

SACLA-SFX実験マニュアル集抜粋&追記

オペレーション編（第一部）

動画マニュアル一覧

番号	日本語タイトル
01	グリースサンプルの調製
02-1	Φ4mmカートリッジへのサンプル充填
02-2	Φ25mmカートリッジへのサンプル充填
02-3	サンプル充填治具の使い方
03	LCPインジェクターの組み立て
04	実験ハッチについて
05-1	インジェクターの取り付け（Heチャンバー）
05-2	インジェクターの取り付け（オープンチャンバー）
06	インジェクターの取り外し
07	インジェクターノズルの洗浄
08-1	バキュームノズルの交換
08-2	バキュームタンクの交換
09	嫌気条件時のインジェクター密閉方法

目次

第一部 オペレーション編

Video

第一章 重要な注意点 データコレクション時の注意点	05
第2章 本データ測定の前に 本データ測定前の準備	07
オペレーションモニターの確認または準備	08
オペレーションモニターの初期設定（EH3の場合）	10
データ処理のパイプラインの設定	12
X線照射位置の確認：Y軸スキャン	13
ジオメトリファイル作成用のデータ取得	15
ポンプ光レーザー照射位置の調整法の確認:Y軸スキャン ポンプ光レーザー照射時のデータ振り分けの確認	16
ポンプ光レーザーの各種設定方法	18
遅延時間の設定方法	19
第三章 本データ測定 データコレクション開始までの流れ	21
Heチャンバーへ取り付け	22
オープンチャンバーへの取り付け	24
インジェクター/バキューム/サンプルストリームのアラインメント	26
HPLCポンプの設定	29
サンプル流速の設定	30
Heガス、バキュームについて	32
Heガス、バキュームの流量調節	33
ハッチを閉める	34
データコレクションの開始	35
アテネーターの厚みと透過率	37
データコレクションの終了 リアルタイムデータの味方	39
データコレクションの終了	41
補足資料 バキュームタンクの交換	44
測定装置の事前確認	46

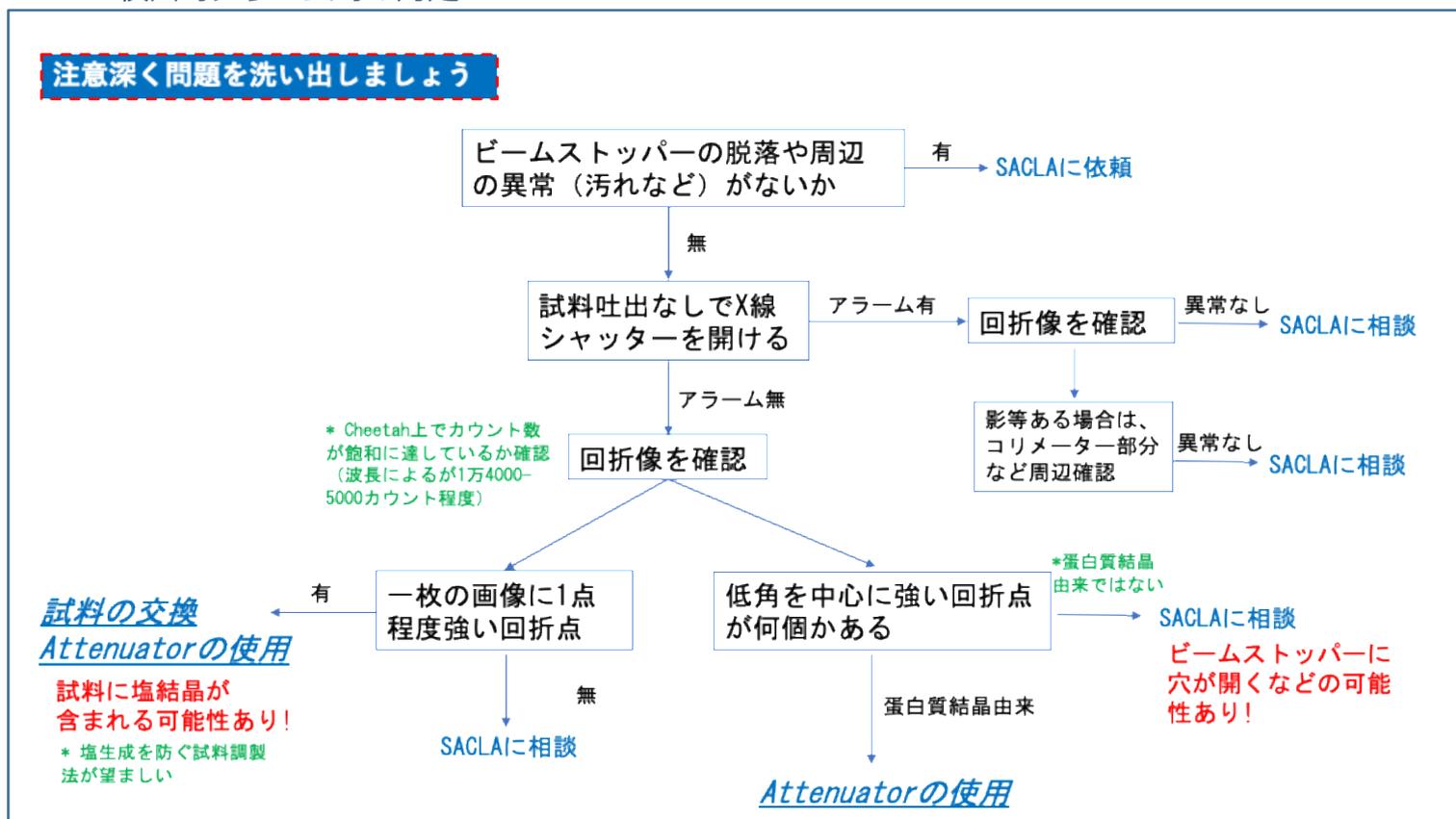
第一章 重要な注意点

データコレクション時の注意点

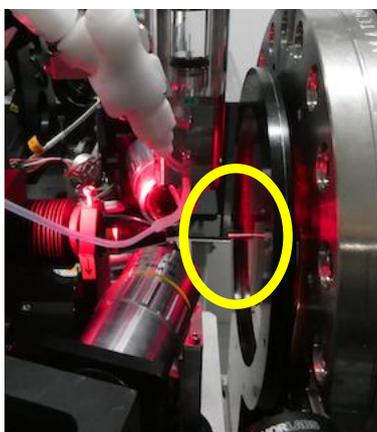
- (1) 測定時は必ず回折像を確認する。検出器にダメージを与えないように注意する。
→ 検出器を損傷するレベルになるとアラームが鳴る。
- (2) ビームストッパーの脱落に注意する。
- (3) ヒット率（下記の図の「Hits」）は、おおよそ60%以下にする（高すぎると回折点が重なり処理解析が難しい）。

● 検出時アラーム時の対処

注意深く問題を洗い出しましょう



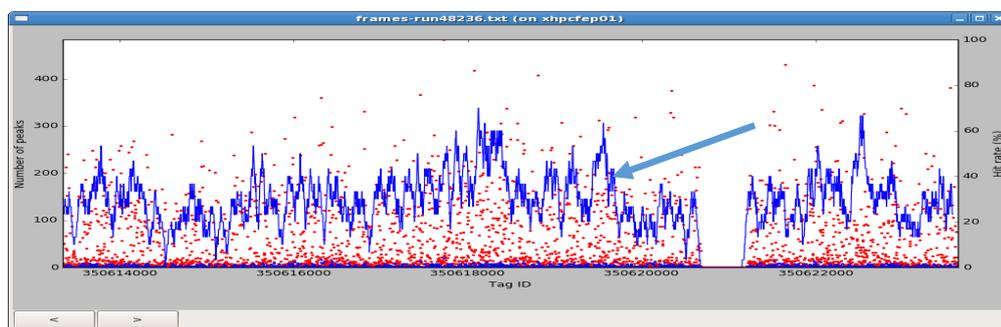
● ビームストッパーに注意



● ヒット率おおよそ60%以下

Cheetah dispatcherで「Hits」のところのカッコ内に出ている数字のほうが正確。リアルタイムモニターの折れ線グラフでも大体合っている。

Run ID	Status	Total	Processed	Accepted	Hits	Indexed	Comment
93917-dark1	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1199 (47.3%)	665 (56.2%)	2ms-100
93917-light	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1199 (48.0%)	631 (52.6%)	2ms-100
93918-dark1	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1194 (47.8%)	647 (54.2%)	2ms-100
93918-light	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1177 (47.1%)	698 (59.3%)	2ms-100
93919-dark1	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1196 (47.8%)	664 (55.5%)	2ms-100
93919-light	Finished	5000	5000 (100.0%)	2500 (50.0%)	1216 (48.6%)	685 (56.3%)	2ms-100



第二章 本データ測定の前に

本データ測定前の準備

測定システムの確認や調整として下記を行う。

基本の測定

- ① 測定装置の事前確認（補足資料 P 46 参照）
- ② オペレーションモニターの確認または準備
- ③ データ処理のパイプラインの設定
- ④ XFEL照射位置の確認：X軸スキャン
- ⑤ ジオメトリファイル作成用のデータ取得：標準タンパク質（リゾチームなど）または測定対象タンパク質について

時分割測定など

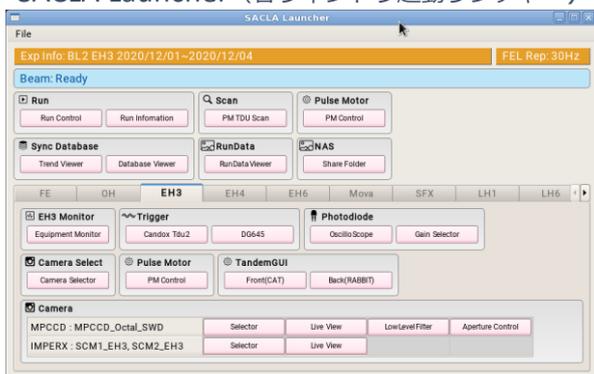
- ① ポンプ光レーザー位置の調整法の確認：Y軸スキャン/ポンプ光レーザー照射時のデータ振り分けの確認
- ② 遅延時間の設定方法等の確認

オペレーションモニターの確認または準備

➤ すでに開いている画面を確認し、立ち上げていない画面を開く。

基本操作に必要な画面

SACLA Launcher (各ウィンドウ起動ランチャー)



PulseMotorControlGui (各ステージのアライメント用)

Sort	Set	Station	Axis	Name	F/U	Position	Destination	Unit	Mode	Speed	Action	Limit Sensor	DEL ALL
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM41	Beam_Stop_Z	User	0.0	0	um	ABS	H M L	2000	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM43	Sample_X	User	-9712	20	pulse	REL	H M L	2000	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM44	Sample_Y	User	-943	100	pulse	REL	H M L	2000	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM45	Sample_Z	User	-217.35	50	um	REL	H M L	2000	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM46	Suction_X	User	753.0	-100	um	REL	H M L	3700	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM47	Suction_Y	User	-1250	300	pulse	REL	H M L	3700	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM48	Suction_Z	User	-9803.0	-100	um	REL	H M L	3000	GO Preset	++ +S -S -H
▼▲	▲	ST4c	EH4 PM49	PD_X	User	0.0	0	um	ABS	H M L	4000	GO Preset	++ +S -S -H

XFEL: DSS GateControl



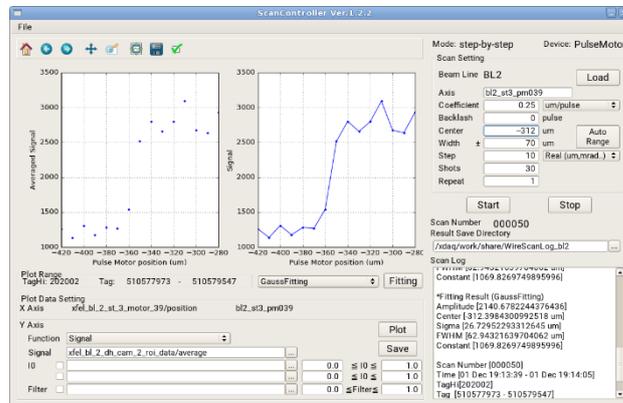
XFEL用PulsSelectorControl



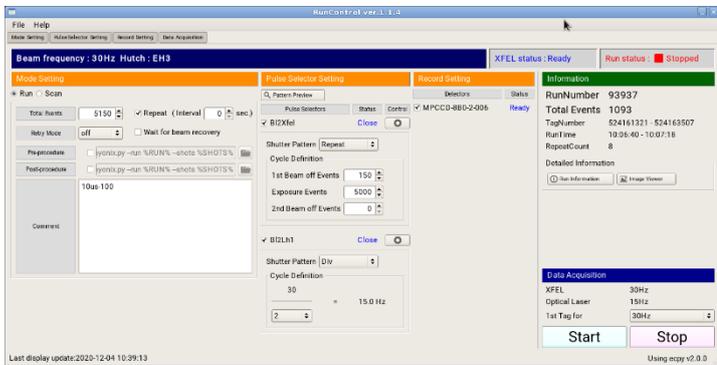
Attenuater (アッテネータ)



Scan Controller (XFEL、ポンプ光用スキャン)



Run Control (測定コントロール)



基本の観察画面

LiveView

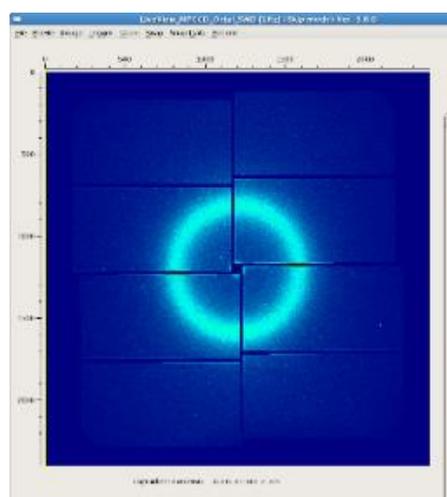
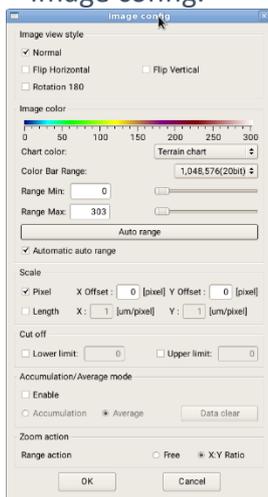


Image config.



