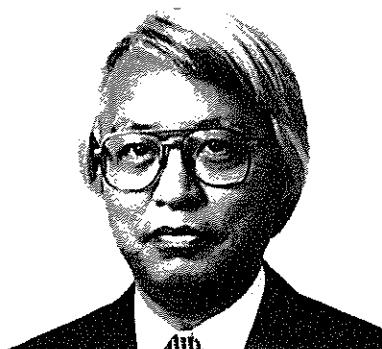
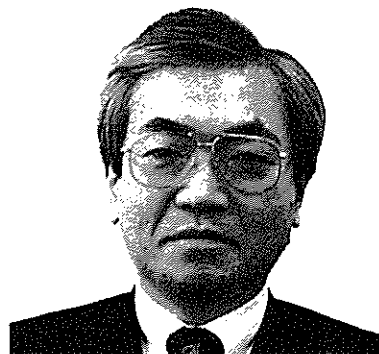


## 迅速 X 線回折装置

研究者：大橋裕二 東京工業大学 大学院理工学研究科 教授  
開発企業：志村晶 理学電機株式会社 代表取締役社長  
(推薦者：山本明夫 東京工業大学 名誉教授)



大橋 裕二 氏



志村 晶 氏

### 1. 技術の背景

X線回折法は物質を構成する原子の3次元配列や結晶構造を知るための最も有力な解析法であり、20世紀の科学の発展の原動力であったといえる。食塩(NaCl)のイオン結晶構造解析に始まり、最近では超伝導体、タンパク質、核酸、ウィルスの構造解析まで幅広い分野において必要不可欠なツールとなっている。しかし、物質の機能性や反応性を解明するには、原子や分子の3次元配列だけでは不十分であることも認識されはじめ、寿命の短い不安定状態の結晶構造や、分子が変化するプロセスを解析したいというニーズも生まれてきた。

従来のX線回折装置は、シンチレーションカウンターを検出器とし、結晶の方位と検出器の位置を逐次変えながら回折データを測定する4軸型X線回折装置が用いられてきたが、試料と検出器の位置決めにかかる時間が長くなり、かつ回折点を1点ずつ測定するため、1個の結晶の構造解析に短くても3~4日という長時間を要していた。このため研究の推進に多くの時間を必要とする上に、寿命の短い不安定な物質の構造を解析することは不可能であった。このような背景から、高感度かつ短時間で結晶構造を解析できるX線回折装置が強く望まれていた。

### 2. 技術の概要

本技術は、広い測定角度の回折データを円筒状の輝尽性蛍光フィルム(イメージングプレート)に多数の回折点データを一度に記録し、レーザービームを用いて高速で読みとること

により、短時間で結晶構造解析を可能にするX線回折装置に関するものである。

研究者は、分子の不安定な励起構造解明のために、迅速かつ高感度なX線回折装置の設計に取り組み、優れた感度と位置分解能をもつイメージングプレートに着目し、これを検出器として利用することにより迅速X線回折の基本的構成を決定した。また、広角度の測定も可能にするため、イメージングプレートを円筒形状に配置することで、装置の小型化も可能にしたものである。

開発企業は、研究者の設計を基本に装置を試作した。まず、イメージングプレートを試料の周囲に円筒状に配置し、試料にX線を照射し、その時に生じる多数の回折斑点をイメージングプレート上に一度に記録する。イメージングプレートは、蛍光体（Eu<sup>2+</sup>をドープしたBaFBr）を塗布したフィルムで、X線を照射するとその情報が記録され、これにレーザー光を照射するとX線の強度に比例した光輝尽発光を生じるものである。イメージングプレートに記録された情報を高速で読みとるために、回折斑点を記録したイメージングプレートを装置の垂直下方に移動させ、円筒内側からレーザービームを回転させながららせん状に走査して、発生する光輝尽発光スペクトルを高速回転で読み取り、その位置と強度から、解析ソフトを用いて結晶構造を解析するものである。

このようにX線回折データ記録部分と高速データ読み取り部分を一体化し、自動解析ソフトを組み込むことにより、高精度かつ高速の結晶構造解析を可能としたものである。また、4軸型X線回折装置と比べて駆動機構を減少させて低価格化が図られたため、広く利用されている。図1に開発した迅速X線回折装置の記録部の構成とその外観写真を、また図2に装置全体の外観写真を示す。

