

BL38B1 構造生物学Ⅲ

BL38B1は偏向電磁石を光源とし、回折能の大きな結晶を用いてルーチ的な回折データ測定を行うのに適したビームラインである。我々は、BL38B1を主に構造ゲノム研究を重点的に支援するためのビームラインと位置づけ、2003年以降、データ測定ソフトウェアBSS (Beamline Scheduling Software)^[1]の導入、新型CCD検出器、大面積IP検出器の導入を行い、ユーザー実験の利便性を高め、効率よく実験が行えるシステムの構築を図ってきた。また、2005年には、自動サンプルチェンジャーSPACE (SPRING-8 Precise Automatic Cryo-sample Exchanger)^[2]の導入を行うとともに、Webインターフェースを備えたデータベースD-Cha (Database for Crystallography with Home-lab. Arrangement)の開発を行い、試料情報、測定条件、回折データなどの管理を行う環境を整えた。2006年度は、これまでに整備したインフラを利用したメールインデータ測定の立ち上げに取り組んだ(図1)。

今年度は、メールインシステム常設のための改造と、ビームの安定性の向上、そして、測定、解析を行う環境の整備を行った。

1. メールインシステム常設のための改造とユーザーの利用実績

このメールインシステムは、サンプルチェンジャーSPACE、ビームライン制御ソフトBSSおよびWebアプリケーションD-Chaの3つから構成されている。SPACEを実験定盤に乗せた状態では回折計の試料周辺部の操作性が悪いため、SPACEを用いたビームタイム期間と、用いないビームタイム期間に分けてユーザーの利便性を考慮した運用を行っていたが、ビームタイム配分に制約を与えていた。これを回避し、SPACEを実験定盤に乗せた状態でSPACE利用と手動での結晶のマウントを利用者が随時行えるように、ゴニオにアタッチメントを装着した(図2)。



(a)



(b)

図1 (a) BL38B1の回折計、(b) 回折計に設置したサンプルチェンジャーSPACE。

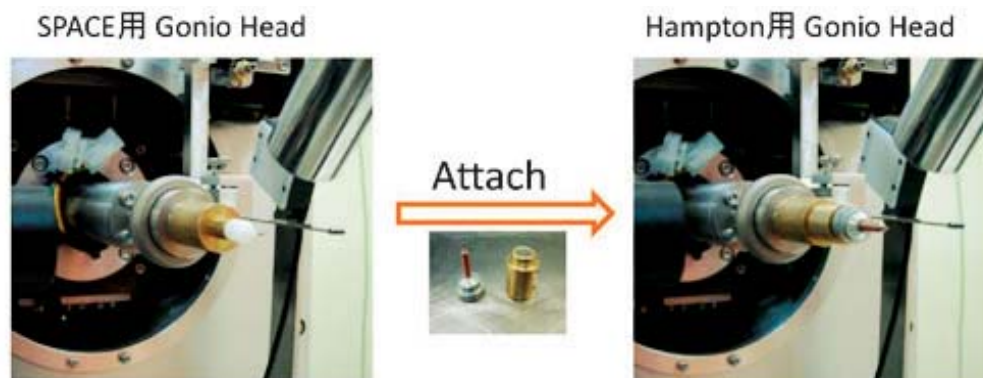


図2 結晶のマウント方法を切り替えるためのアタッチメント

さらに、ビームストッパー、コリメータの退避機構を増設することにより、回折計の試料周辺部の操作性を改善した(図3)。そしてSPACE利用時に使用するwebインターフェースD-Chaについて、レスポンスの向上、機能の強化のためのバージョンアップを行った。その結果ユーザーは、手動によるマウントとSPACEを用いた自動測定を組み合わせる測定ができるようになった。残された課題として、XAFSを測定する際の検出器の切り替え自動化に対応する予定である。

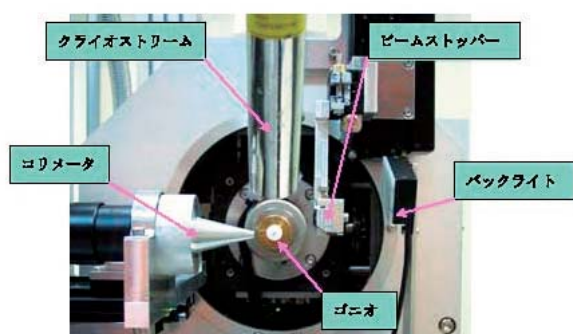


図3 コリメータとビームストッパーの退避機構

2. ビームの安定性の向上

前年度、分光結晶を歪みの軽減が図られた直接冷却型のSi (111) 結晶に取り替えた。これをうけて、年2回の長期停止期間中にOリングを交換して運用している。今年度は、光学系グループと共同で、ビーム振動の原因究明と解決に取り組んだ。ビーム振動には長周期で生じるものと、突発的なものとの2種類がある。そのうち、長周期で起きていたビーム振動の原因を突き止めることには成功し、分光器のチャラーの調整、 $\Delta\theta 1$ 、 $\Delta\theta 2$ 軸のコネクターボックスをチャージアップ対策品と交換することで解決し、安定なビームを得られるようになった。ただし、突発的なビーム振動の原因については継続して究明中である。

