

## BL41XU 構造生物学

### 1. 多波長異常分散（MAD）法支援ソフトウェアの開発

最近のタンパク質 X 線結晶構造解析では、多波長異常分散（MAD）法と呼ばれる解析手法が主流になっている。この手法では、解析する試料の含む金属原子の X 線吸収端近傍のいくつかの波長でデータ収集を行う。このときにデータ精度を向上させるため、試料の X 線吸収スペクトルを測定する必要がある。

BL41XU を利用するユーザーは、X 線回折実験には習熟しているが、X 線吸収スペクトル測定に関しては素人同然であり、使用する装置類の操作や得られたスペクトルの解析に悩むことが多い。そこで、これらを軽減する目的で MAD 法支援ソフトウェアパッケージ「MAD Assistant」を開発した。

「MAD Assistant」は、X 線吸収スペクトル測定、スペクトル解析と波長設定の 3 つのソフトウェアから構成されている。X 線吸収スペクトル測定ソフトウェアは、金属原子種などいくつかのパラメータを与えることで、波長設定・ビームラインアライメントからスペクトル測定までを自動的におこない、ファイルに書き出すものである。得られたファイルをスペクトル解析ソフトウェアに入力することで、バックグラウンド補正や原子吸収係数へのフィッティング、KK 変換が自動的におこなわれ、測定に用いる波長が出力される。この波長は、自動的に波長設定ソフトウェアに渡され、マウスクリックだけで目的の波長に設定することができるようになっている。

このソフトウェアパッケージを利用することで、ビームライン担当者の助けを借りることなく、ユーザー自身の手で高精度の MAD 測定をおこなうことが可能となった。

### 2. BL 実験ステーション高度化

BL41XU は 1997 年に共同利用が開始された SPring-8 で最も古いビームラインの 1 つである。2001 年度末までの約 4 年の間に、タンパク質 X 線結晶構造解析は解析手法や実験スタイル、また周囲の環境も大きく様変わりした。それらには、液体窒素温度下などで測定をおこなう低温実験の一般化、放射光の波長可変性を前提とした多波長異常分散（MAD）法の実用化、X 線 CCD 検出器の開発による測定時間の大幅な短縮、それとポストゲノムプロジェクトとしての網羅的構造解析への要請などが挙げられる。

BL41XU では様々な修正や改良を加えることで、それらの変化に対応していった。しかし元々の設計思想の古さもあって、これ以上の改良が難しくなってきた。そこで実験装置・環境を最新のものにし、さらに将来への拡張性の確保のために、BL 実験ステーションの高度化をおこなった。

2 カ年計画の初年度である本年度は、ハードウェア周りの新調を重点的におこなった。

#### 2.1 ディフラクトメータの開発

まず、光学系やゴニオメータ、検出器を搭載するディフラクトメータを新しく開発した。整形スリットやアッテネータ、シャッターなどから構成される光学系やゴニオメータをモジュール化し、取り付け方法などを規格化した。これらの位置や組み合わせを変えることで、様々な実験スタイルに柔軟に対応できる。またイメージングプレート検出器と X 線 CCD 検出器を同時に搭載し、X 線 CCD 検出器はディフラクトメータ内部に格納できるような機構を持たせてある。これで性能の異なる検出器を簡単に切り換えて使うことが可能となった。

このディフラクトメータは、装置全体（特に試料部周り）に空間的な余裕を十分に持たせてある。この空間は、自動試料マウントロボット、自動 X 線蛍光測定装置などの迅速・高効率な X 線結晶解析を実現するための装置類や、微小可視分光装置などのより高度な実験をおこなうための装置を設置するための拡張スペースとして用いることができる。

#### 2.2 大型イメージングプレート検出器

大型イメージングプレート検出器としてリガク製 R-Axis 5 を導入した。これは現有するものと同等のサイズのイメージングプレートを検出器として備え、かつ交換・読取・消去が完全自動で 1 分という性能を持っている。また画素サイズも 100×100 ミクロンと現有のものより微細化されており、高分解能データをより高精度かつ高効率に収集することが可能となった。

#### 2.3 He ガス吹付け型極低温冷却装置

従来から使用していた窒素ガス吹付け型の装置とは別に、He ガスを用いるタイプのもをを導入した。従来の窒素ガスを用いる装置では、液体窒素温度程度（90K）までしか試料を冷却することができなかった。新たに導入した装置では低温ガスに He を用いることで 35K 程度まで試料を冷却することが可能となった。これによりデータ精度向上の妨げとなる X 線によるダメージを低減できることが期待される。またこれまでよりも幅広い温度領域での回折実験から、水分子の配位構造や、立体構造の揺らぎの温度依存性など、タンパク質の機能発現に重要とされている情報がより多く、より詳細に得られることも期待できるだろう。

これらの装置の搬入と立上げは冬季シャットダウン期間中におこなわれた。装置自体の設計や、制御用のソフトウェア類をこれまで使用していたものとのできるだけ互換性を保つように配慮した。そのためユーザーによる利用実験時にも大きな変更や不具合・不都合な点も少なく、その使い勝手はおおむね好評であった。

来年度には、ネットワークやデータストレージなど実験環境周りの強化と、測定の自動化対応などを計画している。

利用研究促進部門  
構造生物グループ・結晶構造解析チーム  
河本 正秀・酒井 久伸