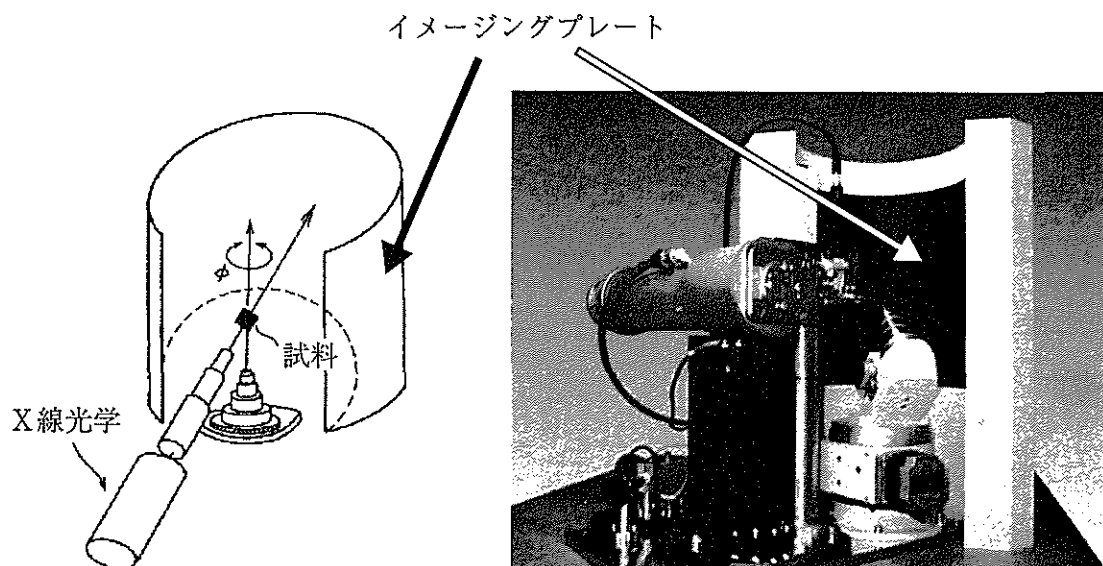


図1 本装置の記録部の構成（左）と外観写真（右）

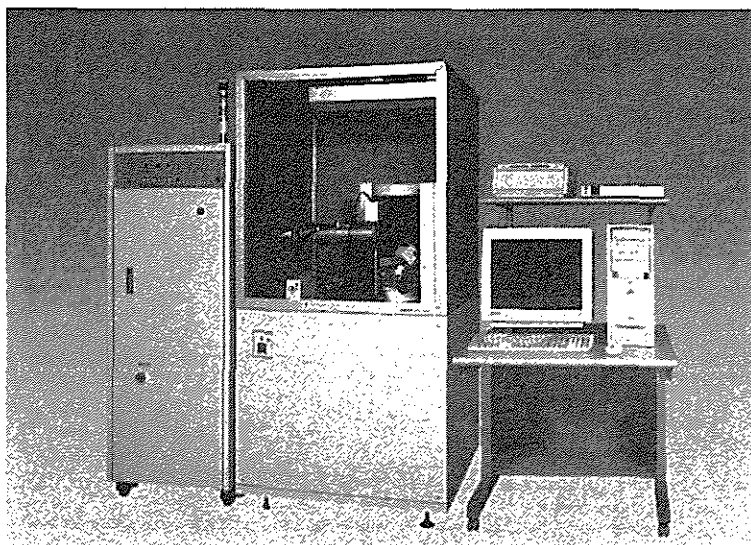


図2 迅速X線回折装置の外観写真

### 3. 効果

イメージングプレートの配置の最適化、高速読み取り装置との一体化により、迅速性と操作性に優れた高精度X線回折装置を実現し、従来は3～4日かかっていた測定時間が3～4時間に短縮された。また、測定精度や感度の向上をはかり、短時間での構造解析ができるため、結晶の機能発現時の不安定な構造を解析することも可能となった。本研究者らは、図3のように白金錯体の光励起状態の構造解析により、光励起によって2つの白金原子の間の距離が約0.2Å収縮することを解明した。また、感度向上により、従来の装置では回折データを得られなかった直径20 $\mu$ mの微小な試料サイズでも回折像が得られ、図4に示すタンパク質(シトクロムP450のモデル錯体)の酸化反応におけるイオウ配位子の特異な役割を解明した。

更に、解析ソフトを組み込んだ全自動システムを実現したことで、結晶の専門家でない異分野の研究者や初心者にも容易に扱えるようになり、X線回折の利用分野を拡大することにもつながった。

