

BL38B1 構造生物学Ⅲ

BL38B1は偏向電磁石を光源としており、比較的回折能の大きな生体高分子結晶についてルーチン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。その性能を生かすため、BL38B1を迅速測定と自動測定に基づいて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検出器の導入を行ってシステムの構築を進め、ユーザー実験の利便性を高めるべく効率的な実験環境の整備を実施してきた。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)の開発によって、自動運転のための試料情報、測定条件、回折データなどの管理を行う環境を整えた。2006～2008年度は、遠隔利用のためのメールインシステム常設に向けた種々の改造と、ビームの安定性の向上とFlux向上のための改造、そして、測定、解析を行う環境の整備を行った。これを受けて、2009年度はさらに高速かつ高精度な測定を可能とするために、新しい検出器の導入と試料周りの高度化を行った。

1. より高速な測定を可能とするための新しい検出器の導入

これまでBL38B1では検出器を2種類提供し、測定時の読み取りにかかるオーバーヘッドの時間が6秒と短いCCD検出器と、検出面積が400 mm×400 mmと大きく、ダイナミックレンジが広い大面積IP検出器をユーザーが目的に応じて自由に切り替えて使用していた。しかし近年、より短時間での測定を望むユーザーからの声が増えていた。そこで、これまで使用してきたCCD検出器Jupiter210よりもさらに測定のオーバーヘッドが2.5秒と短いADSC社製Quantum 210を導入した。5秒露光で180枚のイメージを連続測定した場合、Jupiter210では33分の測定時間が必要であったが、Quantum 210では22分で測定が可能となり、より高速な測定を実現できる。Quantum 210の設置にあたっては、2種類の検出器を撤去し、これまでIPを載せていたステージ上に新たなCCD検出器用のステージを取り付けて設置した(図1)。

検出器がCCD検出器のみとなると、IPと比較して面積が小さくなるため、200 Åを超えるような長い格子長の結晶を測定する場合に回折点の重なりが生じたり、波長1.5 Åのような長波長利用時に分解能が不足したりする事態が発生する。そこで、新たなステージにはZ軸のオフセット軸を

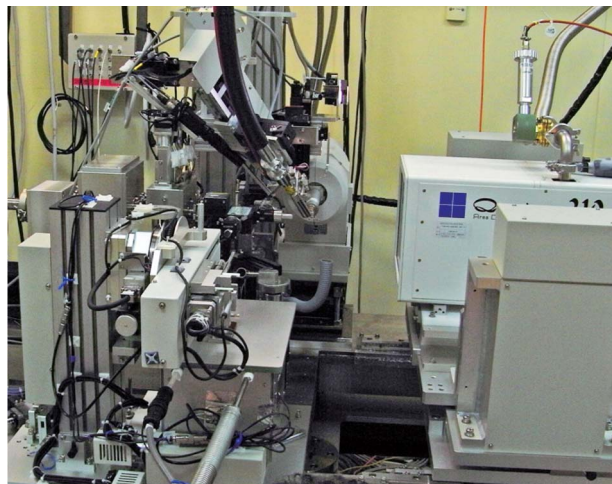


図1 IPステージ上に取り付けたCCD検出器用のステージとQuantum 210

備え、カメラ距離を離しても分解能を得ることが可能となった。また、最短カメラ距離として75 mmを実現したことで、波長1.0 Åで最大分解能1.09 Å、波長1.5 Åで最大分解能1.64 Åの測定を可能とした。

