



放射光による低分子単結晶構造解析

齋藤 健吾¹、西島 悠輝¹
1 富士フイルム株式会社

1. 背景と研究目的

低分子の構造解析手法として、近年結晶スポンジ法が開発された^[1]。結晶スポンジ法ではゲストの種類により、結晶の対称性が変化することが分かっている。最近、結晶スポンジ法による構造解析に対して、放射光利用をすることで質の高いデータを収集し、構造解析に至っている例が報告されている^[2]。そこで、結晶スポンジサンプルの測定を放射光で行い、放射光測定の優位性を明らかにすることを目的とした。

2. 実験内容

結晶スポンジ法により作製した結晶(ゲスト：cis-1,2-シクロヘキサジオール)を用いて、BL2S1にて測定を行った。波長は0.75 Åとし、検出器にはQuantum 315rを用いて、-173 Kの窒素気流下で測定を行った。iMosfilmを用いて強度抽出を行い、構造決定はSHELXLプログラムを用いた直接法により行った。

3. 結果および考察

測定は1枚あたり1~4秒で測定することができた。ラボ機(CCD検出器を使用)では、通常120秒から180秒測定時間であり、大幅な時間短縮が可能であった。測定データを解析したところ、結晶スポンジのホスト構造を決定することができたが(図1)、ゲスト構造の決定には至らなかった。原因としては、ゲストの含有率が低いことが考えられた。一方で、今回の結果から、空間群の決定を行うことができ、今後はその情報をもとに構造解析を進めていくこととする。

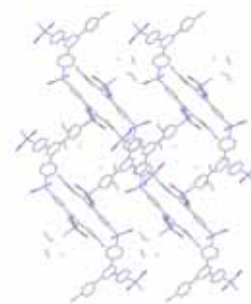


図1 得られた結晶構造

本実験では1シフトの実験で3データセットを取得したが、予備検討を綿密に行うことで、さらに高効率化も可能である。今回の測定において、BL2S1にて低分子単結晶構造解析が可能であることを確認できたことから、今後はラボ機では構造決定に至らなかった単結晶を中心にBL2S1の利用も検討していくこととする。

4. 参考文献

1. Y Inokuma et al., *Nature*. **495**(2013),461
2. Timothy R. Ramadhar et al., *Acta Cryst.* **A71**(2015),46