

中性子回折法による擬単結晶化試料の単結晶解析

Neutron diffraction from a pseudo single crystal

木村恒久¹⁾ 木村史子¹⁾ 松本賢司¹⁾ 目時直人²⁾

Tsunehisa KIMURA Fumiko KIMURA Kenji Matsumoto Naoto METOKI

¹⁾京都大学 ²⁾原子力機構

(要約) 変調磁場を用いて L-alanine の粉末結晶を 3 次元配向させた擬単結晶 (UV 硬化樹脂と微結晶の複合体。大きさ 7mmΦ × 10mm) の中性子散乱の結果から、粉末試料から単結晶の回折像を得ることにはじめて成功した。

キーワード: 擬単結晶、変調磁場、中性子散乱、L-alanine

1. 目的

X 線構造解析には、一辺が 100 μm 程度の結晶が得られればよい。一方、中性子散乱では、サンプルは大きい方が望ましい。ところで、我々は、変調磁場を用いて、2 軸性結晶の微結晶を 3 次元的に配向させ、擬単結晶を作製している。この擬単結晶は、cm オーダーの試料作製が可能である。

今回は、X 線回折により、3 次元的に配向が可能であることが実証されている L-alanine の擬単結晶 (大きさ 7mmΦ × 10mm) を用いて、大きなサンプル中の微結晶の配向度を検討した。

2. 方法

L-alanine の結晶を乳鉢で磨り潰して、微結晶化し、UV 硬化樹脂 (協立化学株式会社製、VXL-) に懸濁させた。8T の水平磁場中心に懸濁液をセットし、懸濁液を 90° 毎に 40、133rpm で約 1 時間回転させ、その後、サンプルを回転させたまま UV 光を照射して、L-alanine の微結晶の配向を固定化した。サンプルサイズは 7mmΦ、高さ 10mm であった。

得られたサンプルを中性子散乱装置 TAS-2 を用いて、散乱強度を測定すると共にイメージングプレートでピークの二次元画像を得た。

3. 研究成果

我々が磁場を用いて作製している擬単結晶は cm 単位の大きさのサンプルを作製できる。今回、7mmΦ、高さ 10mm のサンプルを作製し、その試料が、単結晶様であるかの評価を行った。その結果、モザイシティーが大きい単結晶であることが判明した。この結果より、中性子による蛋白質の構造解析への応用が期待できることが判明した。

4. 結論・考察

L-alanine の微結晶を UV 硬化樹脂に分散させて擬単結晶を作製しているため、中性子散乱では樹脂のバックグラウンドが邪魔をして回折ピークが見えない可能性があった。しかし、樹脂のバックグラウンドの強度に対して 3 倍程度の強度を持つピークが観測され、用いた試料で十分に、構造解析に出来ることがわかった。

微結晶が無配向であるとする、逆格子ベクトルは 3 次元方向に均一に分布している。一方、擬単結晶化すると半価幅 β で一方向に分布することになる。その結果ピーク強度は $4\pi/\pi(\beta/2)^2 = 16\beta^{-2}$ 濃縮されることになる。もし、 β が 0.05 ラジアン即ち 2.9° とすると、その濃縮度は 6400 倍となる。それ故、バックグラウンドに邪魔されずにピークが検出できた。

5. 引用(参照)文献等

1. Three-Dimensional Crystal Alignment Using Time-Dependent Elliptic Magnetic Field., T. Kimura and M. Yoshino, *Langmuir*, **21**, 4805-4808 (2005).
2. Magnetic Alteration of Crystallite Alignment Converting Powder to a Pseudo Single Crystal., T. Kimura, F. Kimura, and M. Yoshino, *Langmuir*, **22**, 3464-3466 (2006).
3. The pseudo-single-crystal method: a third approach to crystal structure determination., T. Kimura, C. Chang, F. Kimura, M. Maeyama, *J. Appl. Cryst.* (2009). **42**, 535-537.