SPring-8 PX-BL 自動測定

2023/4/12

- **簡単に実施できます**
  - 課題の手続きは従来どおりですが、条件を満たせば放射線業務従事者登録は不要
    UniPuckにセットした試料を SPring-8に送るだけ
  - 実験とデータ処理は自動で行われます
    - ZOOシステムによる自動測定 @ BL45XU / BL32XU
    - KAMOによる自動処理 (オプション: XDSのライセンスが必要です)
  - 試料と合わせて回折像とデータを返送します

- **高精度・高速・低コストな実験ができます**
  - SPring-8のアンジュレータ光による高輝度マイクロビームと高速サンプルチェンジャー、ピクセルアレー高速検出器を使った測定です。
  - 典型的な試料あたりの実験時間は4~7 分 / ループです。 (ただし、サンプルの状態や測定方法に依存します).
  - 成果専有利用でも一試料あたり10,000円の低コスト。(概算. 課金は時間単位です)

- **その他のオプションも用意しています**
  - 2020A期より遠隔測定も開始いたしました。
    (ただし、インターネットの帯域に依存します)

PX-BL 自動測定 運用ルール

- **利用の条件**
  - 利用規約に同意していただくことが必要です。

- **放射線登録**
  - スタッフに一任できる場合は不要です 。(7ページをご確認ください)
  - できない場合は登録と教育が必要となります。

- **測定時間の算出方法**
  - 別表により算出してください。(9,10ページをご確認ください)

- **測定スケジュール**
  - 自動測定サンプルシートへの試料情報の記入を締切日までに送付してください。記入内容を元に測定内容を打ち合わせます。
  - 希望調査の上で日程を調整しますが、日の単位で自動測定課題を固めて実施します。厳密な日程調整には対応できない可能性がありますので予めご了承ください。
  - 追加募集・成果専有時期指定課題での実施については制限がありますので、事前にお問い合わせください。

- **試料の送付**
  - 到着締切日の17:00までに必ず到着するようにしてください。
  - 返送用の送り状を同梱してください。
  - 遅れた場合、キャンセル扱いとなります。

PX-BL自動測定の手続き　（一般課題・来所無し）

手続きのフロー

【課題採択者へのビームタイム希望調査】
・募集は例年　A期 ： 2回、B期 ： 3回
・最小シフト数は　BL45XU、BL32XU ： 0.25シフト(2時間)

【希望調査回答】
・追加ビームタイムの場合はここからスタート ※ただし追加枠での自動測定には制限があります
・希望シフト数の算出には　9,10 ページを参照してください

＜成果専有課題の場合＞
・希望シフト数、ビームライン、日程、自動測定希望の旨をメール(pxbl@spring8.or.jp)に記載

＜成果非専有課題の場合＞
・試料調査票、希望調査票（自動測定を選択）を専用webページからアップロード
(http://bioxtal.spring8.or.jp/survey/index2.html).

【ビームタイム決定の通知】
・配分シフト数、ビームライン、日程の通知 ※自動測定は希望を考慮した上で指定日にまとめて実施

【利用手続】（10日前までに）
利用申込書・試料および薬品等持込申請書の提出
・利用申込書の実験者登録は施設側担当者のみ （7ページを参照してください）
・通信欄に“自動実験のため来所不要”と記載
・遺伝子組換実験を含む場合は事前にご相談ください

―以降の内容が、自動測定でのみ行う手順となります―

【測定内容の打合せ】（サンプルシート提出締切日は4ページ参照）
・自動測定サンプルシート（案）の送付（メール）
※シートの作成方法は自動測定サンプルシート入力マニュアルを参照してください
※シートを元に測定内容について打合せを実施します。期日までに提出してください
・打合せ内容を反映して自動測定サンプルシートを調整、返送（メール）

【自動測定同意書の提出】（測定日前日までに）
・自動測定同意書をご確認の上、ご記入・押印の上pdf 化したものを提出してください
※自動測定同意書は、同課題の初回のみ必要となります （8ページを参照してください）

