

**FIP**

Rapport d'expérience  
Utilisation du temps de faisceau  
Run 2002/1

**BM30A**

---

**Identification de l'expérience**

date début-fin: du 31/01/02 à 15h

au 01/02/02 à 15h

n° proposition **30-01-404**nom du laboratoire ou nom du responsable du projet **L.E.B.S./CNRS-Gif-Sur-Yvette**nom des utilisateurs présents **Thomas BERTRAND, Pierre BRIOZZO,  
Solange MORERA**nom du local contact **Lilian JACQUAMET**

---

**Temps de faisceau**

normal pour SM.

mode / intensité

MAD pour l'essentiel, ensuite

temps alloué

24 h (3 shifts)

temps utilisé

24 h

---

**Statistique d'utilisation**MAD oui [ X ] seuil: Sélénium non [ ]  $\lambda =$ 

cryo oui [ X ] non [ ]

---

**Rapport d'expérience et commentaires**

TB, PB:

Le but était de résoudre par méthode MAD la structure de la protéine DeoX de *Salmonella typhimurium*. Un jeu natif avait été enregistré sur BM14S le 7 novembre 2001, puis les données traitées avec succès à 2.4 Å de résolution. Groupe d'espace P21.

La protéine sélénométhionylée cristallise dans les mêmes conditions, avec le même résultat et les mêmes problèmes: cristaux mâclés (au moins partiellement) et assez mosaïques.

Après avoir réglé la ligne pour le MAD, un test de fluorescence a été effectué sur le cristal choisi (0,9 mm dans sa plus grande dimension), indiquant un très fort signal Sélénium.

Des données ont ensuite été enregistrées sur 360° pour  $\lambda_{max}$ , valeur maximale de  $f''$  (0,980718 Å), permettant de tenter de résoudre la structure par SAD. Il fallait 30 sec par image pour obtenir des tâches suffisamment intenses, et des rotations de 0,5 ° par image pour limiter le recouvrement des tâches. Du coup l'enregistrement de ces données SAD a pris environ 8h.

Ensuite, pour les 2 autres longueurs d'onde nécessaires pour le MAD, 180° ont été enregistrés pour le point d'inflexion, correspondant au f' maximum ( $\lambda = 0.980896 \text{ \AA}$ ), puis pour le point distant (remote,  $\lambda = 0.979501 \text{ \AA}$ ). Ceci a encore nécessité environ 8h (2x4h). Le cristal a décliné, mais pas excessivement.

Les données n'étaient pas assez bonnes pour être traitées par le programme automatique de la ligne (adp). Mais elles ont pu être traitées en modifiant certains paramètres de Denzo/Scalepack. Les essais de phasage sont en cours, mais le cas semble assez difficile.

SM:

Après un assez long temps de réinitialisation de la ligne (problème technique) sur une longueur d'onde non MAD, différents cristaux de Nucléoside DiPhosphate Kinase (NDPK), soit de l'amibe Dictyostelium discoideum, soit de l'enzyme humaine A, ont été essayés. Il s'agissait de complexes avec des analogues de nucléotides. Malheureusement (cas exceptionnel avec la NDPK) ils ne donnaient pas de tâches de diffraction exploitables.