

# 1-2 基本的な機能

## 目的

中性子回折による水素原子（プロトン）位置の決定

物質の機能・化学反応に寄与する水素・プロトンの解明

## 設置施設

J-PARC（大強度陽子加速器施設：パルス中性子源）内の  
MLF（物質生命科学実験施設）

## 測定対象

生体高分子、有機・無機分子単結晶

測定性能（加速器出力500kW）

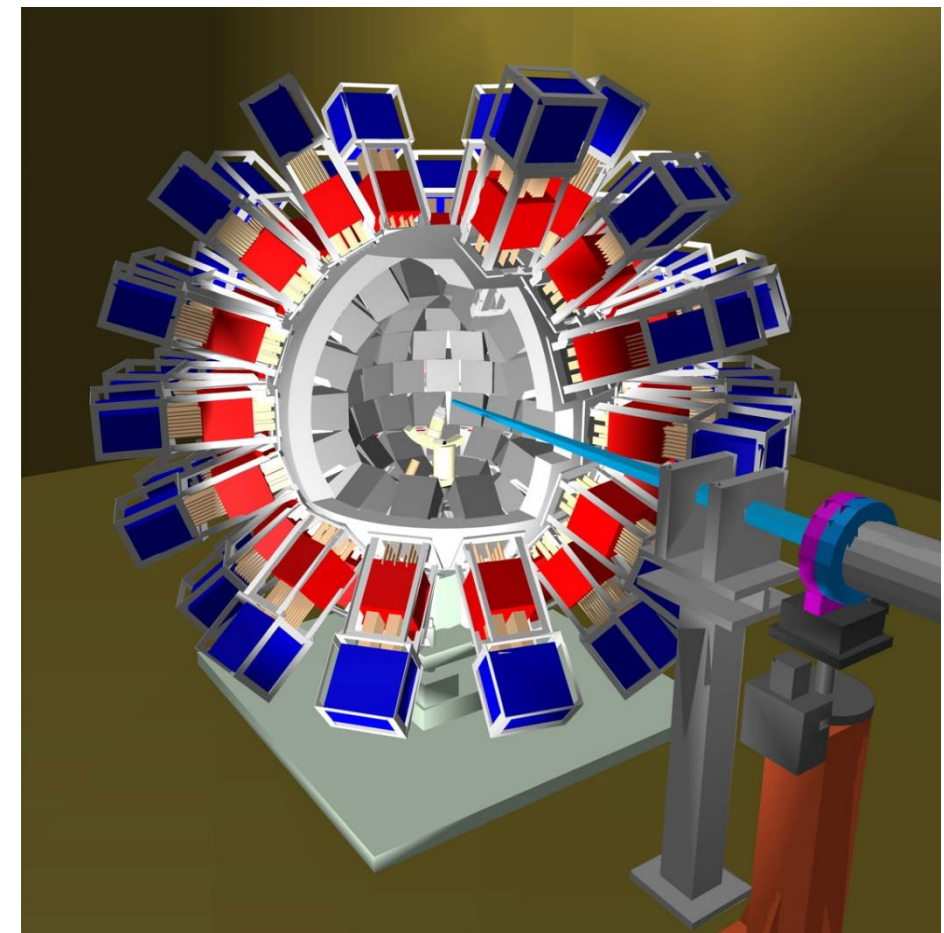
重水素観測可能な分解能

:  $d_{\min} = 2.0 \sim 2.4 \text{ \AA}$  以上

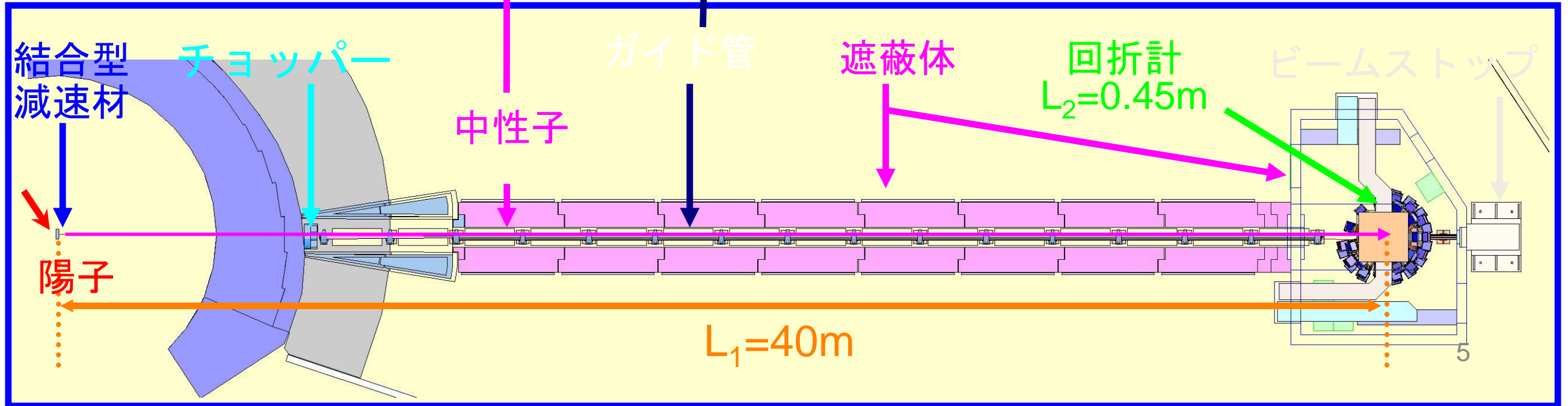
