

微結晶粉末に対する単結晶 X 線回折を用いた結晶スポンジ法による構造解析

(東大院工¹分子研²) ○吉田 知史¹・佐藤 宗太¹・藤田 誠^{1,2}

Structure analysis by the crystalline sponge method using single crystal X-ray diffraction on microcrystalline powder (¹Grad. School of Engineering, The University of Tokyo, ²IMS) ○ Satoshi Yoshida¹, Sota Sato¹, Makoto Fujita^{1,2}

Crystalline Sponge (CS) method is the powerful structural analysis technique that can determine absolute structure by using only a few amounts of samples. However, the reduction of sample amounts is necessary in seeking the best condition of rare analyte. Here, we tried to measure microcrystals of CS and used synchrotron radiation source for measuring sufficient S/N from small crystals (~5 μm). Although each diffraction datum was partial due to radiation damage, multi-data merging successfully enabled to determine the framework of CS.

Keywords : *Crystalline Sponge Method, Structural Determination, Single Crystal X-ray Diffraction, Coordination Complex*

結晶スポンジ法は、微量な試料の分子構造を、その絶対配置も含めて決定できる強力な手法である。従来は、結晶スポンジー粒を入れたバイアルに解析したい分子の溶液を加えることによって試料調製をしてきたが、希少な試料に対して最適な測定条件を探索する際にはさらなるスケールダウンが求められている。

本研究では、より小さい結晶を用いれば試料量を減らせることに着目し、微小な結晶スポンジでの測定を試みた (図 1)。5 μm 程度の微結晶から十分な S/N 比の回折データを得るために高輝度な放射光 X 線を用いたところ、放射線損傷するために部分的な回折データしか得られなかった。そこで、50~100 個程度の結晶の回折実験を行い、個々の微結晶からの部分データを統合解析することで改善をはかった。本手法により、結晶スポンジ骨格を構造決定することに成功した。

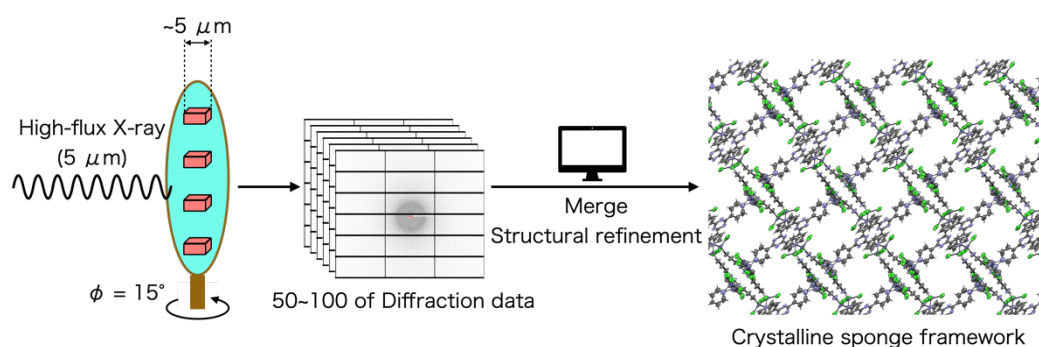


図1. 高輝度放射光X線を活用した微小結晶粉末からのX線構造解析のワークフロー