

平成 30 年 6 月 19 日

X 線回折セミナー報告書

主催：大阪大学産業科学研究所 総合解析センター，大阪大学オープンファシリティ推進支援室，
大阪大学科学機器リノベーション・工作支援センター

共催：大学連携研究設備ネットワーク事業

2018 年 6 月 19 日（火）13：00～17：20

産業科学研究所講堂 参加者 27 名



プログラム

1. 開催の挨拶（産研・古澤孝弘）
2. 大学連携研究設備ネットワーク事業の紹介（分子研・岩野由季絵）
3. 講義（リガク・松本崇）
 - ・原理編 単結晶 X 線構造解析の原理，結晶の対称，絶対構造の決定と評価
 - ・測定編 単結晶 X 線構造解析の流れ～回折データの測定から構造解析まで～，結晶の選択とマウント，センタリング，測定・データ処理ソフト CrystalClear, RAPID-AUTO について，精度の良い測定には
 - ・解析編 精密化と解析結果，checkCIF とそのアラート対策について，Olex2 について
 - ・質疑応答
4. 産研共同利用機器および講習会のご案内



松本崇講師

配布物

テキスト(175 ページ)

大学連携NWパンフレット

総合解析センター共同利用機器紹介

アンケート



アンケート結果 (回答数 20)

Q1. 参加理由

知識習得、スキルアップ (15)、担当者になった (2)、他大学との情報交換

Q2. 本セミナーの評価？

① 大変良い②良い③どちらとも言えない④やや期待はずれ⑤期待はずれ

Q3. さらに詳しく聞きたい項目は？

精密化 (8)、原理 (7)、絶対構造、高精度測定、アラート対策 (4)、
データ処理、対称 (3)、結晶の選択 (2)

Q4. 良かった点、悪かった点

(良)実用的 (5)、用語説明 (2)、Olex2 使用法 (2)、対称性 (1)

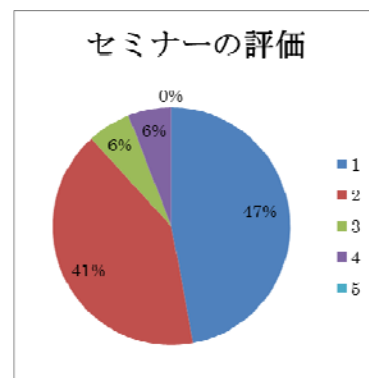
(悪)難しかった、速かった (3)、精密化手順、Olex2、種々のソフト名と位置づけ

Q5. 今後の利用予定

所属大学の装置(12)、阪大の共用装置 (6)、未定 (4)

Q6. X線以外の産研の共用装置に興味のある装置は？

固体 NMR(5)、MALDI-MS(4)、700MHz-NMR (3)、FAB-MS(2)



前日に地震が発生し、一部、参加辞退者を生じ残念なところもあったが、北は北海道から南は沖縄まで全国各地からの参加があり、無事開催することができた。

X線回折セミナーは基礎から実践にかけての内容で 9 割近い方に好評であったが、慣れていない方からのペースが速いとの声もあった。

セミナー後の意見交換会では講師を交え、他大学の職員も参加し、質問や情報交換などを通し、人材ネットワーク形成にも繋がったものと思われる。多くの他大学の技術職員の方から、技術研修のための予算が限られており、旅費や講習費を支援するこのセミナーはとても有難いとの評価を頂いた。大学によっては前任者の退職に伴い、装置管理者として引き継ぎのための勉強として参加された方もいて、技術者教育の一助となったものと思われる。多くは所属大学の装置での利用が中心となるものと思われるが、阪大の共用装置への興味もみられ、相互利用への促進も期待したい。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00~17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

本学に導入された単結晶 XRD を利用するために、基礎的な測定原理や構造解析手法について知識を得ることを目的に参加した。

更に、構造解析ソフトウェアの一般的な操作手法や考え方について、本学では原理的側面と照らし合わせながら、体系的に知識を得る機会がないため、講習会へ参加することにした。