【試料、ハードディスクの送付】（試料到着締切日は4ページ参照）
・凍結試料 ・ データコピー用ハードディスク ・ 返送用宅配便送り状 を送付してください

【自動測定実施】

【試料、ハードディスク（測定データ）受領】
・送付データの確認 （データ処理結果についてのお知らせを参照してください）

ユーザー / SPring-8

ビームタイム希望調査（メール）

希望調査回答
（メール　又は　オンライン）
→ SPring-8利用研究課題審査委員会L1分科会
pxbl@spring8.or.jp

ビームタイム決定の通知

利用申込書・試料および薬品等持込申請書の提出
（オンライン）
→ JASRI 利用推進部

自動測定サンプルシート（案）送付
（電子ファイル・メール）
→ 自動測定担当者
mail-in@spring8.or.jp

測定内容の打ち合わせ （メール・電話）

自動測定サンプルシート送付
（メール）

自動測定同意書のの提出
（オンライン）
→ JASRI 利用推進部

試料・HDD・返送用送り状　送付
（宅配便）
→ 自動測定担当者
（宛先は6ページを参照してください）

自動測定実施

試料、HDDの返送 （宅配便）

BL45XU 自動測定の運用方法の変更について

- 1週間の配分を2回(3日間, 4日間)に分割します
  - ユニパック自動交換システムによる長時間自動測定に対応（2023A期より開始予定）
  - 測定の中断を伴うトラブル（停電によるビームアボート等）をカバーした運用
  - 測定時間を延長可能（空き時間があれば）
    - ◆水ー金の配分のドライシッパーは火曜日必着（サンプルシートは月曜日）
    - ◆土ー火の配分のドライシッパーは金曜日必着（サンプルシートは木曜日）
    - ◆基本的には試料の到着順で測定する。
    - ◆まとめて実施できる数はまとめて測定する。

従来の運用方法

水	馬場	仲村	
木	熊坂	水野	open
金	平田		
土	奥村		長谷川
日	open		
月	坂井		
火	馬場	仲村	水野

2020年10月からの運用方法

ドライシッパー到着 << 火

ドライシッパー到着 <<

ドライシッパー到着 <<

水	馬場(1),仲村(2),熊坂(1),水野(1),平田(3) Open(1)
木	
金	
土	奥村(2),長谷川(1),馬場(1),仲村(1),水野(1),坂井(3) Open(3)
日	
月	
火	

緑：成果専有　オレンジ：成果非専有

PX-BL自動測定の手続き　（成果専有時期指定・来所無し）

手続きのフロー

【利用希望申込】
・ビームライン担当者と自動測定の日程、シフト数の調整を行います。

【課題登録（オンライン申請）】
以下のWebサイトを利用した電子登録となります。
User Information Webサイト(UIサイト)：http://user.spring8.or.jp/
トップページ ＞ マイページにログイン ＞ 申請/報告 ＞ 課題申請/利用計画書 ＞ 新規作成
詳細は、下記webページをご参照ください
成果専有時期指定課題募集について：
https://user.spring8.or.jp/?p=34150

【ビームタイム決定の通知】
・配分シフト数、ビームライン、日程の通知 ※自動測定は希望を考慮した上で指定日にまとめて実施

【利用手続】（10日前までに）
利用申込書・試料および薬品等持込申請書の提出　（10日前までに）
・利用申込書の実験者登録は施設側担当者のみ　（7ページを参照してください）
・備考欄に”自動実験のため来所不要”と記載
・遺伝子組換実験を含む場合は事前にご相談ください

