

BL44XU

生体超分子複合体構造解析

1. はじめに

生体超分子構造解析ビームライン (BL44XU) は、生体内の組織化された機能を理解するために、多様な機構で反応系を制御している生体超分子複合体の立体構造をX線結晶構造解析法により解明することを目的として、大阪大学蛋白質研究所が中心となって建設を進めてきた。本ビームラインは、日本学術振興会の学術振興会未来開拓事業並びに科学技術振興事業団(現 科学技術振興機構)および文部省(現 文部科学省)補正予算より援助を受けて1996年度より建設を始め、1999年秋から正式に利用を開始した。その後も補正予算などにより、検出器や光学系などの高度化を進めてきた。

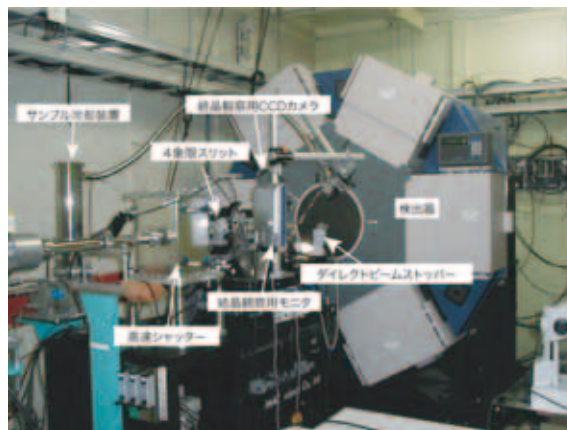


図2 DIP6040を利用したデータ収集系

2. ビームラインの概要

SPring-8標準型の真空封止式アンジュレータを光源とし、光学ハッチ内に設置した液体窒素冷却式二結晶モノクロメータで単色化して実験ハッチに導入している。実験ハッチ内には水平集光型のロジウムコートミラーが設置しており、高調波の除去と水平方向の集光を行うことができる(図1)。

回折強度データ測定部は、高速シャッター、ビーム整形部、ゴニオメータ部、可動式ダイレクトビームストッパー、2次元検出器および試料冷却装置から構成されている(図2)。

通常は0.9Åの単色X線を用いて実験を行っているが、この時のサンプル位置でのビームサイズ (FWHM) および Photon Fluxはおおよそそれぞれ0.6mm (W) × 0.5mm (H)、 10^{13} photon/secであり、ミラーにより、横方向のビームサイズを0.08mm程度まで集光することができる。スリットの開口を0.07mmとした時のPhoton Fluxは 10^{12} photons/sec程度である。

2-1 高速シャッター

1msecでの開閉の制御が可能である。これにより部分反射の測定精度を上げる他、微小振動写真法への対応が可能である。

2-2 ビーム整形部

2つの4象限スリットとビームパスを兼ねた出口スリットの利用により、試料位置でのビームサイズを1 μ mステップで任意の大きさに変更することができるようになっている。また、スリットからの散乱による低角領域のバックグラウンドを軽減し、150Å以下の低分解能領域のデータ収集が可能となっている。

2-3 ゴニオメータ部

水平式および垂直式の独立した2軸のゴニオメータから構成されている。通常の実験では水平式のゴニオメータを利用するが、結晶を結晶化母液から取り出すことのできな

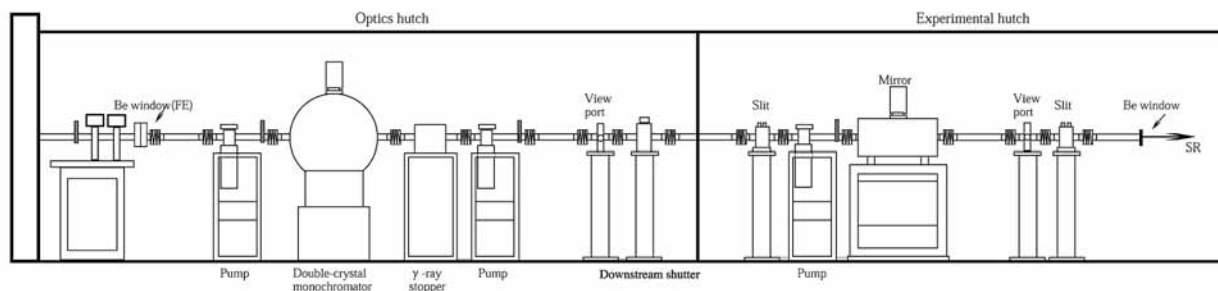


図1 ビームラインコンポーネントのレイアウト図

ウイルス結晶等のデータ収集には垂直式のゴニオメータを利用することができる。水平式ゴニオメータの場合、偏心の精度は数 μm 以下である。さらに精度をあげるために、ゴニオメータ部を含めた光学ベンチの制作を開始した。新しい光学ベンチは、来年度の導入を予定している。