講習会で得たもの：

参加動機となった基礎的な測定原理や解析手法について理解を深めた。特に構造解析ソフトウェア olex2 は本学でも使用しており、原子アサインの妥当性を電子密度表示によって判断することができる調整手法は、講習会などに参加しないと知ることができないと思う。更に、olex2 を用いた初期構造解析から精密化を終えるまでのプロセスについて順序を追って説明していただけたのは非常に有難い。

一方、講習序盤の結晶の対称性と空間群決定の講義は初心者には難易度が高く感じた。個人的には結晶構造は理解できているが、それと対称性・空間群の関連性がイマイチ理解できなかった。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

元々、本学の単結晶 XRD で測定したデータの精密化の手法確立を目指していた為、自身の技術力向上を経て、まずは学内での機器利用に対し利用促進や解析プロセスの共有を図ることを目指していきたい。

その他：

今回の講習内容を復習したいと考えています。当日の講義を撮影されておりましたが、映像教材等の提供をしていただくことは可能なのでしょうか。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機：

これまで粉末 X線回折装置での定性分析や歪解析等の経験はあったが、単結晶解析については未経験であった。本校にもリガク製の X線回折装置を所有しているが利用するユーザーは限られている。今後それを活用するユーザーを増やすため、また多様なニーズに応えていくための知見の習得を目的として今回の講習会に参加した。

講習会で得たもの：

受講するまでは単結晶 X線構造解析の経験やそれに関する知識等もほぼなかったため、今回受講してその基本的な情報（原理や測定方法）について触れていただいたのは有難かった。また解析に必要なソフトに関してや解析中のエラーへの対策等実用的な情報を得ることができ、今後当測定を行う際にそれらの情報が有効になると考えている。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

本校所有の X線回折装置の利用を促していくため、本講習の情報を学内のユーザーに提供していきたい。また自身でも測定、解析を行ってトレーニングしていき、当装置の技術支援等に携わっていきたいと考えている。

その他：

今回、当測定、解析に関する基礎知識から実用的な情報など多くの情報を頂きありがとうございました。

また、今後ともどうぞ宜しくお願い致します。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

本校にはテクノセンター主要設備の中に高性能 X線回折装置 Ultima IV(リガク)がある。本装置は、学内共用設備として活用したいと考えられている装置のひとつである。テクノセンターに出入りする技術職員であるため操作説明や計測・解析を依頼されるが、使用したことが無い。精通した人材もいないことから、オペレーターになるため本セミナーを受講した。なお、本校の解析ソフトは、粉末 X線解析ソフトとリートベルト法結晶構造解析ソフトである。

講習会で得たもの：

本校では、粉末 X線回折の計測を行うユーザーが多い経歴のため、はじめて単結晶についての知識と測定技術に関することを学ぶことができた。また、敷居の高かった測定後の解析について学べた。

講師の方をはじめ、他校・他機関の技術職員の方との X線回折装置に関する情報交換および、今後の技術的な相談相手としての繋がりをもてる人材と出会えた。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

本校において、学内共用設備である X線回折装置の未設置のマニュアルの作成・設置と利用率向上への一助となるを考える。

その他：

技術の継承の機会を賜り、ありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機：

これまでほとんど扱ってこなかった X線構造解析について、初心者対象の「X線構造解析の基礎」というフレーズに惹かれたのが参加のきっかけである。今後、X線構造解析に関する業務が発生するような状況であり、基礎から学べる貴重な機会であったため、参加した。また、大学連携研究設備ネットワークに関する情報も知らないことが多かったため、知り得る良い機会であったことも動機の一つである。

講習会で得たもの：

X線構造解析の原理から構造解析の流れまで、基礎的なところから解析に至るまでの技術の習得、情報収集をすることができた。また、参加した技術者間や大学連携研究設備ネットワーク事務局の方との交流し、利用機器設備の情報を収集することができ、今後の活動にあたり有意義であった。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日 (火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