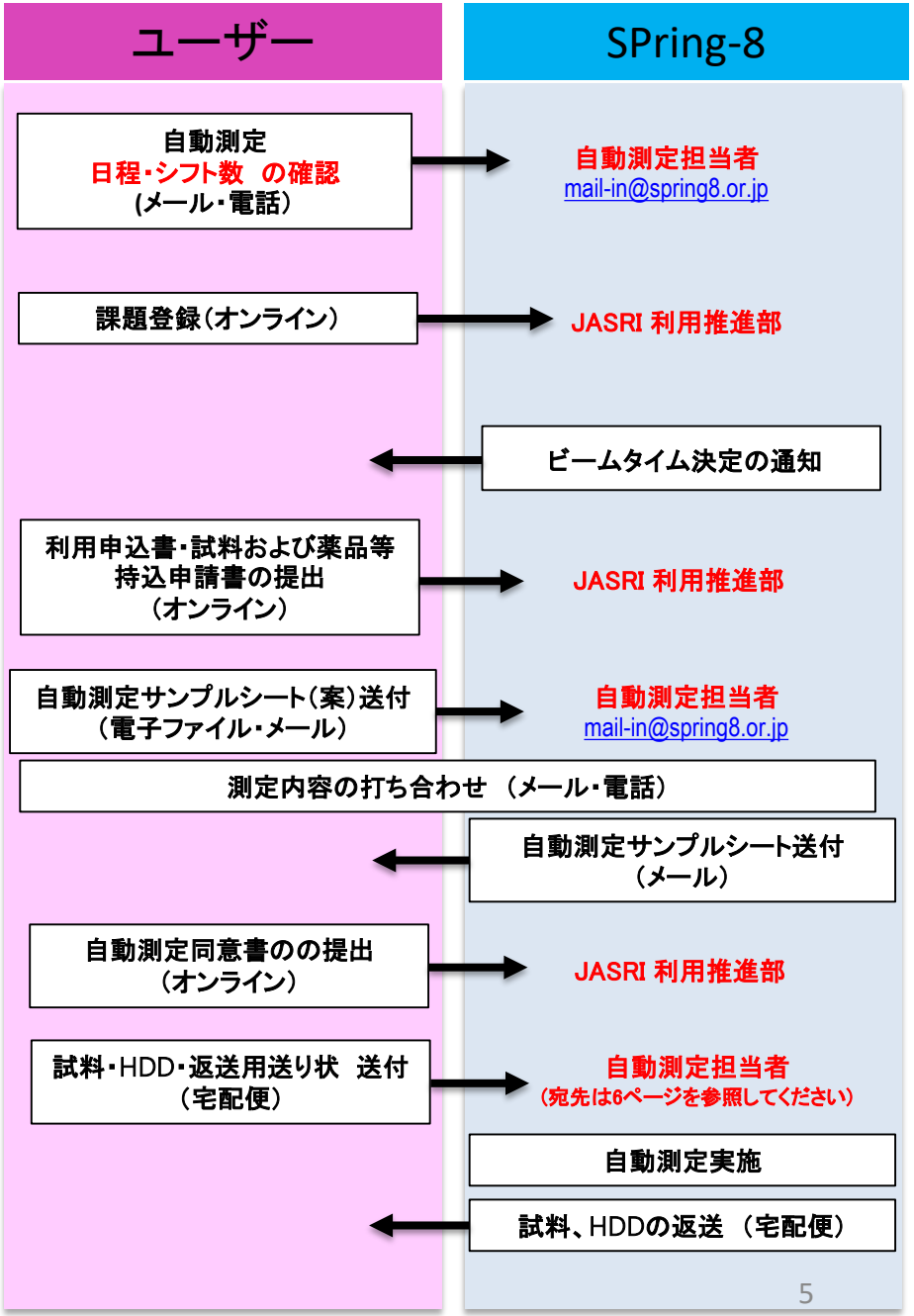
【測定内容の打合せ】（2日前までに）
・自動測定サンプルシート（案）の送付（メール）
※シートの作成方法は自動測定サンプルシート入力マニュアルを参照してください
※シートを元に測定内容について打合せを実施します。測定実施日の2日前までに提出してください
・打合せ内容を反映して自動測定サンプルシートを調整、返送（メール）

