

# ビームラインの現状と今後の予定

2018.3.2

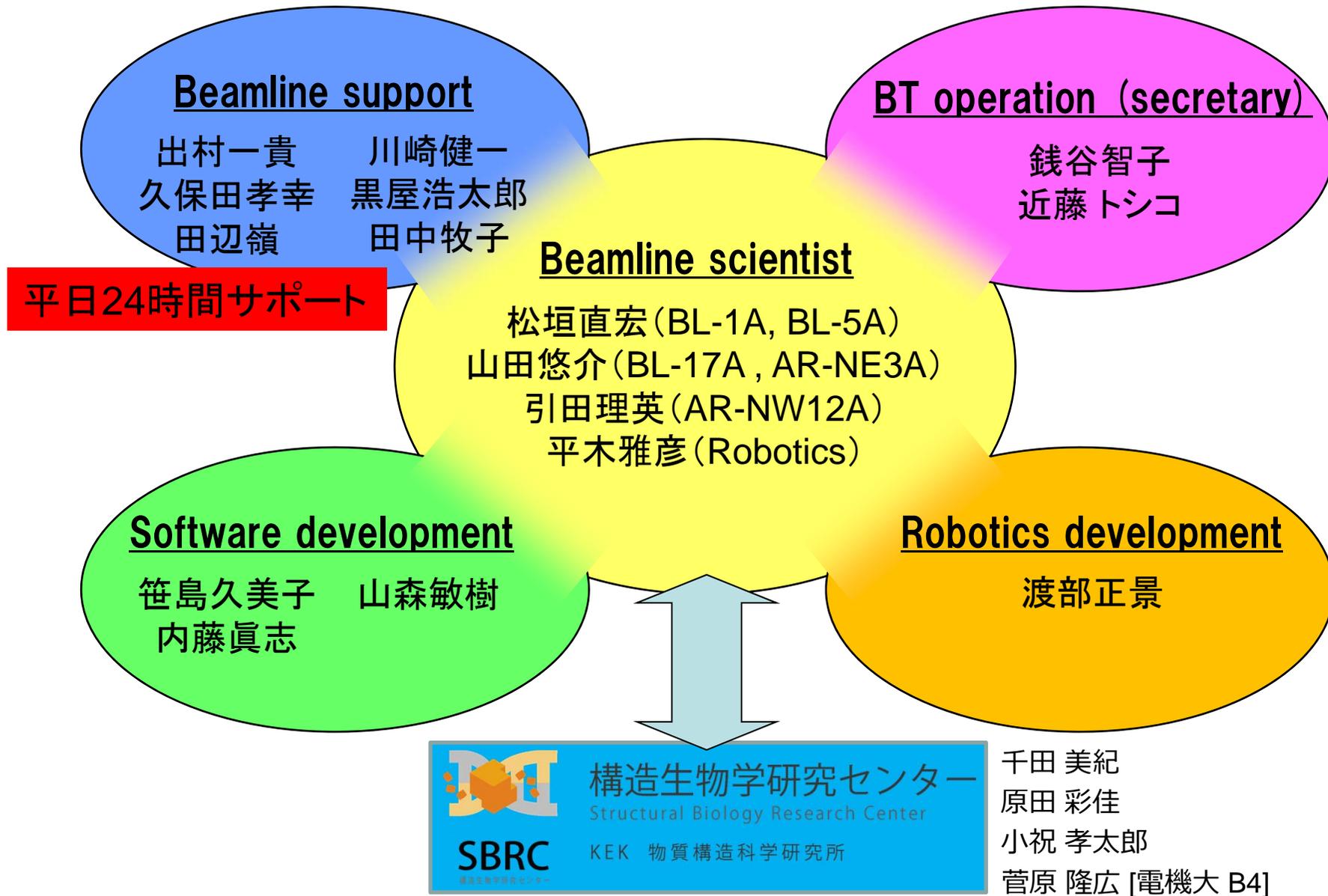
タンパク質結晶構造解析ユーザーグループミーティング

# Contents

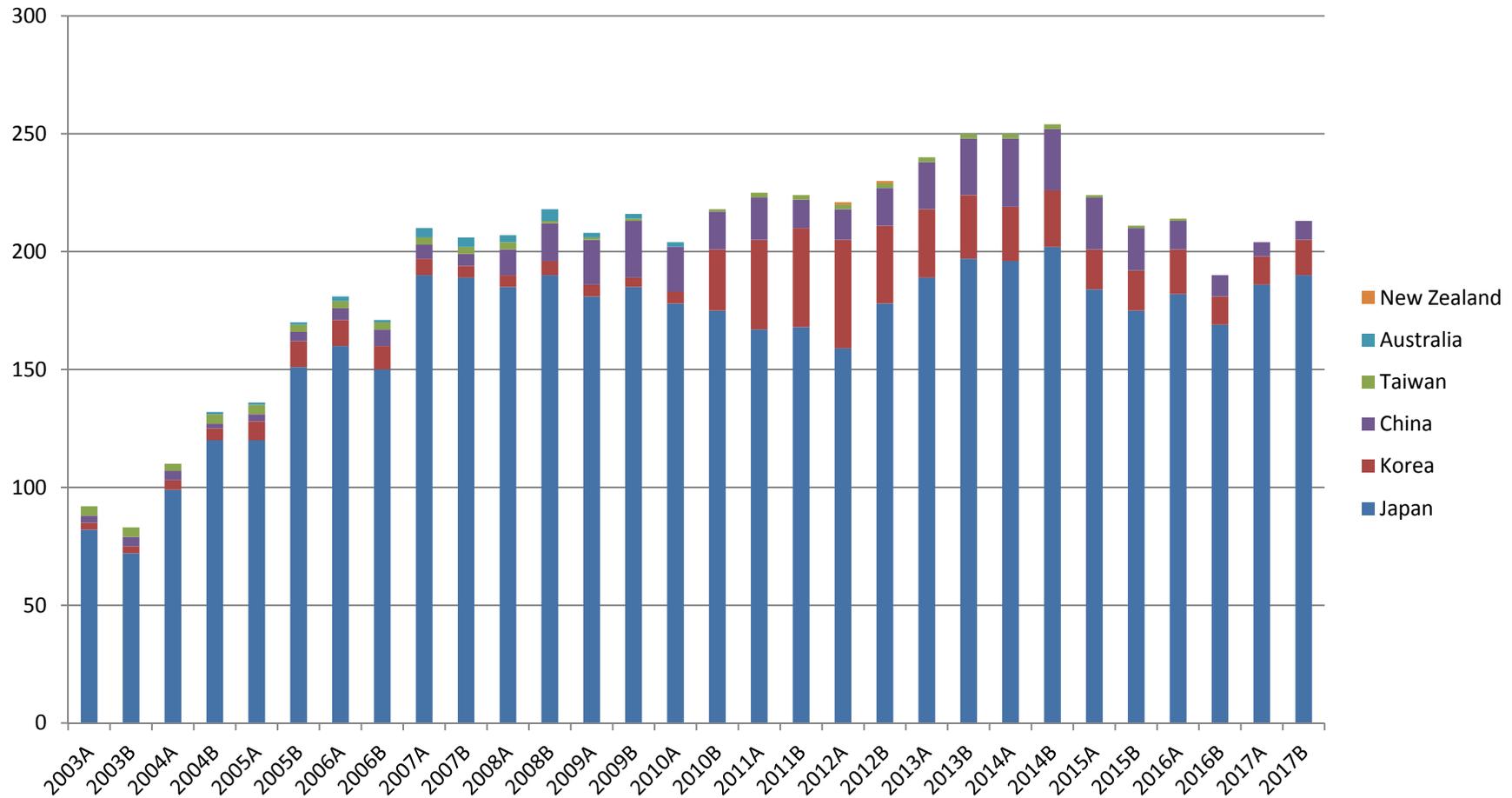
---

- ビームタイム利用状況
