

(様式2)

議事録番号

提出 2012 年 9 月 10 日

会合議事録

研究会名：結晶化学研究会

日 時：2012 年 8 月 26 日 16:10-18:40

場 所：大阪大学吹田キャンパス R4 棟（材料開発・物性記念館）3 階談話室

出席者：(議事録記載者に下線)

Naumov, Panče (NYU Abu Dhabi)

小澤 芳樹 (兵庫県立大学)

尾関 智二 (東京工業大学)

木村 滋 (高輝度光科学研究センター)

清谷 多美子 (昭和薬科大学)

杉本 邦久 (高輝度光科学研究センター)

鳥海 幸四郎 (兵庫県立大学)

馬場 清喜 (高輝度光科学研究センター)

藤原 明比古 (高輝度光科学研究センター)

安田 伸広 (高輝度光科学研究センター)

計 10 名

議題：「結晶化学における放射光利用研究の現状」

開催主旨:SPRUC 改編後の結晶化学研究会の活動方針, 単結晶構造解析関連ビームラインの現状と, 利用研究についての議論と意見交換.

プログラム:

1. 「SPRUC 結晶化学研究会の紹介」(5 分)

兵庫県立大学 小澤 芳樹

2. 「BL02B1 の現状と最近の研究動向」(20 分)

高輝度光科学研究センター 杉本 邦久

3. 「BL40XU ピンポイント回折計の現状と今後の改造計画について」(20 分)

高輝度光科学研究センター 安田 伸広

4. 「BL38B1 の紹介」(20 分)

高輝度光科学研究センター 馬場 清喜

5. 「独立原子数 1000 を超える巨大無機分子の結晶構造解析」(20 分)

東京工業大学 尾関 智二

6. 「表面薄膜の単結晶 X 線構造解析法の現状と展望」(20 分)

兵庫県立大学 鳥海 幸四郎

7. 「討論 –結晶化学分野における SPring-8 の現状と将来計画–」

(発表者 敬称略)

議事内容：

SPRUC 結晶化学研究会発足後の初めての会合として開催した。前半は単結晶 X線回折実験に関連する SPring-8 ビームラインの現状について、三名のビームライン担当者が講演をおこなった。後半は、二名の講演者が放射光利用による結晶化学分野の研究例について発表し、その後引き続いて総合討論をおこなった。詳細は以下の通りである。

1. 研究会世話人代表の小澤 芳樹氏が SPRUC 結晶化学研究会の発足と活動方針、現状について簡単な説明をした。登録会員数は 2012 年 8 月時点で 124 名となり、旧利用懇の時の約 10 倍に増加したことを紹介した。
2. BL02B1 ビームライン担当の杉本 邦久氏が、結晶構造解析実験ステーションに新規導入された CCD 回折計 (図 1) の紹介を中心に、ビームラインの現状について報告した。2012B 期より供用される CCD 回折計の架台設置、時分割測定を始めとする実験環境の現状と将来計画。さらに、利用実験により研究成果の例 (図 2) を紹介したⁱ。
3. BL40XU ビームライン担当の安田 伸広氏が、ピンポイント CCD 回折計 (図 3) の現状と今後の改良計画について報告した。利用環境の整備とデータ精度の向上目指して、今年度に予定されている CCD 架台および $45^\circ-\chi$ ゴニオメータ自動ステージの導入について説明した。最近の利用実験成果について発表された論文 (図 4) を中心に研究例ⁱⁱを紹介した。
4. BL38B1 ビームライン担当の馬場 清喜氏が、タンパクビームライン実験装置の仕様 (図 5, 6) と利用実験の現状について発表した。タンパク以外の巨大分子結晶などの単結晶 X線回折実験のための利用環境の状況、申請課題の実施状況 (図 7)、研究例ⁱⁱⁱを紹介した。
5. 東京工業大学の尾関智二氏が、PF-AR を利用した巨大 polyoxometalate 分子を含む単結晶構造解析の研究^{iv}について発表した (図 8, 9)。1000 を超える独立原子のパラメータを迅速に精密化するための SHELX プログラム使