【自動測定同意書の提出】（測定日前日までに）
・自動測定同意書をご確認の上、ご記入・押印の上pdf 化したものを提出してください
※自動測定同意書は、同課題の初回のみ必要となります　（8ページを参照してください）

【試料、ハードディスクの送付】（前日までに到着）
・凍結試料　・　データコピー用ハードディスク　・　返送用宅配便送り状　を送付してください

【自動測定実施】

【試料、ハードディスク（測定データ）受領】
・送付データの確認　（データ処理結果についてのお知らせを参照してください）



PX-BL自動測定　提出書類、送付先一覧

【希望調査回答】

＜成果専有課題の場合＞

・利用希望のメール送付先

　→　メールアドレス　pxbl@spring8.or.jp

＜成果非専有課題の場合＞

・試料調査票　http://bioxtal.spring8.or.jp/index_files/Crystal_Spec_Sheet.pdf

・希望調査票　http://bioxtal.spring8.or.jp/index_files/Beamtime_Survey_Sheet_ja.pdf

　→　アップロード専用webページ　http://bioxtal.spring8.or.jp/survey/index2.html

【利用手続】

・利用申込書　https://user.spring8.or.jp/?p=22543

・試料および薬品等持込申請書　https://user.spring8.or.jp/?p=22891

※利用申込書の共同実験者にスタッフ名を記載できない場合は下記手続きが必要です。

・放射線業務従事者登録　https://user.spring8.or.jp/?p=22618

・放射線安全教育（e-ラーニング）　https://user.spring8.or.jp/?p=22649

【試料、試料情報】

・凍結試料・ドライシッパー・HDDの送付先　※ドライシッパー返送時の送り状を同梱してください。

　→　〒679-5198　兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1　SPring-8

[BL45XU の場合]　蓄積リング棟D2扉横　D21側室　仲村 宛　電話: 0791-58-0802 (PHS: 3362)

[BL41XU の場合]　蓄積リング棟D2扉横　D21側室　村上 宛　電話: 0791-58-0802 (PHS: 3364)

[BL32XU の場合]　蓄積リング棟C1扉横　C共04室　坂井 宛

・自動測定サンプルシート　http://bioxtal.spring8.or.jp/ja/users/Auto/ZOOPREP_YYMMDD_NAME_BLNAME.xlsx

・自動測定サンプルシート入力マニュアル　http://bioxtal.spring8.or.jp/ja/users/Auto/PXBL_Auto_sample_sheet_manual_ja.pdf

・データ処理結果についてのお知らせ　http://bioxtal.spring8.or.jp/ja/users/Auto/Information_about_data_processing_results_ja.pdf

【同意書】

・自動測定同意書　https://user.spring8.or.jp/?p=29467

【自動測定全般のお問い合わせ】

・自動測定担当者　mail-in@spring8.or.jp

PX-BL 自動測定 利用申込書の記載方法

① 【共同実験者変更】より施設側担当者(ID：0052000)を追加する。

共同実験者変更

ユーザーカード番号	氏名	所属	編集許可	行削除
[illegible]	[illegible]	[illegible]	☐	削除
0052000 ← 追加	施設側 担当者	（公財）高輝度光科学研究センター	☐	削除

② 【利用申込書】よりPX自動測定 代行者以外の共同実験者を全て「不参加」にし、施設側担当者のみ「来所」とする。

③ 「受取」および「返却」の項目に、利用推進部より通知のあった実験開始日時、実験終了日時を入力する。「交流施設を利用しない」に✓を入れる。また、「通信欄」に自動実験のため来所しないと入力する。

