

2 波長対応回転対陰極体システム 「MicroMax007 VariMax DW」

Dual Wavelength Rotating Anode System “MicroMax007 VariMax DW”

油家 一晃^a, 前山 正孝^a, 佐藤 寛泰^a, 山野 昭人^a

Kazuaki Aburaya, Masataka Maeyama, Hiroyasu Sato and Akihito Yamano

1. はじめに

X線結晶構造解析で用いるX線源の選択は、対象とするサンプルに依存します。サンプルに応じて線源を選択することにより、質の良いデータを取得することができます。以下に線源ごとの使用例の一部を示します。

Table 1. Application examples by X-ray source.

Source	Objective	Reason
Cu	Absolute structure determination of organic compounds	Larger anomalous signal
Mo	Data collection for metal complex	Reduction of X-ray absorption
Cr	Stress analysis of iron materials	Measurement of high angle Debye rings
Co	Data collection for crystals including iron	Inhibition of X-ray fluorescence generation

このように線源の特性に依存した用途があり、用途に合わせて線源を変更することが望まれます。しかしながら、これまでローターターゲットの交換は簡単ではなく、ユーザー自身で交換することは非常に時間のかかる作業でした。

今回開発した2波長対応回転対陰極体システム MicroMax 007 VariMax DW (Dual Wave) は、1つのシステムで2つの波長を使用可能にし、幅広いアプリケーションに対応できるようになりました。これまで面倒であったターゲットの交換や光学系の再調整が必要ないため、簡便な操作のみで線源の切り替えを行うことができます。また、高輝度なX線を照射できるため、微小結晶の測定にも威力を発揮します。

2. 特長

2.1 1つの装置で2波長のデータを取得

2波長対応型のX線発生装置と集光ミラーを組み合わせることによって、2波長のビームを照射できます。サンプ

ルに合わせてビームを選択することができ、多様なサンプルを扱うユーザーの方に特にお勧めです。

2.2 DW (Dual Wave) ターゲット

これまでターゲットの交換は、真空を落とし管球部からターゲットを取り出す必要がありました。本装置ではターゲット切り替えスイッチにより、2種類の線源を選択できるようになりました (Figure 1)。これにより、非常に手間のかかる作業であったターゲットの交換が簡便になりました。また、ミラーの切り替えもソフトウェア上から電動で切り替えることができます。



Figure 1. MicroMax007 VariMax DW system.

2.3 微小結晶の測定が可能

ターゲット上の焦点を70ミクロンに絞り、光学系に多層膜集光ミラーを使用しているため、20ミクロン程度の微小結晶でも測定することができます。また、超高輝度型X線発生装置FR-Eとの組み合わせも可能であるため、さらに微小な結晶の測定も可能となっています。

3. 測定例

2波長対応回転対陰極体システム MicroMax007 VariMax DW と広い測角範囲を持つイメージングプレート (IP) を組み合わせることにより、Cu線源を使用した有機低分子の絶対配置の決定、タンパク質結晶のスクリーニング・本測

^a 株式会社リガク

連絡先 〒196-8666 東京都昭島市松原町 3-9-12
電子メール aburaya@rigaku.co.jp

定, また Mo 線源における 0.38 Å までの高分解能データを測定することが 1 つのシステムで可能になりました。以下に 3 つの測定例^{1,2}を示します。

3.1 有機分子の 2 波長測定

Figure 2 には, Cu, Mo の各 X 線源でウルソデオキシコール酸の結晶 ($M_w = 392.58$, $a = 12.147$ Å, $b = 13.206$ Å, $c = 26.609$ Å, 空間群 $P2_12_12_1$) を, 測定した結果を示してあります。短い測定時間で構造の情報を得ることが出来ます。解析の結果, 結晶が光学活性であっても, すぐに Cu 線源に切り替えて絶対配置を求めることが可能です。このように二つの X 線源を手軽に使い分けることで, 正確な結晶構造の情報を手にすることが可能となります。

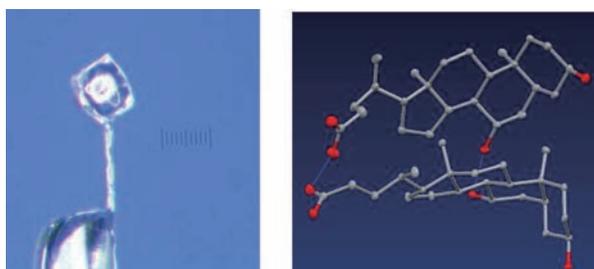


Figure 2. A crystal of ursodeoxycholic acid (left) and its molecular structure (right).