2. より高精度な測定を行うための高度化

近年、位相決定法に頻用されるようになったSAD (Single-wavelength anomalous diffraction) 法について、昨年度よりSADにおける微弱な異常散乱のシグナルを精度よく記録するための高度化を行った。これまでよりもさらにバックグラウンドノイズを低減させるために、コリメータを試料により近く、ビームストップの距離をカメラ距離に応じて変更できるようにした。また、これまで使用してきたRIGAKU製のゴニオメータは、経年劣化により、回転中心の偏芯が5 μm程度確認されていたため、より精密な測定を行うためにBL41XUで使用されて実績のある神津精機社製のゴニオメータを導入した。これまでBL38B1では、Lysozyme結晶のS-SADによる位相決定は波長1.0 Åで可能であったが、これらの高度化の結果、より短波長の波長0.85 Åの条件で、S-SAD法による位相決定を行うことができた(図2)。S-SADで位相を決定する際に重要となる f'' の強度はSのピーク波長である5.1 Åと比較し、波長1.0 Åでは1/14、波長0.85 Åでは1/23と寄与は非常に小さくなる(表1)。これまでに行われてきたビームの安定性の向上とFlux向上のための改造、そしてより高精度な測定を行うための高度化の結果、このように微弱な異常散乱のシグナルを精度良く測定することが可能となった。

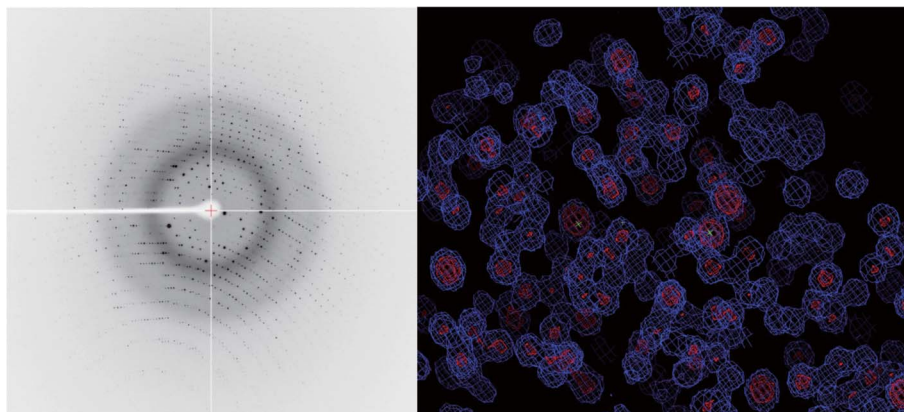


図2 得られた回折イメージ（左）とS-SAD法により得られた電子密度（右）

また、長い格子を持つ結晶について、マウントした結晶の軸を任意の角度に調整するためにアーク付きゴニオヘッドを使用することがある。市販されているものは向きによってゴニオヘッドに由来する影ができてしまう欠点があったが、今回独自に作成したゴニオヘッドは、角度を調整するアーム部分を極力小さく設計することで、その影を小さくすることができた（図3）。

参考文献

- [1] Ueno, G. *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **12** (2005) 380-384.
 [2] Ueno, G. *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、水野 伸宏、星野 武司
 長谷川 和也、清水 伸隆
 山本 雅貴、熊坂 崇

表1 Anomalous Scattering factor of sulfur

Wave length (Å)	f'	f''
5.01	-7.4614	4.1039
2.50	0.3564	1.3314
1.50	0.3115	0.5298
1.30	0.2689	0.4047
1.0	0.2206	0.2937
0.85	0.1509	0.1771

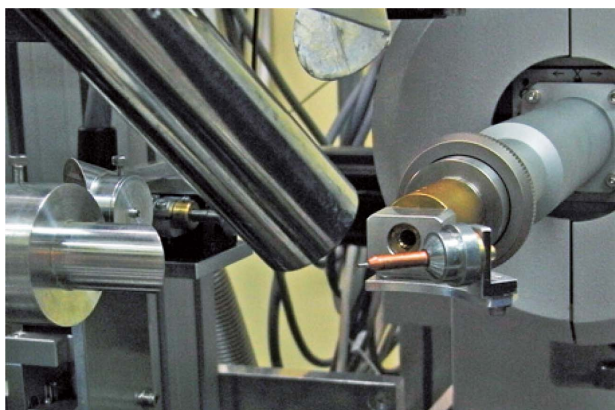


図3 新たに作成したゴニオヘッド