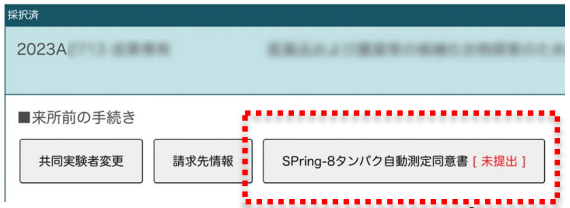
不参加 来所種別	[illegible]
来所 / 不参加 / オンライン参加 / 遠隔操作 計受渡日時	受取 返却
	チェックイン チェックアウト 部屋グループ（※ツインルーム希望者のみ選択） ☐ 交流施設を利用しない
来所 来所種別	[illegible]
ユーザーカード・線量計受渡日時	受取 返却
交流施設利用日	チェックイン チェックアウト 部屋グループ（※ツインルーム希望者のみ選択） ☐ 交流施設を利用しない
来所 来所種別	[0052000] 施設側 担当者 / （公財）高輝度光科学研究センター
ユーザーカード・線量計受渡日時	受取 2019.09.30 10:0 返却 2019.09.30 12:0 ← 実験日程
交流施設利用日	チェックイン チェックアウト 部屋グループ（※ツインルーム希望者のみ選択） ☑ 交流施設を利用しない
通信欄	
自動実験のため来所不要	

自動測定同意書について

- 下記リンクよりダウンロードしてください。
  https://user.spring8.or.jp/?p=29467

- 内容をご確認の上、ご記入・押印の上、pdf 等の電子ファイル化したものを、UIサイトより提出してください。
  https://user.spring8.or.jp/