- ビームラインの高度化

# 体制

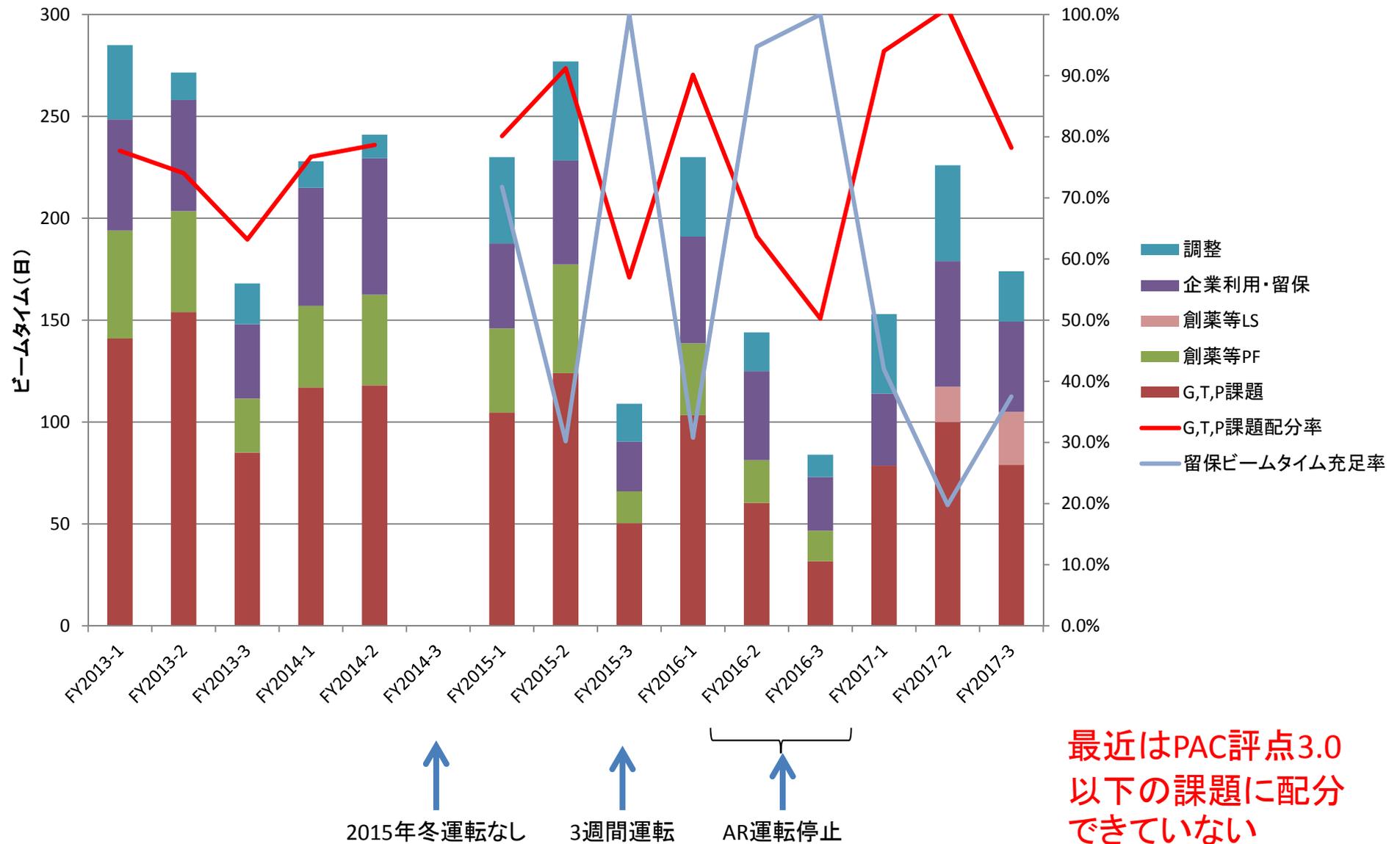


# 有効課題数の推移



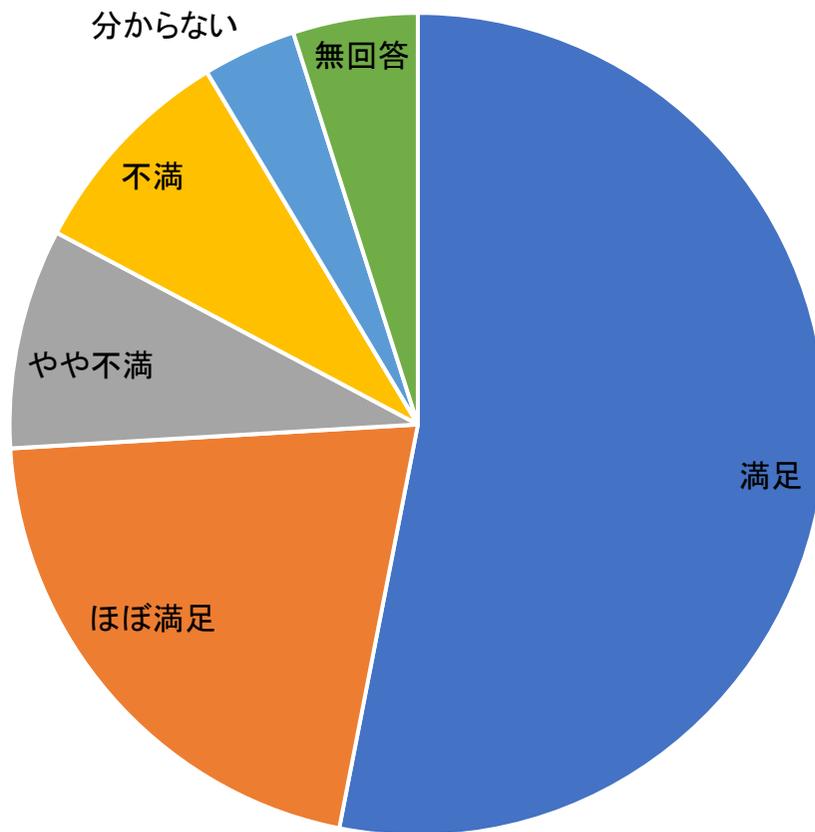
200前後の有効課題（生命科学I）  
一定の割合で海外ユーザー（中国・韓国）の利用