SACLA Launcher でMPCCD_OCTAL_SWLDの Live viewを選択
 # LiveViewでImage > Configure > 16 bit以上を選択
 # Image configでautomatic auto rangeにチェック

パネル1枚を拡大するとき、LiveViewで File > TCP > Hostname xu-bl2-dh02を選択

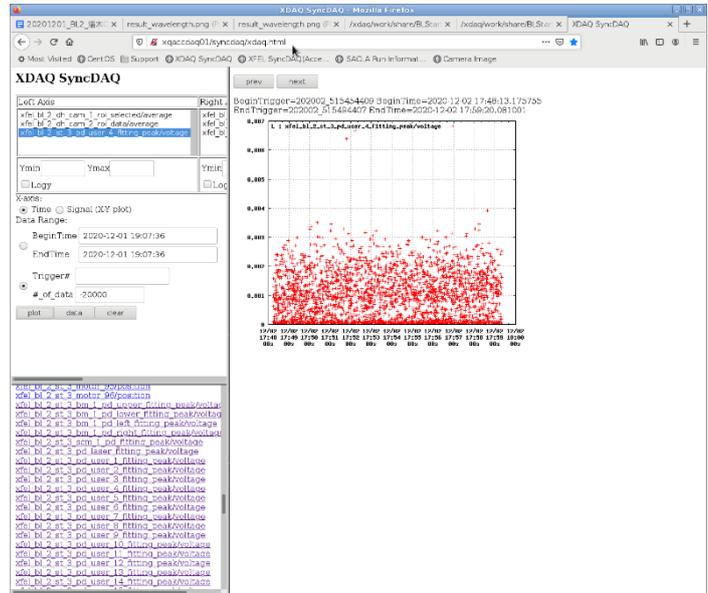
ポンプ光をマニュアルで操作する場合に必要な画面

ポンプ光:
PulsSelectorControl



PD強度の確認画面

XDAQ SynDAQ – Mozilla Firefox



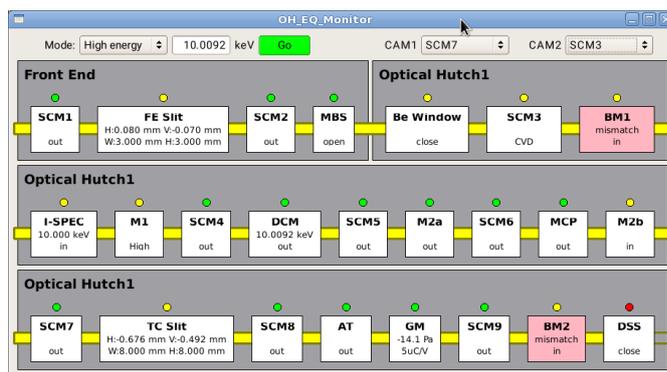
遅延時間変更操作に必要な画面

DG645 Controller



その他の表示画面

OH_EQ Monitor



Detector Alert

MPCCD-Octal_SWD
Threshold: 3324713 Electron (178218 DN)

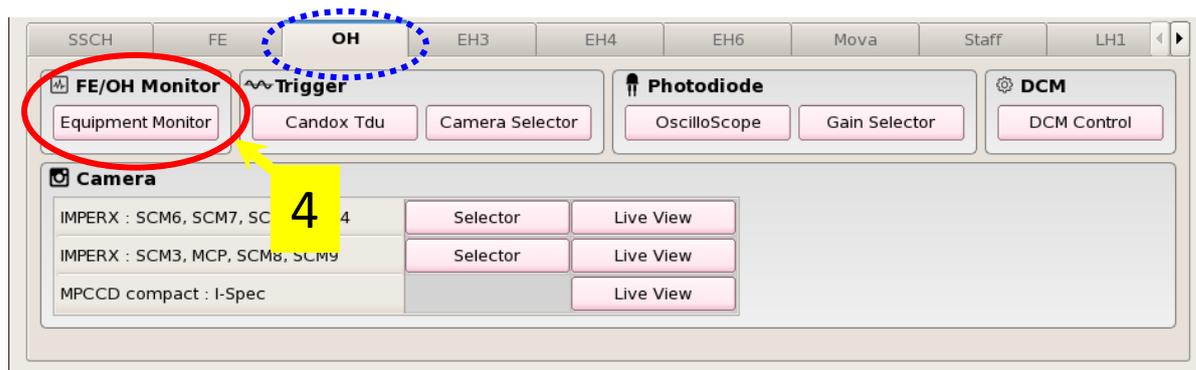
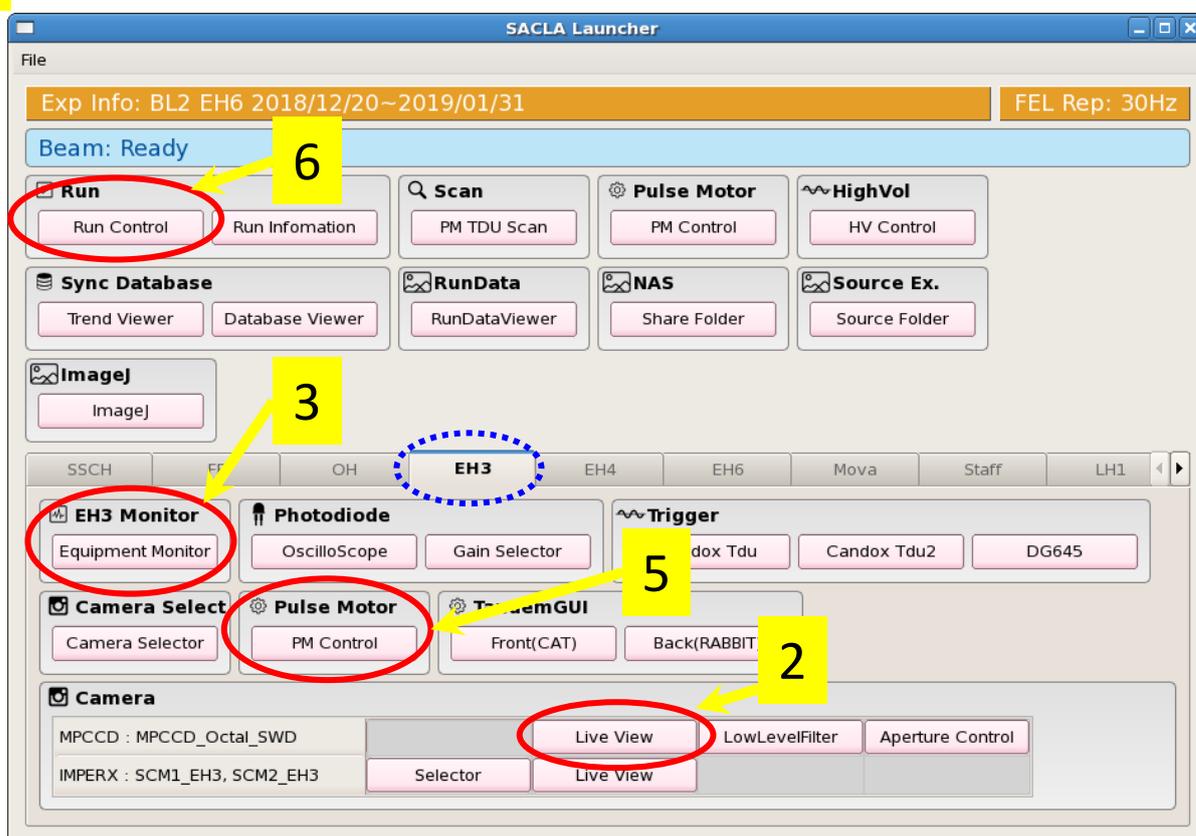
EventLog		AlertLog	
Num. of detected events: 101			
Date	Tag	DetectorID	Num. of saturated pixels
2020/12/04 10:06:46	524161647	MPCCD-8B0-2-006-3	8876
2020/12/04 10:06:46	524161647	MPCCD-8B0-2-006-1	11310
2020/12/04 10:06:46	524161647	MPCCD-8B0-2-006-8	3739
2020/12/04 10:06:46	524161647	MPCCD-8B0-2-006-4	8547

オペレーションモニターの初期設定 (EH3の場合)

オペレーションPCの画面右上のSACLA Launcherをダブルクリックして起動する

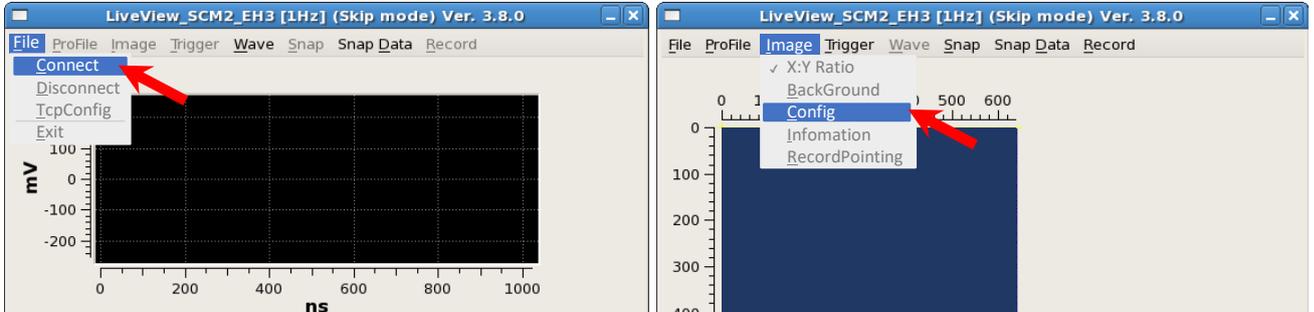


1 SACLA Launcherから各コントロールパネル、ビューワー等を立ち上げていく



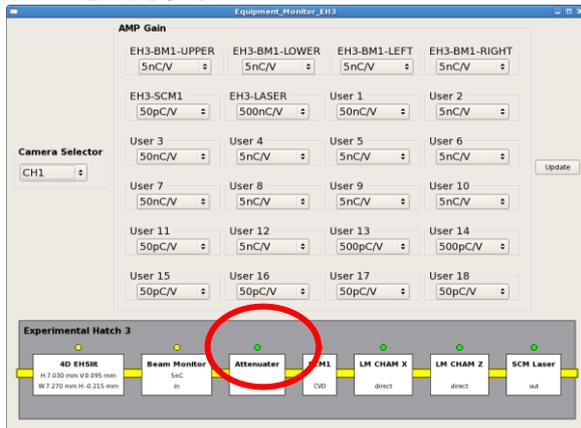
2

立ち上がったLiveViewウィンドウでFile - Connectをクリックし、Image - Configをクリックする



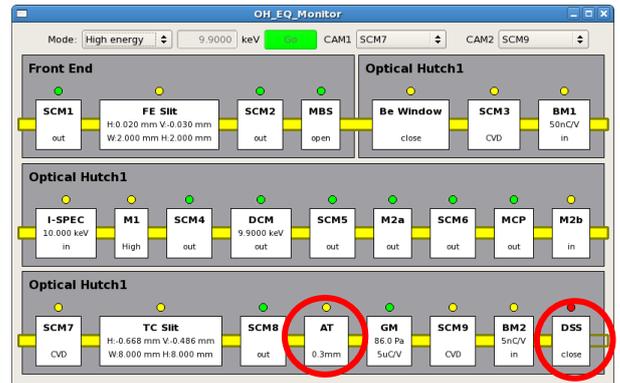
3

EQ_Monitor_EH3で[Attenuator]をクリックし、AIのアテネーターのコントローラーを起動する



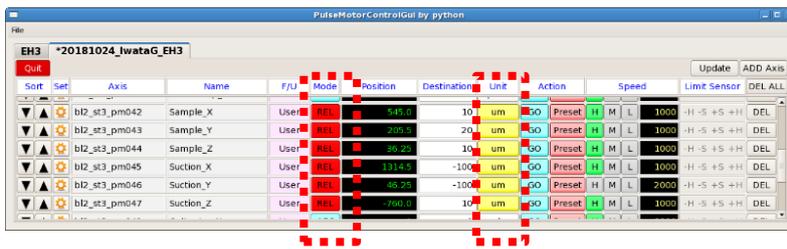
4

OH_EQ_Monitorで[AT]をクリックし、Siのアテネーターのコントローラーを起動する。[DSS]をクリックし、DSSの制御パネルを開く。

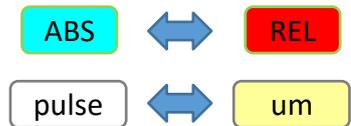


5

PulseMotorControlでSampleX, Y, ZとSuctionX, Y, ZのModeをRELに、Unitをumに変更する。

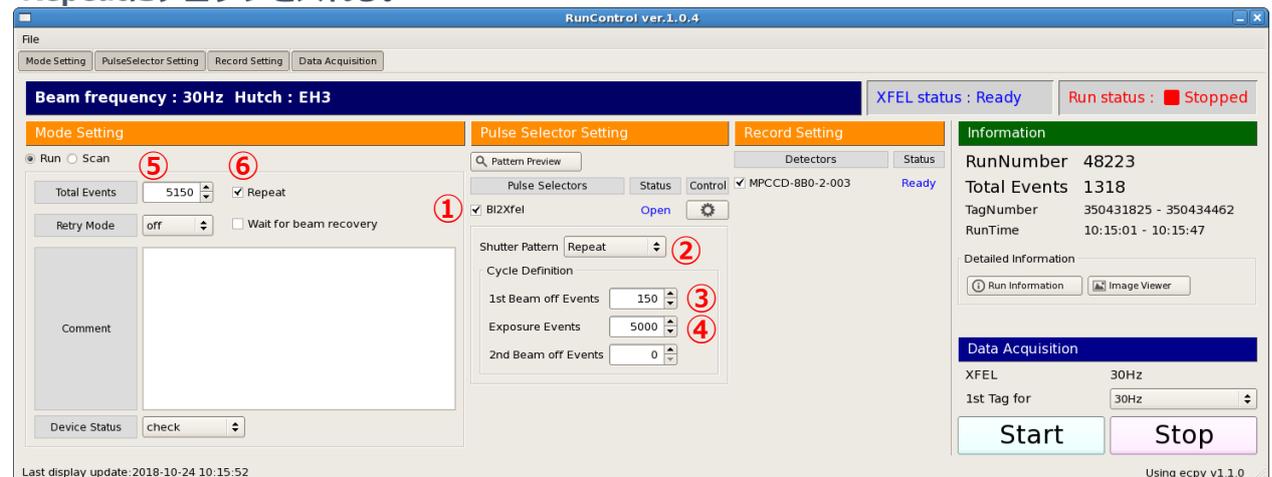


それぞれクリックすると切り替わる。



6

RunControlのPulse Selectorsで①BL2Xfelにチェックを入れ、②Shutter PatternをRepeat、③1st Beam off Eventを150、④Exposure Eventを5000、⑤Total Eventsを5150にし、⑥Repeatにチェックを入れる。