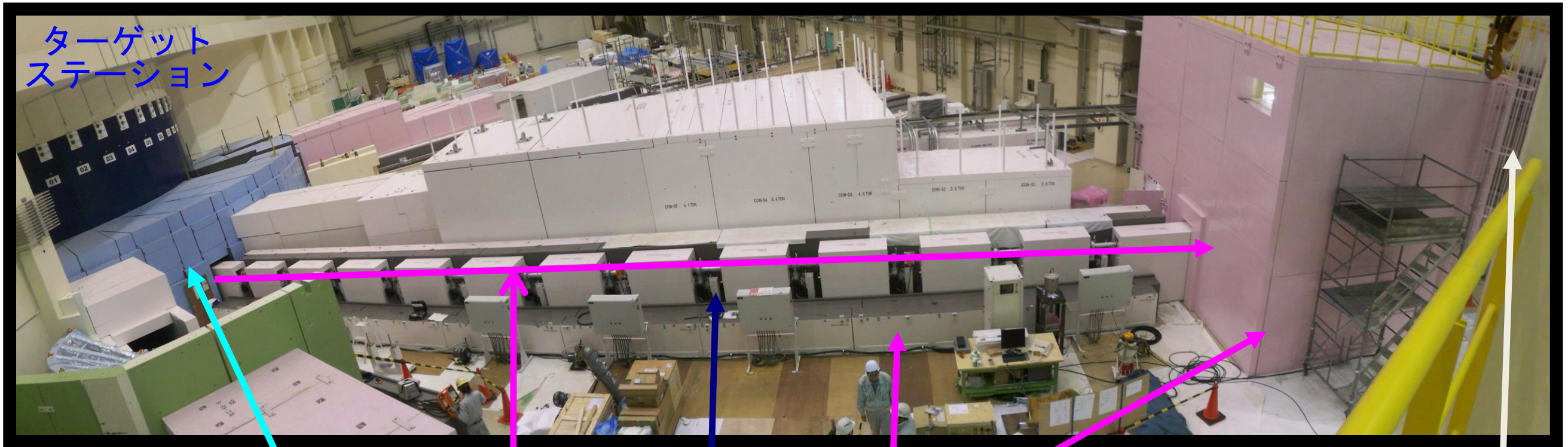
試料サイズ :  $1 \sim 2 \text{ mm}^3$

測定日数 : 8日以内

測定可能格子定数 :  $135 \times 135 \times 135 \text{ \AA}^3$



# 1-2 基本的な機能(iBIXの外観)





## 1-2 基本的な機能(iBIXの内部)

### 高性能二次元検出器を34台に増強 (平成30年3月)

- タンパク質構造解析の測定効率が大幅に向上
- 生活に密着した幅広い酵素・医薬品開発へ展開

#### 回折計

#### 回折計内部

ガス吹付型低温装置(N<sub>2</sub> or He)

