

(様式 2)

議事録番号

提出 2013 年 10 月 2 日

会合議事録

研究会名：結晶化学研究会

日 時：2013 年 9 月 7 日 10:00-12:30

場 所：京都大学宇治キャンパス 化学研究所本館 M442C 号室

出席者：(議事録記載者に下線)

植草 秀裕 (東京工業大学)

大胡 恵樹 (帝京大学)

小澤 芳樹 (兵庫県立大学)

尾関 智二 (東京工業大学)

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)

高谷 光 (京都大学)

津久井 秀 (京都大学)

鳥海 幸四郎 (兵庫県立大学)

中村 正治 (京都大学)

安田 伸広 (高輝度光科学研究センター)

計 11 名

議題：「結晶化学分野における SPring-8 利用の成果と次期光源への期待」

プログラム：

1. 「ユーザーの立場から見た SPring-8 における微小単結晶構造解析
～京大化研有機合成系研究室の最近の利用状況と成果～」 (30 分)

高谷 光 (京都大学)

2. 「最近の Acta Crystallographica Section C の動向」 (30 分)

植草 秀裕 (東京工業大学)

3. 「結晶化学関連ビームラインの現状と SPring-8 次期計画について」 (30 分)

安田 伸広 (JASRI/SPring-8)

杉本 邦久 (JASRI/SPring-8)

4. 討議：「SPring-8 次期計画について議論：光源、ビームラインの高度化が結晶

化学研究分野に及ぼす影響と新規研究領域の開拓への期待」(90分)

議事内容：

プログラムに沿った各講演者の発表概要は以下の通りである。

1. 京都大学化学研究所の高谷 光氏が、SPring-8 を利用した微小結晶構造解析を中心に研究成果を発表した。(図 1 - 4) BL02B1, 40XU 38B1 の単結晶 X線回折実験用ビームラインに加え、BL14B1, 27SU を利用した XAFS 実験についても紹介し、有機金属化学、錯体化学分野において SPring-8 で様々な測定手法が有効であり、高エネルギー分解能で高輝度な放射光は研究の進捗には必須の施設であることも述べた。また、京都大学化学研究所の有機合成化学関連研究室での SPring-8 利用の現状や、研究室間での利用に関する情報交換や連携についても紹介した。
2. 東京工業大学の植草 秀裕氏が、国際結晶学連合(IUCr)発行の *Acta Crystallographica section C* の動向を中心に、結晶学関連の雑誌の発行の現状と、学問分野としての結晶学の今後の見通しについて発表した。*Acta Crystallographica* は、結晶学の権威あるジャーナルとしての歴史はあるが、近年では結晶構造に関するトピックスは他誌に論文が掲載されることが多く、結晶学分野での雑誌のインパクトが低下傾向である。この現状には IUCr のみならず、結晶学研究者の間でも問題となっており、将来にわたる結晶学の学問としての役割や、ジャーナルの編集方針について議論されていることを紹介した(図 5)。また、2013 年に発表された、結晶構造解析ソフトウェア SHELX の最新版(SHELX2013)の紹介をした。誤った構造解析の例をいくつか挙げ、現在の単結晶構造解析法の問題点について指摘した。
3. BL40XU ビームライン担当の安田 伸広氏が、ピンポイント回折計の現状、装置の改良計画、利用成果について報告・発表した。2011 年から始めた安田氏の利用課題に SPRUC 結晶化学研究会が協力して、結晶化学分野での利用促進を目的とした活動について、40XU, 02B1 を利用した論文数の推移を示し、かなりの成果が上がっていることが示された(図 6)。合成化学を専門とする研究者の間でも、SPring-8 を利用するメリットが認識されつつあることが報告された。

BL02B1 ビームライン担当の杉本邦久氏が、IP および CCD 回折計の現状と利用成果について報告した。CCD 回折計の架台が整備され、実験室系と同様の測定可能になったことで、測定時間が IP に比べて飛躍的に短縮され、スループットが向上したことが紹介された(図 7)。また、SPring-8 の次期計画について、結晶化学に関連する事項を中心に計画状況の説明をした。

放射光ビームの性能の向上，特に光の回折限界に迫る低エミッタンスと，高空間コヒーレントなビームの性質が従来の単結晶構造解析実験にどのような影響を与えるのか，新たな実験手法への可能性について述べた。

4. 前項の杉本氏の発表を受けて，SPring-8 次期計画に関して，結晶化学分野への影響や，今後の利用研究実験の見通し，現状の SPring-8 利用に関する問題点を1時間以上にわたって議論した。

討議開始に先立ち，司会の東京工業大学尾関智二氏より，研究会メンバーを対象にあらかじめ実施した SPring-8 次期計画に関するアンケート（詳細は、利用者の動向調査報告書に記載）の結果が報告された。

次期計画の結晶化学関連の研究への影響については，以下の点が今後問題になってくるとの意見が出された。

1. 高輝度，高フラックスのビームは特に極微小結晶構造解析にさらに有効と考えるが，ビーム利用のための光学系や計測系の装置はすぐに対応できるのか。
2. 高い空間コヒーレンスのビームが粉末回折実験，小角散乱実験などで測定データに重大な影響をあたえることはないのか。
3. Upgrade 後の実験課題申請の採択基準がこれまでと変更されるのか，採択基準に合致しない実験は，仕様の異なる他の放射光施設の利用に変更されるなど，放射光実験施設の連携などがあるのか。

一方，SPring-8 利用研究に現状については，以下の問題点が指摘された。

1. 半年に一度の課題申請のサイクルと，研究のフェーズが全く合わない。特に合成化学の分野では，得られた化合物をすぐに測定する必要があり，ビームタイムまで測定試料を最適な状態で保つための労力が大きい。
2. 計測装置のスループットの向上で，測定時間が短くなっており，タンパク結晶で行われているような，メール・イン実験課題の整備がのぞましい。

