

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
実験課題番号 Project No. 2012PX0005 実験課題名 Title of experiment ファルネシルニリン酸合成酵素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 富山大学 大学院医学薬学研究部(薬学) 構造生物学研究室	装置責任者 Name of responsible person 田中伊知朗 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL-03 iBIX 利用期間 Dates of experiments 2013/3/28-2013/3/30

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.
ファルネシルニリン酸合成酵素-ビスホスホネート複合体 単結晶 (C1806H(D)2804N4640524S12、CD3C00Na、D20、C7H(D)11N07P2、MgCl2) 用いた試料の写真は2. の【試料写真】を参照。

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>ファルネシルニリン酸合成酵素(FPPS)の単結晶を石英キャピラリーに封入し、中性子回折測定を行った。結晶の体積はいずれも 2.5-4.0 mm³ 程度である。FPPS 単結晶の組成は、</p> <p style="text-align: center;">C1806H(D)2804N4640524S12、 CD3C00Na、 D20、 C7H(D)11N07P2、 MgCl2</p> <p>である。FPPS 結晶の空間群は $P4_12_1$ で格子定数は $a=b=110 \text{ \AA}$、$c=70 \text{ \AA}$ と、これまでに中性子解析に成功したタンパク質の中でも最も大きな部類に入る。MLF に持ち込んだ結晶試料は四つだが、実際に中性子照射を行ったのは二つのみである。重水を含んでいるため、中性子を照射した二つは MLF で一時保管し、照射していない結晶試料は茨城県実験室で保管している。</p> <p>本課題はテスト測定のために与えられたビームタイムであり、採択日数は1日だったが、シングルバンチモード時(加速器出力120kW)に割り当てられたこともあり、二日間に渡って実験を行った。結晶1は3月28日から3月29日にかけて約24時間照射し、結晶2は3月29日から3月30日にかけて約17時間照射した。回折測定は BL-03 に設置された30台の検出器で測定し、T0 チョッパーの位相は-50.8 度(2.7 - 6.7 Å)で測定を行った。どちら結晶の回折像においても、目視で確認したところ、補正前のデータで 3.0 Å 分解能以上の回折点が観測出来ている。回折点も鋭く観測できており、データ収集を行えば良質で構造解析が可能なデータ</p>

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

が得られると期待できる。回折点の統計データを算出する必要があるが、現在の結晶の品質で十分な回折データが得られることが強く示唆された。

【試料写真】

結晶を封入した
キャピラリーの写真



回折測定を行った結晶 1
(1 辺が約 2.3mm)



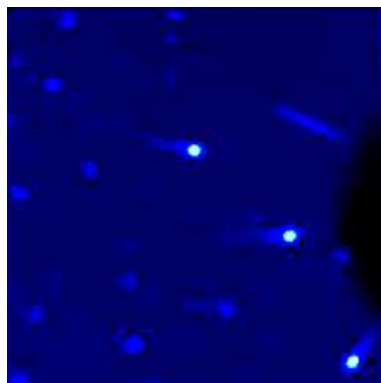
回折測定を行った結晶 2
(1 辺が約 2.4mm)



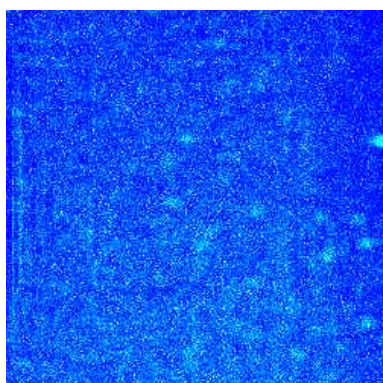
【TOF 回折像】

結晶1の TOF 中性子回折像 (全 TOF を投影して表示、照射時間24時間)

検出器24番の回折像
($2\theta_{\text{center}} = 12^\circ$)



検出器26番の回折像
($2\theta_{\text{center}} = 54^\circ$)



検出器25番の回折像
($2\theta_{\text{center}} = 33^\circ$)