波長変換ファイバー型  
二次元検出器

ビーム発散角: ±0.2°

中性子

ビーム径: ~5mm φ

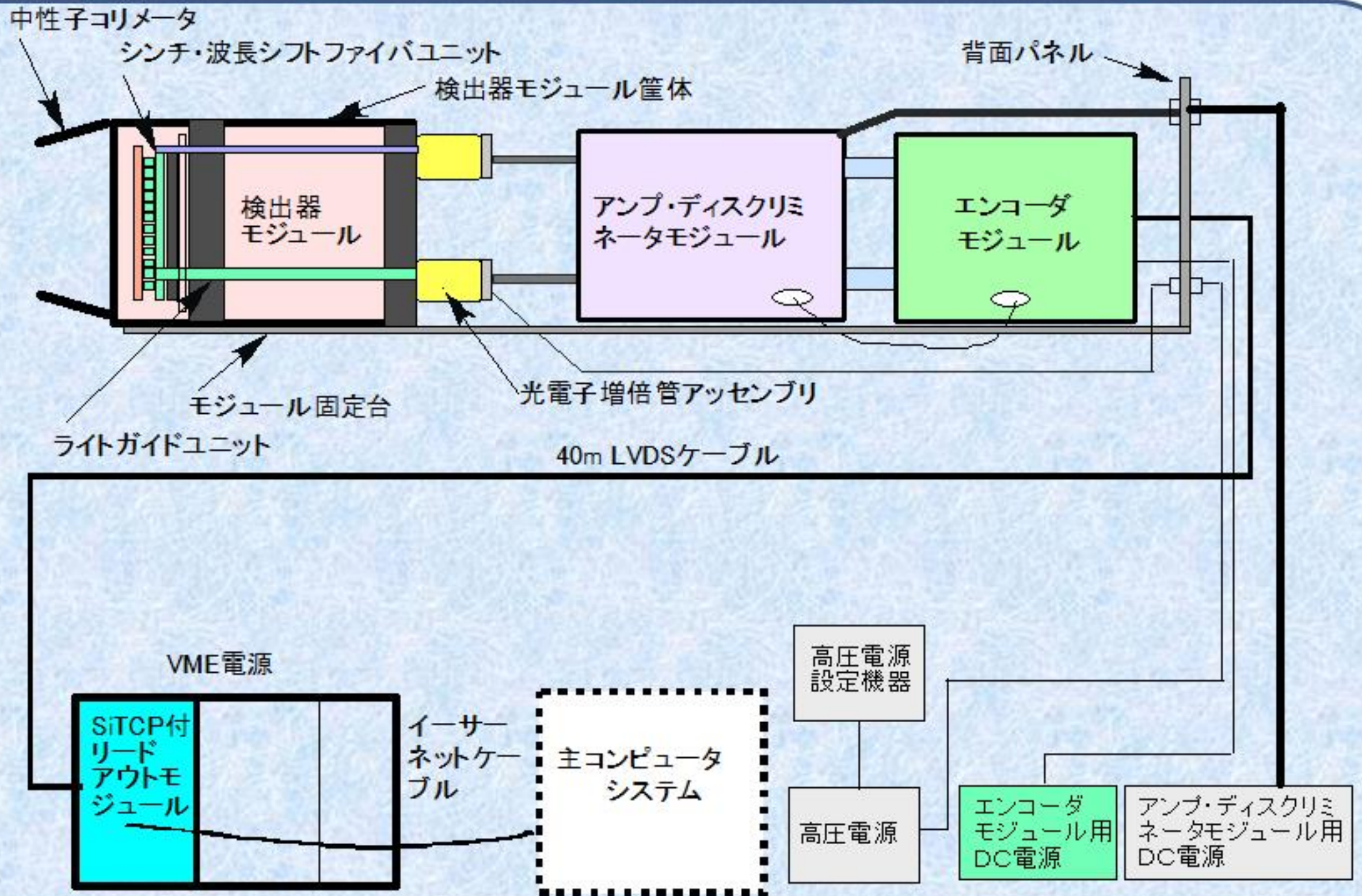
検出器数: 30台  
L<sub>2</sub>: 490mm  
検出器立体角: 19.5%  
2θ: 4.2~150.0°

3軸型  
ゴニオメータ

試料観察用  
カメラ



# 1-2 基本的な機能(iBIX検出器システムの構成図)





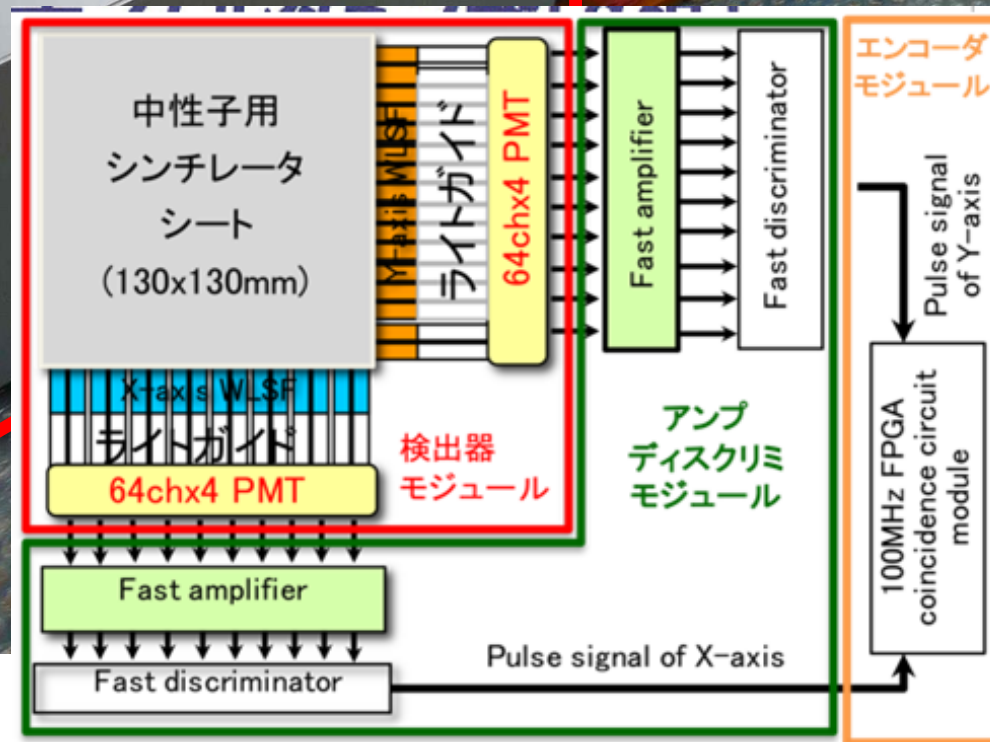
# 1-2 基本的な機能(改良型iBIX検出器システム)