データ処理のパイプラインの設定

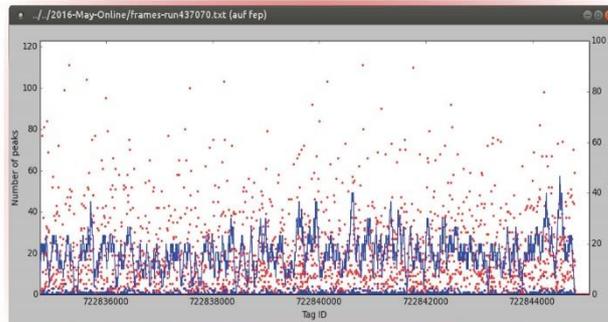
- 1) リアルタイムで測定状況を確認、 2) オフラインでindex枚数などの測定の詳細を確認するために、オペレーションモニターおよび解析モニターに設定・表示する。

Iwata Lab

Running Online (Real-time) analysis & off-line pipeline

Terminal 1 on xu-bl2-anapc01 (or bl3) on analysis desktop

- `ssh_Youraccount@xu-bl2-anapc01`
- `cd_xnas/xufs06/yourAccount/`
- `cp_r_xnas/xufs06/sacla_sfx_app/template_PreferFolderName`
- `cd_PreferFolderName`
- `sed_i's/7000/X/g' _sacla-photon-online.ini` **Your beam energy is X eV**
- `sh_run-cheetah.sh`



Terminal 2 on xhpcsmpl-bl2 (or bl3) on operation desktop

- `ssh_Youraccount@xhpcsmpl-bl2.hpc.spring8.or.jp`
- `cd_xnas/xufs06/youraccount/PreferFolderName`
- `source_~sacla_sfx_app/setup.sh`
- `online-plotter_&`

Evaluating online analysis

- ◇ The Red dots indicate the number of spots
- ◇ The Blue dots indicate the number of saturated spots.
- ◇ The Blue line indicates the hit rage (running average).
- ◇ You can open as many terminal as you like to repeat terminal 2 command for monitoring the experiment.

Terminal 1 xhpcsmpl-bl2 (or bl3) on analysis desktop

- `ssh_Youraccount@xhpcsmpl-bl2.hpc.spring8.or.jp`
- `mkdir_work/youraccount/beamtime-date`
- `cd_work/yourname/beamtime-date`
- `source_~sacla_sfx_app/setup.sh`
- `cp_~sacla_sfx_app/packages/tools/sacla-photon.ini_.`
- `cheetah-dispatcher_--queue=bl2-occupancy_bl=2`

Run ID	Status	Total	Processed	Accepted	Hits	Indexed	Comment
48224-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	904 (54.2%)	537 (59.4%)	
48224-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	858 (51.5%)	552 (64.3%)	
48224-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	913 (54.8%)	611 (66.8%)	
48225-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	853 (51.2%)	564 (66.1%)	
48225-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	865 (51.9%)	573 (66.2%)	
48225-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	898 (53.9%)	570 (63.5%)	
48226-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	898 (53.9%)	547 (60.9%)	
48226-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	906 (54.4%)	545 (60.5%)	
48226-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	900 (54.0%)	545 (60.5%)	
48227-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	900 (54.0%)	508 (63.5%)	
48227-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	832 (49.9%)	513 (61.7%)	
48227-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	853 (51.2%)	528 (61.9%)	
48228-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	891 (53.4%)	553 (63.2%)	
48228-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	851 (51.0%)	555 (65.2%)	
48228-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	826 (49.7%)	545 (65.8%)	

Terminal 2 on xhpcsmpl-bl2 (or bl3) on operation desktop

- `ssh_Youraccount@xhpcsmpl-bl2.hpc.spring8.or.jp`
- `cd_work/youraccount/beamtime-date`
- `source_~sacla_sfx_app/setup.sh`
- `cheetah-dispatcher_--monitor=1`

Submitting jobs

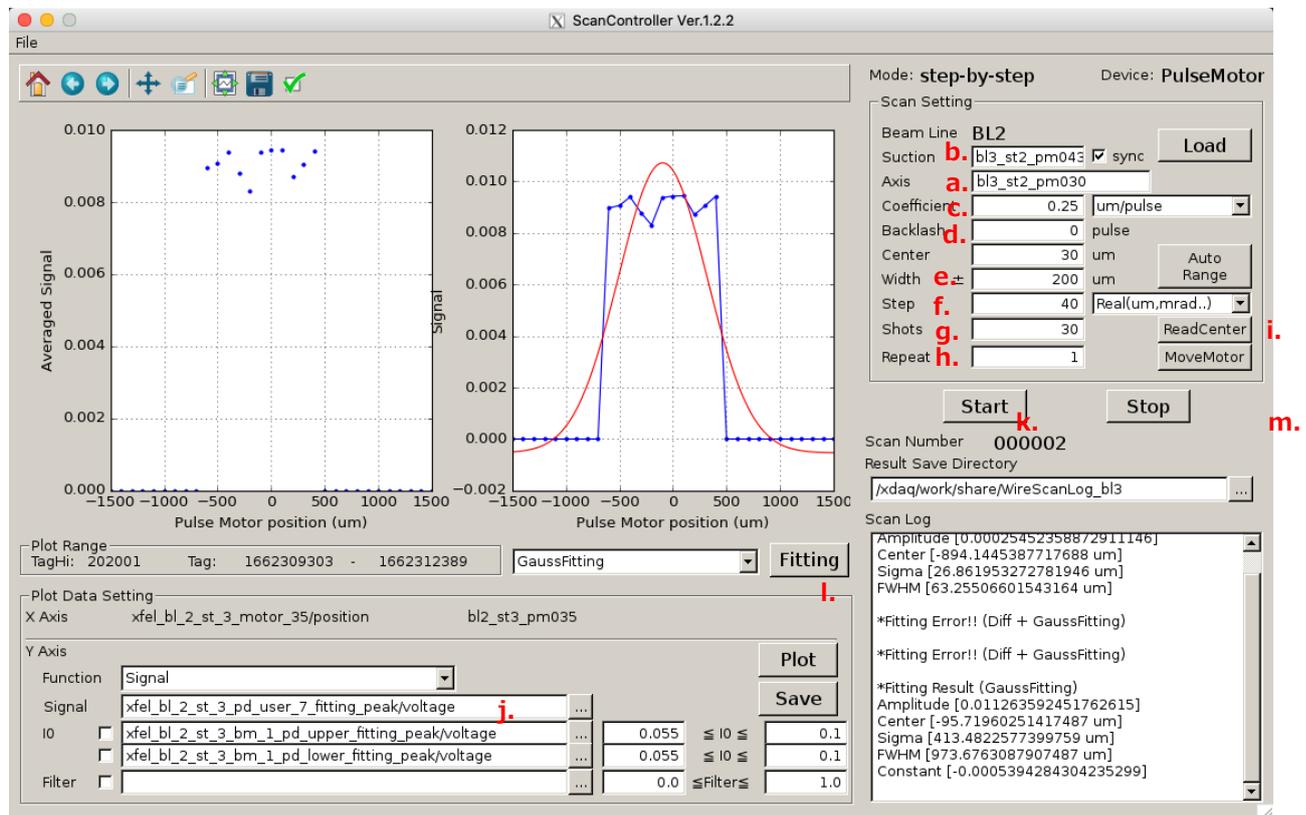
- ◇ Type your starting run number with a hyphen symbol "-" to the "Run ID" text box and click the "Submit" button. (e.g. "48224-"),
 - ◇ This will auto-submit all the processing jobs from your starting number to the latest run.
- ◇ You can open as many terminal as you like to repeat terminal 2 command for monitoring the experiment.

XFEL照射位置の確認：X軸スキャン

- SACLAによって、モニター上にXFELの照射位置がおおよそ指示されている。
- 正確には、X軸スキャンなどを用いて確認する必要がある。

1. リゾチーム+グリース(またはグリースのみ) を調製 (第二部参照)
2. インジェクター組み立て (第二部参照)
3. インジェクターを取り付ける。 (p.20以降 第三章本データ測定参照)
4. モニター上にマーキングされた照射位置を基準に初期セットする。
(インジェクターノズル先端とXFEL照射位置の暫定距離は200 μ m位) (p.26参照)
インジェクター:例. X軸→Z軸→Y軸の順に調整
吸引器:例. Y軸→Z軸→X軸の順に調整
5. アッテネータAI 0.3 mm程度を選ぶ。 (p.36参照)
6. HPLCをスタートする。 (p.28参照)
7. 円滑なサンプルの吐出を確認し、ハッチを閉じる。 (p.20参照)
8. 「DSS GateControl」を open、「XFEL PulsSelectorControl」をopenで、XFELの照射を開始する。 (p.35参照)
9. 「PulseMotorControlGuiのSample_X」でサンプルフロー左右に動かし (20 μ m刻み程度でXFELがサンプルに当たるまで)、グリース由来のリングをimage viewerで検出する。 (p.26参照)
10. 回折強度を確認後、飽和ピクセルに注意しながら (リアルタイムの測定画面上で数%を超えない)、アッテネータをAI 0.3 mm→0.2 mmのように段階的に抜いていく。 (p.36参照)
11. Live viewで File > TCP >
 - (1) "Host Name" → xu-bl2-dh02
 - (2) "Mode" → Average/ROI
 - (3) "Acquisition frequency" → 30 Hz
 - (4) "ROI point" → グリース由来の散乱を一部切り取るように設定
 - (5) "ROI value write to DB" → ON

13. ScanContorollerでX軸スキャン設定を行う。



ReadCenter button:
現在のモータ位置を読み取り、
「Center」入力欄に自動入力します。

MoveMotor Button:
フィッティング結果を読み取り、セン
ター位置にインジェクターを移動させる

SACLAから提供される「パルスモーター一覧表」を用意する。

- a. “Axis”欄にsample X motor name (パルスモータ名) を入力。
- b. “Suction”欄にsuction X motor name (パルスモータ名) を入力。
- c. “Coefficient”欄に, 設定値を確認して入力。
- d. “Backslash”欄に“0”を入力。
- e. “Width”欄に“100”を入力。
- f. “Step”欄に“25”を入力。
- g. “Shots”欄に“30”を入力。
- h. “Repeat”欄に“1”を入力。
- i. “ReadCenter”ボタンをクリックし、インジェクタの位置が “Center”欄に表示されることを確認する。
- j. “Signal”欄に “xfel_bl_2_dh_cam_2_roi_data/average”を入力。
- k. スキャンを開始するには、“Start”ボタンをクリックする。
- l. スキャンした後、“Fitting”ボタンをクリックする。
- m. スキャン後の位置にインジェクターおよび吸引器を動かす場合、“MovingMotor”ボタンをクリックする。

ジオメトリーファイル作成用のデータ取得

➤ リゾチーム等でジオメトリーファイル用のデータ取得を行う。

データの取得枚数は？

リゾチームの場合は、「Hits」10,000枚、できれば12,500枚を目標にデータを取得してください。しかし、本来のサンプルで高分解能が出る場合で、時間が足りないときは、「Hits」7,000枚でも構いません。

ポンプ光があたったものを混ぜて、ジオメトリーファイル用としてよいか？

基本的には大丈夫ですが、可能なら除いたほうが無難です。ポンプ光ありは、あくまで振り分けができていないかの確認用と考え、それほど枚数はいいりません。

ヒット率はどのくらいがいいか？

「Hits」60%前後を狙ってください。低い分には効率は悪いですが問題はありません。高すぎるのは点が重なったりするので嬉しくありません。

1. データを取得を開始する。（p.35参照）
2. リアルタイム解析、オフライン解析が問題なく動くことを確認する。
3. オフライン解析で必要枚数にかかる時間を算出する。
4. 時分割実験を行う場合は、測定が安定した後に適切なタイミングで、ポンプ光や遅延時間設定などについて、SACLAスタッフよりの引き継ぎを行う。
5. 所定の枚数を取得する。

