MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2010AX0006 実験課題名 Title of experiment トランスサイレチンの中性子結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 横山　武司 所属 Affiliation 茨城大学　フロンティア応用原子科学研究センター	装置責任者 Name of responsible person 田中伊知朗 装置名 Name of Instrument/（BL No.） iBIX (BL03) 実施日 Date of Experiment 10/11/18 – 11/02/01

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。（適宜、図表添付のこと）
Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions.　Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

①トランスサイレチン単結晶(C669N171O207S3H(D)1033)、 重水、クエン酸三アンモニウム、塩化マグネシウム、キャピラリー封入（単結晶） 2.0mm^3

②トランスサイレチン単結晶(C669N171O207S3H1033)、 軽水、クエン酸三アンモニウム、塩化マグネシウム、キャピラリー封入（単結晶） 3.0mm^3

③トランスサイレチン単結晶(C669N171O207S3H(D)1033)、 重水、クエン酸三アンモニウム、塩化マグネシウム、キャピラリー封入（単結晶） 2.5mm^3

2. 実験方法及び結果 （実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）
Experimental method and results.　If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

測定試料は全てタンパク質（トランスサイレチン）単結晶(C669N171O207S3H(D)1033)をクエン酸三アンモニウムと塩化マグネシウム結晶化剤溶液と共にキャピラリーに封入した状態で行った。10/06/07～10/06/09 のマシンタイムを利用して、「1.試料」の①と②の結晶をテスト照射した。②はおもに比較対象とするためのものであり重水素置換を行っていない試料である。①を波長範囲 1.5-5.5Åでおよそ24時間照射し、最高分解能3Åまでの回折点の観測に成功した。 しかしながら、このデータの精度では例えフルデータセットを収集しても、構造精密化は困難であると判断し、さらに大型の結晶③を作成し、10/11/18～11/02/01 のマシンタイムでデータ収集を行った。 使用した検出器は14台で、まずは波長範囲は 2.7-6.7Åで 24 時間照射したところ、最高分解能 2.5Åの回折点の観測に成功し、この結晶のデータ収集を行う事に決めた。さらにこのデータを用いてUB マトリックスを計算し、結晶の方位から今後どのような角度からの回折点を測定するかを検討し、順次データを収集した。加速器の出力が 120kW で正味 18 時間の照射し(220kW 時は正味 10 時間照射し)、様々な(ϕ,χ,ω)の計 41 セット分収集しこれを1st フレームとした。さらに波長範囲を 5.0-9.0Åで同じ角度の(ϕ,χ,ω)を計 41 セット分収集し、これを 2nd フレームとした。 現在データ処理を行っている途中で改善の余地は

2. 実験方法及び結果（つづき） Experimental method and results (continued)

あるものの、、1st フレームは概ねデータ収集を終えており、積分強度計算、スケーリングの結果は構造解析を行うのに十分なデータの精度である。今後もデータ処理を続けて構造解析を行って論文執筆に取り掛かる予定である。