高位置分解能二次元検出器

アンプディスク  
リモジュール

エンコーダ  
モジュール

検出器モジュール



主な仕様

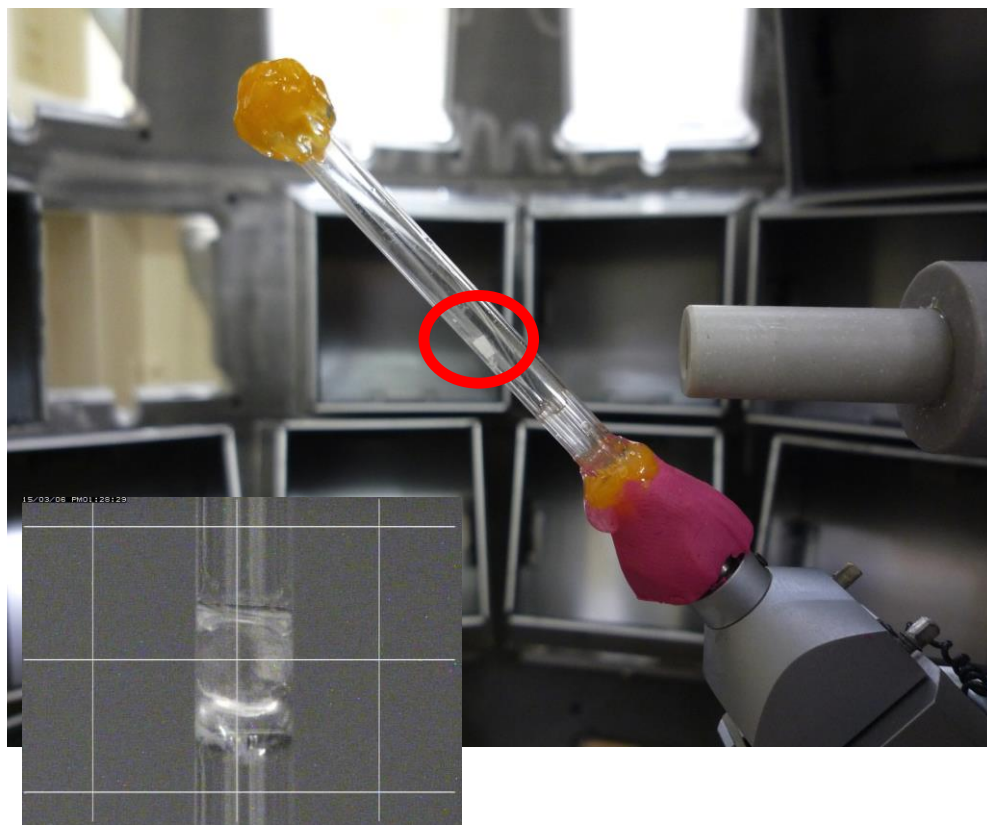
1. 検出面積:  $13.2\text{cm} \times 13.2\text{cm}$
2. ピクセル数:  $256 \times 256$ チャンネル
3. 検出効率: 50%以上
4. 一様性(分散):  $\pm 12\%$ 以下
5. コインシデンス時間特性(90%):  $1\ \mu\text{s}$
6. 位置分解能: 1mm以下
7. マルチ計数特性: 1%以下
8. 計数率特性: 20kcps以上
9. ガンマ線感度:  $3 \times 10^{-6}$ 以下
10. TOF時間分解能:  $1\ \mu\text{s}$