ポンプ光

レーザー照射位置の調整法の確認：Y軸スキャン

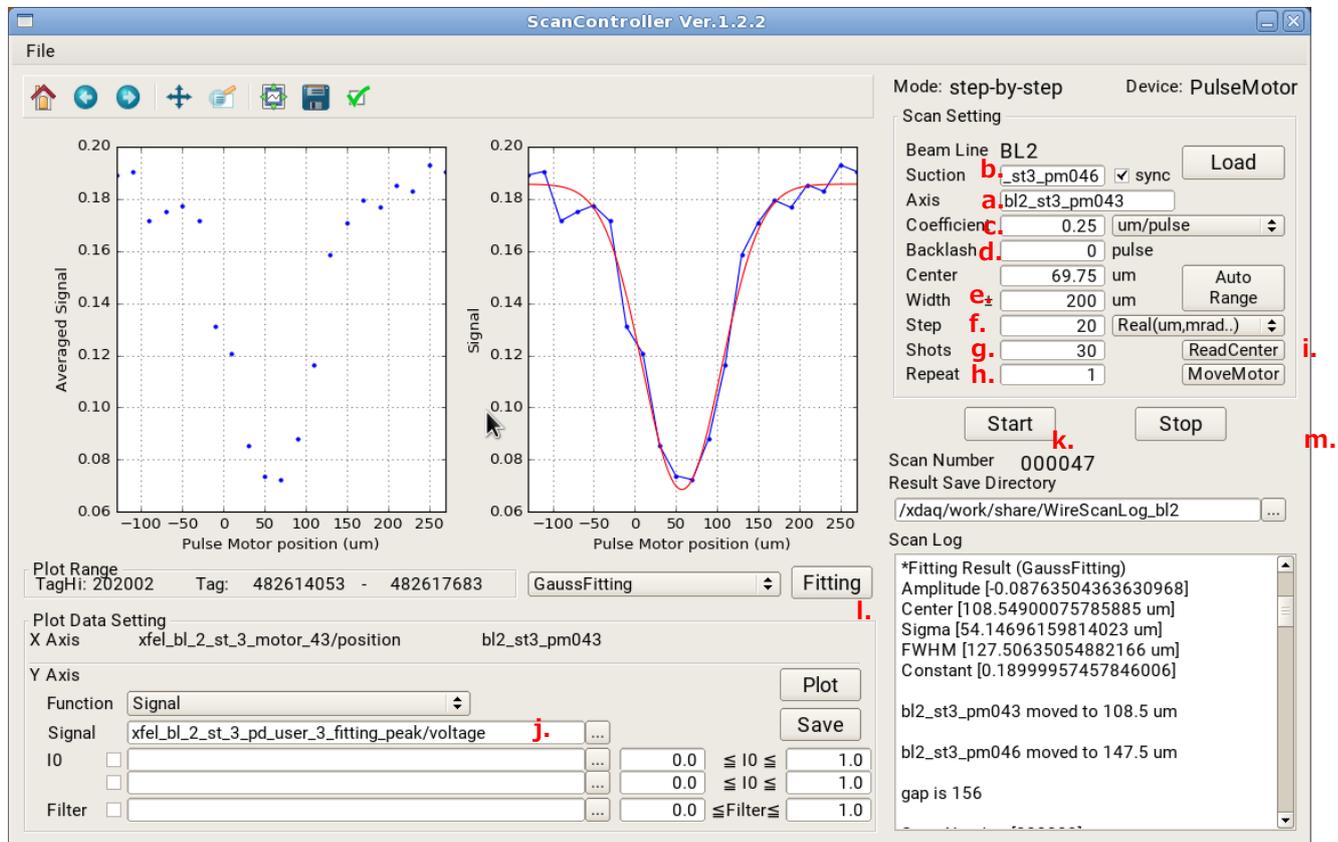
ポンプ光

レーザー照射時のデータ振り分けの確認

- ポンプ光を用いた時分割実験の場合、インジェクターの個体などによる誤差を除くため、測定ごと（または測定時に適宜）に、Y軸スキャンを用いて最適なポンプ光の位置の調整を行う。
- このステップで、SACLAより、1) ポンプ光の設置図、2) ポンプ光の強度表、3) データ振り分けに用いるPDのthreshold、4) XFEL照射位置からノズルも先端の距離の設定案、5) T0（タイムゼロ）の値と遅延時間の設定方法、6) 遅延時間変更時のDAQへの連絡方法などの情報を得る。

1. Run controlでサンプル名を変更する。（ポンプ光レーザー照射したサンプルであるので）
2. Run controlでポンプ光レーザー用のパルスセクターを選ぶ。（p 18参照）
3. ポンプ光レーザーの周波数Hzを決める。（p 18参照）
コレクションするイメージ枚数（通常5,000）/ダークイメージ枚数（通常150）であるが、周波数によってはコレクションするイメージ枚数を割り切れる数に変更する必要がある
5. Cheetah Dispatcherで、PDのthresholdを入力する。
6. ハッチドアのレーザー用のボタンを開ける。
7. レーザーのパルスセクターコントロール（マニュアルシャッター）を開ける。
8. Y軸スキャンを行う。（次ページ）
9. ポンプ光を照射し、コレクションを開始する。
10. cheetahでデータ振り分けに問題がないことを確認する。





ReadCenter button:
現在のモータ位置を読み取り、
「Center」入力欄に自動入力します。

MoveMotor Button:
フィッティング結果を読み取り、セン
ター位置にインジェクターを移動させる

※ Delay time を設定していた場合、“0秒” に戻すこと。

- a. “Axis”欄にsample Y motor name (パルスモータ名) を入力。
- b. “Suction”欄にsuction X motor name (パルスモータ名) を入力
- c. “Coefficient”欄に設定値を確認して入力。
- d. “Backslash”欄に“0”を入力。
- e. “Width”欄に“200”を入力。
- f. “Step”欄に“40”を入力。
- g. “Shots”欄に“30”を入力。
- h. “Repeat”欄に“1”を入力。
- i. “ReadCenter”ボタンをクリックし、インジェクタの位置が “Center”欄に表示されることを確認する。
- j. “Signal”欄に “PD名”を入力 ⇒ 担当研究員に確認すること！！
- k. スキャンを開始するには、“Start”ボタンをクリックする。
- l. スキャンした後、“Fitting”ボタンをクリックする。
- m. スキャン後の位置にインジェクターおよび吸引機を動かす場合、“MovingMotor”ボタンをクリックする。

ポンプレーザーの各種設定方法

- ▶ ポンプ光を用いた時分割実験の場合、ポンプ光レーザーの周波数や強度などの変更をする。基本的にSACLAスタッフに変更方法を確認してほしい。
 - 1) ポンプ光レーザー本体の周波数の変更
 - 2) 「Run Control」におけるパラメーターの変更
 - 3) Cheetah Dispatcherの振り分け確認

ポンプ光レーザー本体の周波数の変更の操作

「Run Control」におけるパラメーターの変更

周波数に応じて変更

Checkを入れる

2以上を選ぶ

DIVを選ぶ

繰り返し周波数
(15 Hz 以下に設定)

Cheetah Dispatcherの振り分け確認

- ◎ 設定については、現場で SACLAスタッフに聞くこと。
(ポンプ光 30Hz の場合の設定は上記と異なる)

遅延時間の設定方法

- ポンプ光を用いた時分割実験の場合、遅延時間の変更をする。下記の作業が要る。（# T0はメモしておく）
 - 1) 遅延時間の変更の操作
 - ※ DAQへ遅延時間変更の連絡は不要になりました。

遅延時間の変更の操作

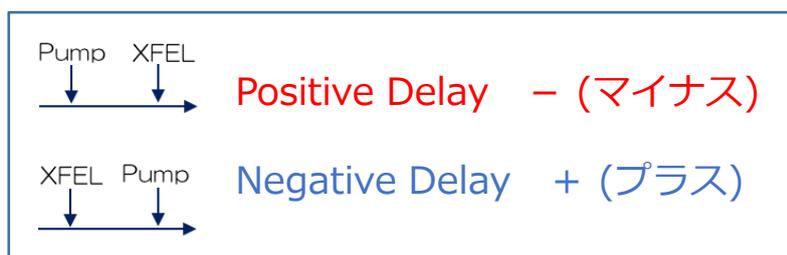
1. 下図 DG645 Controllerの赤で囲んだA欄に「遅延時間」と「単位」を入力する。

1秒の遅延時間の入力は、XFELより前にレーザーを照射する場合は、T0に対してマイナス数値（例えば、**-1 ms**）

※ Negative Delayは、**+**（プラス）、Positive Delayは、**-**（マイナス）

通常、SFXポンププローブ実験は、**-**（マイナス）を選択します。

ライトコンタミネーションを確認するときは、Negative Delay **+**（プラス）を選択します。



2. Setボタンを押す。
3. 各自の実験ログに入力した「遅延時間」をそのまま書き込む。

Current:	Preset value:	Delay	Link with ADC
A 14.040327000 ms	15.040327000 ms	+ [-1 ms] Set	<input type="checkbox"/> link
C 15.027334000 ms	15.027334000 ms	+ [0.0 ms] Set	<input type="checkbox"/> link
E 15.390000000 ms	0.000000000 ms	+ [0.0 ms] Set	<input type="checkbox"/> link
G 15.350000000 ms	0.000000000 ms	+ [0.0 ms] Set	<input type="checkbox"/> link

delay	input value
-1us	
-1us	
-1us	
-100ns	
-100ns	

第三章 本データ測定

データコレクション開始までの流れ

- データコレクションを開始するまでの流れは下記。サンプル調製やインジェクター組立は「第二部」の冊子を参照のこと。
- 次ページ以降、詳細を記載する。

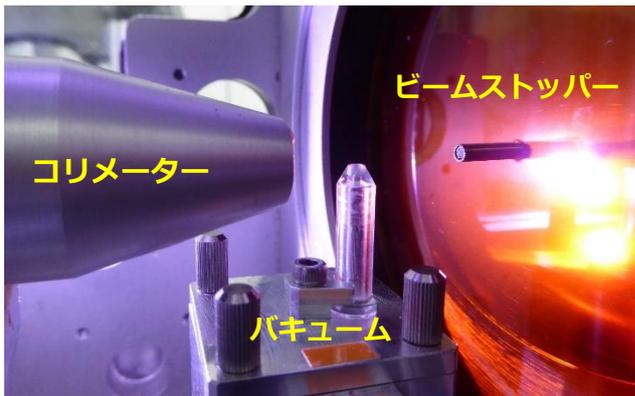
◆データコレクション開始までの流れ



Heチャンバーへの取り付け

◆取り付け時の注意点

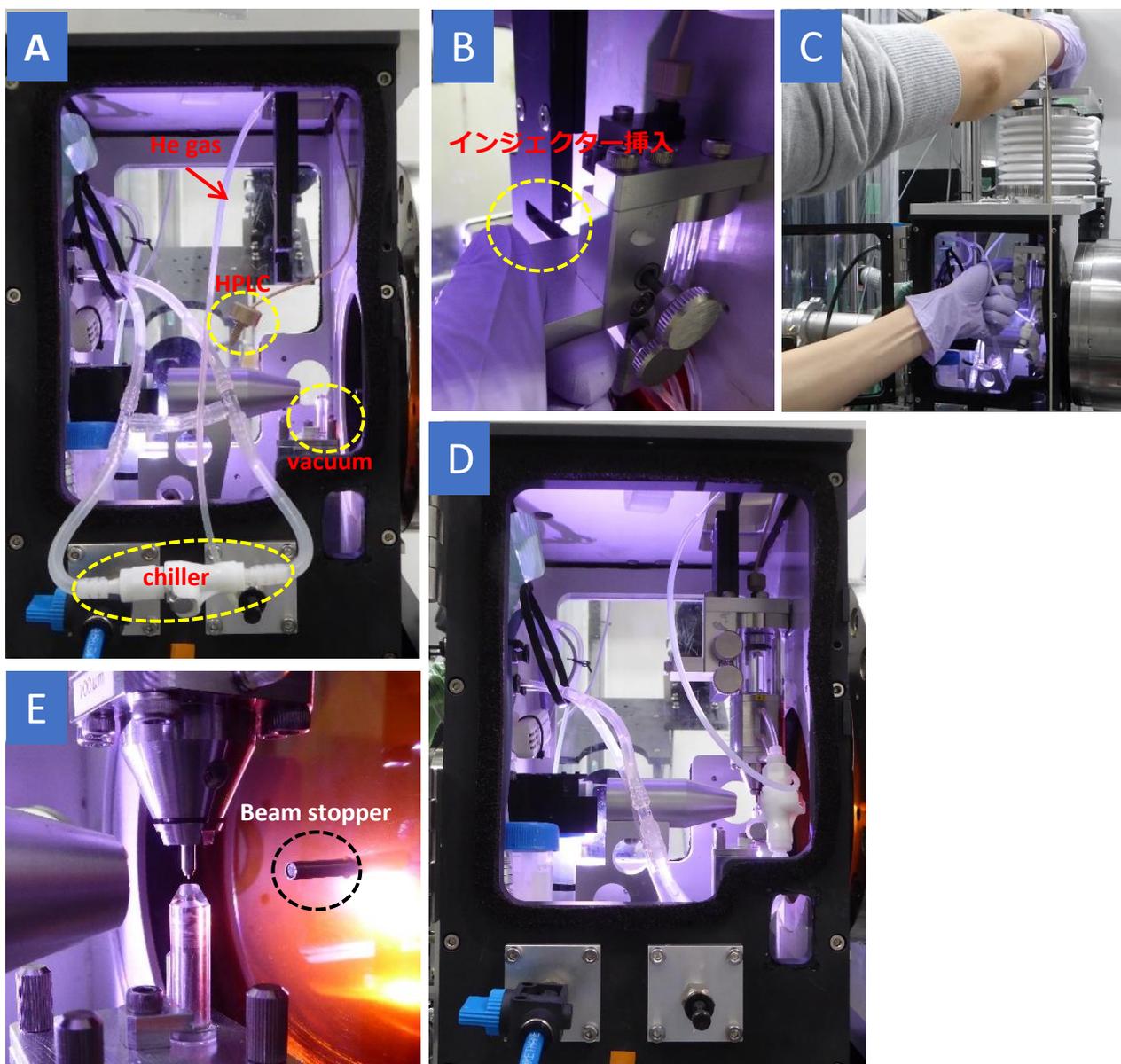
- ビームストッパーやコリメーターに触らないように
- Heチャンバー内のガスガイドのホースを潰してしまっていないか確認
- インジェクター取り付けなど、装置に触れる時は必ず静電気防止ストラップを着用し、アース線につなげる。