用法について解説した。

6. 兵庫県立大学の鳥海幸四郎氏が，表面薄膜単結晶構造解析法（図 10）の開発について講演した．表面薄膜の単結晶構造解析法の意義，BL13XU ビームラインを利用した実験成果，問題点と将来の展望について発表した．
7. SPring-8 II の計画など，今後の放射光実験施設の変革が結晶構造解析，結晶化学研究にどのような影響を及ぼすのか議論をおこなった．特に，マイクロビーム，低エミッタンス，高いコヒーレントなど高性能化する放射光の性質を用いた新たな実験手法，研究分野の可能性について意見を交換した。

以上



図 1. BL02B1 に導入された CCD 回折計.

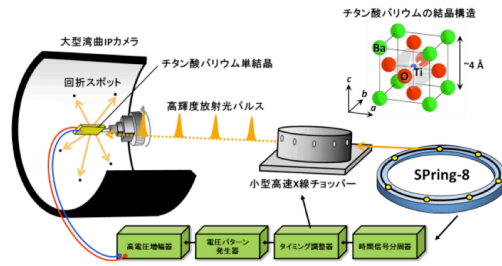


図 2. 高電界下での時分割 X 線実験

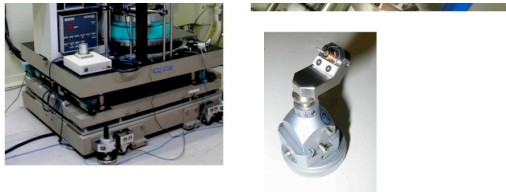


図 3. BL40XU ピンポイント回折計.

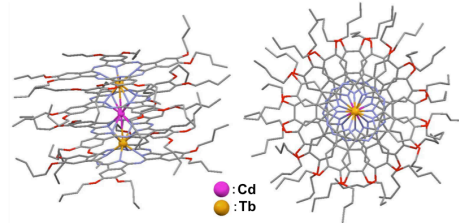


図 4. 結晶構造解析された積層フタロシアニン希土類単分子磁石集合体 (ref. 2b).

BL38B1のレイアウト

標準光学系: 偏向電磁石光源 + 標準2結晶分光器 + 集光ミラー
 試料交換の自動化: サンプルチェンジャー SPACE の導入

X線の準備からデータ収集まで、一貫した自動化を実現 (高速、ハイスループット)

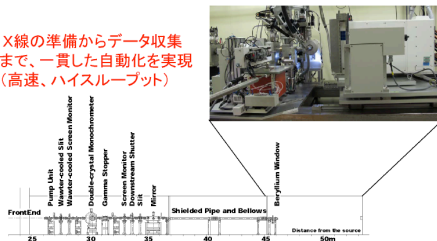


図 5. BL38B1 ビームラインと実験装置.

試料周りのレイアウト

結晶センタリングや実験条件設定、実験スケジュールの管理機能などを一端末に統合し、制御している

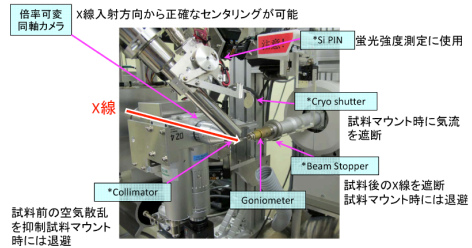


図 6. BL38B1 回折計.

