

X線デジタルトポグラフィを用いたタンパク質結晶の その場観察に向けたインデンテーション装置の構築

Construction of an indentation apparatus for in-situ observation of protein crystals by X-ray digital topography

鈴木凌¹, 若生啓², 小島謙一², 橘勝^{1*}

¹横浜市立大学, 〒236-0027 神奈川県横浜市金沢区瀬戸 22-2

²横浜創英大学, 〒226-0015 神奈川県横浜市緑区三保町 1 番地

Ryo Suzuki¹, Kei Wako², Kenichi Kojima² and Masaru Tachibana¹

¹Yokohama City University, 22-2 Seto, Kanazawa-ku, Yokohama, 236-0027, Japan

²Yokohama Soei University, 1 Miho-cho, Midori-ku, Yokohama, 226-0015, Japan

1 はじめに

我々はこれまで、モデルタンパク質であるリゾチーム結晶を用いて、X線トポグラフィによる結晶欠陥の評価、特に転位の観察やキャラクタリゼーションを行ってきた[1]。それらの転位は成長時に導入される成長転位の他に、不適切な取り扱いによるダメージ、つまり塑性変形によって導入されるすべり転位[2, 3]であることが分かっている。これらのタンパク質結晶の塑性や脆性の理解に向けて、変形時の転位のその場観察は重要である。そこで、本研究では、タンパク質結晶中の転位の動的観察を目的として、X線 CCD カメラを用いた X 線デジタルトポグラフィ[4]によるその場観察のためのインデンテーション装置の構築を行った。

2 準備・実験

これまで、正方晶および斜方晶リゾチーム結晶を用いた微小ビッカース硬さ測定により、その圧痕周辺にすべり線が観察されており、転位の運動によるすべり変形が生じていると考察されている[2, 3]。これらの測定の押し込み深さはおよそ 4 μm である。すなわち、タンパク質結晶の転位の運動を観察するためにはサブミクロンの押し込みが制御可能でなければならない。また、結晶の表面に確実にインデンテーションを行うためには正確なインデンター的位置制御を行う必要がある。タンパク質結晶は大きくても数 mm のサイズであることから、ミクロンオーダーでの位置制御が可能でなければならない。以上の必要な条件を踏まえ、数 10 nm で制御可能なパルスモーターによるインデンテーション装置の構築を行った。

3 結果および考察

実際に構築したインデンテーション装置を図 1 に示す。構築した装置をハッチ内のゴニオ上に固定し、X線トポグラフィを撮影しながら、インデンターの制御に成功した。セッティングした結晶への応力負荷を行い、インデンターと接触した表面近傍において、X線トポグラフィ像のコントラストの変化、結晶

内部にひずみが導入される過程を観察することに成功した。すなわち、インデンテーション前後だけでなく、インデンテーションのその場観察が可能となった。しかしながら、インデンテーションを行うことで結晶が動いてしまい、回折像がずれてしまうなど、サンプルのセッティングに関していくつかの問題点も明らかとなった。今後はこれらの改善も含め、インデンテーションのその場観察 X 線トポグラフィを確立し、転位の運動や塑性変形に関する定量的な理解を目指す。

4 まとめ

X線トポグラフィによるタンパク質結晶の欠陥導入のその場観察に向けたインデンターの構築を行った。X線トポグラフィとインデンテーションの同時測定に成功し、結晶内部への欠陥導入に成功した。

参考文献

- [1] T. Sawaura *et al.*, *J. Crystal Growth* **318**, 1071 (2011).
- [2] H. Koizumi *et al.*, *J. Phys. D* **41**, 074019 (2008).
- [3] R. Suzuki *et al.*, in press.
- [4] K. Wako *et al.*, *J. Appl. Cryst.* **45**, 1009 (2012).

*tachiban@yokohama-cu.ac.jp

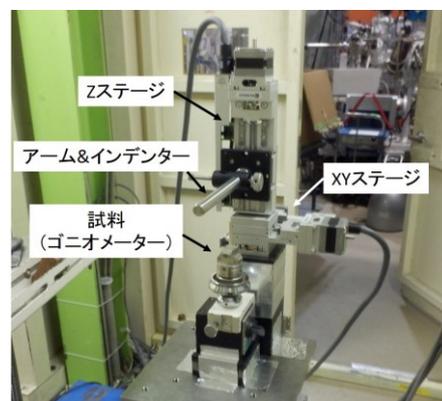


図 1. 構築したインデンテーション装置