本装置は、現在までに多くの大学、研究機関等で利用され、ナノ材料からバイオ等の幅広い分野でその成果を発揮しており、今では、従来の4軸型X線回折装置にとって代わり、分子構造解析の標準ツールとなりつつある。

X線回折は、物質を構成する原子・分子の配列を決定する最も有力な手段であり、原子・分子の配列がその物質のあらゆる性質を規定しているとの事実を考えると、その研究ツールに画期的な進歩をもたらした本装置の意義は非常に大きく、単に物質研究のみならず科学のあらゆる分野において、今後ますます大きくなると予想される。

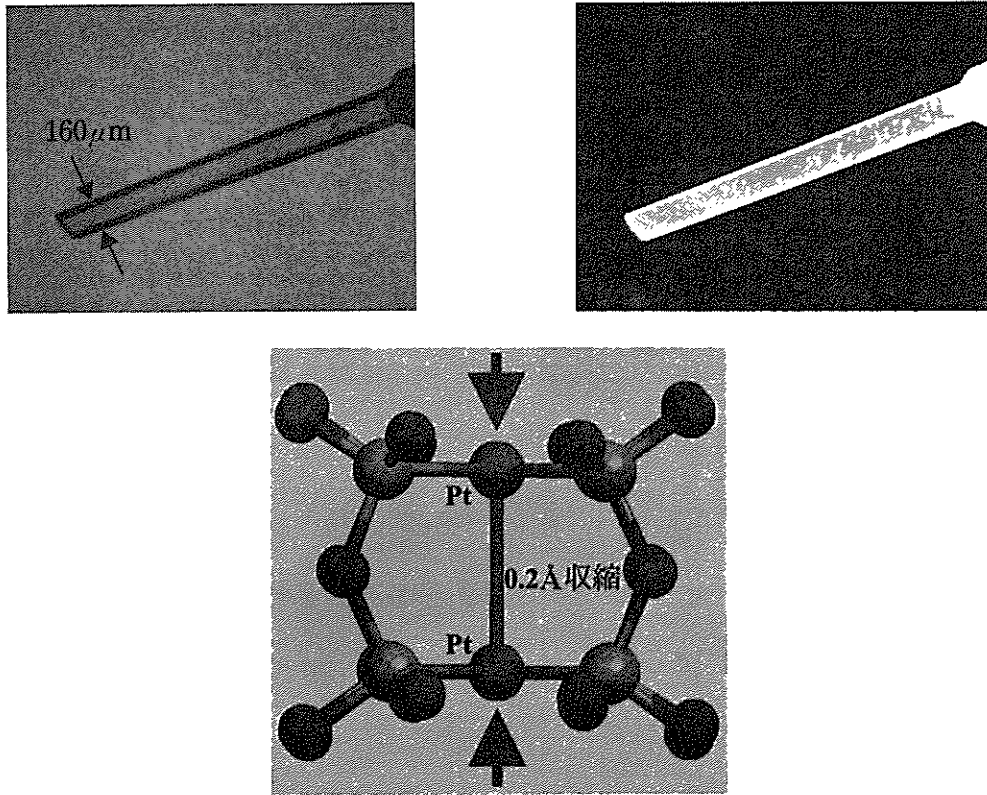


図3 基底状態の試料外観（左上）、励起状態の試料外観（右上）、励起による構造変化（下）

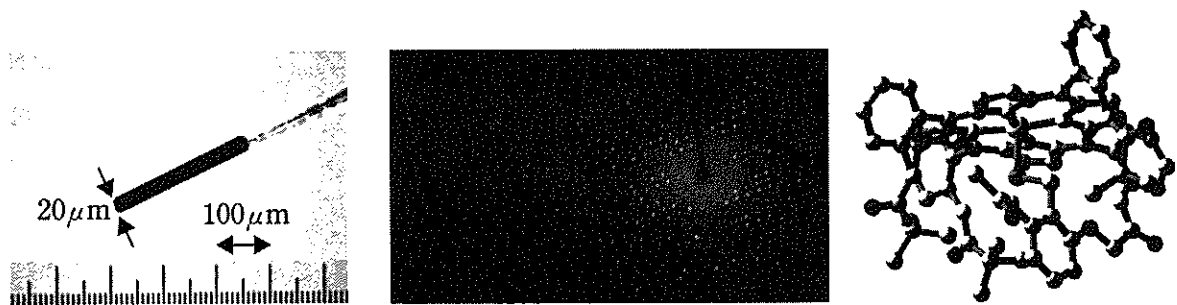


図4 タンパク質の微小な試料（左）、回折像（中）、分子構造（右）