# 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)



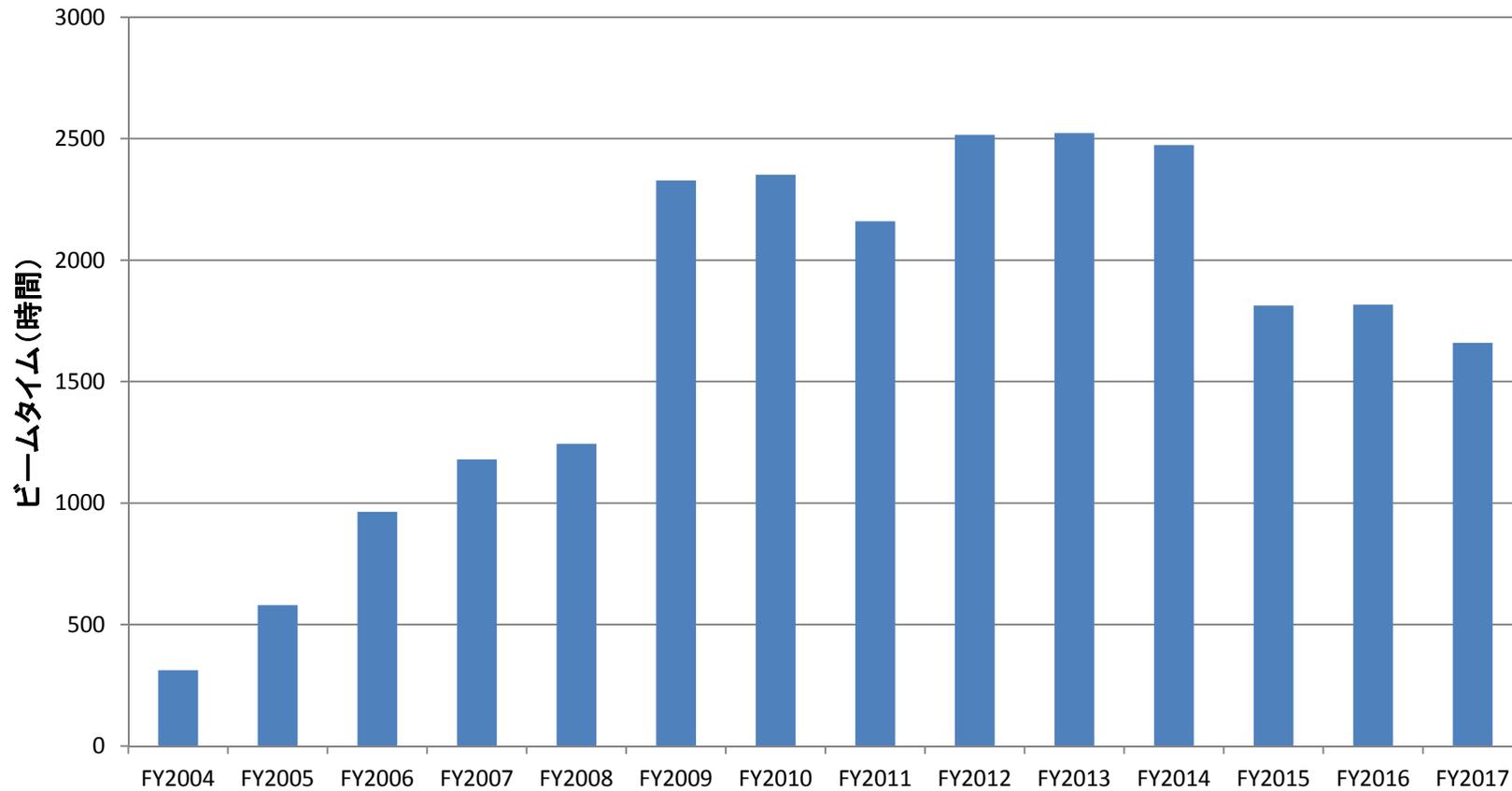
供給量には満足しているが。。。

- 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。



# 産業利用ビームタイム

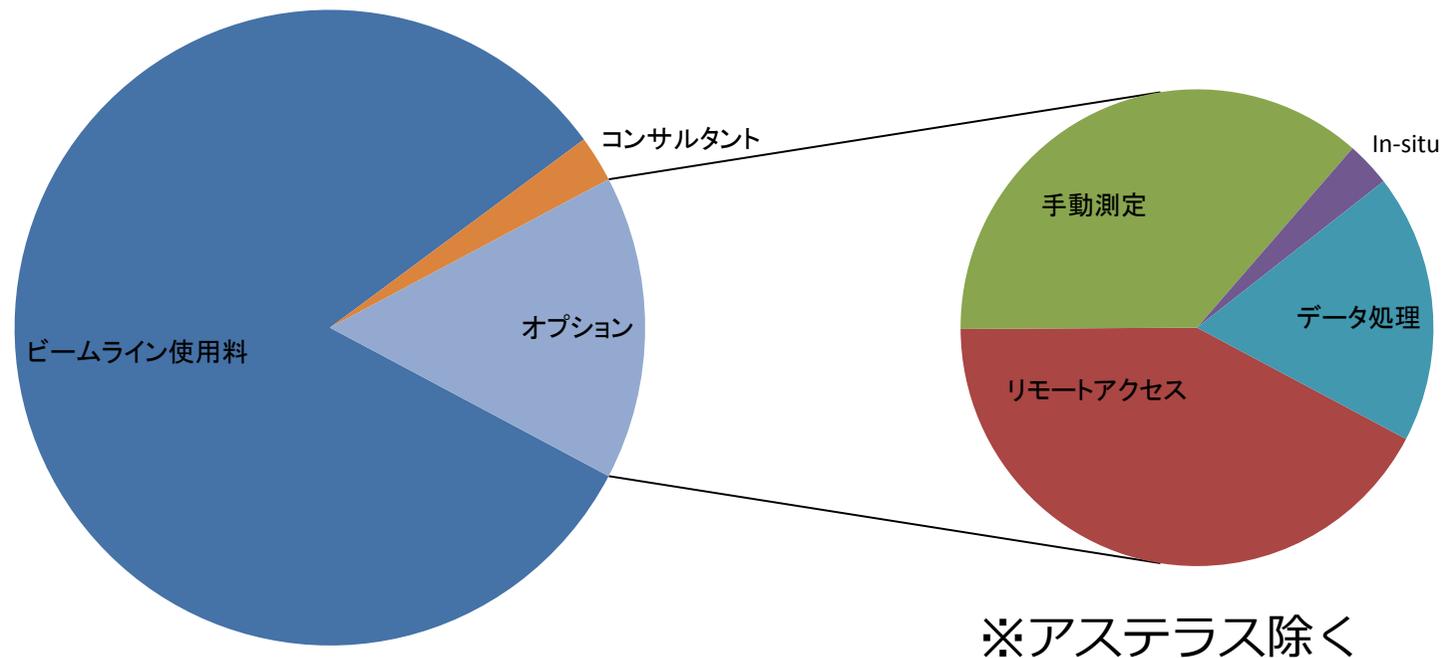
施設利用、民間共同研究による利用



↑  
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
<b>4日前</b>	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
<b>測定日</b>		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
<b>翌営業日以降</b>	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