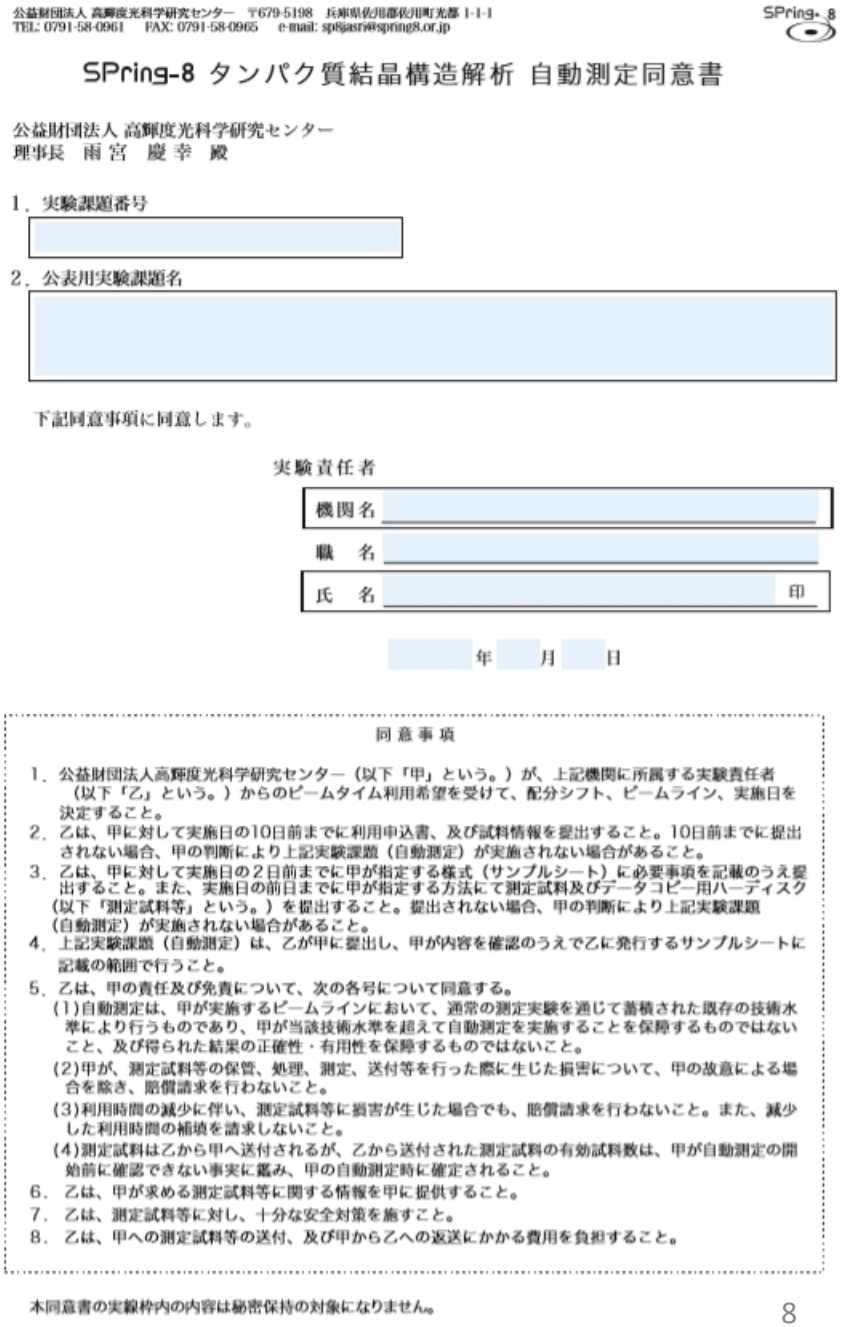
⇒



ここからアップロード

- 提出期限は測定日の前日です。

- 同じ課題の2回目以降の実験では提出済みの同意書が有効となります。



公益財団法人 高輝度光科学研究センター　〒679-5198　兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1
TEL: 0791-58-0961　FAX: 0791-58-0965　e-mail: sp8jasri@spring8.or.jp

SPring-8

SPring-8 タンパク質結晶構造解析 自動測定同意書

公益財団法人 高輝度光科学研究センター
理事長　雨宮　慶幸　殿

1．実験課題番号

2．公表用実験課題名

下記同意事項に同意します。

実験責任者

機関名

職　名

氏　名　　印

年　　月　　日

同意事項

1．公益財団法人高輝度光科学研究センター（以下「甲」という。）が、上記機関に所属する実験責任者（以下「乙」という。）からのビームタイム利用希望を受けて、配分シフト、ビームライン、実施日を決定すること。
2．乙は、甲に対して実施日の10日前までに利用申込書、及び試料情報を提出すること。10日前までに提出されない場合、甲の判断により上記実験課題（自動測定）が実施されない場合があること。
3．乙は、甲に対して実施日の2日前までに甲が指定する様式（サンプルシート）に必要事項を記載のうえ提出すること。また、実施日の前日までに甲が指定する方法にて測定試料及びデータコピー用ハーディスク（以下「測定試料等」という。）を提出すること。提出されない場合、甲の判断により上記実験課題（自動測定）が実施されない場合があること。
4．上記実験課題（自動測定）は、乙が甲に提出し、甲が内容を確認のうえで乙に発行するサンプルシートに記載の範囲で行うこと。
5．乙は、甲の責任及び免責について、次の各号について同意する。
(1)自動測定は、甲が実施するビームラインにおいて、通常の測定実験を通じて蓄積された既存の技術水準により行うものであり、甲が当該技術水準を超えて自動測定を実施することを保障するものではないこと、及び得られた結果の正確性・有用性を保障するものではないこと。
(2)甲が、測定試料等の保管、処理、測定、送付等を行った際に生じた損害について、甲の故意による場合を除き、賠償請求を行わないこと。
(3)利用時間の減少に伴い、測定試料等に損害が生じた場合でも、賠償請求を行わないこと。また、減少した利用時間の補填を請求しないこと。
(4)測定試料は乙から甲へ送付されるが、乙から送付された測定試料の有効試料数は、甲が自動測定の開始前に確認できない事実に鑑み、甲の自動測定時に確定されること。
6．乙は、甲が求める測定試料等に関する情報を甲に提供すること。
7．乙は、測定試料等に対し、十分な安全対策を施すこと。
8．乙は、甲への測定試料等の送付、及び甲から乙への返送にかかる費用を負担すること。

