

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2014年10月16日
課題番号 Project No. 2013PX0002 実験課題名 Title of experiment iBIX テスト測定 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 日下勝弘 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iBIX(BL03) 実施日 Date of Experiment 2013年5月17-18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.
高電位鉄硫黄タンパク質 HiPIP シトクロム b5 還元酵素 b5R

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>iBIX を用いて、中性子構造解析用のフルデータの測定を目標として、大型結晶の育成を実施しているユーザー試料2件(高電位鉄硫黄タンパク質 HiPIP 京都大 三木、シトクロム b5 還元酵素 b5R JAEA 玉田)について、現状で作成できている単結晶試料が、本測定が可能な結晶性を持っているか、目標とする分解能が達成できるか、目標とする統計精度が出るかどうか等、本測定可能なものであるかを確認するためのテスト測定を実施した。</p> <p>上述の試料について、まずは準備された結晶の中から、最も結晶性が良い試料を見いだすために、それぞれの結晶について 2 時間程度の予備測定を実施し、結晶性が悪く割れているもの等を判別して最も結晶性が良い結晶を選択した。その結晶試料の写真を図1に示す。これらについて、長時間露光測定を実施した。実際の測定条件詳細を以下の表 1 に示す。</p>

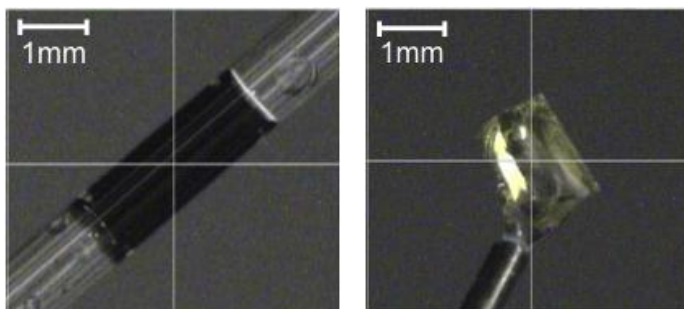


図1 測定した結晶試料 左図 HiPIP, 右図 b5R

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

表 1 測定条件

試料名	: 高電位鉄イオウタンパク質 (HiPIP)	試料名	: NADH シトクロム b_5 還元酵素 (b5R)
空間群	: $P2_12_12_1$	空間群	: $P2_12_12_1$
格子定数	: $a=46$ $b=58$ $c=23$ Å	格子定数	: $a=48$ $b=72$ $c=85$ Å
結晶サイズ	: 4.5mm^3	結晶サイズ	: 1.8mm^3
加速器出力	: 300kW	加速器出力	: 300kW
測定温度	: 室温	測定温度	: 100K
測定日	: 2013/5/17	測定日	: 2013/5/18
露光時間	: 13 時間	露光時間	: 14 時間

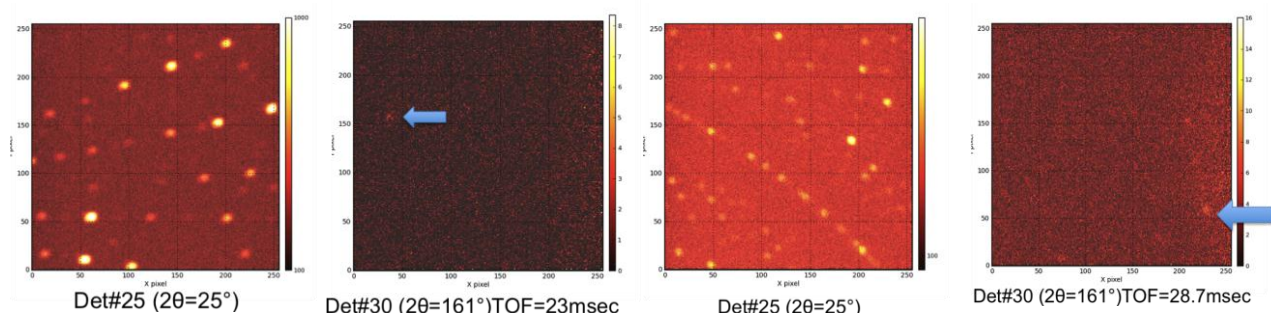


図 2 それぞれの試料から得られた回折パターン、右から 1 番目 : HiPIP、右から 2 番目 : HiPIP 最高分解能反射、右から 3 番目 : b5R、右から 4 番目 : b5R 最高分解能反射

得られた 30 台の検出器データについて、iBIX 用のデータ処理ソフトウェア STARgazer を用いて、ヒストグラム化、ピークサーチ、UB 行列決定、指数付け、UB 行列精密化、反射強度積分を行った。ヒストグラム化データを目視にて確認したところ、両試料共に、極めてシャープな回折パターンを得ることが出来た(図 2)。また、 2θ 角が最大の位置に設置されている検出器 No.30 のデータから、目視にて再高分解能に相当するブラッグ反射を確認した。HiPIP においては $d=1.17$ Å、b5R においては $d=1.37$ Å の反射を確認することが出来た。

積分強度の $I/\sigma(I)$ を分解能シェル毎に平均した結果を図3に示した。この結果からも両試料共に、重水素が観測可能な 2 Å 分解能を上回るデータであることが分かった。このテスト測定から両試料共に、中性子構造解析用の本測定が可能な試料として準備ができていることが明らかとなった。今後は、より高分解能なデータを測定することを目指して、更に良質で大きな結晶の育成を継続しつつ、本測定のための課題申請を実施する。

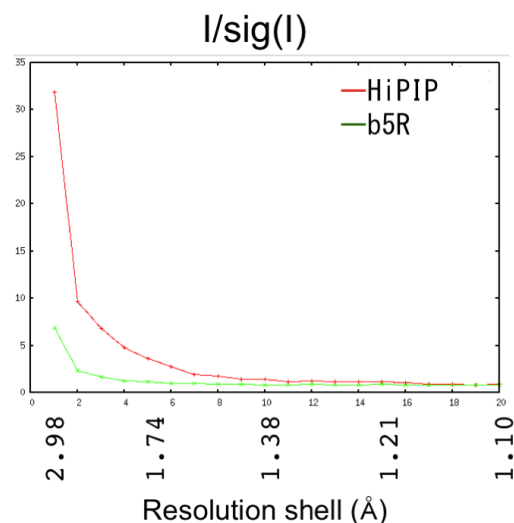


図 3 それぞれの試料における分解能に対する $I/\sigma(I)$ の変化 (1 方位のみ)