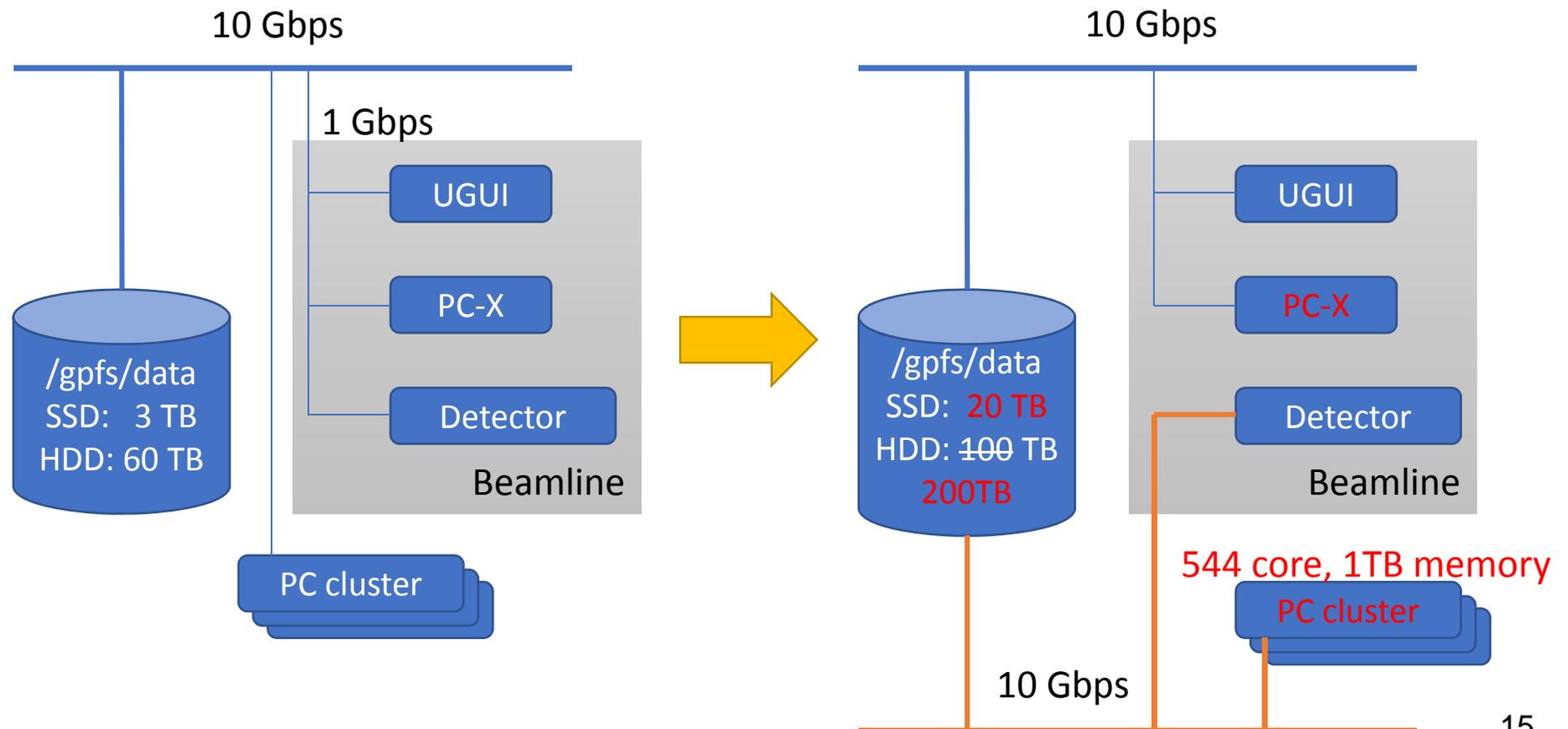
# データ処理ソフトウェア

---

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

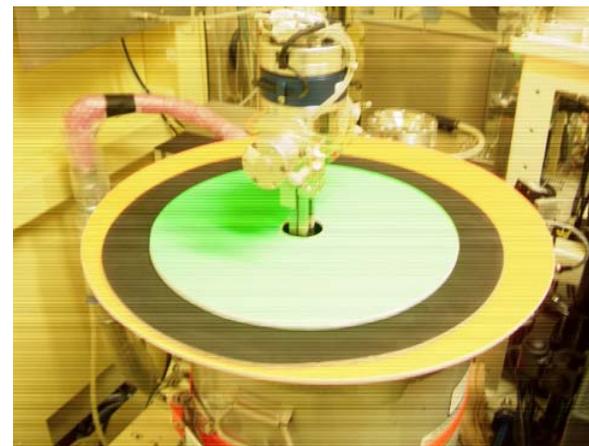
デュワー上部の改良



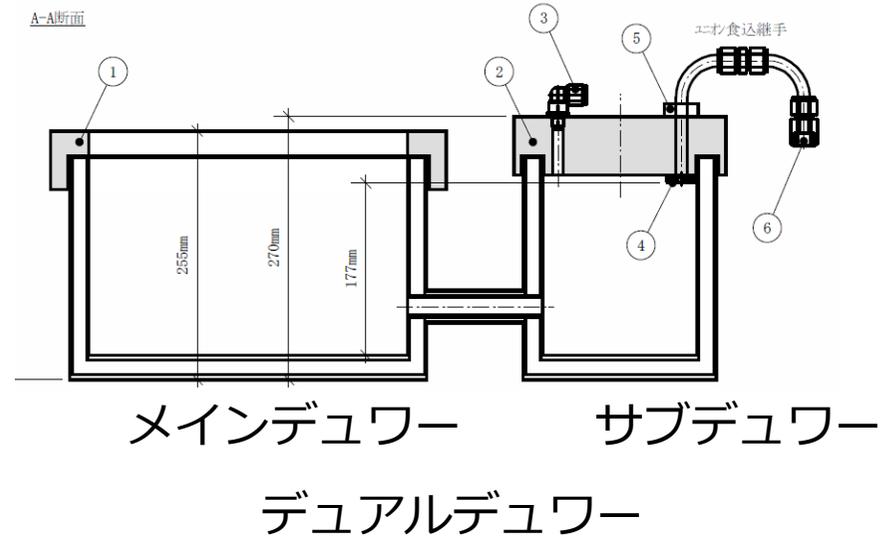
ドーナツ型フタの設置 (検討)



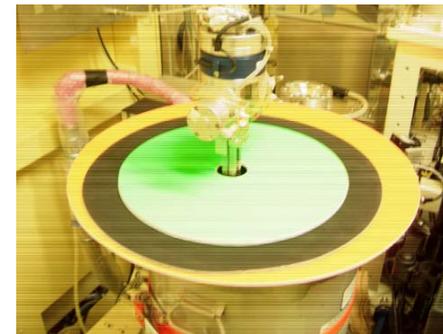