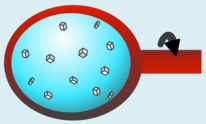
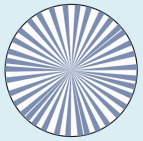
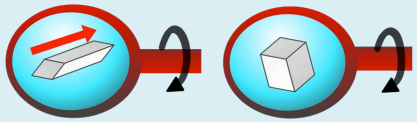
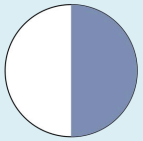
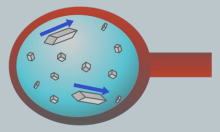
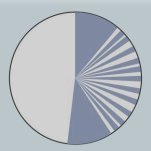
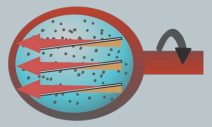
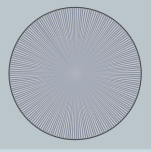
本同意書の実線枠内の内容は秘密保持の対象になりません。

測定時間算出方法

全測定時間 ＝ セットアップ時間＋測定時間/ピン x ピン数
申請は２時間単位でお願いします。

セットアップ時間：15分，ビーム調整および試料セットアップに要する時間です。

測定時間/ピン：下表のとおり，試料のマウント方法によって異なりますのでご確認ください。

Experimental schemes		Wedge size (/crystal)	Time for a loop
"Multi mode" (Small wedge) 10–300 crystals		 5-10 deg.	~ 10 min (30 crystals, 500 x 500 um loop)
"Helical" and "Single" single or a few crystals		 90-360 deg.	~ 7 min (helical) ~ 4 min (single)
準備中 "Mixed" small & large crystals		 5-10 deg. + 30-360 deg.	~ 20 min (40º x 7, 60º x 1, 5º x 61))
"Serial Synchrotron Rotation" 300-10,000 crystals		 < 1 deg.	

ZOO自動測定平均測定時間実績 @BL45XU(2020年3月)

1サンプルピンあたりの測定時間(min.)

[Hor. scan length (μm) Vs. Beam size (μm)]

Single mode

	200	400	600	1000
50x50	2.7	3.4	4.1	6.4
20x20	4.2	4.8	5.8	6.3
10x10	4.8	6.2	8.0	10.0
5x5	6.8	11.5	18.1	25.2
10x50	3.8	4.1	5.4	6.9

Helical mode

	200	400	600	1000
50x50	4.4	4.8	5.5	no data
20x20	4.6	5.3	6.1	7.1
10x10	6.0	7.1	8.8	10.6
5x5	8.1	13.4	18.9	27.2
10x50	3.9	4.6	6.0	8.0

Multi mode

	200	400	600	1000
50x50	5.9	6.5	7.1	7.4
20x20	6.1	6.5	7.6	7.9
10x10	6.7	7.9	10.2	12.4
5x5	11.1	14.5	19.4	24.7
10x50	6.2	7.0	8.4	9.6

Exposure time : 0.02 (sec.) [0.1(sec.) for 50x50 only]
Oscillation width : 0.1 (deg.)

@Single, Helical
Total Oscillation : 180 (deg.)
Max_hits : 1 (point)
※Max_hits = Number of beam exposure point

@Small wedge (multi)
Total Oscillation : 10 (deg.)
Max_hit : 30 (points)