2012年9月~12設置・調整



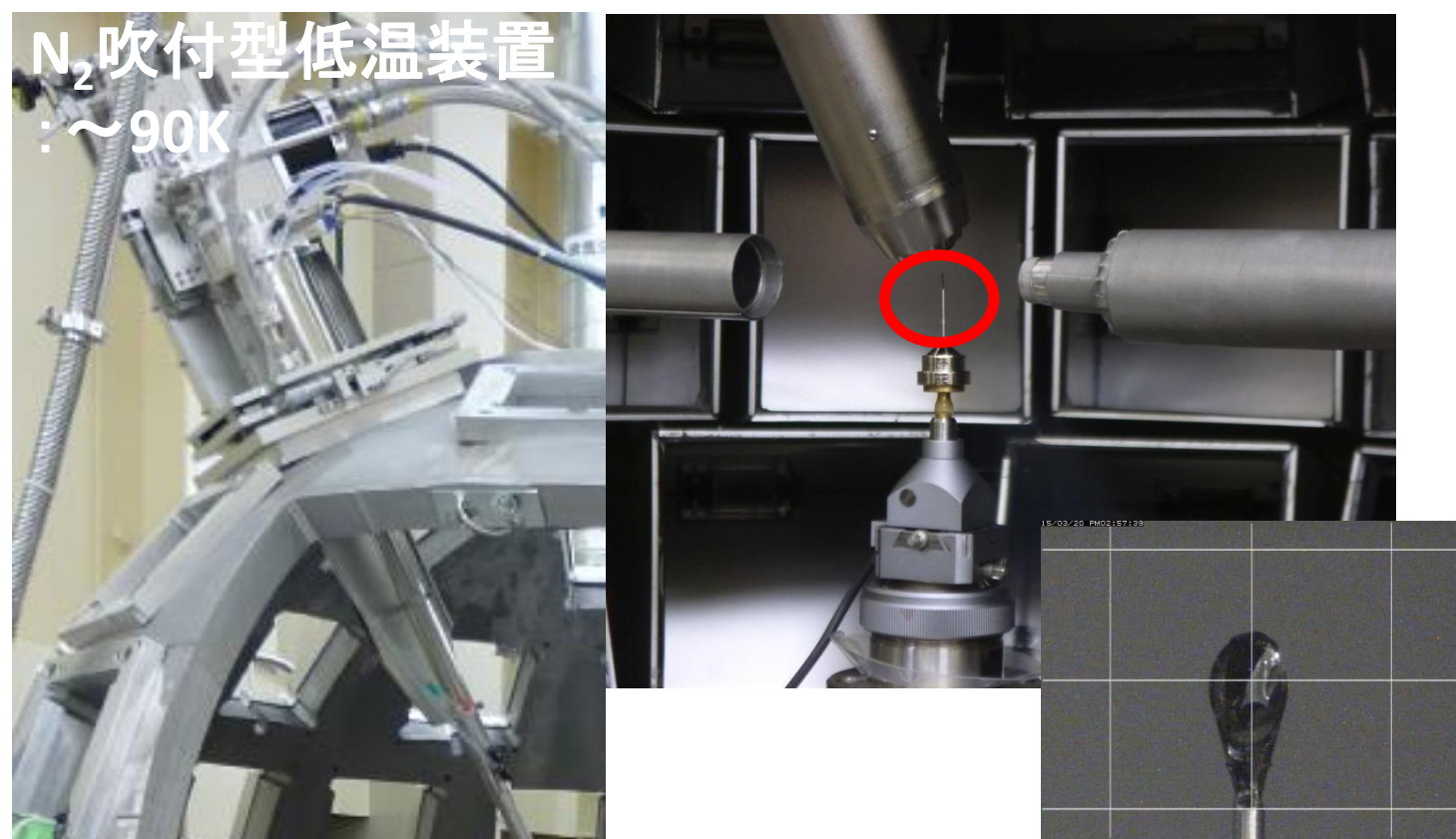
# 1-2 基本的な機能(測定環境)

