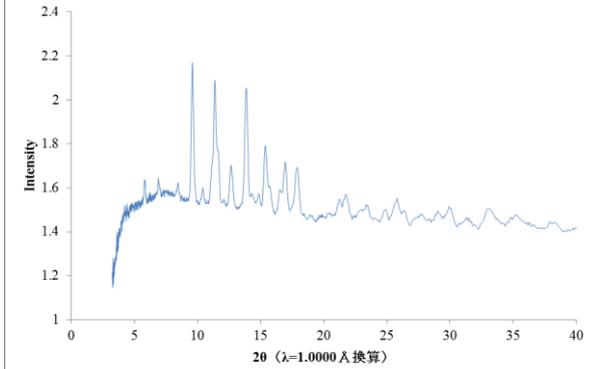
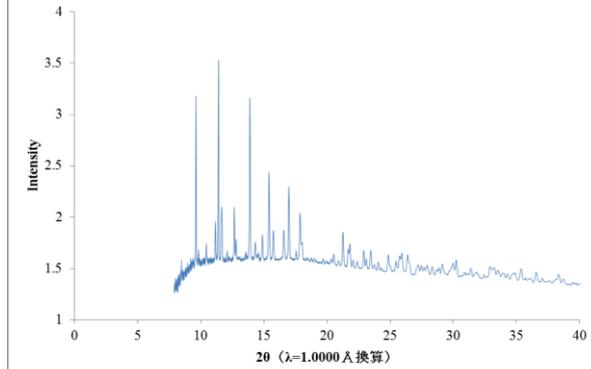


 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2015/2/14
課題番号 Project No. 2013BM0020 実験課題名 Title of experiment アミノ酸・核酸類の中性子線粉末結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 柏木 立己 所属 Affiliation 味の素株式会社イノベーション研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA(BL20) 実施日 Date of Experiment 2014年3月14~15日

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.
<ul style="list-style-type: none"> <li>・試料名: L-フェニルアラニン・水和物(LFW)</li> <li>・化学式: <math>C_9H_{11}NO_2 \cdot H_2O</math></li> <li>・物理的形態: 粉末</li> </ul>

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.
<p>LFWの中性子粉末回折データを、J-PARC MLFのBL20(iMATERIA)で収集した。試料は、内径6mmのパナジウム円筒容器に47mmの高さまで詰めて測定に供した。3時間半、3時間、3時間の3回に分けて、計9時間半の露光時間で、回折データを収集した。波長依存性の補正等を実施した後、3回分のデータをマージし、構造解析用データとした。図1に、LFWの中性子粉末回折データを示す。参考までに、SPring-8 BL32B2で測定したLFWのX線粉末回折データも併記する(図1d)。X線粉末回折データは、直径0.7mmのガラスキャピラリーに試料を封入し、X線波長1.000Å、試料から検出器までの距離330mm、振動角80.0°、露光時間160秒の条件で測定した。</p>
<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div data-bbox="151 1568 782 1960"> <p>a)</p>  </div> <div data-bbox="798 1568 1428 1960"> <p>b)</p>  </div> </div>

