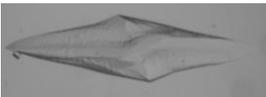


|  |   |
|--|---|
|  <b>MLF Experimental Report</b>   | 提出日 Date of Report<br>平成27年6月9日   |
| 課題番号 Project No.<br>2014PX0005<br>実験課題名 Title of experiment<br>中性子回折による ADP リボースピロリン酸分解酵素のプロトン移動過程のその場観察<br>実験責任者名 Name of principal investigator<br>神谷 信夫<br>所属 Affiliation<br>大阪市立大学 | 装置責任者 Name of responsible person<br>日下 勝弘<br>装置名 Name of Instrument/(BL No.)<br>生命物質構造解析装置<br>実施日 Date of Experiment<br>平成26年5月24-25日、<br>平成27年4月12-13日 |

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.

ADP-Ribose pyrophosphatase (結晶体積 0.3 mm<sup>3</sup>程度)  
 平成 26 年 5 月 24-25 日測定結晶



平成 27 年 4 月 12-13 日測定結晶 (左から結晶番号 01-05)



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.

平成26年5月24-25日

LN<sub>2</sub> 保存容器から100K 吹付状態のゴニオメータヘッドへ ADPRase の結晶をセットした。反射は割れていなかったが、スポットは尾をひいていた。加速器出力~300kW、検出器30台、目視最大分解能~3 Å。結晶(3.0×0.8×0.3 mm)を約 2 時間照射したのち、1 晩照射を続けた。Fig1 に 1 晩照射後、検出器 23-30 で観測された回折斑点を示す。

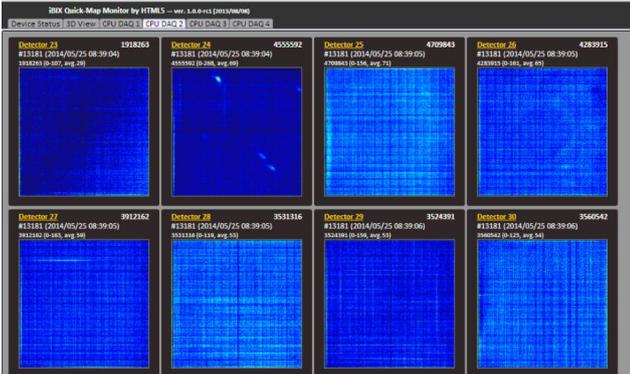


FIG1 回折斑点(23-30)検出器)

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

平成27年 4月12-13日

LN<sub>2</sub> 保存容器から100K 吹付状態のゴニオメータヘッドへ ADPRase の結晶をセットした。加速器出力 400kW、検出器30台、目視最大分解能~2.5 Å。測定した結晶は合計で 5 個であった。

・結晶番号 01 (0.6×0.6×0.3 mm) 体積 0.1 mm<sup>3</sup> 程度の小型結晶で練習測定を行った。20 分間照射したが回折点が観測されなかったため、アンマウントし、次の結晶をマウントした。

・結晶番号 02 (2.0×0.7×0.5 mm) 2 時間照射。1 分後には 8 番の検出器でスポットを確認した。スポットの形状は丸く、のびがなかった。10 分後には 24 番の検出器でスポットを確認。2 時間後、29 番の検出器で 2.9 Å 分解能の回折斑点を確認した。

・結晶番号 03 (1.6×0.7×0.4 mm) 2 時間照射。15 分後には 24 番と 25 番の検出器でスポットを確認した。02 の結晶よりもスポットは丸く、良好であった。2 時間後、29 番の検出器で 2.95 Å 分解能の斑点を確認した。

・結晶番号 04 (3.6×1.0×0.75 mm) 2 時間照射。照射後すぐに強い反射を確認できたが、02、03 と比べて斑点にのびがあった。子供の結晶によると思われる斑点も観測。結晶が大きいので高分解能を期待したが、2 時間照射で 3.52 Å (28 番の検出器)にとどまった。

・結晶番号 05 (3.6×1.3×0.75 mm) 1 時間照射。04 と同様に照射後すぐに強い反射が確認できた。スポットも他に測定した結晶よりも多く出ているが、分解能は 3 Å と 02、03 に比べてよいものではなかった。

分解能、スポットの形状の結果を考慮して 02 の結晶を約 12 時間照射した結果、2.4 Å 分解能程度の反射を確認した。Fig2 と Fig3 にそれぞれ低角、高角検出器で確認された回折斑点を示す。

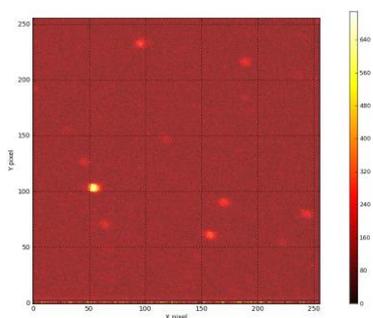


Figure 2 回折斑点(低角検出器)

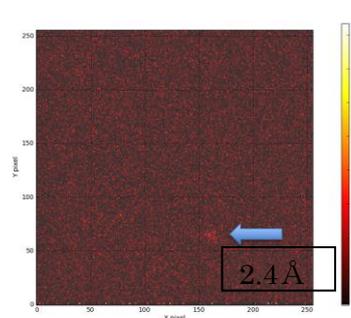


Figure3 回折斑点(高角検出器)

今後 02 の結晶で本測定を行う予定である。