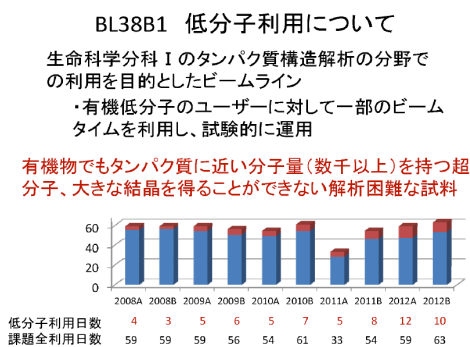
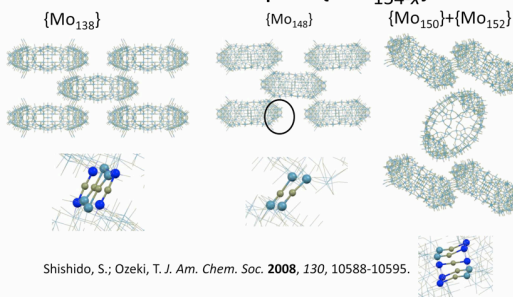


図 7. BL38B1 低分子結晶実験の状況.

Large polyoxometalates 2.

wheel-shaped $\{Mo_{154-x}\}$



2012年8月26日 SPring-8シンポジウム「SPRUC結晶化学研究会」サテライトミーティング

6

図 8. 巨大無機分子の単結晶構造解析例 (ref. 4a).

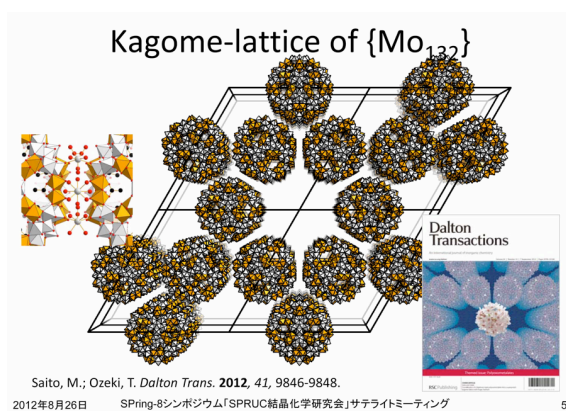


図 9. 巨大無機分子の単結晶構造解析例 (ref. 4b).

X-ray diffraction from a surface film crystal by grazing incidence with a fixed angle

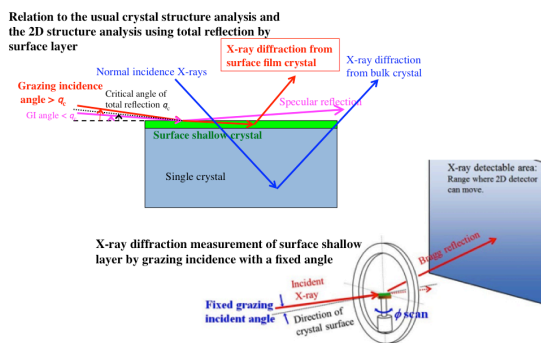


図 10. 表面薄膜単結晶 X 線回折実験.

参考文献

- ⁱ C. Moriyoshi, S. Hiramoto, H. Ohkubo, Y. Kuroiwa, H. Osawa, K. Sugimoto, S. Kimura¹, M. Takata, Y. Kitanaka, Y. Noguchi, and M. Miyayama *Jpn. J. Appl. Phys.* **2011**, *50*, 09NE05.
- ⁱⁱ (a) K. Ogata, D. Sasano, T. Yokoi, K. Isozaki, H. Seike, N. Yasuda, T. Ogawa, H. Kurata, H. Takaya and M. Nakamura, *Chem. Lett.* **2012**, *41*, 194-196.; (b) K. Katoh, Y. Horii, N. Yasuda, W. Wernsdorfer, K. Toriumi, B. K. Breedlove and M. Yamashita *Dalton Trans.*, **2012**, *Advance Article* DOI: 10.1039/C2DT31400B
- ⁱⁱⁱ Q-F. Sun, S. Sato and M. Fujita, *Nature Chemistry* **2012**, *4*, 330-333.
- ^{iv} S. Shishido, and T. Ozeki *J. Am Chem. Soc.* **2008**, *130*, 10588-10595.; M. Saito, T. Ozeki, *Dalton Trans.* **2012**, *41*, 9846-9848.