晶加工技術を利用したNative-SAD解析
- タンパク質結晶の定量的な顕微分光測定

まとめ

- ビームラインの安定運用
- 高性能X線検出器を生かした測定技術の高度化
- 全自動測定のための基盤整備
- 結晶加工を併用したNative-SADの推進
- In-situ測定、顕微分光測定への対応