

## 低分子結晶を BL6C(Galaxy)で測定した感想

エーザイ株式会社 後藤田正晴

2001年6月6日にエーザイの我々(櫻井、後藤田)が Galaxy を初めて使用してから約1年後、どうしても結晶構造解析したいのだけど結晶のサイズが小さすぎるために実験室系装置での測定を諦めていた低分子結晶がありました(写真参照)。

BL6B、6C ユーザーの大半は生体高分子を扱っている方だと思われるので、「低分子なんて溶かして放っておけば結晶が出るのじゃないのか?」と感じるかもしれませんが。しかし意外に低分子の結晶化も難しいもので、どうしても結晶構造が知りたいものほどえてして大きな結晶にならないものなのです。「小さな結晶でも構造解析できればどれほど幸せか」、これは高分子・低分子共通の夢であり課題だと思います。

さて、どうやっても結晶が大きく成長しない低分子化合物の結晶構造解析をすべく、坂部先生にお願いして2002年6月2日に Galaxy にてデータを測定させていただくことができました。その際のデータ収集・処理・解析結果と使用した感想を報告したいと思います。

一般に低分子の構造解析では 1 分解能を切るデータが必要であり、Galaxy の円筒型 IP は分解能を稼ぐために非常に便利でした。円筒型 IP 180°フルオープンの状態で、 $\lambda=1.04$  での理論上測定できる最高分解能は 0.7 。今回の結晶はその恩恵を最大まで活用できませんでしたが、それでも 0.75 分解能までのデータを収集することができました。高分子測定用 Weissenberg カメラでそこまで分解能を稼ぐことができたか。Galaxy が低分子測定に有用であると感じたポイントでした。ちなみに本測定では結晶を回転軸から約 30°傾けて、IP1枚あたり 10° oscillation で露光時間は10分という条件で測定し、180°回転分のデータを室温にて収集しました。

次に PROCESS でのデータ処理についてですが、box の大きさをいろいろ変えてみて処理結果を比較しました。結果的には「box 19, 19, 4, 0, 0」のときに最も精度よく処理することができたのですが、低角の反射は box に収まっていないものも多く、かといって box を大きくすると高角がうまく拾われなかったりと、ジレンマに陥りそうになりました。結局、 $\sim 0.75$  までのデータを「box 19, 19, 4, 0, 0」で積分し、まずまずのデータとなりました (Completeness : 73.4%,  $R_{\text{merge}}$  : 11.25%)。

さて、このデータを持ち帰り、構造解析を行う前に、よく考えてみると不安な点がいくつもありました。

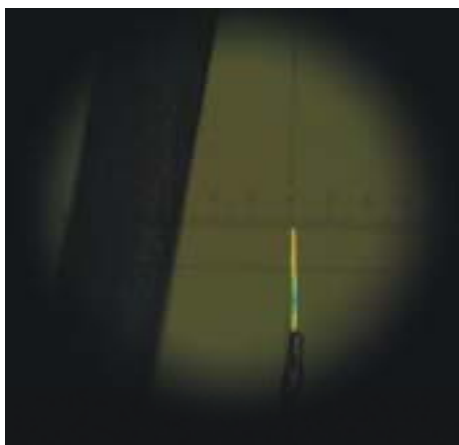
- ・ 写真のとおり、ほとんど軸が立っているため、30°傾けても特定の軸方向の反射が少ないかもしれない
- ・ Completeness が 73.4%、直接法で解くには反射数が少なめ
- ・  $R_{\text{merge}}$  もあまりよくない

- ・ 私自身、放射光で測定したデータで解析に成功したことがない(低分子)
- ・ なにより、Galaxy で測定したデータで解析したことがない(低分子)

これらの不安を胸に、直接法のプログラムを走らせたところ…すんなり位相決定することができました。解析した構造を示すことができないのが残念ですが、水素原子以外の原子は全てアサインでき、一部水素原子も確認することができました( $R = 8.82\%$ )。

最後に使用した感想ですが、 $180^\circ$ フルオープンだと1ドラムで2測定となり、照射時間が短くてよい場合であっても読み取り律速となる点が、少し歯がゆく感じました。それ以外は高分子の測定とほとんど変わらず、実に快適に測定することができました。

今回、「放射光 + Galaxy」という組み合わせが、極微小な低分子結晶の構造解析にも非常に有用であることを実感することができました。今回の結果から、もっと小さな結晶でも構造解析できる可能性を秘めていると感じています。機会があれば皆さまも利用されてみてはいかがでしょうか。



結晶の写真(50倍、 $0.02 \times 0.02 \times 0.4\text{mm}$ 程度)  
シャープペンの芯(0.5mm)と比較してみました