インジェクターの取り付けと各種設定

◆取り付けの手順

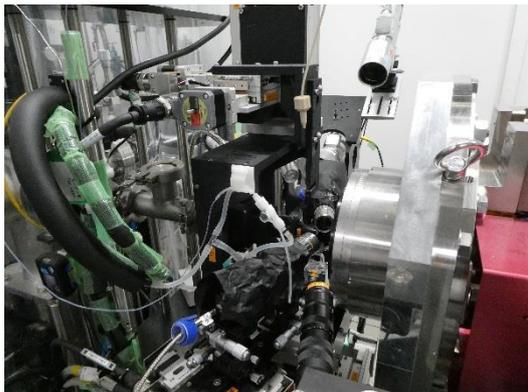
- ①バキュームノズルがついているか確認 (写真A, vacuum)
- ②HPLCポンプと接続する (写真A, HPLC)
- ③Heガスガイドのチューブを取り付ける (写真A, He gas)
- ④インジェクター本体を挿し込み、2つのねじで固定する (写真B)
挿し込む際は写真Cの右手のようにHPLCのピークチューブの長さを調節する
- ⑤チラーのチューブを接続する (写真A, chiller)
- ⑥取り付け完了、コリメータやXFEL照射経路に被らないように各チューブの位置を整える (写真D)
- ⑦ビームストッパーが落下していないかを確認してドアを閉める (写真E)



オープンチャンバーへの取り付け

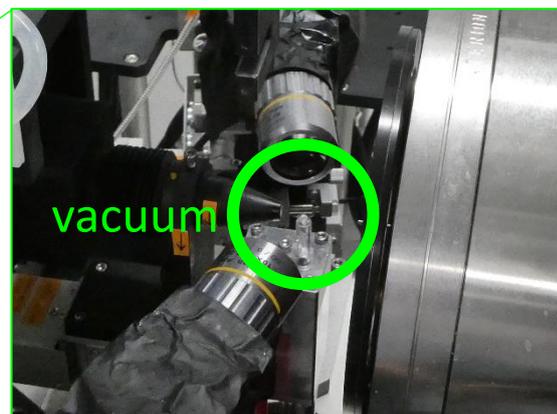
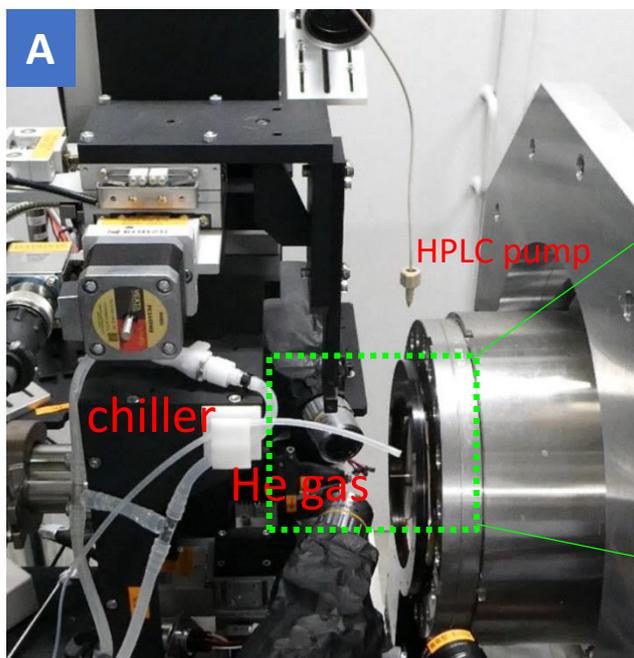
◆取り付け時の注意点

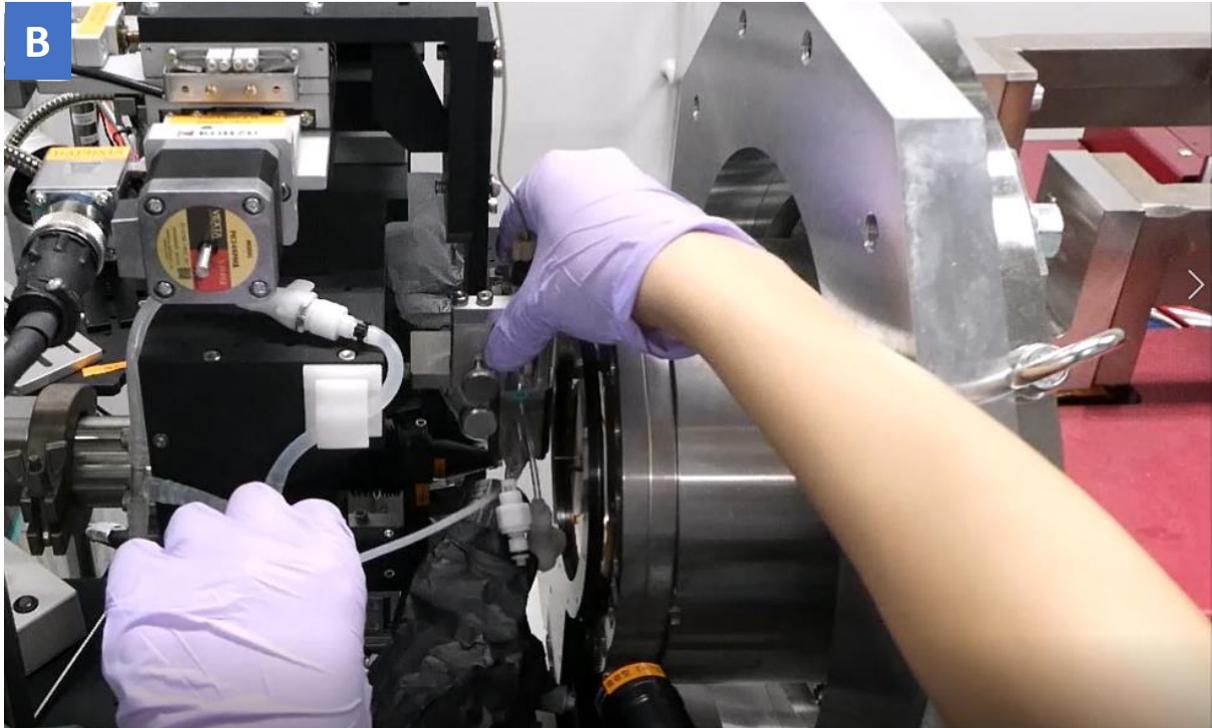
- インジェクターを取り付ける位置は非常に狭くなっている。レンズ等やビームストップパーに触れないように注意する。
- インジェクター取り付けなど、装置に触れる時は必ず静電気防止ストラップを着用し、アース線につなげる。



◆取り付けの手順（動画[05-2]）

- ①バキュームノズルがついているか確認（写真A, vacuum）
ついていなければ根元にグリースを塗って取り付ける
- ②HPLCポンプと接続する（写真A, HPLC）
- ③Heガスガイドのチューブを取り付ける（写真A, He gas）
- ④インジェクター本体を挿し込み、2つのねじで固定する（写真B）
- ⑤チラーのチューブを接続する（写真A, chiller）
- ⑥取り付け完了、コリメータやXFEL照射経路に被らないように各チューブの位置を整える





- ◆ バキュームタンクの交換の目安 : 1回 / 12~24時間 程度 (P 44 補足資料参照)
- ◆ バキュームノズルの交換の目安 : 毎回を推奨

インジェクター、バキューム、サンプルストリームの アラインメント

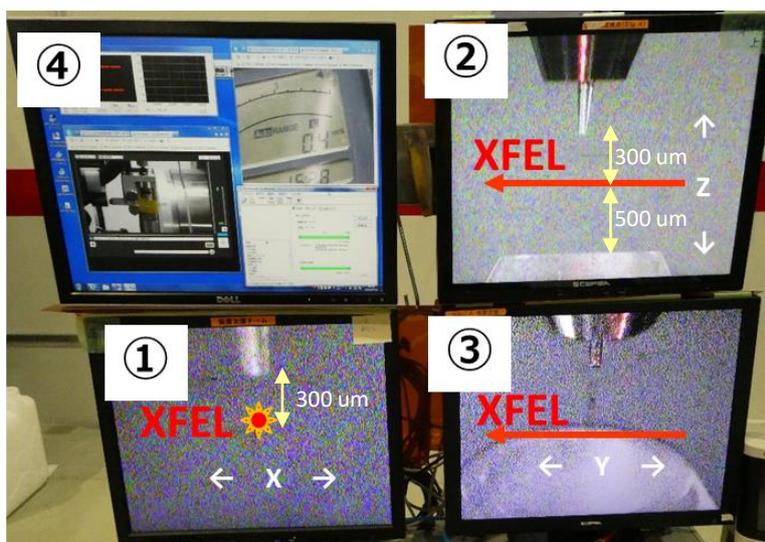
オペレーションデスクのPCに以下のウィンドウが表示されている。ハッチ扉前の4画面のモニターを見ながら、アラインメントを行う。
インジェクターノズルを動かすときは「Sample」、バキュームノズルを動かすときは「Suction」を操作する。「Destination」の欄に数値を入力後、**GO** をクリックすると移動を開始する。

注意：「Sample」「Suction」以外の項目は誤って触らないように
「Sample Z」は下げすぎるとバキュームノズルに衝突してしまう
「Mode」が **REL** になっていることを必ず確認

Sort	Set	Axis	Name	F/U	Mode	Position	Destination	Unit	Action	Speed	Limit Sensor	DEL ALL
▼▲	⚙️	b	Injector									
▼▲	⚙️	b12_st3_pm043	Sample_X	User	REL	545.0	10	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL
▼▲	⚙️	b12_st3_pm043	Sample_Y	User	REL	205.5	20	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL
▼▲	⚙️	b12_st3_pm044	Sample_Z	User	REL	36.25	10	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL
▼▲	⚙️	t	Vacuum									
▼▲	⚙️	t	Suction_X	User	REL	1314.5	-100	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL
▼▲	⚙️	t	Suction_Y	User	REL	46.25	-100	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL
▼▲	⚙️	b12_st3_pm047	Suction_Z	User	REL	-760.0	10	um	GO	Preset	H M L	1000 -H -S +S +H DEL

◆ハッチ扉前モニター

- 画面 ①XFEL同軸カメラ：インジェクターのX軸方向、Z軸方向の調整
- 画面 ②斜め上流45°方向：主にバキュームのY軸、Z軸方向の調整
- 画面 ③真横斜め上カメラ：主にY軸方向の調整、レーザーのアラインメント
- 画面 ④He濃度、温度、湿度の確認、インジェクターのプランジャー位置の確認など



各画面の中央にサンプルストリームが来るように調整する

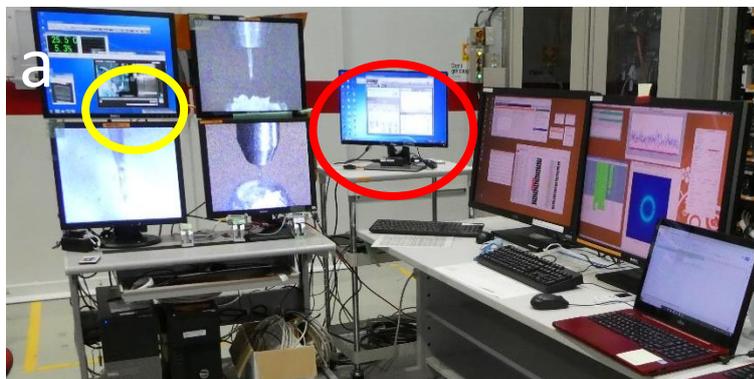
標準的なノズルと吸引器の位置

最初の位置合わせの例Z軸:XFEL位置にノズルを合わせ、300 umアップすることで、位置を決める同様に、500 umダウンすることで、吸引器の位置を決める

データコレクション

HPLCポンプの設定

HPLCポンプの設定はリモートでハッチの外から行う。オペレーションデスクにコントロールソフトを立ち上げたPCがある（写真a右の赤丸）。インジェクターのプランジャー位置もウェブカメラから確認できる（写真a左の黄丸）。



