 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. P0026 実験課題名 Title of experiment 中性子回折実験を利用したヒト α -トロンビンと複合体結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 山田太郎 所属 Affiliation 茨城大学 フロンティア応用原子科学研究センター	装置責任者 Name of responsible person 田中伊知朗 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iBIX (BL03) 実施日 Date of Experiment 2009.2.17-2.18

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
ヒト α -トロンビン-ビバリルジン複合体単結晶

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)
<p>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.</p> <p>体積 4mm³程度になった大型単結晶試料を径が 4 ミリメートルのガラスキャピラリの内面に少量の溶媒に浸かった状態でマウントした。溶媒が乾燥し結晶が崩れるのを防ぐためにキャピラリの底面には溶媒を溜めた状態で封入した。ガラスキャピラリーに封入された単結晶試料を標準的なゴニオメータヘッドに取り付け、iBIXの回折装置中心に設置されている三軸型ゴニオメータにマウントした。</p> <p>ガイド管から遮蔽体内に導かれた中性子ビームはガイド管出口下流と試料直前に設置された LiF スリットによりビーム発散角: $\pm 0.2^\circ$ となるようにコリメートした。中性子ビームは空気による散乱等による検出器に対するバックグラウンドを出来る限り低減するために単結晶試料が完浴する範囲の大きさに絞り試料に入射した(試料位置: 5mm ϕ)。</p> <p>iBIX の3つの波長変換ファイバー型2次元検出器は試料-検出器面間距離 L2=473mm、検出器面中心が $2\theta = 95.6^\circ, 139.0^\circ, 156.6^\circ$ となるように配置された(検出器総立体角: 1.95%)。試料中心以外からの散乱が検出器面に入るのを軽減するために検出器面外周にフードコリメータ(B4C)を設置した。入射中性子ビームは低速チョッパーの位相を調整し、波長範囲としては iBIX のセカンドフレームである 4~8 Å を用いた。J-PARC の出力は 20 kW、パルス周期 25Hz であった。結晶を固定して 30 時間露光して回折中性子の積算をおこなった。</p>

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

この中性子回折実験では約 2.7 Å の分解能の回折斑点が得られた。今回はサンプルの結晶性を確認できた程度であり、得られたデータでは反射数および強度が不十分であるために、構造解析をおこなうまでにはいたらなかった。しかしながら、今後 J-PARC の出力が増え、iBIX の検出器の高度化が進めばすべての回折データを収集することが可能であることが示唆された。

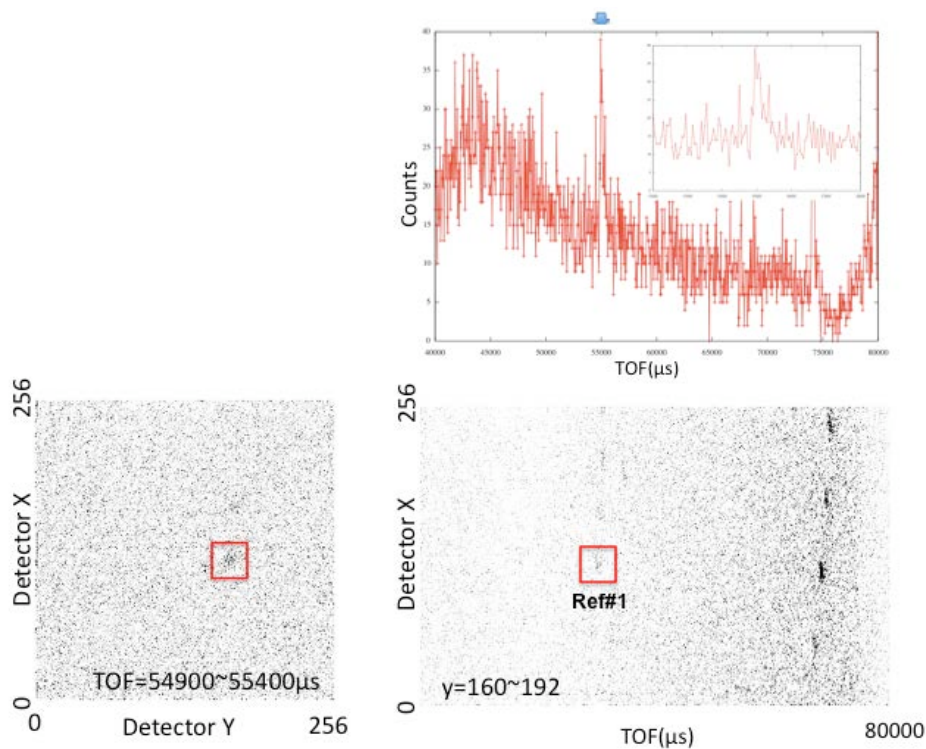


図1 iBIXで得られたトロンビン-ビバリルジン複合体のTOF中性子ラウエ回折像。 図中 Ref#1 は分解能 2.7 Å.