

平成 30 年 11 月 15 日
分子科学研究所 機器センター

H30 年度 大学連携研究設備ネットワーク 人材育成交流支援

単結晶 X 線構造解析個別研修

【日時】：平成 30 年 11 月 27 日 10 : 00~17:00

【場所】：物質・材料研究機構 並木地区

(〒305-0047 茨城県つくば市並木 1 - 1)

【講師】：物質・材料研究機構 松下 能孝

【主催】：自然科学研究機構 分子科学研究所 (大学連携研究設備ネットワーク)

【プログラム】

10 : 00~ 光学顕微鏡を用いての試料の選択、マウント

11 : 00~ 単結晶 X 線構造解析装置測定

13 : 00~ 得られたデータの解析

【講習内容とその理由】

佐賀大学では単結晶 X 線構造解析装置として Rigaku 製の Saturn 724+ が共同利用設備として存在している。しかしながら、測定頻度は月 1 回あるかどうかといった状況であり、有効利用出来ていない。また、現在は一人の教員が利用者の依頼に応じて測定を行う体制になっているため、利便性が悪い。そこで、センターで依頼を受けて測定を請け負う体制構築を行い、利用を増やすために講習を行う。

平成 30 年 11 月 30 日

「単結晶 X 線構造解析個別研修」報告

【日時】：平成 30 年 11 月 27 日 10 : 00~17:00

【場所】：物質・材料研究機構 並木地区

(〒305-0047 茨城県つくば市並木 1 - 1)

【講師】：物質・材料研究機構 松下 能孝

【主催】：自然科学研究機構 分子科学研究所 (大学連携研究設備ネットワーク)

【受講者】：佐賀大学 1 名

【プログラム】

10 : 00~ 光学顕微鏡を用いての試料の選択、マウント

11 : 00~ 単結晶 X 線構造解析装置測定

13 : 00~ 得られたデータの解析

【報告】

単結晶 X 線構造解析装置は金属錯体や有機物質を対象に X 線を照射し、その構造を解析することが出来る装置である。しかしながら、測定に使用出来る単結晶の生成、良いデータが得られる結晶の選択等、測定には様々な技術が必要である。

初めに、X 線に関する基本的な講義を行って頂いた。測定試料の種類による適切な単結晶の大きさ、結晶の大きさと X 線吸収・回折し易さの関係を学んだ。結晶構造の種類など基本的な結晶学についても学習することが出来た。さらに、結晶の大きさによって測定データにどのような影響があるかといった実践的な内容についても講義頂いた (写真 1)。

次に、装置の立ち上げ方について実機を用いて説明して頂いた。この装置は X 線を発生するため取り扱いに注意を要する。また、真空状態を作るため、測定までに時間をかけて調節する必要がある。実機を用いて、立ち上げの際に電圧を上げてから電流を上げること、最大出力まで急に上げず、徐々に上げていくことなどを学んだ。

光学顕微鏡を用いての試料の選択、マウントでは測定するための準備方法を学んだ。測定に使用する試料はとても小さく、作業を行うには慣れが必要で大変貴重な体験となった (写真 2)。

その後、測定に使用する試料のセット方法を学んだ。この時、正確なデータを得るためには試料の位置を調節する必要があり、その方法を学習出来た。試料のセット後、測定方法を学習した。PC の前でソフトを動かして一つ一つの画面の操作とそれぞれの表示や用語

の説明を丁寧にして頂いた。得られたデータからいくつかピックアップしてして、良いデータと悪いデータの説明をして頂いた。悪いデータから、その原因が試料の形にあることを教えて頂き、試料の選択の重要性を学んだ。

得られたデータは構造解析ソフト「WinGX」を用いて構造解析を行った。ソフトの画面を用いて解析方法について説明頂いた。

本研修により、測定前の準備から測定後の解析まで一通り学習することが出来た。全ての工程で実際にソフトや装置を扱って作業を行うことが出来、取扱が煩雑な本装置の管理を行うにあたり貴重な体験となった。今回の受講により、今後装置の管理を行い共同利用を促進するために必要な実習を受けることが出来、自分の大学で装置を扱って更なるスキルアップすることに繋がると期待される。(報告者 佐賀大学 真瀬田幹生)

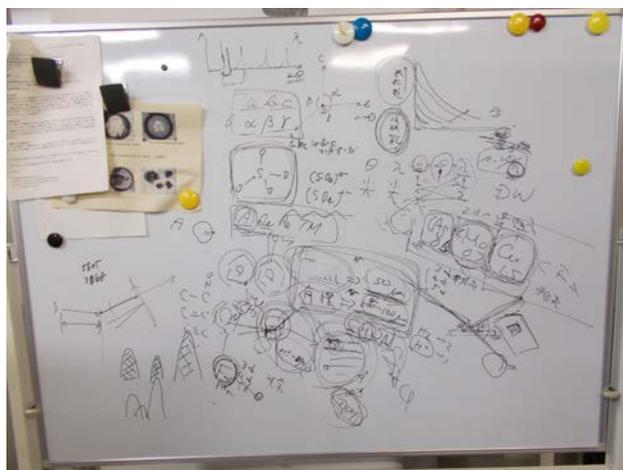


写真1 結晶学やX線の講義



写真2 顕微鏡を用いた試料の選択、マウント