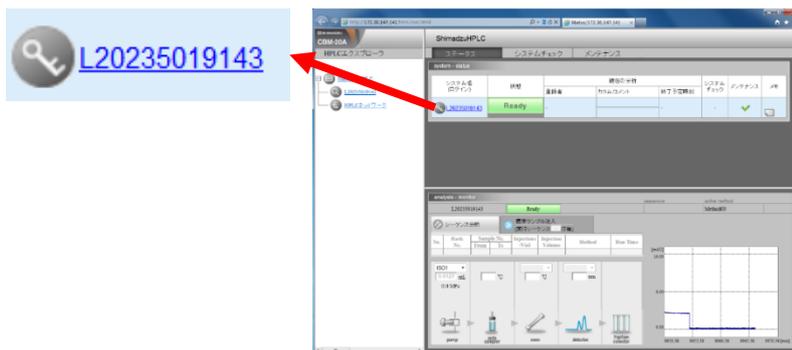
◆ソフト立ち上がっていない、または誤って閉じた場合

1. PCを起動（再起動）
2. デスクトップ上のアイコンをクリックする



または、InternetExplorerを開いて、<http://172.30.147.141>

3. ウィンドウ内のシステムステータスの下記をクリック

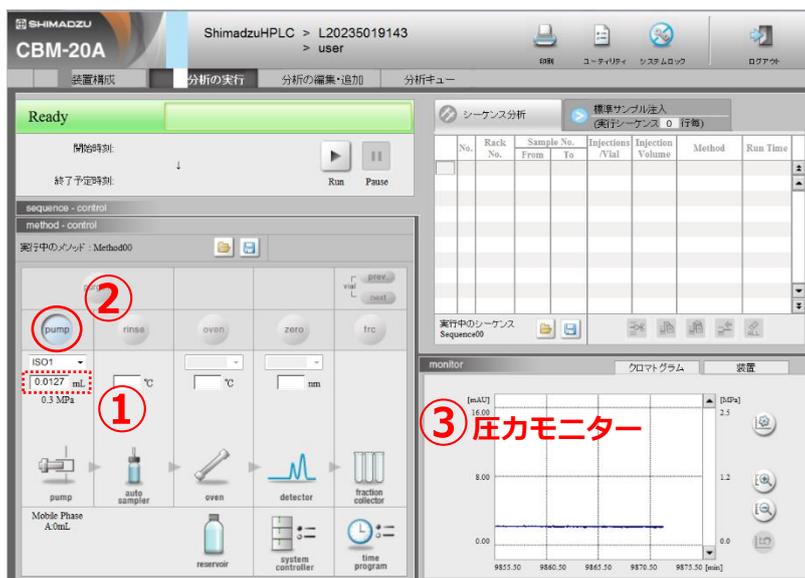


4. Login ID : user, Password : userを入力する



◆送液の開始と停止

まず、p 30, 31 の流速表（コメントも参照）を確認して、任意のポンプ流速を入力する（①）。入力数値の横でカーソルが点滅している時はまだその流速になっていないので、入力後、欄外をクリックすると実行される。「Pump」をクリックし、ボタンが凹んだ状態になると送液が開始される（②）。HPLCポンプにかかる圧力は③の圧力モニターで確認できる。圧力の上限は2 MPaに設定されている。圧力が上限を超えると、自動的に送液は停止される。送液を手動で止めるときは再度「Pump」をクリックする。

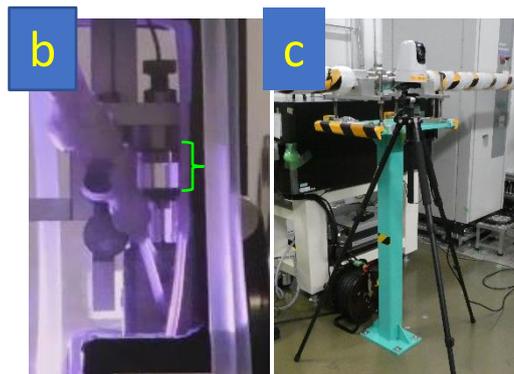


◆サンプル吐出の終了

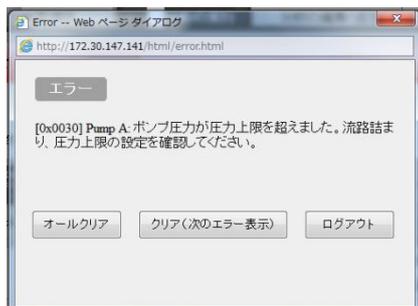
サンプルが全て消費されたかどうかは、圧力モニターとインジェクターのプランジャー位置から判断する。

インジェクターのプランジャー位置はWebカメラによりハッチ外から確認できる（写真a左の赤丸）。緑で示す領域が狭くなってくる（写真b）。

Webカメラの位置が悪くてプランジャー位置が確認できない場合、ハッチ内のWebカメラ（写真c）を適宜移動させる。



◆圧力の上限到達によるエラー解除



圧力が上限を超えると、左のようなエラーメッセージが表示される。「オールクリア」をクリックしてエラーを解除する。

サンプル流速の設定

Φ2mm Cartridge

Nozzle ID	HPLC Pump Flow rate	Sample Flow rate/ Velocity		Crystal travelling distance between pulses	Running time at 70 μl sample volume
		μm	ml/min		
50	0.0068	0.11	0.9	30	659
	0.0113	0.18	1.5	50	396
	0.0226	0.35	3.0	100	198
	0.0679	1.06	9.0	300	66
75	0.0153	0.24	0.9	30	293
	0.0254	0.40	1.5	50	176
	0.0509	0.80	3.0	100	88
	0.1527	2.39	9.0	300	29
100	0.0271	0.42	0.9	30	165
	0.0452	0.71	1.5	50	99
	0.0905	1.41	3.0	100	50
	0.2714	4.24	9.0	300	16.5
125	0.0424	0.66	0.9	30	106
	0.0707	1.10	1.5	50	63
	0.1414	2.21	3.0	100	32
	0.4241	6.63	9.0	300	10.6
150	0.0611	0.95	0.9	30	73
	0.1018	1.59	1.5	50	44
	0.2036	3.18	3.0	100	22
	0.6107	9.54	9.0	300	7.3
200	0.1086	1.70	0.9	30	41
	0.1810	2.83	1.5	50	25
	0.3619	5.65	3.0	100	12.4
	1.0857	16.96	9.0	300	4.1

インジェクターの取り付けと各種設定

Φ4mm Cartridge

Nozzle ID	HPLC Pump Flow rate	Sample Flow rate/ Velocity		Crystal travelling distance between pulses	Running time at 200 μ l sample volume
		μ l/min	mm/sec		
50	0.0017	0.11	0.9	30	1882
	0.0042	0.26	1.5	50	762
	0.0057	0.36	3.0	100	561
	0.0170	1.06	9.0	300	188
75	0.0038	0.24	0.9	30	842
	0.0064	0.40	1.5	50	500
	0.0127	0.79	3.0	100	252
	0.0382	2.39	9.0	300	84
100	0.0068	0.43	0.9	30	470
	0.0113	0.71	1.5	50	283
	0.0226	1.41	3.0	100	142
	0.0679	4.24	9.0	300	47
125	0.0106	0.66	0.9	30	302
	0.0177	1.11	1.5	50	181
	0.0353	2.21	3.0	100	100
	0.1060	6.63	9.0	300	30
150	0.0153	0.96	0.9	30	209
	0.0255	1.59	1.5	50	125
	0.0509	3.18	3.0	100	63
	0.1527	9.54	9.0	300	21
200	0.0271	1.69	0.9	30	118
	0.0452	2.83	1.5	50	71
	0.0905	5.66	3.0	100	35
	0.2714	16.96	9.0	300	11.7

HPLCでサンプル吐出操作

ポンプ流速の入力とポンプON (75 μ mノズル時 : 0.0064 mL/min) ※サンプルがすぐに出てこない場合、**0.2 mL/min**を入力

低流速グリースはストリーム径が大きくなりやすく、サンプル流速が計算値の6割程度になることが多いので、パルス間距離50 μ mの流速(赤字)を選択している。サンプル量が100 μ L以上あれば、パルス間距離100 μ m以上の流速を選択してもよい。

Heガス、バキュームについて

◆Heガス

Heボンベは2本あり、Heパス+チャンバー充填用とガスガイド用に分かれている（p.37配線模式図参照）。



ノズル用はHeガスガイドに使われる。置換用はハッチ内でさらに2つに分かれ、一方はHeパス用（0.2L/min）、もう一方はチャンバー内のHe置換用に（0.5L/min(嫌気時1.0L/min)）となっている



元栓が開いているか、残量等は立ち合い時に確認する。
レギュレーターの圧力は通常0.2MPa。

◆バキューム

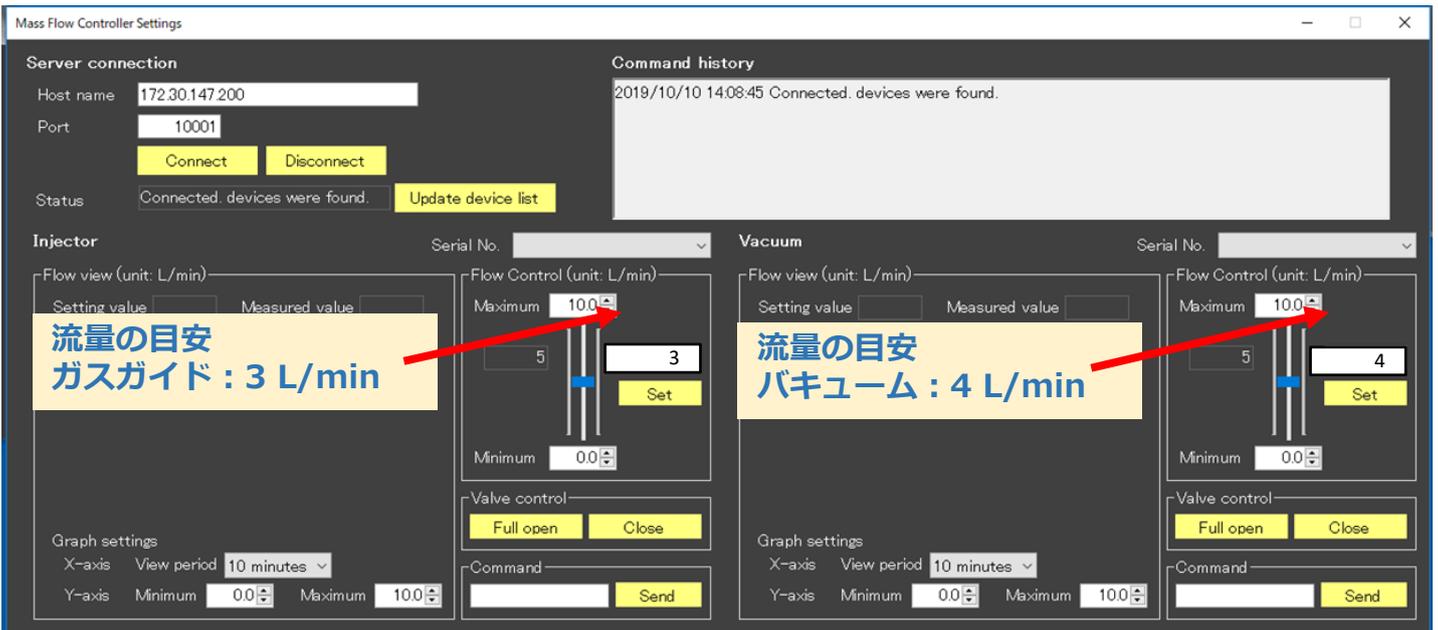


バキュームのコンプレッサーはハッチの扉付近の床に置いてある。スイッチ（赤丸）が入っているか確認する。

Heガス、バキュームの流量調節

◆マスフローを使用した流量調節

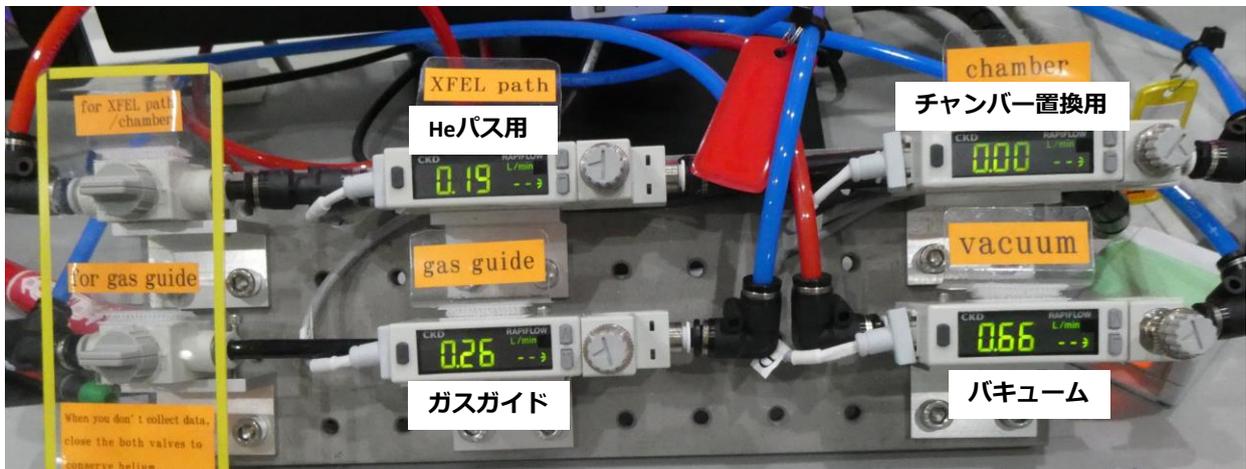
ハッチ内のHeチャンバー付近にマスフローが設置されている。
 下図のマスフロー用GUIでは、それぞれの流量の目安(高精度媒体インジェクター使用時)は以下の通り。
 ヘリウム流量を下図のように入力後、セットボタンを押す。



