

高輝度な放射光 X 線を活用したマイクロ結晶スポンジ法による迅速な構造決定

(東大院工¹・分子研²・JASRI³) ○吉田 知史¹、馬場 清喜³、仲村 勇樹³、佐藤 宗太¹、藤田 誠^{1,2}

Rapid structural determination with micro crystalline sponge method by using high-flux synchrotron X-ray beam (¹Graduate School of Engineering, Tokyo University, ²IMS, ³JASRI) Satoshi Yoshida,¹ Seiki Baba,³ Yuki Nakamura,³ Sota Sato,¹ Makoto Fujita¹

Crystalline Sponge(CS) method is the powerful structural analysis method by introducing the analyte into the pore of MOF. However, structure determination sometimes fails since large size of crystals causes incomplete diffusion and alignment of the analyte molecules in the pore. Here, we tried to measure microcrystals of CS and used synchrotron radiation source for measuring sufficient S/N from small crystals(5 – 10 μm). By merging partial data from multiple crystals, we succeed in clearly observing the structure of molecules and reducing the time for encapsulation of the analytes.

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

結晶スポンジ(CS)法は、錯体結晶の細孔中に試料分子を導入することで、微量な試料分子構造を、その絶対配置も含めて決定できる強力な手法である。しかしながら、一辺が 100-200 μm 程度の結晶を用いる従来法においては、試料分子が細孔中に完全に拡散しきらないことにより、試料分子の規則的な配列が不完全となり、その構造解析が妨げられることも多い。本研究では、より小さい結晶を用いれば、拡散律速が解消され、試料分子が完全に整列するまでにかかる時間が早くなると考えた。一辺が 5-10 μm 程度の微小な CS を調整し、十分な S/N 比の回折データを得るため、放射光 X 線源を使用して単結晶 X 線構造解析を行った。ZOO システムを用いて複数の結晶から得られたデータを統合することで、従来の CS 法では観測が難しい分子の構造をとらえることに成功したほか、試料包接にかかる時間が大幅に短縮できることを見出した (図 1)。

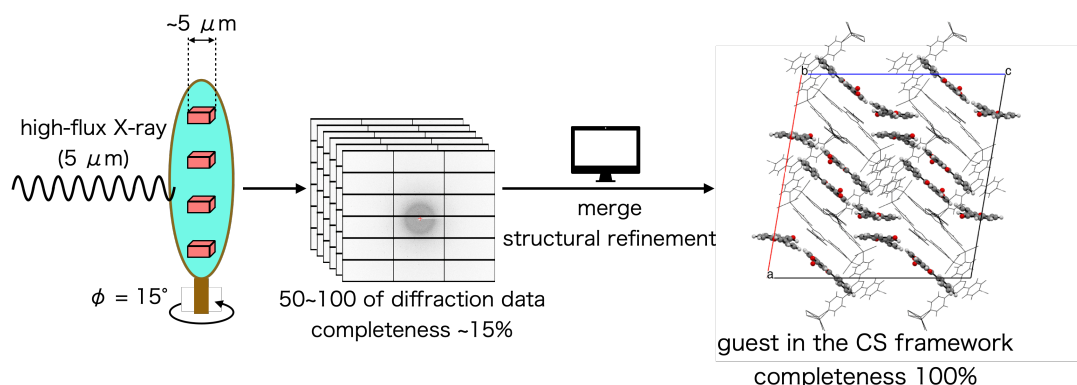


図1. 高輝度放射光X線を活用した微小結晶粉末からのX線構造解析のワークフロー