

タンパク質結晶における X 線の動力的回折の初観測

First observation of X-ray dynamical diffraction in protein crystals

横浜市大生命ナノ¹, 名大未来研², 高エネ研³, JASRI/SPRING-8⁴, 横浜創英大⁵,

○(D) 鈴木 凌¹, 小泉 晴比古², 平野 馨一³, 熊坂 崇⁴, 小島 謙一⁵, 橘 勝¹

Yokohama City Univ.¹, Nagoya Univ.², KEK³, JASRI/SPRING-8⁴, Yokohama Soei Univ.⁵,

°Ryo Suzuki¹, Haruhiko Koizumi², Keiichi Hirano³, akashi Kumasaka⁴, Kenichi Kojima⁵,

Masaru Tachibana¹

E-mail: n175302b@yokohama-cu.ac.jp

新規創薬や生命現象の理解において、タンパク質の立体構造の解明は重要であり、その研究は世界中で活発に行われている。その立体構造の解明に向けた最も有力な手法である X 線構造解析は、タンパク質の単結晶を用いて行われる。その構造解析の精度は、結晶の品質に強く依存する。したがって、高品質なタンパク質結晶の育成を目指し、多くの結晶育成法が開発されてきた。実際に、構造解析という観点から結晶性や回折分解能の向上が報告されている例もある。一方、このようにタンパク質結晶の品質が向上するにつれて、構造生物学の枠を超えた固体物理や材料科学の観点から、タンパク質結晶の完全結晶としての可能性に興味をもたれる。

結晶の完全性の指標の一つに動力的回折効果がある。一般的に X 線の動力的回折は Si 半導体のような極めて高品質な（完全な）結晶でのみ生じるため、タンパク質結晶における動力的回折の観察は非常に興味深い。しかしながら、これまでタンパク質結晶の動力的回折の観測に関する報告はなかった。したがって、タンパク質結晶の完全性は、依然として Si のような高品質な結晶に比べて劣るのか、あるいは、そもそも原理的に動力的回折現象が起こらないのか、タンパク質結晶の動力的回折現象の観察は、構造生物学や回折物理学における長年の課題であった。我々は、これまで X 線トポグラフィを用いたタンパク質結晶の欠陥の評価やロッキングカーブ測定による結晶性の評価を行ってきた。今回、タンパク質のひとつであるグルコースイソメラーゼ (GI) の結晶を用いたロッキングカーブ測定で、振動曲線の観測に成功した[1]。

GI 結晶は $I222$ の対称性をもつ体心斜方晶構造を持つ。格子定数は $a = 9.39$ nm、 $b = 9.96$ nm、 $c = 10.29$ nm である。GI 結晶はハンギングドロップ法で種結晶を育成させた後、自作の結晶ホルダー内で成長させた。単色 X 線トポグラフィおよびロッキングカーブ測定は KEK-PF BL-20B および SPRING-8 BL38B1 にて測定を行った。

育成された GI 結晶は無転位で、干渉縞が見られたことから非常に高品質な結晶である事が確認された。これらの結晶を用いて、011 回折のロッキングカーブ測定より、振動曲線の観測に成功した。さらに、入射 X 線の波長および結晶の厚さに依存した振動曲線の変化が明瞭に観察された。これらのふるまいは動力的回折理論から予測されるふるまいと非常に良い一致を示した。

[1] R. Suzuki *et al.*, Proc. Natl. Acad. Sci. USA **115**, 3634 (2018).