

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 6月5日
課題番号 Project No. 2011PX0016 実験課題名 Title of experiment 中性子回折実験を利用したヒトートロンピンと阻害剤複合体結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 山田太郎 所属 Affiliation 茨城大学	装置責任者 Name of responsible person 田中伊知朗 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL03 実施日 Date of Experiment 2012/3/17-2012/3/22 2012/4/8-2012/4/9

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.
ヒトートロンピンとその阻害剤ピバリルジンの複合体の単結晶(3コ)

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.												
<p>実験方法</p> <p>ヒトートロンピンとピバリルジン複合体結晶の3つの試料を iBIX のゴニオメータにマウントした。結晶の大きさはそれぞれ、2.2 mm³, 1.8 mm³, 6.2 mm³ であった。実験中 J-PARC の出力は 200kW であった。中性子の波長範囲は 1st フレーム(0.7A-4A)、2nd フレーム(4-8A)の2つを用いた。一つの静止状態の結晶につき2つのフレームの中性子を照射した。1フレームにつき24時間露光を行った。得られたイベントデータをヒストグラムデータに変換して可視化して、それぞれの結晶の回折の分最高解能を目視で確認した。</p> <p>結果</p> <p>全ての結晶について低分解能領域では回折を観測することができた。これらの回折斑点の位置と時間情報から指数付けを行うことができた。</p> <p>以下に結晶の大きさと目視で得られた分解能を示す。</p> <table border="1" data-bbox="148 1825 491 2004"> <thead> <tr> <th>結晶番号</th> <th>体積</th> <th>分解能</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>2.2 mm³</td> <td>2.8A</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>1.8 mm³</td> <td>2.9A</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>6.2 mm³</td> <td>2.7A</td> </tr> </tbody> </table>	結晶番号	体積	分解能	1	2.2 mm ³	2.8A	2	1.8 mm ³	2.9A	3	6.2 mm ³	2.7A
結晶番号	体積	分解能										
1	2.2 mm ³	2.8A										
2	1.8 mm ³	2.9A										
3	6.2 mm ³	2.7A										

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

体積の大きい結晶³では他の結晶に比べて高次の回折が期待されたが、他の物とそれほどの違いは無かった。結晶斑点も指数付けができる程度の強度を有しているが、空間的に広がって回折強度ピークがなだらかとなっている。これは結晶を複数回にわたるマクロシーディングにより大型化したために、ひび割れが起こったことや結晶配列に乱れが生じたために結晶品質が低下したためと考えられる。これらの結晶を使用して構造解析に必要なデータセットを取得するのは困難であると判断される。高次の回折強度データを取得するためには、今後マクロシーディングを使用せずに一度の結晶化で大型結晶を育成する必要がある。