## 室温



ガラスキャピラリーに封入してマウント  
中性子による結晶劣化無し

## 低温

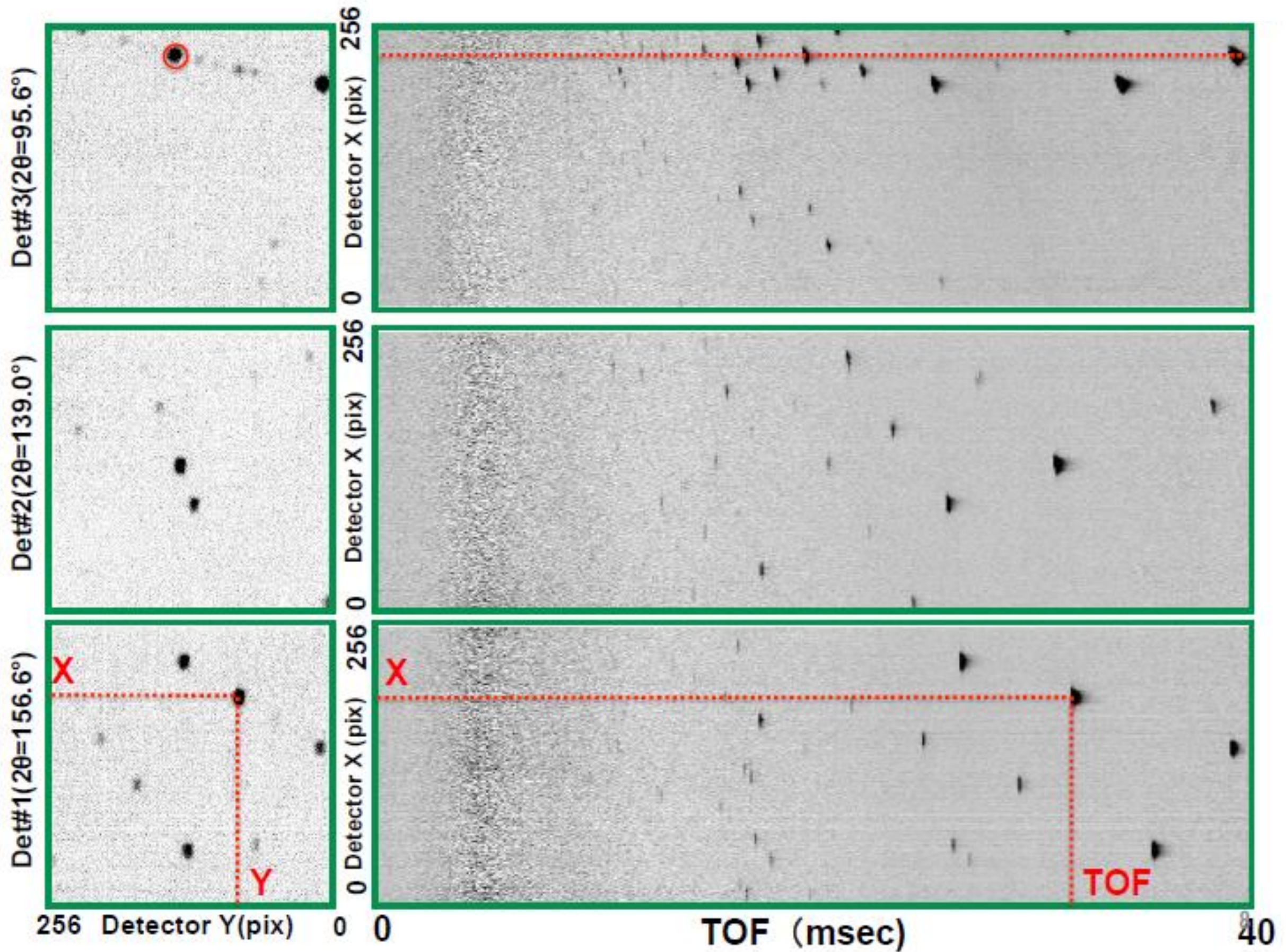


X線回折測定用のゴニオメータ  
ヘッド利用可能  
クライオグループを用いたフラッ  
シュクーリングも可能

- ・予備測定  
結晶性・分解能を確認、測定波長を決定(半日~1日)
- ・本測定  
結晶方位決定後、結晶の対称性を考慮して最適な方位で測定  
加速器出力 500KW時  
測定時間: 3~10時間/セッティング、測定方位数: 20~40セッティング