AR-NW12A



# 試料交換ロボット (PAM-HC) 高度化

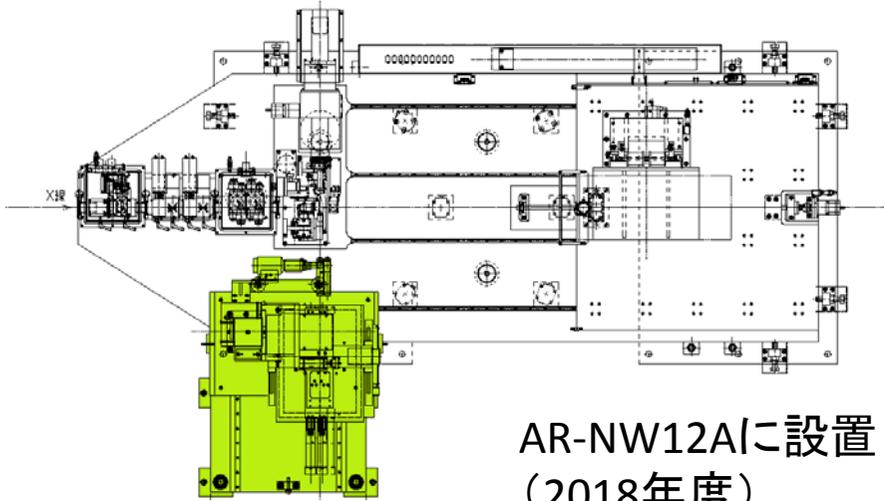


液体窒素供給時、  
メインデュワーの液面の安定化  
霜の舞い上がりを防ぐ

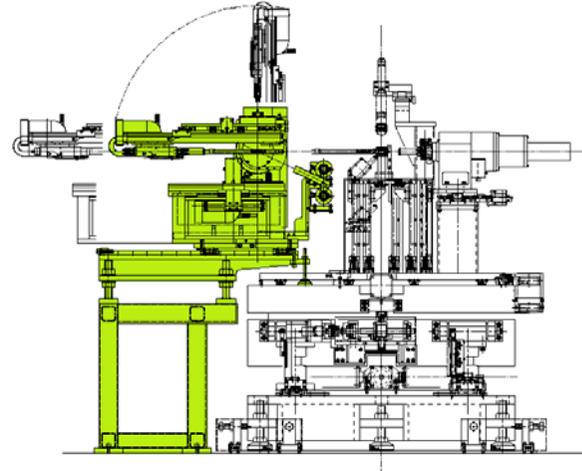


ドーナツ型フタの設置

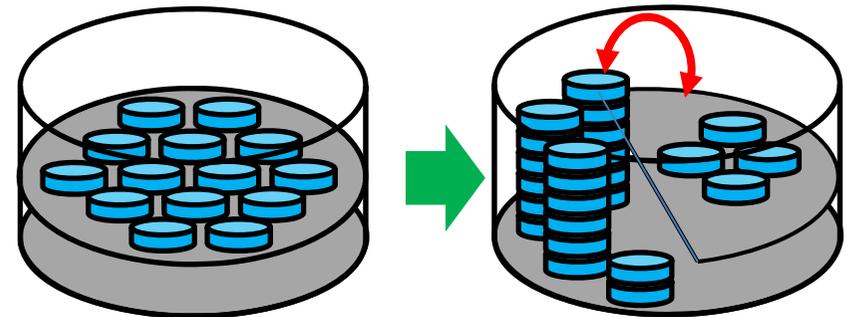
# 新試料交換ロボット (PAM3)