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

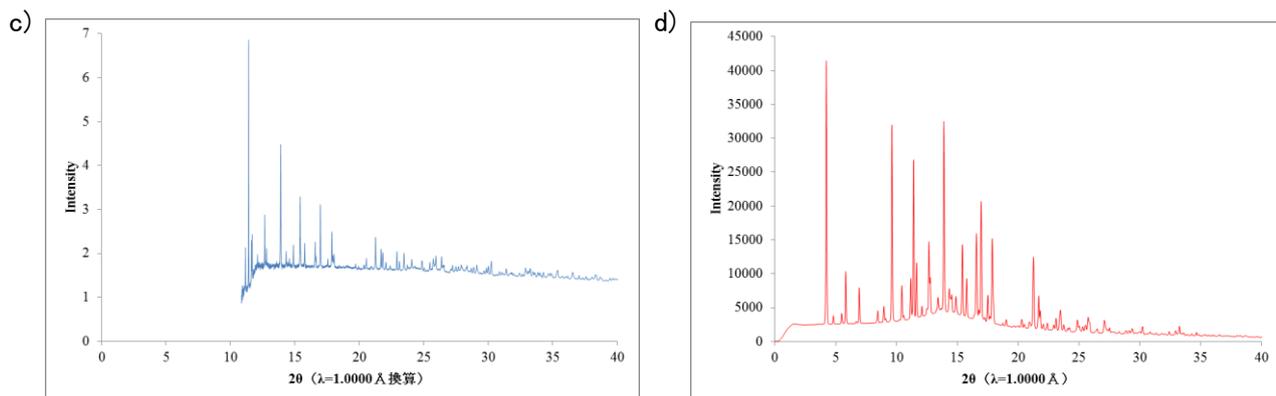


図 1 LFW の粉末回折図形

a) ~ c) J-PARC iMATERIA で測定された中性子粉末回折図形。SPring-8 の X 線粉末回折図形との比較のため、横軸は波長 1 Å での  $2\theta$  値に換算して表示してある。a) 低角バンク(35 度)で測定。b) 90 度バンクで測定。c) 背面バンクで測定。d) SPring-8 BL32B2 で測定された X 線粉末回折図形。

これらのデータを用いて LFW の粉末結晶構造解析を実施した。解析にはプログラム FOX<sup>1)</sup>を用いた。SPring-8 のデータを用いた X 線粉末結晶構造解析では、LFW の構造解析に成功し、既に結果を報告済みである<sup>2)</sup>。結晶の空間群は  $P2_1$ 、格子定数は  $a = 13.79(1)$  Å、 $b = 5.427(8)$  Å、 $c = 12.13(2)$  Å、 $\beta = 100.078(3)^\circ$  であり、非対称単位中には 2 個の L-フェニルアラニン分子と 1 個の水分子が含まれていた。一方、J-PARC のデータを用いた中性子粉末結晶構造解析では、背面バンク、90 度バンク、低角バンク(35 度)のデータを単独或いは組み合わせて用いて構造解析を試みたが、正しい構造に収束した解には現在のところ到達していない。但し、SPring-8 のデータと J-PARC iMATERIA 90 度バンクのデータを組み合わせて用いた中性子・X 線併用粉末結晶構造解析を実施したところ、X 線粉末結晶構造解析とほぼ同じ正解に至ることが出来た。図2に中性子・X 線併用粉末結晶構造解析で得られた LFW の結晶構造を示す。X 線データ単独の粉末結晶構造解析の成功率が 6 割程度であったのに対し、上記の中性子・X 線併用粉末結晶構造解析では、成功率が 9 割程度にまで改善され、中性子・X 線併用粉末結晶構造解析の有用性の一端が示された。LFW の粉末回折データにおいては、低角側に顕著なピークが比較的多く存在する。こうした低角側の反射を精確に測定できていないことが、中性子データのみでの粉末結晶構造解析が成功しなかった原因の1つである可能性もある。

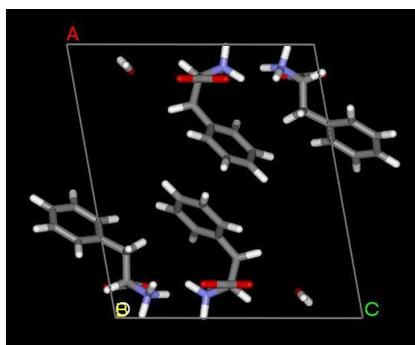


図 2 中性子・X 線併用粉末結晶構造解析で解析された LFW の結晶構造

参考文献: 1) V.Favre-Nicolin *et al.* (2002) *J. Appl. Cryst.*, **35**, 734. 2) 柏木 *et al.* SPring-8 利用成果報告集 submitted.