# 1-2 基本的な機能(TOF回折パターン)



# TOF中性子単結晶回折データ処理ソフトを開発

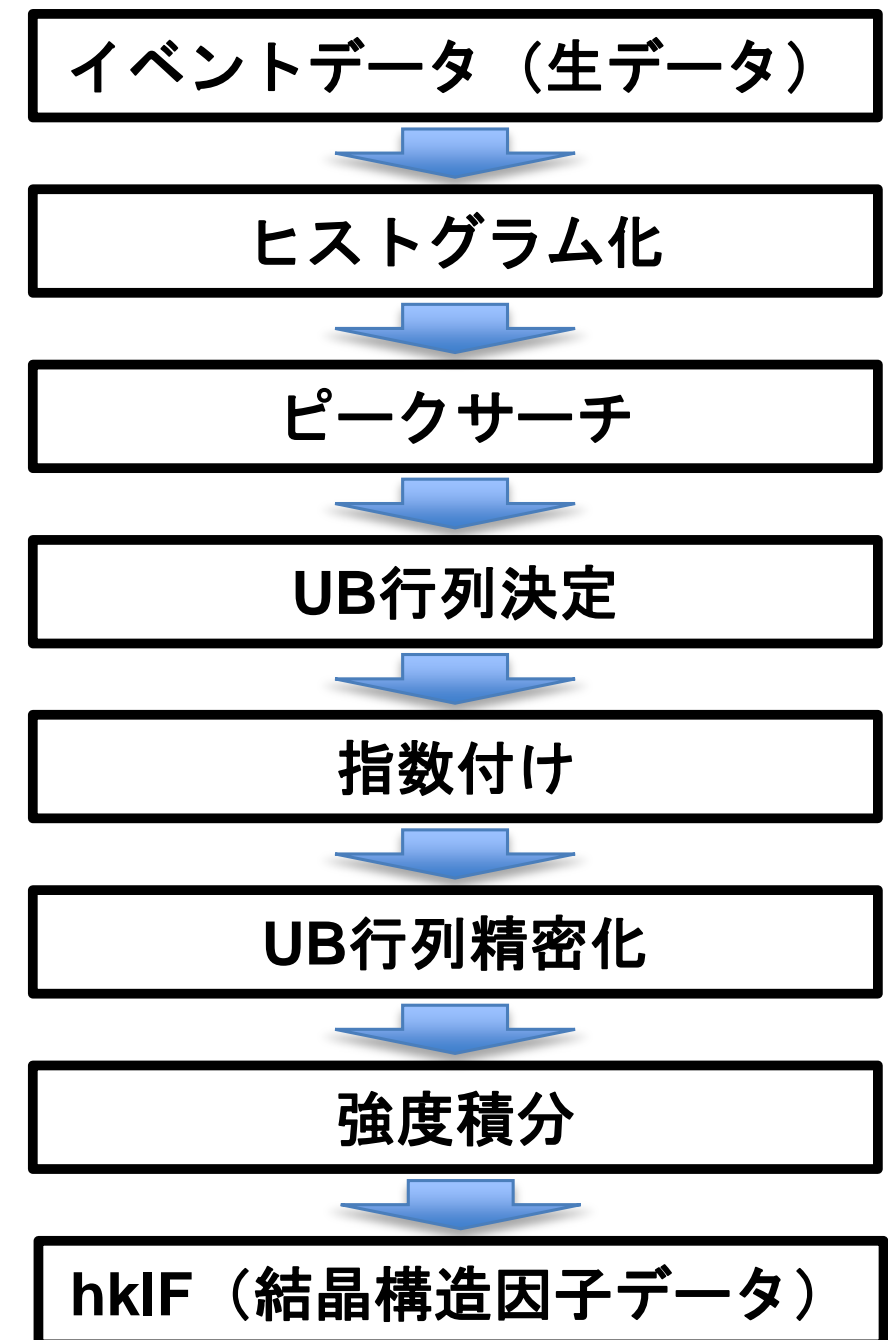
ソフト名:【STARGazer】

生データ(イベントデータ) → hkIFデータ

データ処理ソフトウェア &  
マニュアル

H26年度からユーザー配布開始

要望に応じて  
データ処理講習会開催





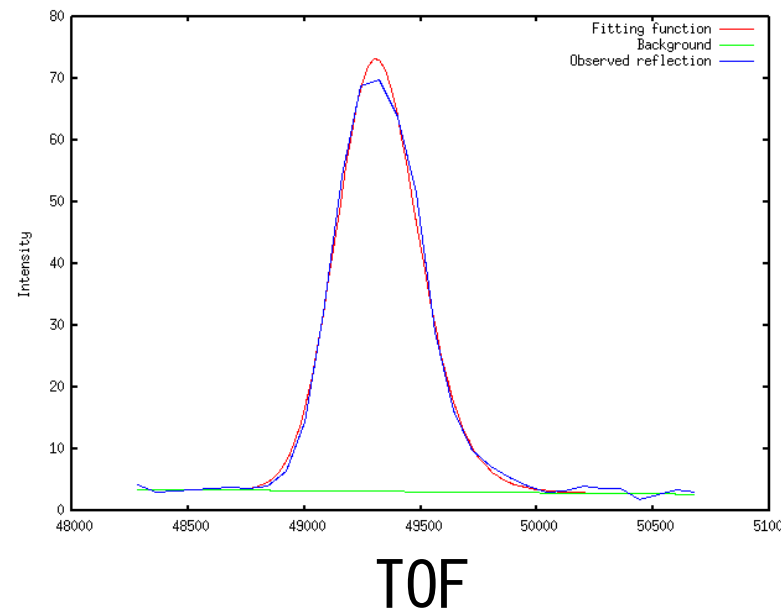
# 1-2 基本的な機能(データ処理ソフトウェア:データ精度向上)

## 強い反射で決めたプロファイルを弱い反射に対してフィッティングするプログラムの開発

IBIX: 飛行時間(TOF)型中性子回折計  
X,Yに加えてTOFの次元を持つ(波長分散型)  
反射の3次元プロファイルはTOF方向に非対称



強度分布との一致が良く、パラメータ数も少ないガウス関数と指数関数を畳み込んだ非対称関数を見出した



- ・パラメータ  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\sigma^2$  はそれぞれの試料で個別に決定
- ・同一検出器のTOF,  $2\theta$  の近い反射で決定したパラメータを弱い反射に適応
- ・標準試料を始めとした測定データに適用し有用性の検証

RNase Aのデータに対して適応した結果

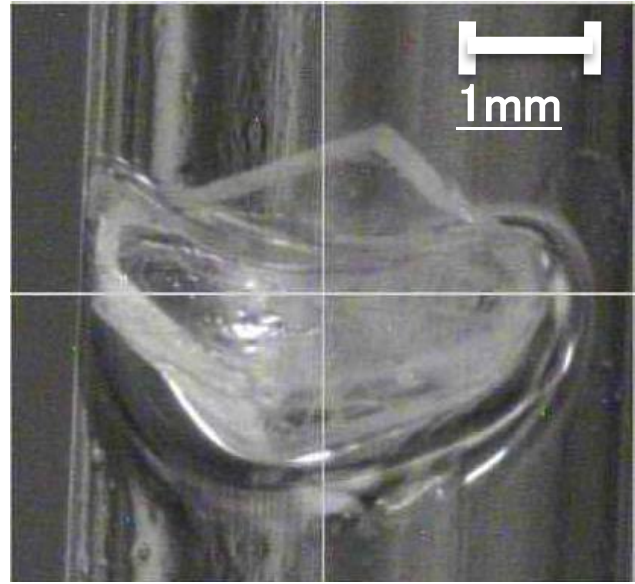
分解能シェル	Rsym (%) プロファイルフィッティング法	Rsym (%) Box Sum法
15.45 - 3.44	8.3	8.1
3.44 - 2.73	8.3	8.3
2.73 - 2.39	9.2	9.7
2.39 - 2.17	11.3	11.5
2.17 - 2.02	13.7	14.8
2.02 - 1.90	15.7	18.2
1.90 - 1.80	19.1	23.4
1.80 - 1.72	20.2	25.3
1.72 - 1.66	24.3	31.2
1.66 - 1.60	26.8	37.0
15.45 - 1.60	11.4	12.4