AR-NW12Aに設置  
(2018年度)

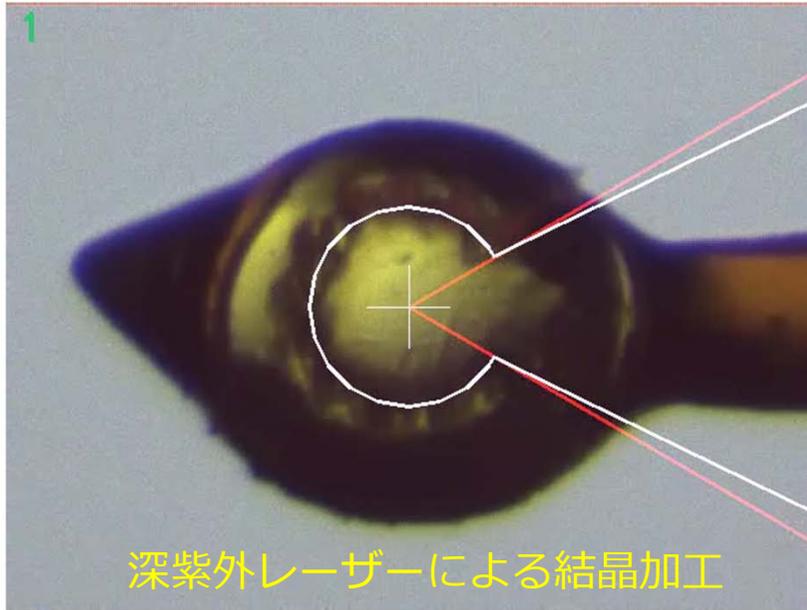


SPring-8 BL41XU

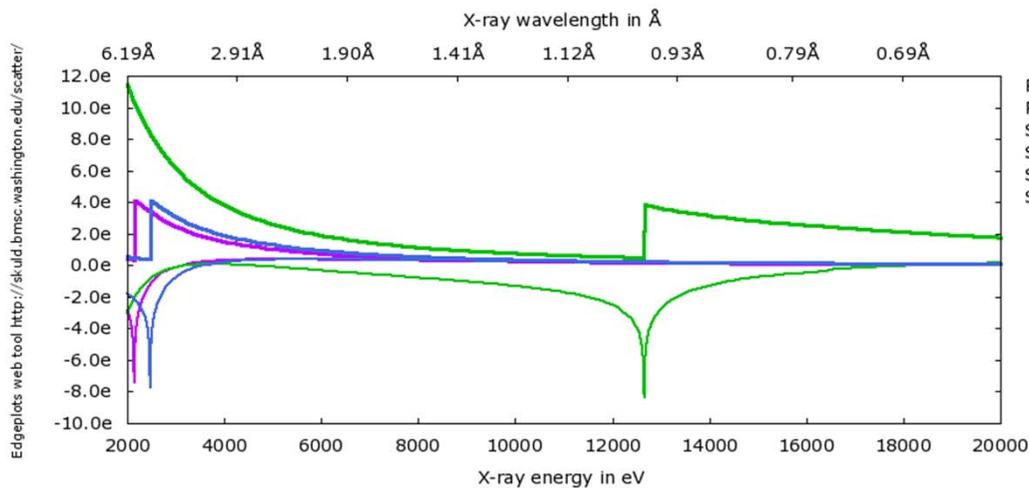
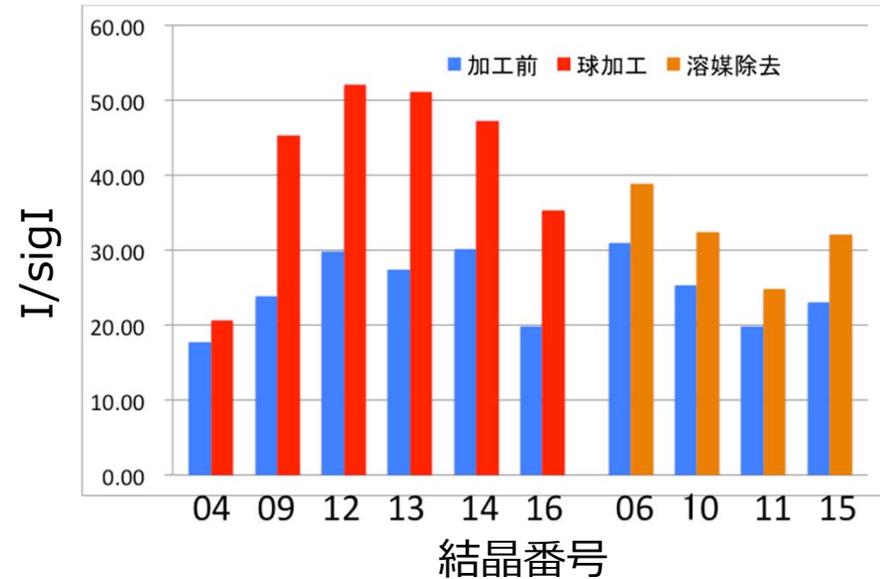


