

BL40B2 構造生物学

平成11年後半にビームライン立ち上げを行い、イメージングプレートを検出器とする自動測定システムを用いた構造生物学関連のX線回折実験および小角・広角散乱実験に適応したビームラインであることは確認している。

今年度は、平成12年4月より平成13年3月までに、新規導入した機器を以下に列挙し、その導入目的および実験効果を報告する（BL40B2実験定盤；写真1）。

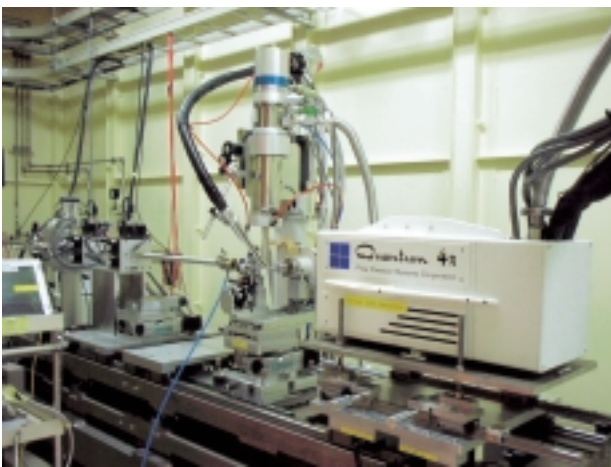


写真1

1. 蛋白質結晶X線回折実験用

1) 蛋白質結晶構造解析用CCDカメラの導入

メーカー：Area Detector Systems Corporation
(ADSC), San Diego, USA

機種：Quantum 4R

仕様：2×2モザイクCCD

総検出面積：188mm×188mm

pixel size：82 micrometer in a 2304 grid

Dynamic range：10⁴

読み取り3秒、データ転送・書き込みを含める
時間 計13秒で設定・動作確認した。

ビームラインでの光学系制御WSとの通信を統合したサーバーシステムを導入したことに伴い、ADSCコントローラ上であらかじめ入力設定した波長に自動変更することを利用したMAD連続測定プロトコルも利用できるようになった。

MAD測定に関連しては、波長変更、AMP TEK社製XR-100CRを使用する重原子の吸収端自動測定、およびその吸収端・ピーク領域・リモート測定用推奨波長を計算することまでも含めたソフトウェア体系をLabVIEWで用意

した。

従来使用していたIPとCCDをカメラ長変更用の台上へ切替装置を設計導入し、結晶後ゴニオ部は固定のまま検出器のみを切替可能とすることを実現した。切替については共通移動架台を用意して、手動で退避および載せ代えを行う形式とし、総作業時間約10分で可能としている。検出器面積のより広いIP（300mm×300mm）を用いて高分解能回折データ収集を行う等の実験計画が可能となっている。（効果）IPでのデータ収集では、1フレームあたり読み取りを含めて約3分以上かかっていた所要時間が、例えば露光を20秒とした場合、約30秒で露光イメージ保存・表示可能となった。解析に必要な総角度180度の振動写真を連続測定しても計1時間30分程で測定終了するという迅速性が実現出来た。

2) ヘリウムクライオ試料吹付極低温装置の導入

メーカー：理学電機株

機種：試料吹付極低温装置

仕様：窒素ガス発生装置、極低温小型冷凍機、ヘリウムクライオスタットで構成する。

温度制御・フローコントロール方式のシステムコントローラ付き

設定温度：20K～285K（熱電対による試料部吹き出し温度観測最低温度：35 K）

（効果）従来使用している汎用試料吹付低温装置は、液体窒素温度範囲内までが使用可能となっているので、85K～350Kを設定温度としている。それよりも50K低い温度下での蛋白質結晶構造の精密化解釈の可能性を期待する。ヘリウム温度下での実験を目的とした同様の吹付装置は未だ汎用されていないことも含めて、同装置の連続使用上の安定性などは評価・検証した。温度制御用に使用するヘリウムガス流量は、5リットル/分と設定してあるので、1日で総量7000リットルのヘリウムガスボンベ1本を消費することになる。