インジェクターの取り付けと各種設定

◆ガスガイド、バキュームの流量調節

4画面モニターの下にガスガイド、およびバキュームの流量計(調節器)が設置されている。
 流量計は窒素ガス用なので、ヘリウムの場合は数値が1/6表記になる。



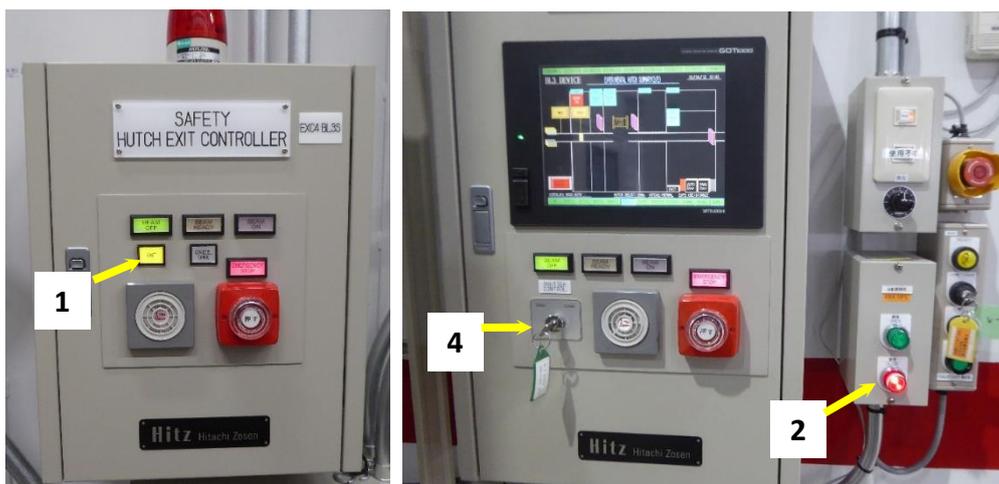
流量の目安 (N₂ 流量計での表示値)
 ガスガイド : 0.5 L/min
 バキューム : 0.7 L/min

流量の目安 (N₂ 流量計での表示値)
 Heパス : 0.2 L/min
 チャンバー置換用 : 0.5 L/min (通常実験時)
 1.0 L/min (嫌気条件時)

ハッチを閉める

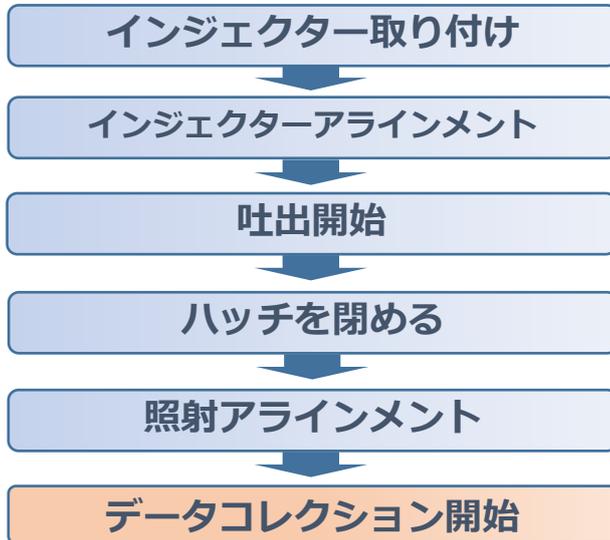
EXIT

- ① ハッチ内コントロール盤の **EXIT** を押す
- ② ハッチの外に出て、閉扉ボタンが点灯したら押す
- ③ 扉が閉まるのを待つ
- ④ Shutter controlをDisableからEnableにする



データコレクションの開始

◆データコレクション開始までの流れ



◆データコレクション開始

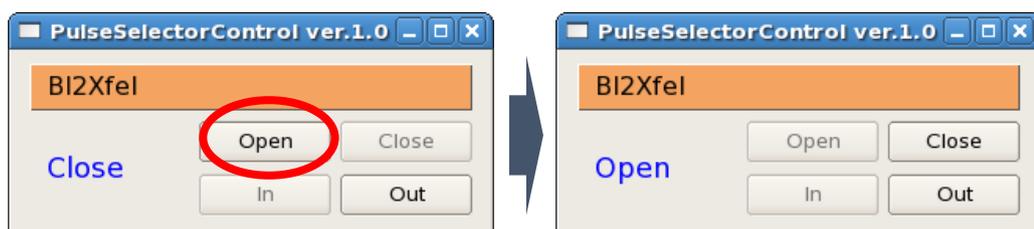
① アテネーターを選択する

- 例えば、最初は回折強度が不明なため、AI0.3くらいで開始し、回折像を確認しながら、徐々にアテネーターを薄くしていく。
- 適切なアテネーターを選択する。アテネーターについてはp.27を参照。

② DSSをOpenにする

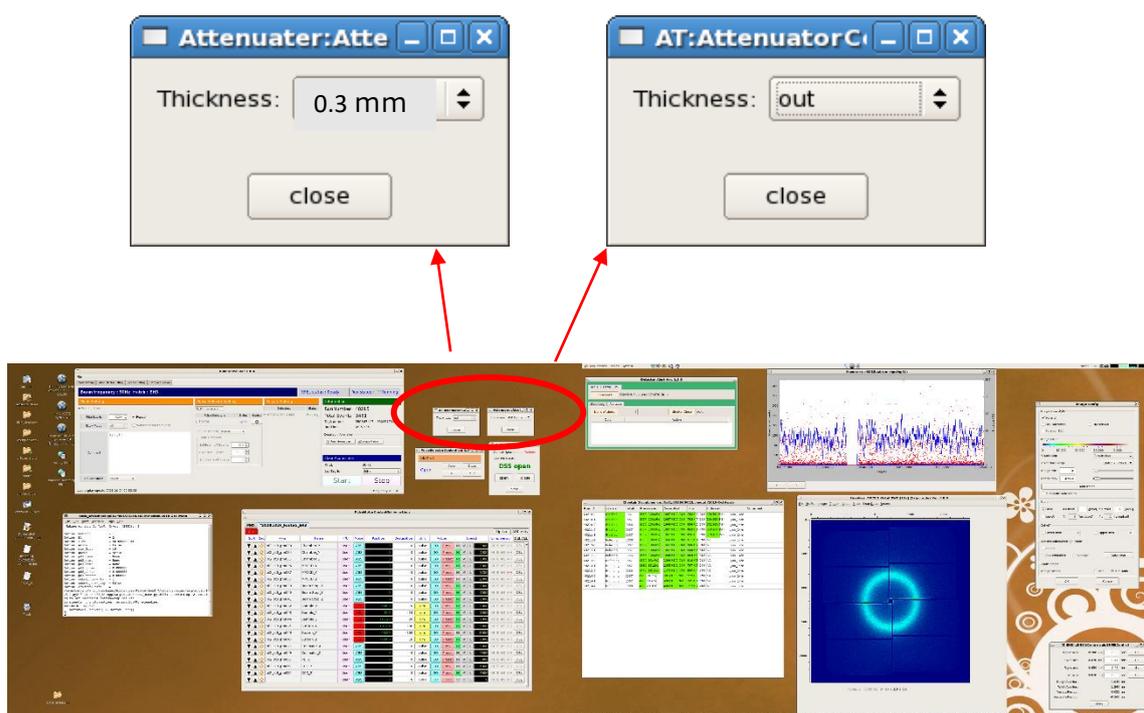


③ PulseSelectorControl をOpenにする



◆アテネーターの変更方法

オペレーション画面（赤丸）に AI、Si 用のウィンドウが開いてある（使用しなくてもウィンドウは閉じてはいけない）。どちらがAIかSiかは、プルダウンを開いて確認する。



アテネーターの厚みと透過率

サンプルに応じて、適切にアテネーターを使用する。メインのオペレーション画面にアルミニウム、シリコンの設定ウインドウがそれぞれあるので、下記の表を見ながら設定する。

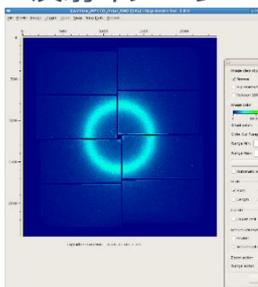
データ計算元 http://bioxtal.spring8.or.jp/ja/tools/xray_calc_ja.html

Al (mm)	Transmission (%)		
	7 keV	10 keV	12.5 keV
0.3	0.33	13	35
0.25	0.86	19	42
0.2	2.2	26	50
0.15	5.8	37	60
0.1	15	51	71
0.075	24	61	77
0.05	39	72	84
0.025	62	85	92

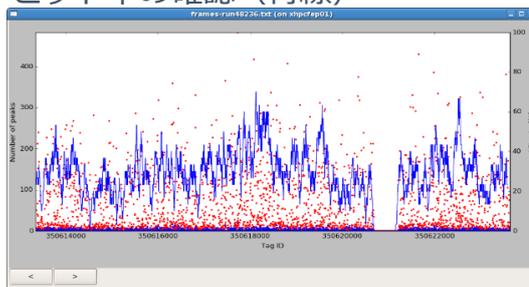
Si (mm)	Transmission (%)		
	7 keV	10 keV	12.5 keV
0.5	0.0025	2.4	14
0.4	0.021	5.0	21
0.3	0.18	11	31
0.2	1.5	22	46
0.1	12	47	68

XFELがストリームにあたり反射が出ていることを確認する。
 必要があれば、再度アラインメントを行う。

反射イメージ



ヒット率の確認 (青線)