デューワー内のカセットの数を  
増やす方策について検討

# 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）

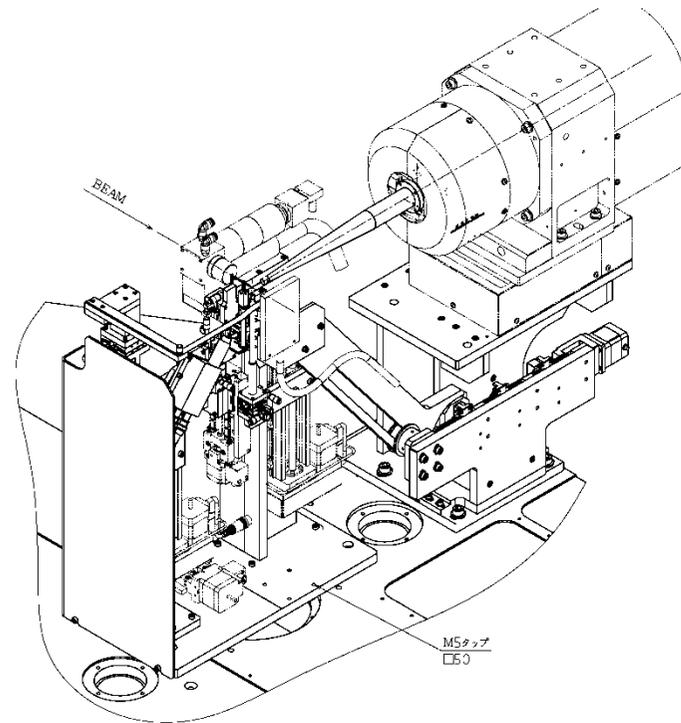
- 同軸観察系
- ビームストッパーの改良
- 高分解能測定対応
  - 検出器距離：120mm（将来的に60mm）

## 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 <sub>max</sub> ~ 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)

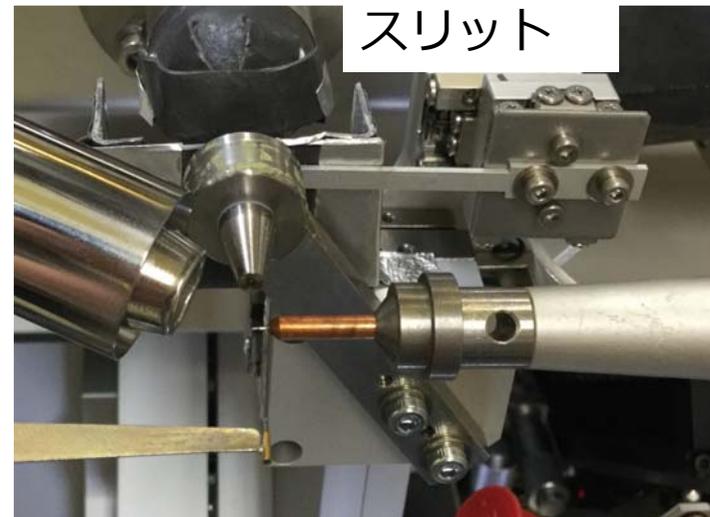
- PILATUS3 S6M -> EIGER X16M



# 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
  - $\Phi$  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

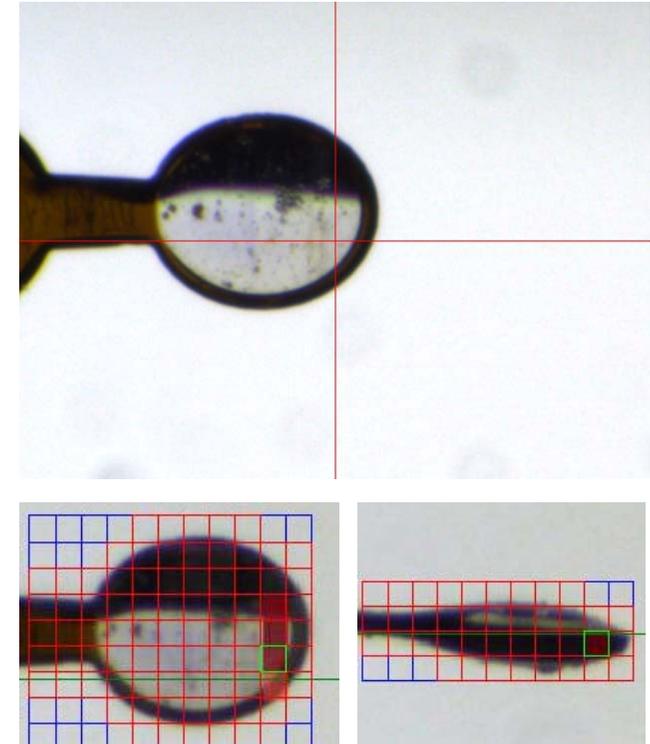
X線回折スキャンによる結晶の外形認識を導入

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～)

