

BL40B2 構造生物学

1. はじめに

本ビームラインは、構造生物学用共用の偏向電磁石X線ビームラインとして、1999年秋からコミッションを始め、2000年度から、構造生物学関連のX線回折実験および小角・広角散乱実験分野について共同利用の本格的な運用が開始されてきた。また、2002年度は重点たんぱく500領域に指定されたタンパク3000プロジェクトにおけるタンパク質の個別的解析プログラムの課題も実施された。

本年は、更なる利用効率向上を目的としたシステム改良および利用実績について報告する。

2. タンパク結晶用ステーション

2-1 X線回折データ測定システム

使用波長は 0.7 から 2.0 の範囲 (6 -17.5 keV) で可変で、LabViewソフトウェアを用いて容易に 1 tuneまで自動でおこなうことが出来るように整備されており、結晶設定は同じままで、数分以内で波長変更後の実験が可能となっている。MAD測定前にはSi PIN photodiode detector (Amptek XR-100CR) を用いたXAFS測定システムおよび吸収端算出ソフトウェア (MADassistant) も整備され、容易な実験環境としてユーザー活用がされてきた。

ビームライン建設初期より導入しているCCDカメラ ADSC Quantum 4R (a total active area of 188 mm × 188 mm and 82 μm pixels in a 2300 grid. mm², read out time 2sec) を用いたX線回折データ測定は、安定したシステムで順調に稼働できており、測定データ処理についても、処理ソフトウェアHKL2000をビームラインのWSに整備することで、迅速な処理が可能となっている。実験終了時には積分強度算出も完了している例も多い。

2-2 ADSC・MAD自動連続測定システムの活用

昨年来導入してきたADSC Quantum 4Rを用いたMAD自動測定は、新規構造解析には必須となり、利用頻度も高くなった。3波長 (peak, edge, low remote or high remote) を選択し、MAD 1セットのデータ収集で計8時間以内で安定に動作している。個別的解析プログラムの課題実験の増加に伴い、Se 18例、Zn 3例、Br 5例などの利用結果がある。例えば、Se-MADデータ測定後、実験ハッチ前の計算機を使い速やかに積分強度算出および位相計算処理することにより測定開始より9時間以内には分子量2万程度の蛋白質の新規立体構造のモデル構築が可能となっていた例もある。今後の多数の新規結晶構造解析の報告が期待される。

3. 小角散乱測定用ステーション

3-1 光学系の改良

小角散乱実験を目的とした光学系のさらなる検討を2002年度も行い、二連式自動XYスリットのさらに下流に、ダイレクトビームに触れない程度の大きさの円形コリメータを配置し、そのXY位置調整をモーター駆動式とする機構を導入した。これにより、寄生散乱がほぼ完全に除去できることを明らかにした。現在は直径約1mmのものを使用することで90°程度まで小角分解能を向上している。現状で光学系調整に必要な時間は1時間程度であり、共同利用ユーザーが効率よく実験を行える状況が整いつつある。

しかしながら、イメージングプレート式検出器 (R-Axis ***) を用いた測定データの低いカウントでのバックグランド補正時のばらつきなど、いくつかの点で問題が見つかってきており、これらの問題点を解決しこれまで以上に精度の高いデータ収集を可能にするために、今後も光学系の検討あるいはビームラインシステムの改良等を行って行く予定である。

3-2 使用実績

光学系の検討以外では大きな仕様変更、ならびに大きなトラブルはなく順調にユーザー利用に供された。試料からの散乱が高分解能で測定できるという特徴を活かした実験が数々行われ、水溶液中での蛋白質分子の構造変化観察、高分子および脂質膜の構造変化観察など、試料の種類を問わず新しい知見が得られている。

4. 新規測定用システムの導入

4-1 タンパク粉末回折データ収集用カメラ

カメラ長1000mmのGuinier式真空カメラを導入した。小角散乱バス用真空ポンプを活用し、タンパク結晶用ゴニオを用いた粉末試料回転方式として、上記2種の設定と容易に切替可とした。回折データはイメージングプレート (200mm × 400mm, 50 μm pixels) で測定する。これにより、既設の粉末X線用ビームライン装置では分離の難しい結晶格子の大きなサンプルについての粉末X線回折データ収集が可能となった。

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

三浦 圭子

生物・医学グループ・生物チーム

井上 勝晶