連続測定時は補充切替が必要となるが、常時2本のボンベを並列している設定となっているので、効率的な切替が実現出来ている。

試料部温度の安定性を得るために、クライオスタット部の振動を吸収する形式の専用ホルダー支持台を設計し、実験定盤上に設置した。加えて、この極低温装置を使用しない小角散乱実験用セットの際には、実験ハッチ奥側に回転退避する仕様の支持台とした。

尚、この装置導入に伴い、試料部の極低温を実現するためには試料吹付口をゴニオ上結晶の垂直上部より約5mmに近づけて設置する必要が出てきたことも考慮して、初年度導入したリバース型ゴニオを水平回転式に変更した。

3) 大容量データ保存装置 (RAID) の導入

メーカー：アイ・エー・アイ(株)

機種：SNX60000ELV-2500, SNX60000ELV (450GB)

仕様：ディスクアレイコントローラ内蔵、キャッシュメモリー128メガバイト、ディスクドライブ(パリティ)1台、ディスクドライブ(データ)5台
それぞれ総容量250GBおよび450GB とする。

それぞれSGI O₂ (R12000, IRIX6.5) に接続し、ADSC controllerとはNFS接続して使用している。

(効果) 収集データ総量の増大に対応し、CCD 1フレーム8.4MBのデータを20秒露光を連続測定することで1時間あたり1GB、結晶交換時間を含めても24時間連続測定すると15GB以上、実験日30日分で450GBは必要との想定のもと導入しており、連続する課題実験に対応することが可能であった。

4) 汎用データ処理ソフトウェアのライセンス契約および共用利用

メーカー：HKL Research Inc. USA

ソフトウェア名：HKL2000 ver.1.0

仕様：Denzo、simulation, scalepack 最新版、GUI interface 付き
Academic license とする。

(効果) 一般ユーザーが使用方法に慣れているX線回折データプロセスソフトウェア Denzoの最新版であることも起因し、CCDで連続測定中より積分強度算出を行うことが可能となった。測定中のデータの質を判定出来ることになり、計算処理対応の早いユーザーでは、24時間のビームタイム終了までに計算処理が完了出来るようになった。

ビームライン実験ハッチ前のSGI workstationおよびLinux PC上での使用が出来ることが上記大容量データ保存装置の導入とも関連して解析計算処理までの所要時間短縮および効率化に有効であった。

2. 小角散乱実験用

1) 二連式自動XYスリット(小角散乱カメラ改造用)の導入

特注製作品：シグマ光機(株)製作

仕様：X線用自動XYスリット(片側ブレード移動量±10mm)

モーター1パルス移動量0.5μm、同仕様の2つのスリット間距離を300 mm とするテーブル上に設置

する。そのテーブル上に小角散乱実験用試料台または繊維回折実験用ブレード付きキャピラリー試料ホルダーを設置可能とする。

スリットおよび試料の光学上の設置位置は、実験架台上のレールに沿って移動可能とし、光源より52800mm～53800mmの範囲で可変とする。

(効果) 真空ビームパス400mmおよび1000mmいずれを使用する際にも使用可能であり、特に短い400mmパスを使用する際には、スリット位置を含めて光源から上流あるいは下流の最適な位置でのデータ測定を可能とした。

総括すると、蛋白質X線結晶解析においては、CCDカメラによる迅速測定および収集回折データの迅速処理システムの活用により、収集データ総量および課題実験数の増大に対応出来るシステム構築を実現した。Se-Metを始めとする異常分散効果を利用したMAD法によるデータ収集も4波長分のデータセット収集までを含めても1度振動写真撮影10秒露光のときに1波長分で2時間以内となり8時間以内に終了した例もある。

小角散乱実験においては、導入した二連式4象限スリットの低角側の寄生散乱を効果的に除去することが可能となり、解析上重要な低角データが有意に収集出来るようになった効果は絶大となった。波長1.5 のとき、1000 程度の領域のX線散乱強度が測定出来るようになっている。

(三浦 圭子)