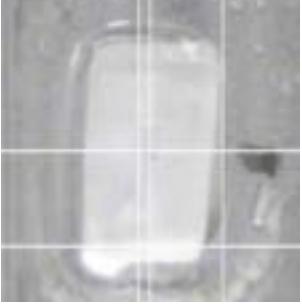

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2009AP0001 実験課題名 Title of experiment iBIX装置の高度化および産業応用推進のためのタンパク質中性子構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 田中 伊知朗 所属 Affiliation 茨城大学	装置責任者 Name of responsible person 田中 伊知朗 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL03 iBIX 実施日 Date of Experiment 2010/5/11~2010/6/1

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.	
RiboncreaseA (リボヌークレアーゼ A) 単結晶 アミノ酸残基数: 124 格子定数: $a=30.4 \text{ \AA}$ , $b=38.6 \text{ \AA}$ , $c=53.4 \text{ \AA}$ , $\beta=105.8^\circ$ 結晶体積: $4.7 \text{ mm}^3$ 石英ガラスキャピラリー (4mmφ) の内壁に少量の溶媒により付着させ、溶媒の乾燥により結晶の質が劣化するのを防ぐために、キャピラリー底面に少量の溶媒を結晶と共に封入した (図 1)。	 <p style="text-align: center;">図 1 リボヌークレアーゼ A 単結晶</p>

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。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.	
ガラスキャピラリーに封入した単結晶試料を x, y, z 軸調整機構付きのゴニオメータヘッドに固定し、iBIX の三軸型 ( $\phi$ 、部分 $\chi$ 、 $\omega$ ) ゴニオメータの回転中心 (=ビーム中心) にマウントした。結合型減速材からスーパーミラーガイド管によって本体遮蔽体内に導入された中性子ビームは、ガイド管出口下流および試料直前に設置された LiF スリットにより、ビーム発散角 $\pm 0.2^\circ$ となるように整形した。また、中性子ビームの空気散乱によるバックグラウンドを低減させるために、試料位置での中性子ビームサイズは測定試料がちょうど完浴する 5mmφ となるようにスリットを選択した。検出器を含めた回折計を図 2 に示す。14 台の波長変換ファイバー型 2 次元検出器の配置は、本試料の分解能と格子定数を考慮したタンパク質用配置とした (図 2)。	 <p style="text-align: center;">図 2 検出器配置</p>

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

試料-検出器間距離(L2)490mm、検出器総立体角は約10%である。検出器面外周には試料中心外からの散乱を防ぐためにB<sub>4</sub>C製のフード型コリメータを設置し、バックグラウンドの低減を図った。

1に記載の試料について、以下の条件でフルデータ測定を行った(図3)。検出器台数:14台、加速器出力:120kW、パルス周期:25Hz、測定波長領域:1.6~4.5Å(1<sup>st</sup> frame), 4.5~7.3Å(2<sup>nd</sup> frame)、測定時間:5時間/セッティング(1<sup>st</sup> frame)、1時間/セッティング(2<sup>nd</sup> frame)、測定セッティング数:67(1<sup>st</sup> frame)、40(2<sup>nd</sup> frame)、総測定日数:15.7日。

得られたTOF回折パターンは装置グループから提供された補正データ(ポリエチレンの非干渉性散乱データ)を用いて、それぞれの検出器について、入射中性子強度の波長依存性と検出器感度の位置および波長依存性の補正を行った。

iBIXで測定されたTOF回折データを処理するために開発されたソフトウェア”STAR Gazer”を用いて、1388のTOF回折データについてピークサーチ、UB行列決定、指数付け、UB行列精密化および積分強度算出に成功した。分解能1.7Å、積分反射数36536、独立反射数11787で反射収率は88.8%、となり、予定した反射収率を得ることができた。この積分強度データを用いて構造精密化を行い、 $R_{cryst}=23.9\%$ ( $R_{free}=28.2\%$ )が得られた。得られた構造モデルおよび中性子散乱長密度マップ(図4)を既知構造のものと比較した結果、妥当な構造が得られていることが分かった。現在、より高い精度の構造精密化を進めている。この結果は近い将来J-PARCの加速器出力が1MW、検出器台数が30台に増強されることにより、本試料については結晶サイズが1mm<sup>3</sup>であれば3日程度で妥当な構造情報が得られるフルデータの測定が可能であることを示している。また、現在進めているデータ処理ソフトウェアのTOFデータへの最適化によりさらに高い精度の構造情報を得ることが期待できる。

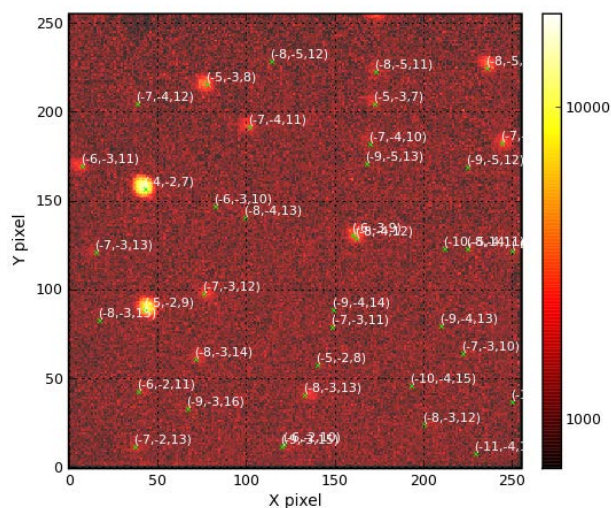


図3 得られたTOF回折パターン

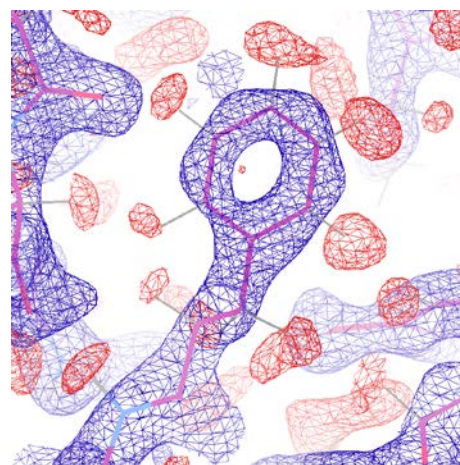


図4 中性子散乱長密度マップ