単結晶 X線の講習会は、なかなか機会がないため

また、新しいソフトウェア (CrysAlicePro、Olex2) の説明が入っていたため

講習会で得たもの：

新しいソフトウェア (CrysAlicePro、Olex2) について所有機器での利用方法がわかった。

メーカーの方の裏技的な話が聞けたのは今後の利用におおいに役立つと思う。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

新しいソフトウェアの利用法等をユーザーに還元することで、よりスムーズに研究が進むと期待する。

その他：

どうもありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機：

他社製の単結晶 X線構造解析装置の管理に携わっている。メーカー間の比較をすることでより理解が深まると考え当講習会への参加を希望した。

講習会で得たもの：

メーカーが異なると装置や解析ソフトは異なるが、基本的な構成や解析の流れは同じであると確認できた。その中で違いを比べることでそれぞれの強みがわかり、類似の構成になる部分はこの分野では他に置き換えることが出来ない部分なのだと感じた。

サンプリングに関しては様々な道具について紹介があり、今後いくつか取り入れる予定である。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

大学連携研究設備 NW には国内主要2社どちらのメーカーの装置も登録されており間口は広い。自身の装置で測定できない場合には、他大学の装置を勧めすることも必要になる。

2社の特色をより正確に理解することで、測定の問い合わせ相談時に、どちらの装置が適しているか、より目的に合わせた判断が出来るようになると思う。特にリガク製の装置は今の立場では触ることが出来ないため、これまで判断が難しかったが、今回の講習会で一通りの測定解析の流れを把握したことは大きな意義があったと感じている。

目的に応じた機器選択をすることで利用者の満足度につながる。他の装置を勧めることになった場合、自身の管理する装置の実績は一時的に下がるが、大学連携研究設備 NW 内での利用は活性化し、また利用者からの信頼を得ることで今後の利用へも繋がると考えられる。

その他：

地震直後で対応に迫られるなか、遠方からお越しいただいた講師の先生、関係者の皆様方に感謝申し上げます。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

本学に CCD 単結晶自動 X線構造解析装置が設置されているが、技術職員で扱える者がおらず教員に管理を任せている状態であった。技術職員主導で装置の管理を進めるための知識を得るために講習会に参加した。

講習会で得たもの：

この装置については初心者であるため、原理や装置のソフトの使用方法等、今回の講習で説明された内容は新たな知識として得ることが出来た。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

本学に設置されている単結晶 X線装置については、技術職員管理の体制がまだまだ整っていない状況である。本講習会に参加することで、技術職員主導で管理を行い利用者を増やすための第一ステップとなる。

その他：

全くの初心者にはレベルの高い内容だったように感じた。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機：

研究支援業務にて、単結晶 X線構造解析を依頼または共同利用機器を利用して自身が行う可能性があるため、その基礎知識を得ると共に、実際の測定・解析における結晶作成からマウント、測定、解析の流れを知り、結晶作成、選別、手順におけるノウハウ等を得たいと思い参加した。

講習会で得たもの：

単結晶 X線構造解析の基礎知識を得ることができたこと、単結晶の選別、マウントの方法、結晶を保つための様々な方法を知れたことは大きかった。一方、実際に単結晶 X線構造解析を手掛けたことはないため、解析の操作などは難しかった。

cif ファイルについての講義も大変参考になった。

また、充実したテキストを用意いただいた点も大変感謝している。読み込んで理解を含めていきたい。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

大学連携研究設備ネットワークへの理解も進んだ。機会があれば利用したい。

その他：

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00~17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

単結晶 X線を担当して2年目となり測定および解析に慣れ始めてきたが、原理がまったく分からず困っていた。特に、装置を利用する学生からその旨を質問された際も回答できずにいた。またディスオーダー(分子のゆれ)解析も苦戦しており、解決策がないか模索していた。本講習会を機に原理と別の解析方法を習得したく、参加させていただいた。

