

提出 2011年 5月 16日

会合議事録

研究会名：結晶化学研究会

日 時：2011年5月6日 13時-16時30分

場 所：キャンパスイノベーションセンター東京（東京都港区）

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 （東邦大学）

大原 高志 （総合科学研究機構）

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 （JASRI/SPring-8）

高谷 光 （京都大学）

野口 恵一 （東京農工大学）

橋爪 大輔 （理化学研究所）

藤井 孝太郎 （東京工業大学）

満身 稔 （兵庫県立大学）

安田 伸広 （JASRI/SPring-8）

計 13 名（うち研究会メンバー11名）五十音順、敬称略

議題：「極微小単結晶構造解析 成果報告会」

開催趣旨：2010A から開始された、BL40XU, BL02B1 ビームラインでの極微小単結晶構造解析実験の成果報告と討論、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. 「はじめに」 (5分)

兵庫県立大学 小澤 芳樹

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現状と実験報告」 (40分)

高輝度光科学研究センター 安田 伸広

3. 「BL02B1の現状について」 (20分)

高輝度光科学研究センター 杉本 邦久

4. 「多核金属錯体極微小単結晶の構造解析」 (20分)

兵庫県立大学 小澤 芳樹

5. 「キラルー次元ロジウム(I)-セミキノナト錯体の極微小単結晶構造解析」 (20分)

兵庫県立大学 満身 稔

6. 「低分子極微小単結晶の構造解析」 (20分)

東京工業大学 植草 秀裕

7. 総合討論「SPring-8 における極微小単結晶構造解析の現状と将来への展望について」 (60分)

司会 東京工業大学 尾関 智二

議事内容：

2010A 2010B 期に JASRI/SPring-8 の安田 伸広 氏が中心となって実施されてきた、BL02B1, BL40XU ビームラインを利用した極微小単結晶構造解析実験の成果報告を中心に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. 研究会代表から、今回の会合の趣旨説明。
2. BL40XU ビームライン担当の安田 伸広氏が、ピンポイント構造計測装置による極微小単結晶構造解析プロジェクト開始から今日までの経緯について報告した。精密回折装置 (図 1) とアンジュレータビームラインの仕様と性能、現時点での構造解析の成功率等の成果 (図 2) の報告があった。実験ステーションの現状と問題点の指摘、今後の供用計画の見通しについての説明もなされた。
3. ビームライン担当の杉本 邦久 氏が、BL02B1 の現状について報告した。大型湾曲 IP 回折計の装置仕様の現状、およびビームと光学系の、新たに導入を予定している CCD 検出器の現状と、今後の整備計画について説明した。
4. 兵庫県立大学 小澤 芳樹 氏が、BL40XU および BL02B1 の回折計を用いた、フォトルミネッセンスを示す多核金属錯体の極微小結晶構造解析について発表した (図 3)。測定データの精度や、信頼性について実験室装置のデータとの比較、考察を行い、測定系や解析結果の詳細な評価の必要性を指摘した。
5. 兵庫県立大学 満身 稔 氏が、キラルな一次元ロジウム錯体集合体の極微小結晶構造解析について発表した。結晶性が悪くこれまで十分な解析精度が得られなかったが、微小結晶とアンジュレータビームを用いることにより解析精度が向上すること、温度変化に伴う一次相転移で結晶にストレスが生じやすい場合でも、微小結晶ならば結晶の損傷を低減できる等のメリットが示された。また実験を効率よく行うための実験環境の向上に関していくつかの提案がなされた。
6. 東京工業大学 植草 秀裕 氏が、有機、錯体小分子の微小単結晶構造解析について発表した。実験室の多層膜集光光学系高輝度 X 線源を用いた装置との比較を示し、実験室と放射光の装置利用の長短所について議論した。高精度のデータを効率よく得るためには、結晶の質やサイズに応じて、実験室系、放射光の装置を適切に選択あるいは組み合わせることの必要性を指摘した。
7. SPring-8 での極微小単結晶構造解析実験の成果をさらに生み出すために何

が必要かを中心に議論した。おもな議題は以下の通りである。1. 実験、解析手法の改善に向けた、実験結果の精度や信頼性の検証の必要性。2. 迅速な測定と良質な試料選択のための実験環境の整備向上。3. データの信頼性を向上させるための装置の高度化。4. ビームライン運用の現状と将来展望とメール・イン制度を始めとする実験課題の効率的な申請遂行のための新しいプロセスの可能性の検討。5. 研究会とビームライン側との協力関係。

BL40XU 精密回折計の一般申請課題への供用や、測定試料に応じた、BL02B1を始めとする他の BL の単結晶装置との相互利用による、微小結晶の迅速かつ精密な回折実験が実行可能な環境を目指すこと等の要望が出された。さらにアンジュレータビームライン利用の単結晶構造解析の重要性を研究会としてアピールするために論文発表などを積極的に行うことで一致した。

その他：

研究会開催について：今回は、研究会メンバーの尽力により、キャンパスイノベーションセンター東京に無料で会場が確保できた。本来は SPring-8 コンファレンスにあわせて開催することが望ましく、その際は会場確保も施設側あるいは利用懇で一括して行うことを要望する。



図1 BL40XU ピンポイント計測精密回折計.
 (参考文献 : N. Yasuda, et al., J. Synchrotron Rad., **2009**, *16*, 352-357.)