Table 2. Data collection conditions and results of structure determination of ursodeoxycholic acid.

X-ray source	MoK α	CuK α
Measurement time	1 h 34 min	2 h 47 min
Max. resolution (Å)	0.83	0.83
Rmerge (%)	1.94	2.25
R1(>2 σ (I)) (%)	3.02	3.24
Flack parameter		0.01(11)

3.2. 超高分解能構造解析

Table 3 にはテトラクロロ白金酸カリウムの結晶 ($M_w = 415.1$, $a = 7.02276$ Å, $c = 4.14235$ Å, 空間群 $P4/mmm$) を,

Table 3. Data collection conditions and results of structure determination of potassium tetrachloroplatinate.

X-ray source	MoK α		
Resolution (Å)	0.83	0.46	
Total/Unique reflections	1668/136	18292/691	
Rmerge (%)	5.18	5.84	
R1(>2 σ (I)) (%)	1.54	1.55	
Bond length (Å)	K-Cl	2.309(2)	2.3091(4)
	Pt-Cl	3.238(2)	3.2380(3)

0.83 Å と 0.46 Å の各分解能で測定した結果を示します。0.46 Å の高分解能で測定することで, 0.83 Å で測定したデータに比べ, 観測される反射数も多くなります。R1 の値は同程度のまま, データ/パラメータ比が改善され, 結合長の偏差も小さくなり, 質の良いデータとなっています。

3.3 タンパク質結晶構造解析

MicroMax007 VariMax DW では, 高輝度型微小焦点 X 線発生装置と集光光学系 VariMax による強力な Cu 線源を利用することができるので, タンパク質結晶の選別や構造解析に必要なデータを収集することも可能です。

Figure 3 はサウマチン ($M_w = 22204$, アミノ残基数 207, $a = 57.568$ Å, $c = 150.476$ Å, 空間群 $P4_12_12$) の回折イメージおよび電子密度図です。サウマチン結晶の, 150 Å 超もある c 軸に相当する隣接する反射も, 問題なく分離されていることが分かります。Table 4 にサウマチンの測定条件と解析結果を示します。7 時間以下で測定が終了しましたが, 最大分解能が 1.85 Å, Rmerge も 6.4% と良好です。構造解析は CCP4 を用い, 分子置換法 (Molrep) による位相決定と, 最小二乗法 (Refmac) による精密化を実行しました。トリプトファン残基側鎖の電子密度の様子からも, 高精度・高分解能測定であることが分かります。

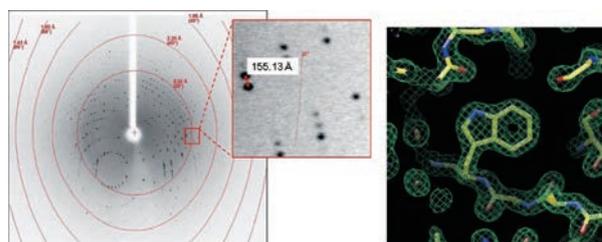


Figure 3. X-ray diffraction images of a thaumatin crystal and electron density.

Table 4. Data collection conditions and results of structure determination of thaumatin.

X-ray source	CuK α
Measurement time	6h 44min
Max. resolution (Å)	1.85 (Rmerge<30%)
Rmerge (%)	6.4
R(%) / Rfree(%)	19.9 / 23.1

引用文献

- (1) Wilson, C. et al., 26th European Crystallographic Meeting, Darmstadt, Germany, Aug. 29–Sep. 2, 2010, MS47-P03.
- (2) Russo, L. et al., IUCr 2011, Madrid, Spain, Aug. 22–30, 2011, 19.OT.P08.

(受理日 2012 年 2 月 3 日)