2-4 可動式小型ダイレクトビームストッパー

低分解能の回折強度データを収集するために、小型のダイレクトビームストッパーを利用している。通常は、空気散乱によるバックグラウンドを低減するために出口スリットからの距離を短くして利用しているが、低分解能のデータ収集を行う時には、位置を下流側に下げられるように光学ベンチ上に設置してあり、実験に応じて位置を簡単に変えることができる。

2-5 2次元検出器

イメージングプレート検出器とCCD検出器を組み合わせたハイブリッド型2次元検出器 (DIP6040, MAC Science / Bruker AXS) を利用している。イメージングプレートは、面積の大きさとダイナミックレンジの広さの面で、CCD検出器に比べて優れているが、読み取り時間が非常に遅く、高輝度な放射光と組み合わせて利用する際の問題である。本装置では、6台のIP読み取り部を持ち、1時間あたり120フレーム以上の読み取りが可能となっている。また、165mm ϕ の有効面積を持つCCD検出器も備えており、結晶性の評価や格子定数の小さなサンプルのデータ収集を高速に行うことが可能となっている。

2-6 試料冷却装置

タンパク質あるいは生体超分子複合体のデータ収集には、試料の冷却は不可欠である。通常は、液体窒素を利用した試料冷却装置を用い、100K付近の温度でデータ収集を行うが、より低温での実験を行うためにヘリウムを用い

て35K程度に試料を冷却することも可能な、試料冷却装置を導入している。窒素とヘリウムの切り替えは実験に応じて簡単に行うことができる。

2-7 多波長異常分散法への対応

本ビームラインでは、回転傾斜型二結晶分光器を使用しているため、多波長異常分散法の実験も可能である。多波長異常分散法のための波長選択を簡単に行うための、GUIソフトウェアCHOOCH++を開発した。通常の利用では、0.6~1.7 \AA 領域の実験には、ユーザーによるビーム調整なしで、簡単に多波長異常分散法のための波長校正も含めた波長変更を行うことができる。

2-8 ユーザーインターフェイス

よりユーザーフレンドリーな利用を目指して昨年度導入したユーザーインターフェイスをさらに使いやすく改良を進めた。

3. 共同利用の現状

蛋白質研究所共同研究員として全国の研究者からの共同利用実験を受け入れる体制を整え、2005年度は70件の課題が有効となっている。

共同利用実験課題募集は年1回1月初旬に行われている他、重要な研究成果が期待され、新たに結晶ができたものに関しては、緊急課題として随時実験課題を受け入れている。

大阪大学

月原 富武、中川 敦史
鈴木 守、山下 栄樹

(独)理化学研究所・播磨研究所
(財)高輝度光科学研究センター
山本 雅貴

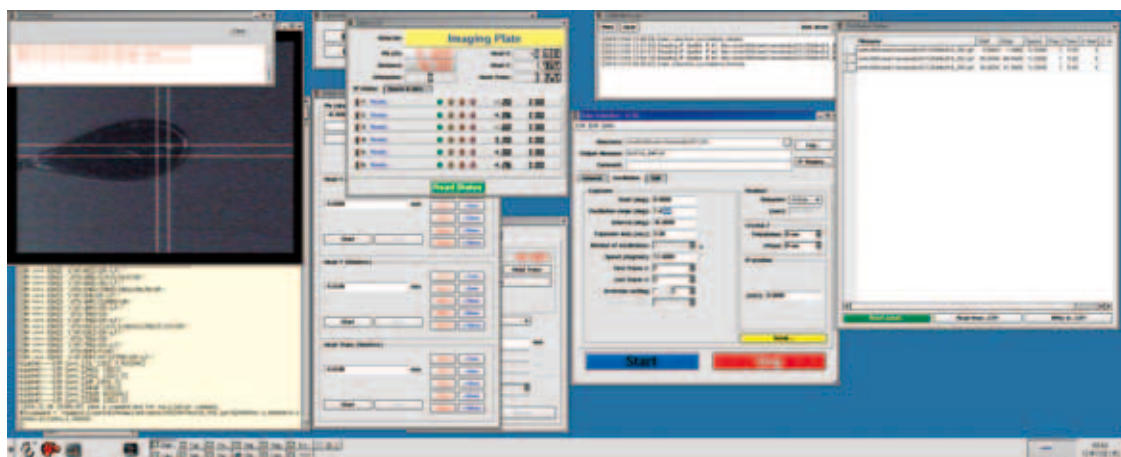


図3 データ収集 GUI