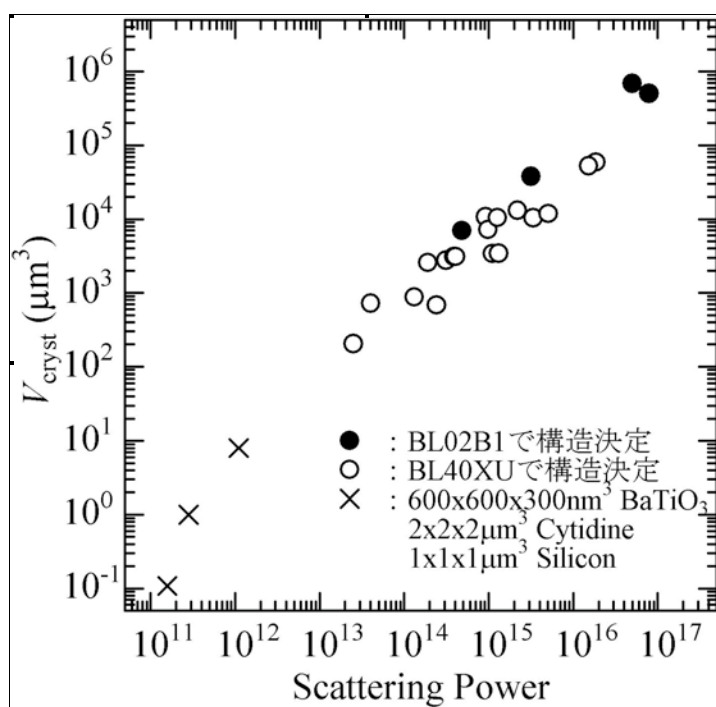


図2 構造解析に成功した単結晶試料のX線散乱能と結晶試料体積の関係.
 (参考文献 : 安田ら, SPring-8 2010B1489 利用報告書)

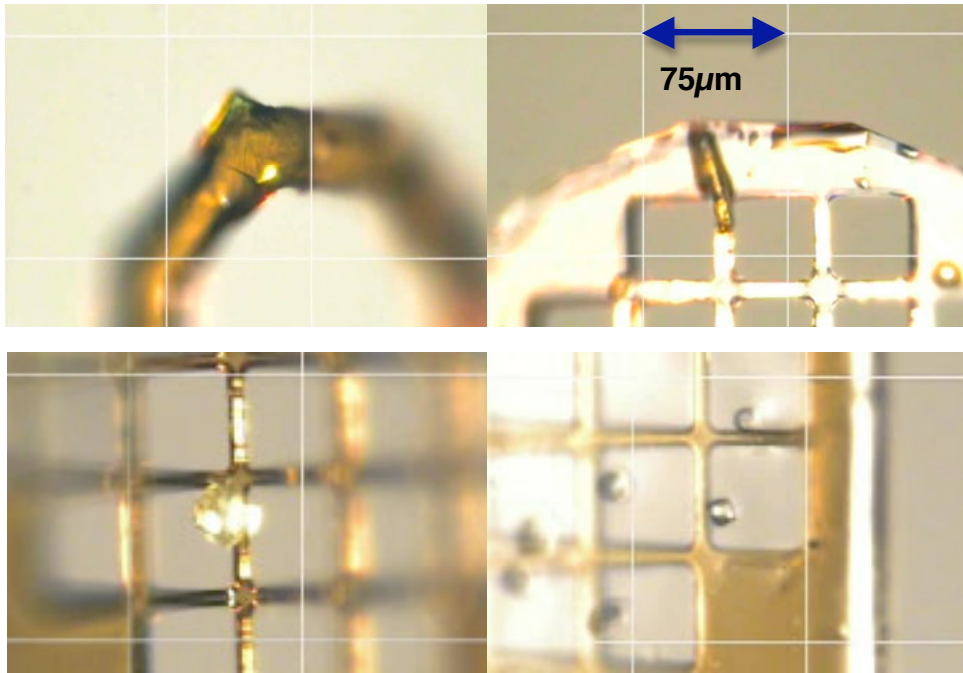


図3 多核金属錯体の極微小単結晶試料.

(参考文献 : H. Fujioka. et al., *Conference of AsCA*, 2010, MS02-P06.)