PX-BL自動測定による成果専有利用例

Type	Compound screening		Crystal screening		Small wedge (multi mode)	
Experiment condition @ Spring-8 BL45XU						
Number of Sample	78 pins (7 pucks)		128 pins (8 pucks)		73 pins (6 pucks)	
Experimental time	6 hr 49 min		8 hr 13 min		11 hr 19 min	
Average Experiment time par samples	5 min 15 sec		3min 51 sec		8min 23 sec	
Beam size	20μm x 20μm		20μm x 20μm		10μm x 10μm	
Flux	1.73 x 10^{13} photons / sec		1.73 x 10^{13} photons / sec		9.75 x 10^{12} photons / sec	
Typical crystal size	200μm in length		50 - 150μm		5-20μm (Membrane protein-LCP)	
Automatic data collection by ZOO						
Raster Scan	78 pins	Typical scan area : 250 x 200 or 400 x 300μm, Exposure = 0.02 sec / fr, 10% Flux	128 pins	Typical scan area : 250 x 200 or 300 x 250 or 550 x 450μm, Exposure = 0.02 sec / fr, 5% Flux	73 pins	Typical scan area : 600 x 550 or800 x 700 or 1000 x 800 μm, Exposure = 0.02 sec / fr, 35% Flux
Data Collect	77 pins	Mode = Helical, ΔΦ = 0.1deg / fr, TotalΦ = 360deg, Total dose = 10MGy, Exposure = 0.02 sec / fr, 100% Flux, Camera dist = 250mm	121 pins	**Mode = Single (102pins) or Helical (9pins),** ΔΦ = 0.2deg or 0.5deg / fr, TotalΦ = 360deg, Total dose = 10MGy, Exposure = 0.02 sec / fr, 1.2 or 2.9% Flux, Camera dist = 180 - 600mm	64 pins	**Mode = Multi,** ΔΦ = 0.1deg / fr, TotalΦ = 10deg, Total dose = 10MGy, Exposure = 0.02 sec / fr, 10.7 % Flux, Camera dist = 380mm
Automatic data processing by KAMO (XDS)						
Processed	Total : 77 sets	Indexing failed : 1set, Complete(comp. > 90%) : 76 sets	Total : 121 sets	Indexing failed : 5set, Complete(comp. > 94%) : 116 sets	Total : 940 sets	pins, data sets, [outer shell] Resolution, Completeness, CC1/2 , I / Sigma
					Sample A:	30, 287, **1.92 Å** ,99.6%, 57.2, 1.56
	Beyond 2.5 Å	36 datasets	Beyond 2.0 Å	33 datasets	Sample B:	23, 446, **2.04 Å** ,99.8%, 83.2, 1.42
	3.0 - 2.5 Å	35 datasets	3.0 - 2.0 Å	25 datasets	Sample C:	9, 190, 4.78 Å ,99.8%, 64.0, 1.94
	Low resolution sets	5 datasets (12.4 - 3.8 Å)	Low resolution sets	58 datasets (9.17 - 3.03 Å)	Sample D:	2, 17, Processing was not possible due to a small number of data sets

PX-BL自動測定利用実績2019A/B, 2020A 期

課題の種類	ユニークユーザー（グループ数）	合計ビームタイム（回数）	合計ビームタイム（時間）
成果非専有課題	58	182	1820
成果専有課題	22	200	1578
合計	80	380	3398

課題の種類	ビームタイム１回あたりの平均(時間)	最短ビームタイム（時間）	最長ビームタイム（時間）
成果非専有課題	10.0	2	36
成果専有課題	7.9	2	22
全体	8.9	2	36

改訂履歴

2019.09.11　利用申込書記入方法の追記
2019.09.12　ページ番号の追記
2019.09.24　手続きの説明を修正、同意書の説明を修正
2020.02.19　BL32XUの最小シフト数変更
2020.05.28　試料送付先の一部変更、サンプルシートとマニュアルのリンク追記、連絡先追記、成果専有利用の例追記、自動測定実績追記
2020.09.03　BL45XUの運用方法変更とサンプルシート・試料到着締切の変更、測定データについてのマニュアルのリンク追記、自動測定実績更新
2021.01.04　試料等受領書廃止に伴う関連箇所の修正、UIサイト変更に伴うリンク先の変更
2021.03.30　自動測定の手続きについて必要書式へのハイパーリンク追加、自動測定実績更新
2021.09.09　自動測定同意書の電子ファイルによる提出に伴う記述の変更
2022.11.22　利用申込書の記載方法についてUIサイトの仕様変更に伴い修正
2023.04.12　自動測定同意書の送付方法変更に伴い修正