現在，化学分野での放射光ビーム利用研究の重要性が認識され，ユーザが増えつつあり，研究成果があがってきている時期である。ビーム性能の向上や，施設の更新は重要だが，それによって，逆に実験がしにくくなり，ユーザ離れが起きることがあれば，利用促進に深刻な問題を引き起こすであろう。今後数年にわたって SPring-8 でこれまで以上に使いやすく研究が継続できるような，利用環境の維持を確実にするべく，研究会として積極的に情報収集や施設側への要望を出すことを重要な活動方針とした。

メタル化ペプチドの創製と機能開拓

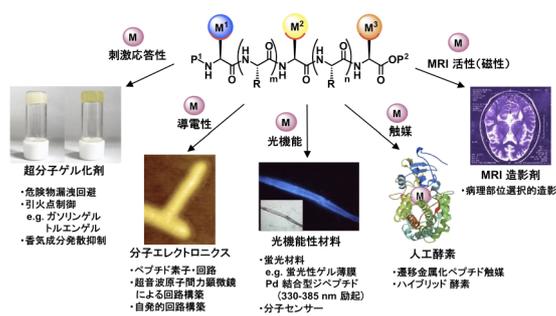


図 1

Absolute Configuration of D/L-Pd-Norvalines

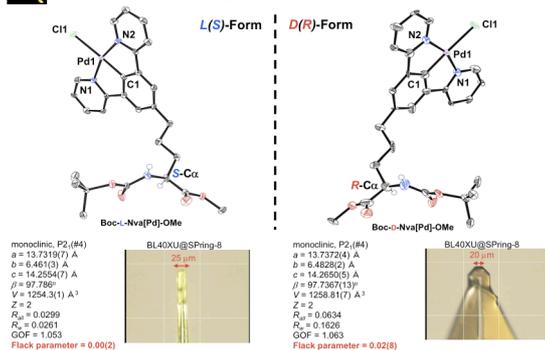


図 2

Self-Assembly of Pd-Norvaline

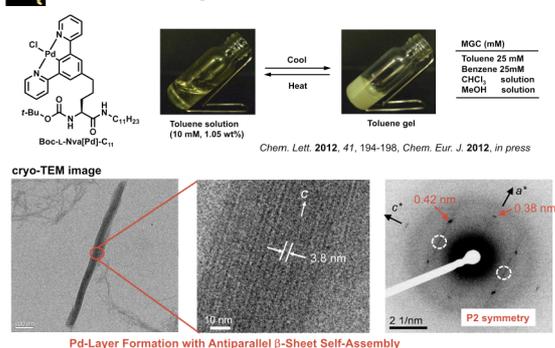


図 3

Supramolecular Structure of Pd-Norvaline SA

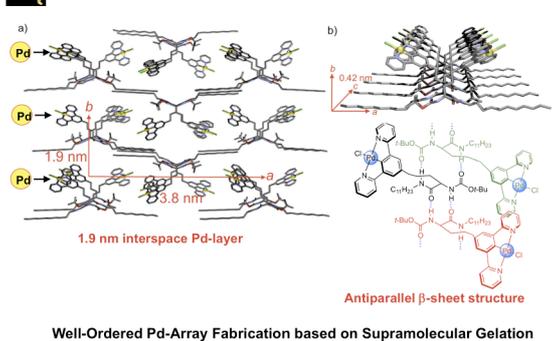


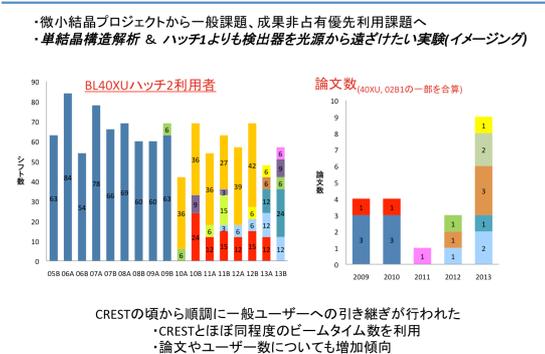
図 4

最近のActa Crystallographica Section Cの動向

- ・ 課題: IFの向上、魅力のある雑誌になる事
- ・ 対応策: 投稿しやすい工夫(Wordテンプレート)、方向性の修正(構造化学ヘシフト)、特集号の発行
- ・ 新しい問題: 結晶構造解析に不慣れな著者から誤った構造、不正な構造の投稿がある
 - 乱れの見落とし、元素の勘違い、CIFの偽造
 - Co-editorがすべての構造を精密化しなおしている
 - CIF投稿時に精密化で使用したファイルの中に含める
 - SHELXL-2013がそれに対応している
- ・ IYCr2014をIUCrおよびActa Cryst.の起爆剤とする方針。オンライン化、IUCrの創刊

図 5

BL40XU実験ハッチ2利用ユーザーと論文数の推移



CRESTの頃から順調に一般ユーザーへの引き継ぎが行われた
 ・CRESTとほぼ同程度のピークタイム数を利用
 ・論文やユーザー数についても増加傾向

図 6

IPカメラ及びCCDカメラ使用時の実験配置



現在使用している大型湾曲IPカメラに緩衝せずデータの読み取り時間の短く、且つユーザー自身が切り替え可能な検出器としてCCD検出器を導入した。本検出器の導入により、超分子結晶のような不安定かつ比較的大きい結晶格子を有する単結晶試料の測定が可能になっただけでなく、これまでピークタイムの制約により非現実的であった構造解析を目的としたポンププローブ法による時間分解実験の実施が期待される。

图 7

以上