2.0 Å ~ 1.6 Å の高分解能領域のRsymは十分に改善  
最外殻分解能シェルで10%程度

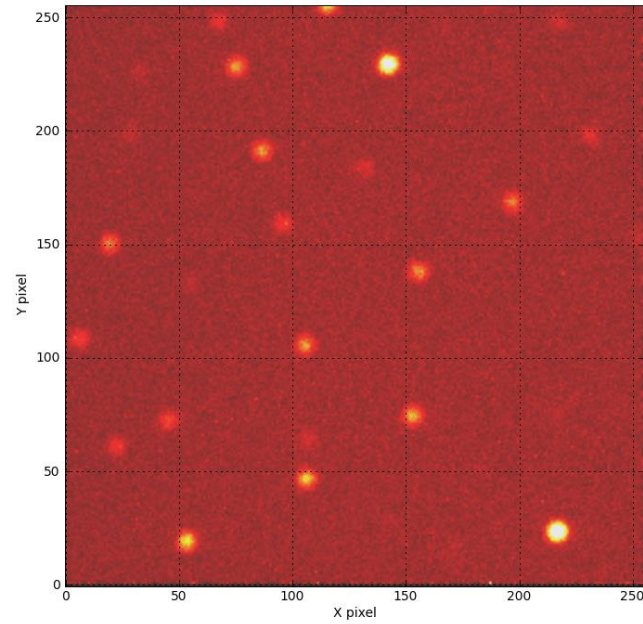
H28年度11月 ユーザー公開可能 (パッケージ、マニュアル配布)



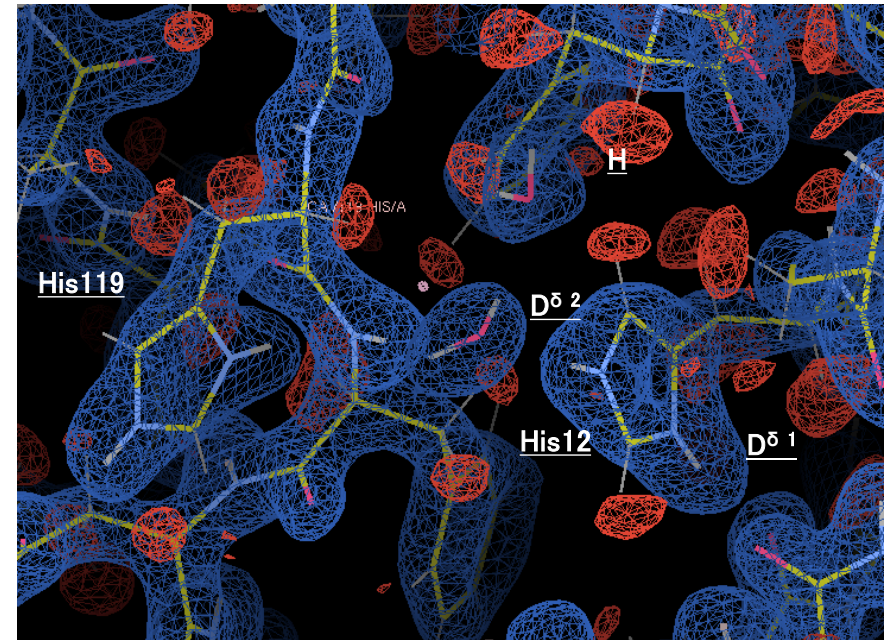
# 1-2 基本的な機能(タンパク質標準試料の測定・解析結果)



測定に用いた単結晶試料



測定されたラウエ回折像(TOF方向積分)



活性部位周辺の2Fo-Fcマップ

青: 正の散乱長密度、赤: 負の散乱長密度(=H)

## 試料・測定条件

試料	Ribonuclease A
格子定数	$a=30.4 \text{ \AA}$ , $b=38.6 \text{ \AA}$ , $c=53.4 \text{ \AA}$ $\beta = 105.8^\circ$
空間群	$P2_1$
結晶サイズ(mm <sup>3</sup> )	6
重水置換(日)	10
検出器数	30
加速器出力(kW)	280
測定波長領域(Å)	1.6~4.6
測定時間(h)&セット数	4×40(7日間)

## データ処理・解析

	iBIX	原子炉測定結果
測定反射数	47166	31649
独立反射数	15820	15039
$d_{\min}$ (Å)	1.5[I>1.5σ(I)]	1.4
反射収率(%)	82.1	64.0
I/σ(I)平均値	11.8	8.4
$R_{\text{sym}}$ (%)	13.5	7.1
$R_{\text{cryst}}$ (%)	18.9	19.5
$R_{\text{free}}$ (%)	23.6	23.8

加速器出力300kW、測定日数7日間で十分な精度の解析結果を得ることが出来た  
 活性部位周辺のHis12とHis119のプロトネーション状態が詳細に観測出来た 14