

擬単結晶法の中性子結晶構造解析法への応用

Application of psuedo single crystals (magnetically oriented microcrystal arrays) to neutron diffraction crystal analysis

木村恒久¹⁾、松本弘子¹⁾、木村史子¹⁾、目時直人²⁾、鈴木裕士²⁾、大原高志²⁾

Tsunehisa KIMURA, Hiroko MATSUMOTO, Fumiko KIMURA, Naoto METOKI, Hiroshi SUZUKI, Takashi OHHARA

¹⁾京都大学 ²⁾原子力機構

(概要)

グルコースユニット2つからなるセロビオースの微粉末懸濁液に変調回転磁場を印加して、微結晶の精密配向を行い、その配向を UV 光照射により固定した。作製した擬単結晶(magnetically oriented microcrystal arrays MOMA) の中性子回折実験を行った。MOMA は重水素置換することなく作製されたが、良好な回折強度が得られた。このことは、大きな結晶を得ることが出来ないタンパク質の MOMA を作製することにより、中性子構造解析が可能であることを示している。

キーワード：擬単結晶、磁場配向、中性子結晶構造解析、セロビオース、変調磁場

1. 目的

擬単結晶(magnetically oriented microcrystal arrays MOMA)は粉末微結晶から作製でき、センチメートル単位の大きさで作製可能である(図1参照)¹⁾⁻⁴⁾。それ故、大きな試料を必要とする中性子回折実験には、特に有用であると考えられる。この技法により、タンパク質や核酸など微結晶は得られるが大きな単結晶が得ることが難しい試料の構造決定の可能性を広げることができる。

生体高分子 MOMA 試料の中性子結晶構造解析への可能性を検討する前段階として、我々は生体高分子であるセルロースの基本ユニットであるセロビオースの MOMA を作製し中性子構造解析の可能性を検討したので報告する。

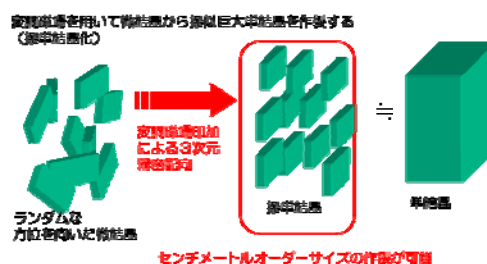


図1 擬単結晶 (MOMA) の概念図

2. 方法

紫外線硬化樹脂 (XVL-14, 1.96 g) とセロビオース (0.8 g) を混合し分散液を得た。8T の静磁場下で試料を 90° ごとに変調回転 (10 rpm⇔80 rpm) させ、精密配向完了後、紫外線照射により配向を固定した。ゴニオメータに擬単結晶を設置し、MUSASI を用いて、 $\chi=0\sim 180^\circ$ 、 $\phi=0\sim 360^\circ$ スキャンを行い、回折データを取得した。

3. 研究成果

重水素置換されていない低分子 MOMA の回折実験より、MOMA 法が中性子回折実験に十分耐えうることを示された。更に、重水素置換により、感度が上昇が期待できるため、MOMA 法による蛋白質の構造解析が可能であることが示された。

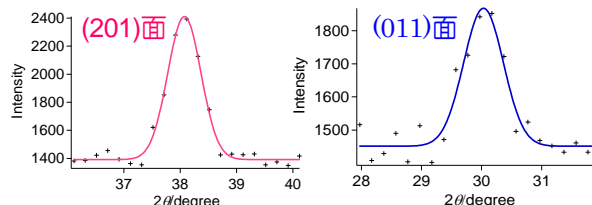


図2 (201)と(110)面の2θスキャン

4. 結論・考察

図2に(201)(011)面の反射の2θスキャンを示した。これらの反射は明瞭なピークとして現れた。しかし、バックグラウンドはピーク強度と同程度の大きさであった。これは樹脂を重水置換するなどの処理により軽減できる。そのような前処理を行えば、中性子構造解析に MOMA を用いるこ

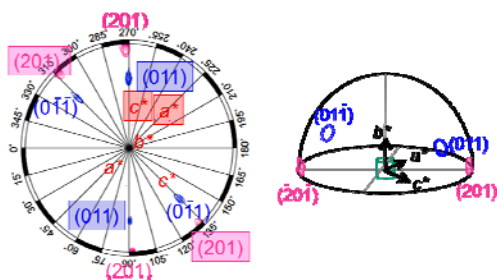


図3 左：(201)と(110)面の極点図、右：配向形態が一つの場合に観測される(201)と(110)面の反射。

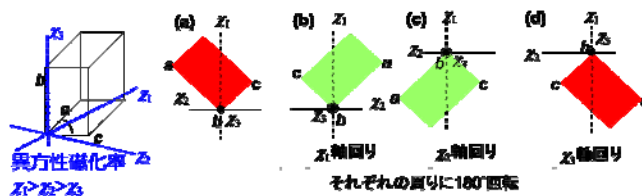


図4 左：単斜結晶の結晶軸と磁化軸の関係（2回軸のb軸と磁化困難軸を一致させた場合）、(a)：左の配向をとった場合 (b)： χ_1 軸回りに180°回転、(c)： χ_2 軸回りに180°回転、(d)： χ_3 軸回りに180°回転。

とができる。

図3の左は MOMA の中性子回折実験により得られた結果である。図3の右には配向形態が一つであるとしたときに考えられるそれぞれの反射を示した。これらの図より、MOMAには2種類の配向形態が存在すると結論できる。尚、図3の左の極点図の四角に囲まれたものと囲まれない表示は違う結晶由来を示している。

セロビオースの結晶は単斜晶であり、点群は2で、3つの異なる値の違う磁化軸を持っている ($\chi_1 > \chi_2 > \chi_3$)。b軸が磁化軸 χ_3 軸と一致する。単斜晶のb軸は2回回軸であり、それ以外の磁化軸は結晶軸とは一致するとは限らない。また、磁化軸は方向性がないため2回回軸である。そのことを踏まえて、図4にそれぞれの磁化軸の周りに180°回転を行った場合の結晶軸の配置を示した。これらの配向は磁氣的に等価のため、変調磁場下ではこれらの配向がおこる。しかし、結晶学的には(a)と(d)、(b)と(c)は等価であるので、2種類の配向形態が観測された。

5. 引用(参照)文献等

- 1) 木村恒久：日本中性子学会誌「波紋」, 17, No.1 (2007).
- 2) T. Kimura et al., *J. Appl. Crystallogr.*, **42**, 535-537 (2009).
- 3) F. Kimura et al., *J. Appl. Crystallogr.*, **43**, 151-153 (2010).
- 4) F. Kimura et al., *Cryst. Growth Des.*, **11**, 12-15 (2011).