

擬単結晶法の中性子結晶構造解析法への応用

Application of psuedo single crystals (magnetically oriented microcrystal arrays) to neutron diffraction crystal analysis

利用者 松本弘子¹⁾、木村史子¹⁾、目時直人²⁾、鈴木裕士²⁾、大原高志²⁾、木村恒久¹⁾

Hiroko MATSUMOTO, Fumiko KIMURA, Maoto METOKI, Hiroshi SUZUKI, Takashi OHHARA, Tsunehisa KIMURA

所属 ¹⁾京都大学大学院農、²⁾日本原子力研究開発機構

キーワード 擬単結晶、磁場配向、中性子結晶構造解析、セロピオース、変調磁場

1. 目的

擬単結晶(magnetically oriented microcrystal arrays MOMA)は粉末微結晶から作製でき、センチメートル単位の大きさで作製可能である(図1参照)。それ故、大きな試料を必要とする中性子回折実験には、特に有用であると考えられる。この技法により、タンパク質や核酸など微結晶は得られるが大きな単結晶が得ることが難しい試料で、構造決定の可能性を広げることができる。

生体高分子MOMA試料の中性子結晶構造解析への可能性を検討する前段階として、我々は生体高分子であるセルロースの基本ユニットであるセロピオースのMOMAを作製し中性子構造解析の可能性を検討したので報告する。

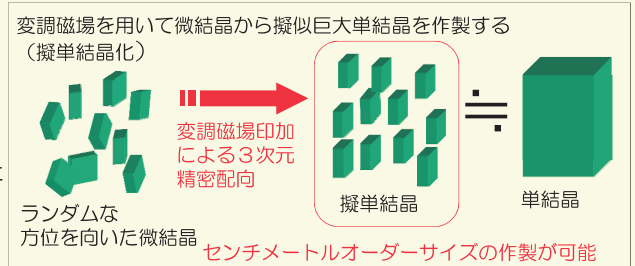


図1 擬単結晶(MOMA)の概念図

2. 方法

試料

紫外線硬化樹脂(XVL-14, 1.96 g)
+セロピオース(0.8 g)分散液

静磁場下で試料を90°
ごとに変調回転
(10 rpm ⇄ 80 rpm)

紫外線照射による配向固定

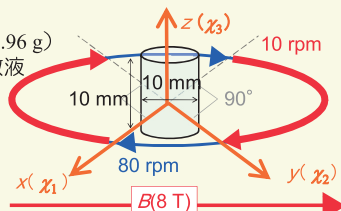


図2 MOMAの作製方法

磁場方向の滞留時間が一番長いx軸方向=x₁軸(磁化容易軸)
回転面と垂直なz方向=z₃軸(磁化困難軸)に配向

測定

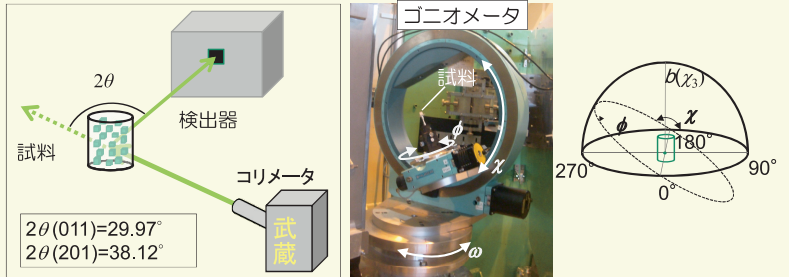


図3 左:装置の配置図、中:ゴニオメータ、右:測定領域 $\chi=0\sim 180^\circ$ 、 $\phi=0\sim 360^\circ$

3. 実験結果

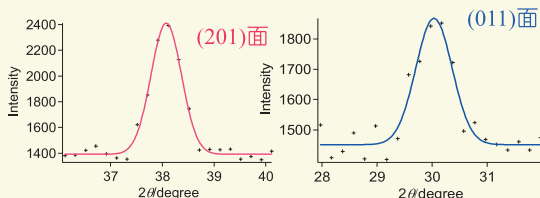


図4 (201)と(110)面の2θスキャン

図4に(201)(011)面の反射の2θスキャンを示した。これらの反射は明瞭なピークとして現れる。しかし、バックグラウンドは同程度の大きさであった。これは樹脂を重水置換するなどの処理により軽減できる。そのような前処理を行えば、中性子構造解析にMOMAを用いることができると考える。

図5の左はMOMAの中性子回折実験により得られた結果である。図5の右には配向形態が一つであるとしたときに考えられるそれぞれの反射を示した。これらの図より、MOMAには2種類の配向形態が存在すると結論できる。尚、図5の左の極点図の四角に囲まれたものと囲まれない表示は違う結晶由来を示している。

二種類の配向形態が存在する理由

セロピオース 結晶系: 単斜晶、点群: 2、b軸 // z₃軸

単斜晶のb軸は2回軸であり、3つの磁化軸のいずれかと一致するが、それ以外の磁化軸は結晶軸とは一致するとは限らない。また、磁化軸は方向性がないため2回軸である。そのことを踏まえて、図6にそれぞれの磁化軸の周りに180°回転を行った場合の結晶軸の配置を示した。これらの配向は磁気的に等価のため、変調磁場下ではこれらの配向がおこっている。しかし、結晶学的には(a)と(d)、(b)と(c)は等価であるので、2種類の配向形態を観測された。

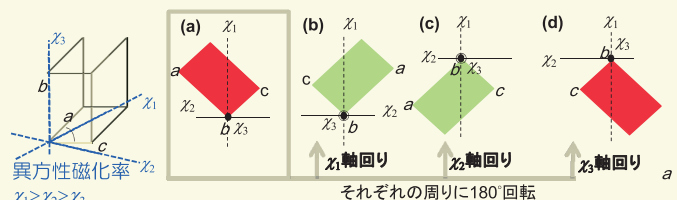


図6 左: 単斜結晶の結晶軸と磁化軸の関係(2回軸のb軸と磁化困難軸を一致させた場合)、(a): 左の配向をとった場合 (b): x₁軸回りに180°回転、(c): x₂軸回りに180°回転、(d): x₃軸回りに180°回転。

4. まとめ

セロピオースの微結晶を変調磁場を用いて3次元配向させて擬単結晶(MOMA)を作製し、その中性子回折実験を行った。微結晶を懸濁させる媒体を重水置換するなどの前処理を行えば、中性子構造解析にMOMAが十分使用できる結果が得られた。セロピオースの単斜晶による2種類の配向形態をMOMAで観測した。

5. 引用(参照)文献等

松本弘子, 木村恒久: 日本磁気科学会第4回年次大会講演概要集, (2009).
松本弘子, 木村史子, 目時直人, 鈴木裕士, 木村恒久: 日本磁気科学会第5回年次大会講演概要集, (2010).

6. 謝辞

この研究は一部JSPSのアジア研究教育拠点事業“材料電磁プロセスの世界拠点の構築”の援助を得てなされた。