講習会で得たもの：

講習会の参加で得たものは大きく分けて2つ。

【原理とプログラムの操作方法】

インターネットや本でも載っているものの、どこのボタンを押せばよいか、操作性や操作後のデータの取り扱いなど分からないことを具体的にご説明いただいた。

また、本学での解析プログラムとは違う解析手法(Olex2)をご提示いただき、早速試みたいと思った。実際の操作方法も実演いただき、インターネットでは載っていない情報も習得できたので心強い。(スライドの冊子も1冊の資料にまとめられており、復習しやすく便利。)

【人脈】

測定や解析でつまづく部分は、参加者の多くが経験されていることを知った。名刺交換・情報交換も行ったので、解析に詰まったときや個人では解決できないときに相談することができる環境(Rigaku 解析相談担当者、他大学で測定・解析を行う技術職員)を整備することができたので非常に有意義であった。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

井の中の蛙でしたので大変お恥ずかしい限りだが、本学の装置で解析できなければどうしようもないと勝手に思っていた。今回の講習会に参加したことで、他大学・他機関では『高性能な装置を持っている』ことを認識することができた。

学内外から測定相談を受けるが、本学の装置では測定や解析が無理でも「〇〇大学、△△センターならひょっとして解決できるかも」というご提案を掲示することが可能となるこ

とが分かった。

このように、最新の装置を安く利用できる手段を依頼者に提供する(=橋渡しをする)のも技術職員の使命だと思うので、ネットワーク設備に今回初めて登録させていただいたので依頼者にご提案したいと思う。

その他：

地震などの災害で一時は講習会への参加を断念したが、無事に講習会に参加できて良かった。次は新人向けではなく、「単結晶 X 線を扱って 5~8 年目の中堅」をターゲットにした講習会があればぜひとも参加したい。

(今回のセミナーは基本的な測定と解析がメインでしたので、今後は『単結晶の作り方』あるいは『解析のノウハウ』を主題としたセミナーがあれば自腹でも参加したいと考えている。)

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機： 私の所属する技術共同管理室には、昨年までは金属材料の技術職員がおりましたが、定年退職に伴い、現在、機械系、物理系、化学系の3名の技術職員で30台以上の装置を管理している。私は化学系であり、専門は有機合成ですが、単結晶 X線を管理するに当たり、比較的分野が近いからということで、昨年、初めて X線に携わりました。NMR や質量分析に慣れ親しんでいたもので、原理や、サンプリング、測定のコエ方など、実践を交えて、少しずつ学んできましたが、機会があれば、しっかり講義を受けたいと思っておりました。そこで、今回のセミナーを知り合いの技術職員から教えていただき、参加させていただきました。

講習会で得たもの： 本学に導入されている装置についても説明がございましたので、即実践に生かせる部分がありました。また、サンプリングについての注意事項や、テクニック、測定の仕方なども詳しくご教示いただきましたので、大変参考になりました。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか： 今回のように、装置ごとの講習会に参加することで、例えば自分の施設に該当装置が無い場合でも、装置の使用や特性を技術職員が知ることが出来れば、技術相談が来た際、その装置を貸し出している機関（大学）を紹介することが可能となると思う。すなわち、機器共用・外部連携に直結すると考えています。

その他： この度、私学からの参加となりましたが、私学は国立大学のように広く連携するには、まだまだ解決すべき問題が山積しております。少しずつ問題解決をするには、まずはお互いの情報交換や、交流が重要な鍵であると考えています。今後も、私学が参加できるセミナー等の催し物がある際は、積極的に参加させていただきたく存じます。この度は、大変勉強になりました。ありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