3. 測定、解析を行う環境の整備

タンパク質のX線結晶構造解析の手法として、長波長を用いたS-SADによる位相決定法が盛んに行われるようになってきた。異常分散効果の寄与が小さいS-SAD法においては、得られるイメージのバックグラウンドの低下と強度の均一化が重要である。そこで、我々のビームラインにおいてもS-SADによる位相決定を行えるようにするために、散乱X線の抑制を目的として装置の改造を行った。改造はコリメータの径を小さくして試料に近づけ、ビームがコリメータの中心を通過するようにした。そして、ビームストッパーも試料により近づけた。改造の結果、コリメータの径が細くなり試料に近づいたこと、ビームストッパーも試料に近づいたことにより、試料以外からの散乱X線が抑制さ

れ、低角側のバックグラウンドの強度が低下した。また、ビームの位置が常にコリメータの中心を通過するようになったため、バックグラウンドの強度が均一になり、低角のデータの統計値が向上した(図4)。今後は、ビームストッパーの径をさらに小さくすることでより低角側の分解能を向上させると共に、より試料位置に近づけ、バックグラウンドのさらなる低下を目指していきたいと考えている。

また、SPACEの利用を拡大するために治具の開発を行った。利用者は事前に専用トレーに結晶をマウントする必要があり、これまではサイト内の専用マウンターロボットを使用するか、実験室の回折系に備わっているクライオストリームを利用する必要があった。今回、クライオストリームがないユーザーが簡単にマウントできるように、液体窒素を利用した液体窒素直接冷却治具を開発した(図5)。この治具により、クライオストリームを利用した瞬間凍結と液体窒素を利用した瞬間凍結の2種類の方法で結晶を保存できるようになり、メールインシステムを利用した測定環境がより整った。この環境整備はユーザーに好評で、2007期は13ユーザーが利用するなど利用者が拡大している。

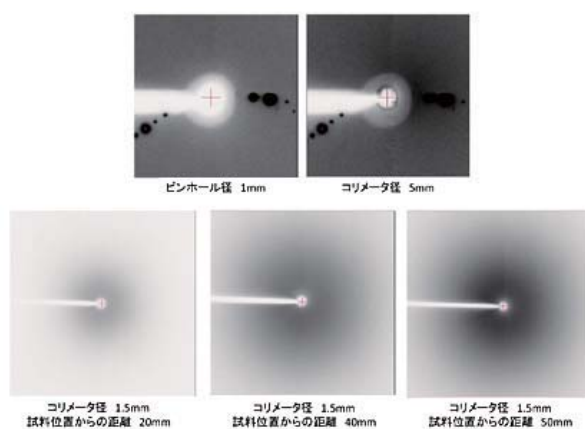


図4 コリメータとビームストッパーの低角側のデータへの影響



図5 液体窒素を利用した液体窒素直接冷却治具

さらに、計算機環境の整備を進めた。BSSはこれまでの開発により多機能化しており、現在使用中のPCの性能ではBSS操作時に応答の遅延が発生するなど、PCの性能がソフトの要求する性能を満たせなくなっていた。今後もさらにBSSの開発を続けていくことから、BSS操作時のレスポンス、安定性の向上のためにBSSを操作するPCの更新を行った。また、ハードウェアの更新と共に、ハードウェアへの対応も考慮し、OSもFedore core2からVine4.1へアップグレードした。解析用PCについても、Linuxのバージョンを統一することを目的とし、順次更新中である。さらに、クラスターPCの整備により、HKL2000による回折データ収集やSHELXによるSADデータの解析が高速化された。

参考文献

- [1] G. Ueno, *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **12** (2005) 380-384
- [2] G. Ueno, *et al.*: *J. Appl. Cryst.* **37** (2004) 867-873

利用研究促進部門 構造生物グループ
馬場 清喜、岡崎 伸生
長谷川 和也、清水 伸隆
酒井 久伸、河本 正秀
山本 雅貴、熊坂 崇