

提出 2011 年 11 月 9 日

会合議事録

研究会名：結晶化学研究会

日 時：2011 年 11 月 2 日 18 時 - 20 時 30 分

場 所：東京ステーションコンファレンス 6F 602 会議室

出席者：(議事録記載者に下線)

伊村 宏之 (三菱化学)

大胡 恵樹 (東邦大学)

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)

佐藤 宗太 (東京大学)

杉本 邦久 (高輝度光科学研究センター)

野口 恵一 (東京農工大学)

安田 伸広 (高輝度光科学研究センター)

計 9 名 (うち研究会メンバー 8 名) 五十音順、敬称略

議題：「第二回 極微小単結晶構造解析 成果報告」

開催主旨：2011A 期に実施された、極微小単結晶 X 線回折実験の成果報告、ならびに利用者懇談会改編に向けて、研究会の活動方針について意見交換をおこなう。

プログラム：

1. 「BL02B1 の現状と 2011A 期の実験報告」(20 分)

高輝度光科学研究センター 杉本 邦久

2. 「BL40XU ピンポイント構造計測装置による微小単結晶構造解析の 2011A,B 期の実験報告」(20 分)

高輝度光科学研究センター 安田 伸広

3. 「自己組織化を使って合成した巨大な中空錯体の構造解析」(20 分)

東京大学 佐藤 宗太

4. 「発光性多核錯体微小結晶の構造解析」(20分)

兵庫県立大学 小澤 芳樹

5. 「merohedral 双晶の解析例」(20分)

東京工業大学 尾関 智二

6. 討論「利用者懇談会改編に向けて研究会の活動方針」

(発表者 敬称略)

議事内容：

2011A 期に実施された BL02B1, BL40XU ビームラインの極微小単結晶構造解析実験の成果報告を中心に、放射光X線構造解析を利用した結晶化学関連の研究紹介、今後の研究会活動の方針等について、発表と討議をおこなった。プログラムに従った各発表の概要は以下の通りである。

1. 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の光学系および装置の現状と高度化について報告した。特に試験的に CCD 回折計 (図 1) を導入した測定について、測定時間、データ精度を中心に導入した場合の効果について紹介し、メールイン測定代行システムも含めた実験課題遂行のための将来の高度化、環境整備の見通しについて問題点を指摘し意見を述べた。
2. BL40XU ビームライン担当の安田 伸広氏から、ピンポイント計測装置を用いた 2011A 期の極微小結晶構造解析の実験結果について報告があった。 $\chi 45^\circ$ ゴニオアダプタ (図 2) を用いた測定データの completeness 改善を始めとする、データ精度の向上への取り組み、2011B 期の実験計画について述べた。
3. 東京大学 佐藤 宗太氏が、巨大球状中空金属錯体分子 (図 3) の自己組織化による合成と結晶構造について、放射光実験施設を用いた単結晶構造解析を中心に最近の研究について紹介した。再結晶溶媒に有機溶媒が用いられる等、タンパク質結晶とは異なる錯体高分子結晶の単結晶 X 線回折実験遂行にあたって困難な点について、サンプリング法、測定方法、試料の放射線損傷など具体的な問題点を挙げて述べた。
4. 兵庫県立大学 小澤 芳樹氏が、BL40XU 回折計を用いた、フォトルミネッセンスを示す結晶化困難な多核金属錯体 (図 4) の極微小結晶構造解析について発表した。特に $\chi 45^\circ$ ゴニオアダプタを用いた測定データの completeness 向上効果を検討し、その結果を報告した。

5. 東工大の尾関 智二氏が単結晶構造解析における双晶の影響として, merohedral 双晶について, 具体的な解析例を用いて紹介した. 双晶の分類と構造解析において merohedral twinning の問題が生じる結晶点群の解説, twinning と disorder との違い, 構造解析における問題解決の指針について述べた(図5).
6. 来年度からの利用者懇談会の改編に際し, 研究会活動をどのように発展させるか, 特に会員構成が劇的に変化することに対応して, 今後の研究会のあり方について議論した.

その他 :

*利用懇への要望もしくは JASRI への要望がございましたらお書きください。

今回の会合は, SPring-8 コンファレンスの開催後の会場を研究会で使用することができ, スムーズに開催できた. 夕刻で使用時間が限られていたためやむを得ないが, 研究会の今後の方針等についてももう少し時間をかけて議論したかった. 今回の SPring-8 コンファレンスのアナウンスが開催の約一ヶ月前とかなり期間が短く, それに伴って研究会会合開催の連絡も会場確保の手続きの期間も加わりかなり直前になってしまった. 結果としていつもより参加人数が少なめになった. 東日本大震災による諸般の影響により開催時期の決定が遅れたことと察するが, 概略でもいいので懇談会会員に対して早めのアナウンスをお願いしたい. 今回のコンファレンスの開催主旨についても従来とは大幅に異なる印象を受けた. これについても事前に利用者懇談会あるいは JASRI から懇談会会員に向けた十分な説明や連絡が必要だったと考える.