6年ほど前より単結晶X線回折装置を管理運用しており、測定の指導や依頼測定などを日々行っているが、装置管理を始めたもののX線装置管理は未経験なため、基礎が足りない、利用者への説明が曖昧など感じながら業務を行ってきた。装置の操作や解析などが慣れてきたこともあり改めて基礎を学び、曖昧だった知識や日常疑問に思っている操作など解決すべく参加を希望した。

講習会で得たもの：

ルーチンワークは一通り操作できるものの、**alert** の処理は回避をするのみで再測定を伴う根本的な解決は行っていない。結晶の質によるところはあるがより良い反射を得る、反射の数を多くするなど細かい蓄積が最終的に良いデータとなることを本セミナーで理解し、時間の許す限りデータの比較などを行うなど、技術の向上を目指すこととした。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

非常に丁寧に講習を行っていただいたため、本講習内容を参考とし学内向けに講習会を考えている。また今後は学外利用の体制を整えより多くの研究者の支援を行えればと思う

その他：

講習が盛りだくさんで非常によいが時間がタイトであったため、セミナー終了後の懇親会でより多くの情報を得ることが出来たことも大きな収穫であった。他の大学の技術職員との交流もありとても良いセミナーであった。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

次年度から X線回折装置を担当することになる旨の内示を受けたため。

講習会で得たもの：

今後修得すべき知識を具体的な形で確認することができた。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

現状では機器共用・外部連携等に資するものを持ち合わせていないが、今後の課題として鋭意努力する。

その他：

現段階で初心者を対象とした講習会を受講できる機会を得られたことは幸이었다。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日(火) 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂 (吹田キャンパス)

講習会の参加動機：

主な業務として化学系試料の学内外の測定や学生の測定指導を行っているが、単結晶 X線構造解析については、測定、解析の経験が無かった。

様々な測定や解析についての知識があることで、依頼者や利用者に適切な提案や助言ができると考え、今回の講習会への参加を希望した。

講習会で得たもの：

経験者ではなかったので少し難しい内容であったが、丁寧に説明していただけたので、単結晶 X線構造解析の基礎や原理、測定や解析の流れについて理解できた。

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

今回の講習会で得られた知識によって、依頼者や利用者に対してより適切な提案や助言ができるようになり、また自分自身が測定することになった際にも対応できるようになる。

その他：

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：X線回折セミナー「単結晶 X線構造解析の基礎と応用」

日時：平成30年6月19日（火） 13:00～17:20

場所：大阪大学 産業科学研究所 管理棟 講堂（吹田キャンパス）

講習会の参加動機：

担当4年目に入り装置の操作方法やルーチンの構造解析は一通りできるようになったものの、理論面などの基礎の理解が浅いままだったため、このセミナーで改めて勉強することにした。

講習会で得たもの：

- ① X線回折実験の理論的な基礎の理解
- ② 装置メーカーのアプリケーション担当者からの測定ノウハウ
- ③ 最新の解析ソフトウェアの紹介と解析の注意点

この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

- ① 他大学の技術職員から、単結晶 X線構造解析の外部依頼分析制度の事例を直接伺うことができた。制度の概要や運用の実態、現場ならではの注意点など詳細な情報収集ができたので、今後の体制整備にフィードバックさせたい。
- ② セミナーの中で紹介のあった最新の解析ソフトウェアは、旧来のものよりはるかに使いやすく洗練されていた。単結晶 X線構造解析はデータ解析が大きなハードルの一つになっているので、ソフトウェアの学内の普及で機器共有化がより進むと考えている。

その他：

離島県のため単結晶 X線構造解析の担当者と直接交流する機会がほとんどなく、このようなセミナーを開催頂きまして誠にありがとうございました。また地震で大変な被害に見舞われたにもかかわらず心よく受け入れてくださり、会場校の大阪大学の関係者の皆様にも深くお礼申し上げます。

機器の共有化は、担当技術者の横の連携の深まりも重要と考えております。こうした取り組みが今後も継続できるよう応援しております。今後ともどうぞよろしくお願ひします。

以上