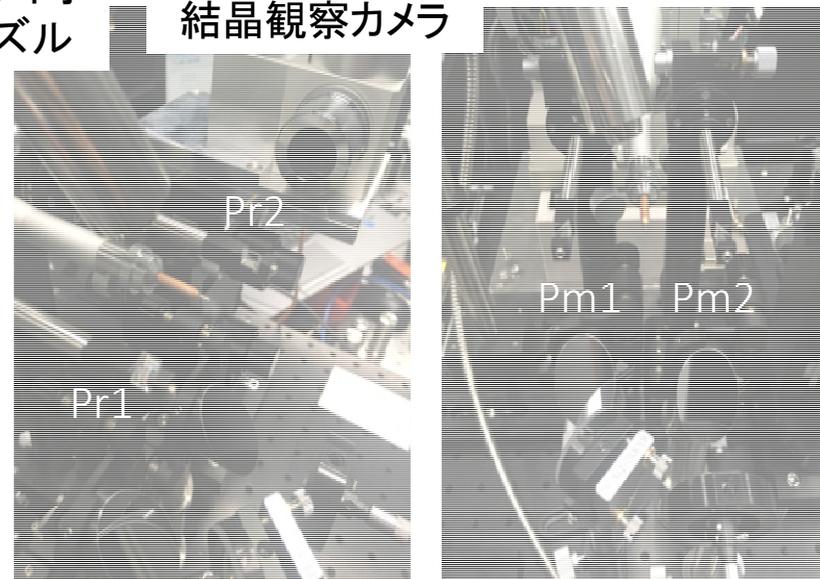
ADSC Q270 → PILATUS3 S2M

## 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:  $\Phi 250$   $\mu\text{m}$ 程度

最適な結晶の厚み: 50  $\mu\text{m}$ 以下

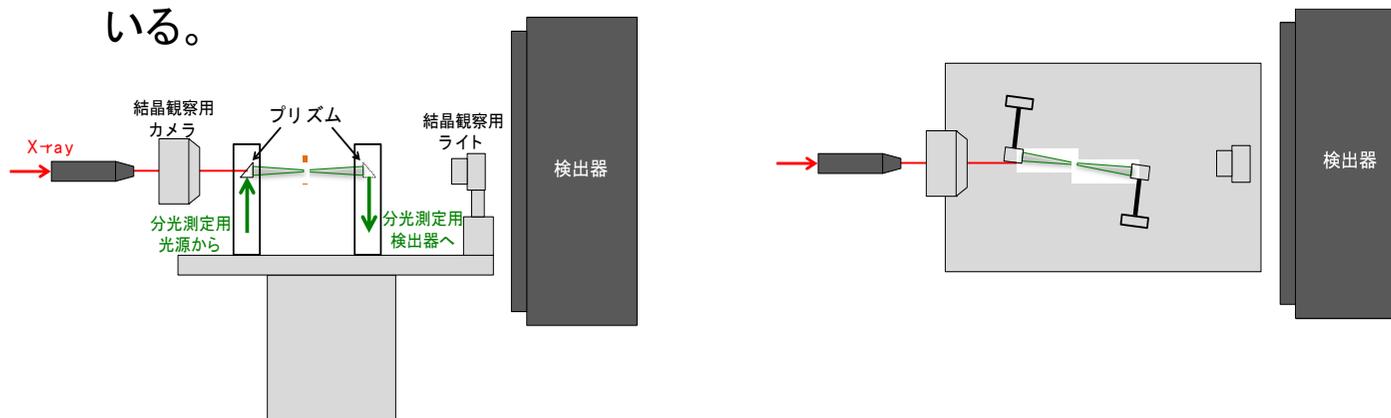


# オンライン顕微分光装置

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

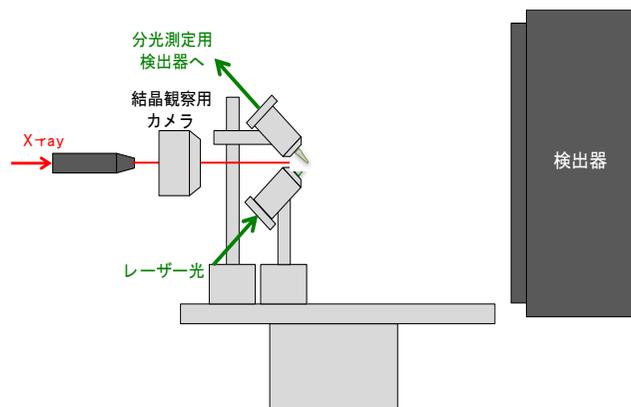
## オンライン吸収測定装置

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。

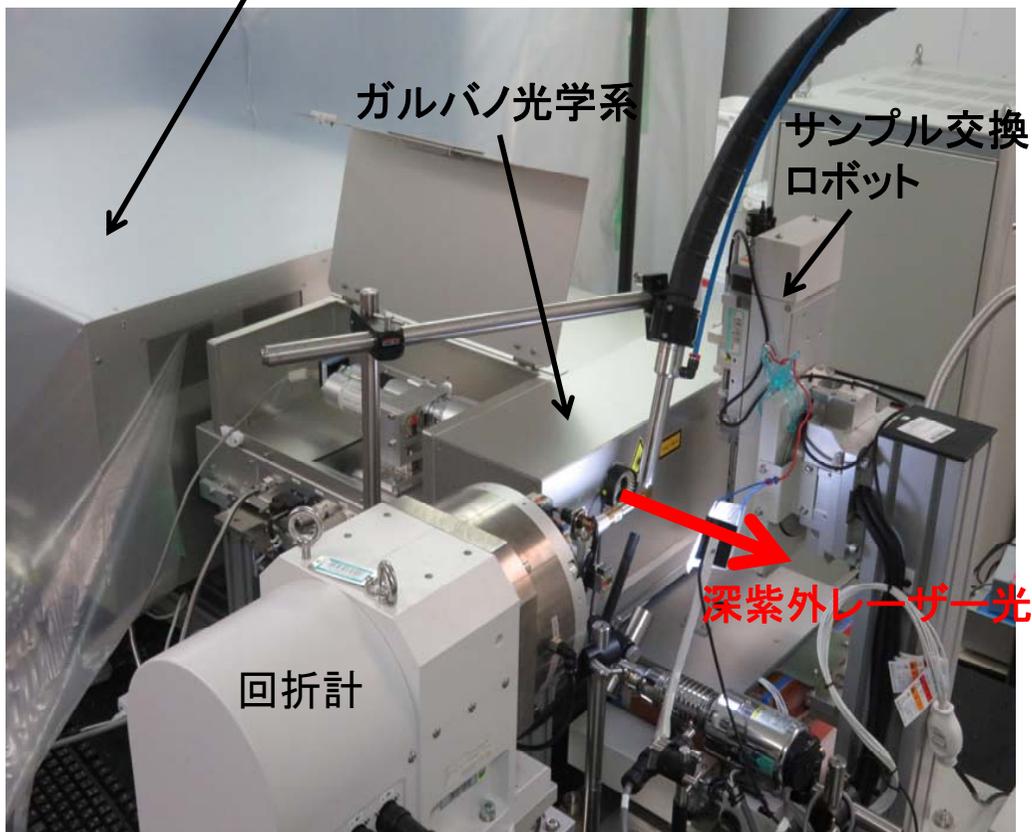


2018年度中の公開予定

# 深紫外レーザータンパク質結晶加工機の導入

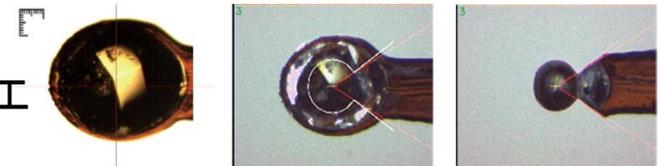
SPring-8で使用されている結晶加工機をNW12Aのレーザーブースに移設

193nm固体レーザーヘッド

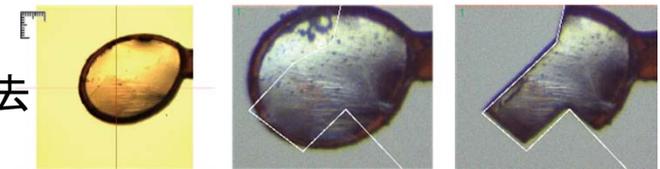


## 加工例

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