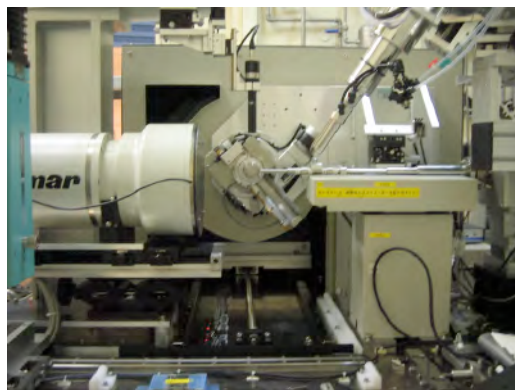


図1 BL02B1 大型 IP 回折計に装着された CCD 検出器.

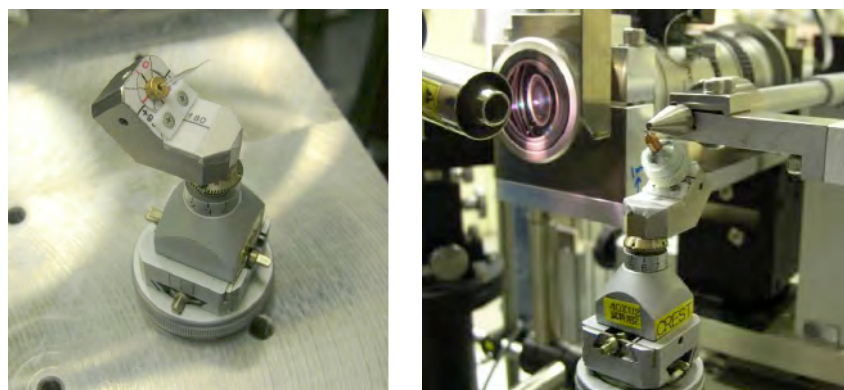


図2 $\approx 45^\circ$ ゴニオアダプタ (左) と BL40XU ピンポイント計測装置への取り付け例 (右).

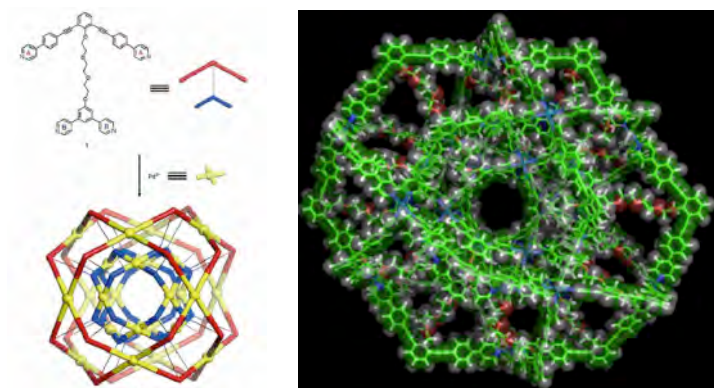


図3 自己組織化により形成された二重球状巨大金属錯体分子
(参考文献 : Q.-F. Sun, T. Murase, S. Sato, and M. Fujita, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2011**,
50, 10318-10321.)

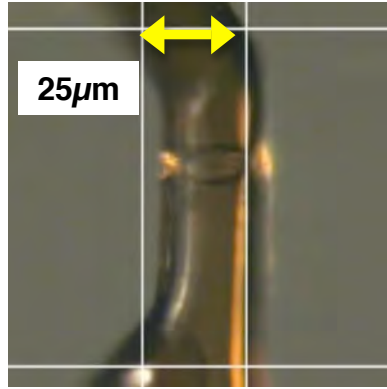


図 4 多核金属錯体の微小結晶(0.024 x 0.012 x 0.006 mm)

SHELXLのコマンド

- 正方、立方、斜方 $a \doteq b$ (pseudo merohedry)
 - TWIN 0 1 0 1 0 0 0 0 -1
 - BASF 0.5 (optional)
- 単斜 $\beta \doteq 90$ (pseudo merohedry)
 - TWIN 0 0 1 0 -1 0 0 0 -1
 - BASF 0.5 (optional)
- その他はSHELXL manual 6-3

図 5 pseudo merohedry の場合の SHELX を用いた解析例
(参考文献：The SHELX-97 manual(1998)；「金属錯体の機器分析（上）」
三共出版(2010))