コメント欄にサンプル名 (IDなど) を入れ、Startボタンを押す。



◆測定中のトラブルにより、データコレクションを一時停止したいとき

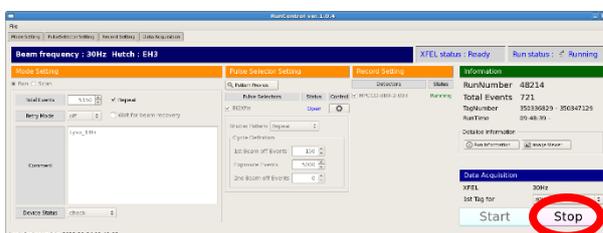
- ① DSS GateControlの「close」を押してDSSを閉じる



トラブルの例

- 飽和ピクセルが多い場合
- 検出器アラームが出た時
- ポンププローブ実験でストリームが安定しない時

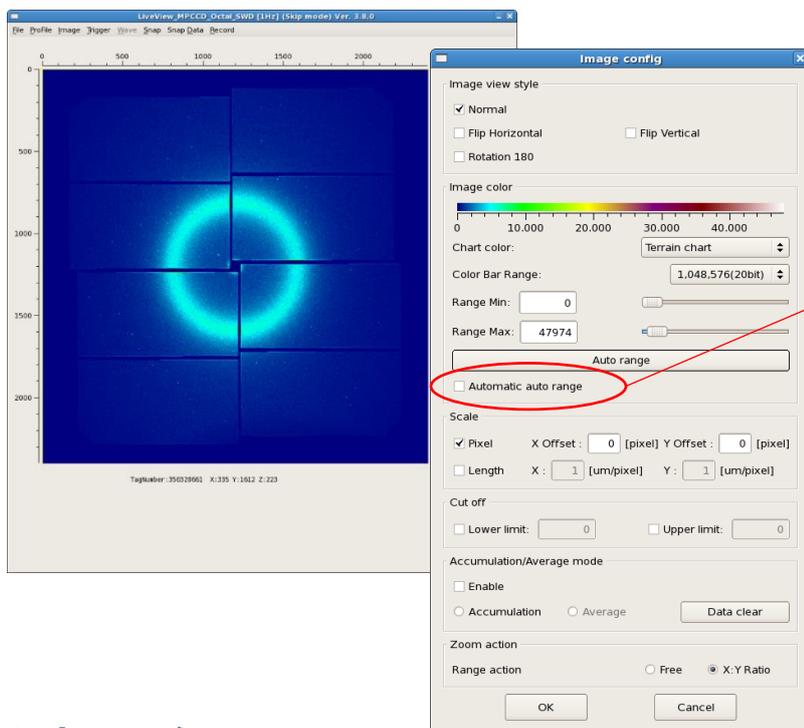
- ② RunControlウィンドウでStopを押す



リアルタイムデータの見方

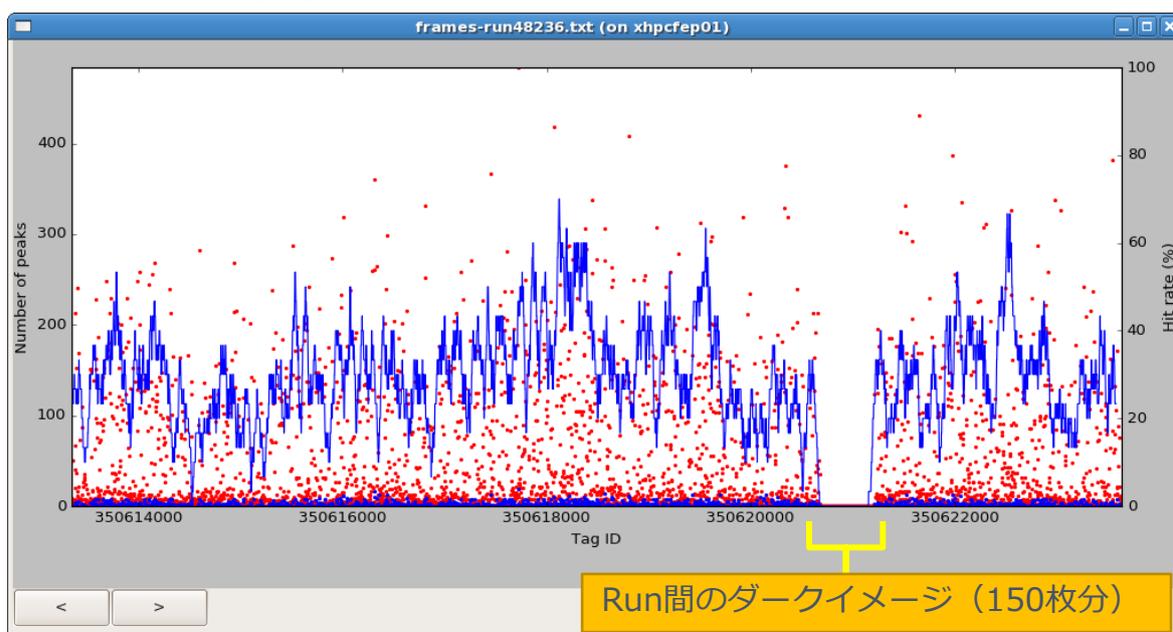
◆反射イメージ

ビューワーは10枚に1枚くらいの頻度で間引いて表示される



オートレンジに
チェックを入れて
おく

◆Cheetahオンライン



青線 : ヒット率
赤点 : 反射の数
青点 : 飽和している反射の数

データコレクション

◆ヒット枚数（割合）、インデックス枚数（割合）、分解能の確認

Run ID	Status	Total	Processed	Accepted	Hits	Indexed	Comment
48210-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	783 (47.0%)	490 (62.6%)	Lyso_14hr
48210-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	793 (47.6%)	500 (63.1%)	Lyso_14hr
48210-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	836 (50.2%)	532 (63.6%)	Lyso_14hr
48211-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	862 (51.7%)	553 (64.2%)	Lyso_14hr
48211-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	836 (50.1%)	516 (61.7%)	Lyso_14hr
48211-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	913 (54.8%)	615 (67.4%)	Lyso_14hr
48212-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	960 (57.6%)	641 (66.8%)	Lyso_14hr
48212-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	944 (56.6%)	618 (65.5%)	Lyso_14hr
48212-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	984 (59.1%)	643 (65.3%)	Lyso_14hr
48213-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	969 (58.1%)	636 (65.6%)	Lyso_14hr
48213-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	950 (57.0%)	641 (67.5%)	Lyso_14hr
48213-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	915 (54.9%)	602 (65.8%)	Lyso_14hr
48214-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	982 (58.9%)	642 (65.4%)	Lyso_14hr
48214-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	920 (55.2%)	574 (62.4%)	Lyso_14hr
48214-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	948 (56.9%)	600 (63.3%)	Lyso_14hr
48215-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	986 (59.1%)	641 (65.3%)	Lyso_14hr
48215-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	988 (59.3%)	641 (65.3%)	Lyso_14hr
48215-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	966 (58.0%)	641 (65.3%)	Lyso_14hr
48216-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	949 (56.9%)	641 (65.3%)	Lyso_14hr
48216-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	474 (28.4%)	314 (66.2%)	Lyso_14hr
48216-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	787 (47.2%)	504 (64.0%)	Lyso_14hr
48217-0	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	975 (58.5%)	671 (68.8%)	Lyso_14hr
48217-1	Finished	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	986 (59.1%)	623 (63.2%)	Lyso_14hr
48217-2	Finished	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	1018 (61.1%)	648 (63.7%)	Lyso_14hr
48218-0	Indexing	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	967 (58.0%)	NA	Lyso_14hr
48218-1	Indexing	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	949 (56.9%)	NA	Lyso_14hr
48218-2	Indexing	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	933 (56.0%)	NA	Lyso_14hr
48219-0	Indexing	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	954 (57.2%)	NA	Lyso_14hr
48219-1	Indexing	1667	1667 (100.0%)	1667 (100.0%)	1005 (60.3%)	NA	Lyso_14hr
48219-2	Indexing	1666	1666 (100.0%)	1666 (100.0%)	916 (55.0%)	NA	Lyso_14hr
48220-0	Hitfinding	1667	1140 (68.4%)	1140 (100.0%)	641 (56.2%)	NA	Lyso_14hr
48220-1	Hitfinding	1667	1085 (65.1%)	1085 (100.0%)	618 (57.0%)	NA	Lyso_14hr

Summary ✕

💡 Type: normal
 Total: 40000
 Processed: 40000
 Accepted: 40000
 Hits: 21724 (54.3% of accepted)
 Indexed: 14132 (65.1% of hits)

OK

選択した領域を右クリック

- Kill this job
- View hits
- Check cell
- Count sums

Spot	Cell	Reso	File Name	Event
147	1	2.04 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
167				
254				
201	1	2.05 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
157	1	2.05 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
168	1	2.06 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
128	1	2.06 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
155	1	2.07 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
202	1	2.07 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
176	1	2.07 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
149	1	2.08 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
165	1	2.08 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
182	1	2.08 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
143	1	2.08 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
175	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
150	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
176	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
154	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
194	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
205	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
149	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
149	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
131	1	2.09 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
149	1	2.10 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	
150	1	2.10 Å	run48217-2.h5 tag-350376185//	

分解能の高いものから並び替え

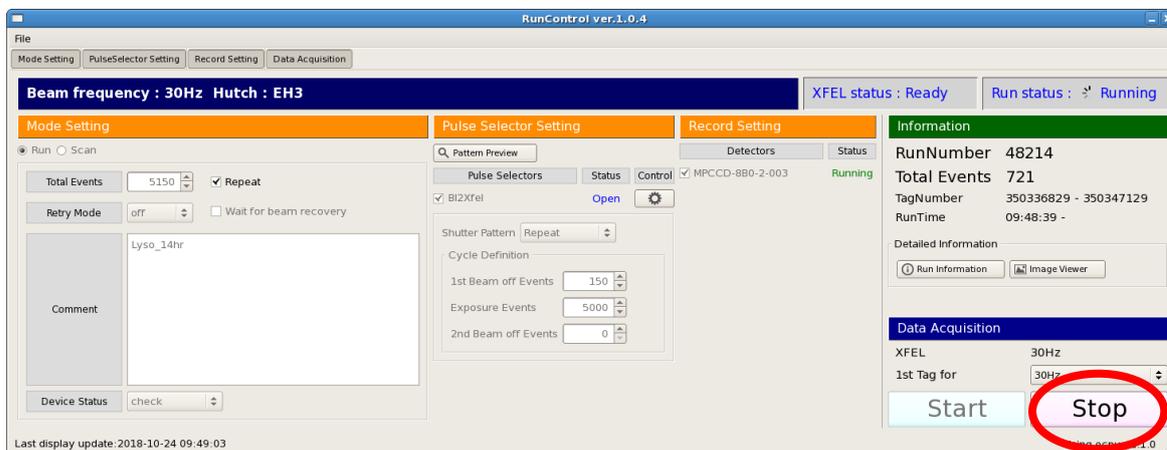
ダブルクリック

Resolution Range → 分解能を示すリング
 Boost Intensity → 画像コントラスト
 Features → ピークの認識

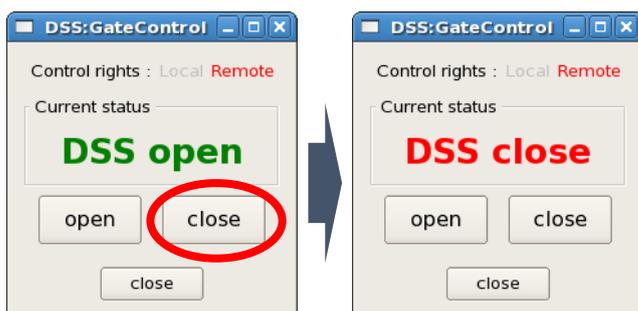
データコレクション

データコレクションの終了

① RunControlウィンドウでStopを押す

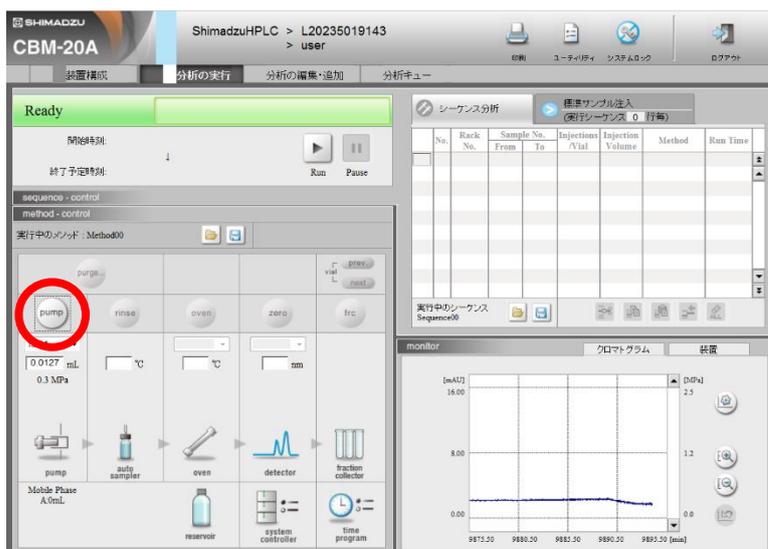


② DSSを閉じる

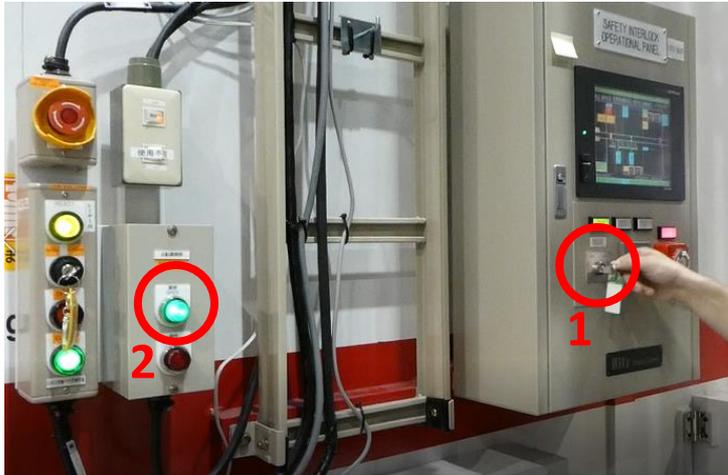


ウィンドウを誤って閉じてしまった場合はp.39-40の「ターミナル画面の設定」を参照。

③ HPLCポンプを止める



-
- ④ ハッチを開ける
Sutter Controlを「Enable」から「Disable」にし、開扉ボタンを押す

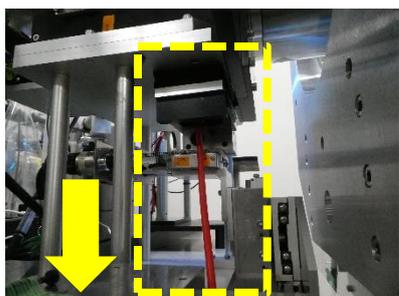


補足資料

バキュームタンクの交換

バキューム機能を正常に保つためにも、バキュームタンクは適宜交換する。
交換のタイミングは流したサンプル量によるが、少なくとも、12時間に一回。

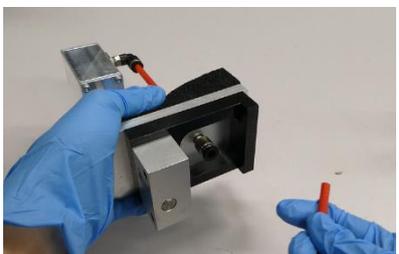
◆バキュームタンクの交換手順（動画[08-2]）



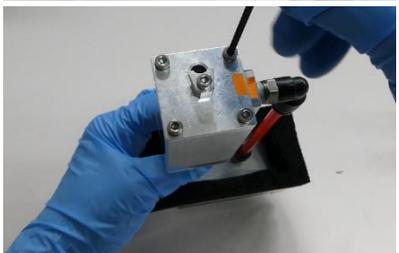
オペレーション画面から「Suction Z」を-35000移動させる（下方向へ）



バキューム本体を手前に引き出す



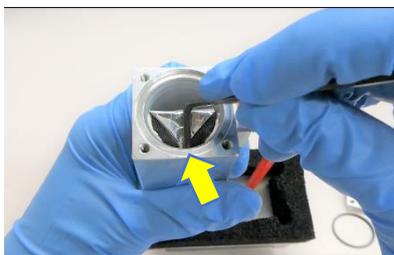
バキュームタンク下のホースを抜く



タンク上部の4つのネジを外す



Oリングを取り外す



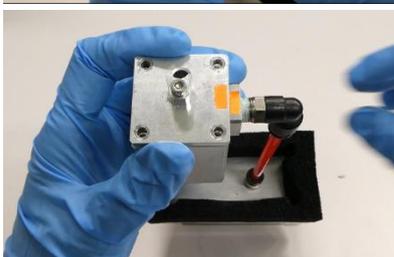
中のカートリッジを取り出す
取り出しにくいので、六角レンチなどを使って取り出す
(カートリッジの上部側面に穴が開いているので、そこに
引っかけると取り出しやすい)



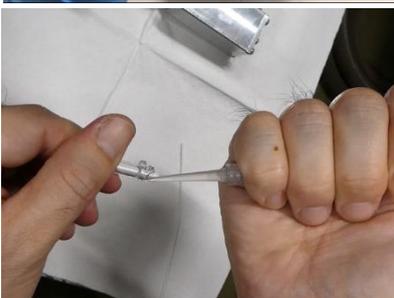
カートリッジの穴



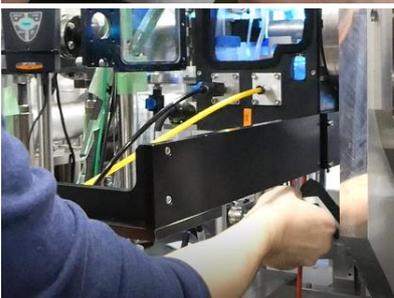
向きに注意して新しいカートリッジを入れる
オレンジ色のシールの位置が合うように



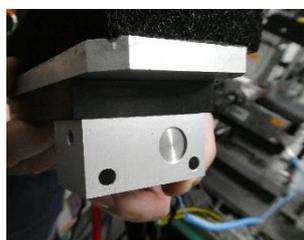
Oリングを入れて、ふたを閉める
オレンジ色のシールの位置が合うように



バキュームノズルを取り付ける時は、タンクとのつなぎ目
にグリースを塗る



ホースがつながっているか確認し、バキューム本体をHeチャン
バーに戻す
本体下部に2つの穴が開いており、その穴にHeチャンバー下
の位置決め用の2本のピンがささるように入れる



本体下部の二つの穴



位置決め用のピン2本