

2022 年 10 月 31 日
大学連携研究設備ネットワーク

単結晶 X 線回折初歩講習会報告書

【概要】 令和 4 年度大学連携研究設備ネットワークにおける初歩講習会として「単結晶 X 線回折初歩講習会」を開催した。構造解析に不可欠な手法である X 線回折実験の解説を行った。

【開催日時】 2022 年 10 月 20 日(木)、10 時 00 分～11 時 30 分

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

【講師】 三橋 隆章 (分子科学研究所 特任助教)

【参加対象者】 単結晶 X 線回折装置使用者および、今後使用する予定のある方。

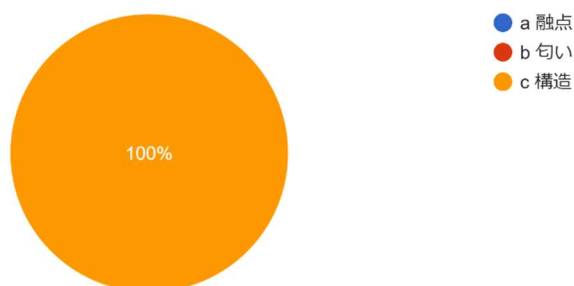
【参加申し込み者数】 58 名 参加者数 45 名

【主催】 大学連携研究設備ネットワーク

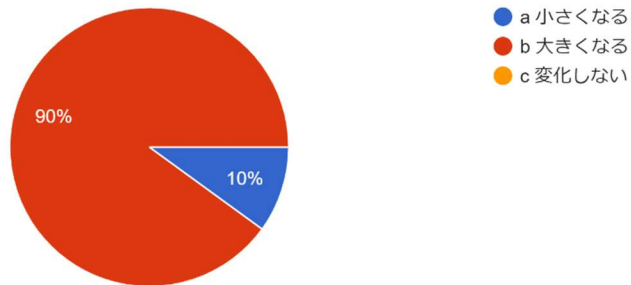
【開催内容】 大学連携研究設備ネットワークホームページに、講習会スライドを掲載。

【アンケート】 回答数 30 名
5 問の正答率 93%

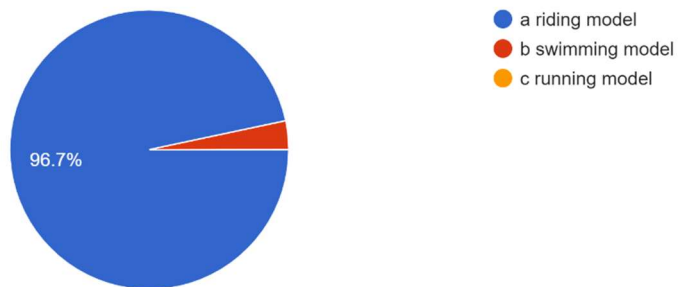
問1.X線結晶構造解析によって、解析対象物の何を知ることができるか？
30 件の回答



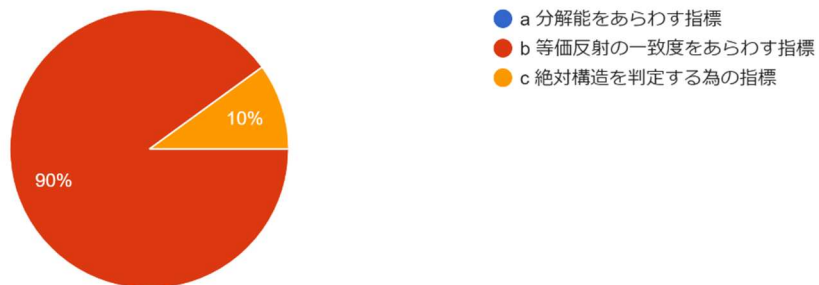
問2.精密化において、実際よりも電子数が多い元...合、温度因子は本来に比べてどのようになるか？
30 件の回答



問3.水素原子を、非水素原子の座標を元に拘束するモデルを何と呼ぶか？
30 件の回答

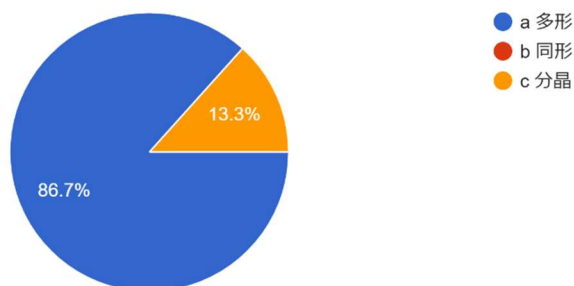


問4.Rintの意味は？（Rは斜体）
30 件の回答



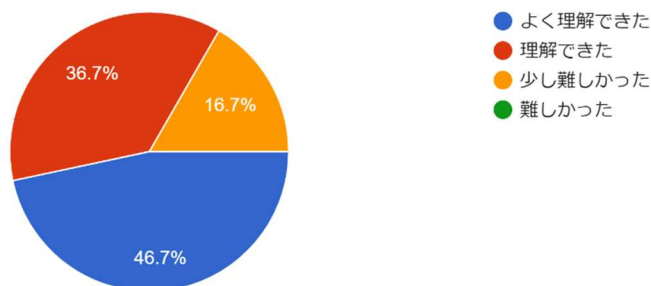
問5.同じ化合物であるにも関わらず、結晶構造が異なるもののことを何と呼ぶか？

30 件の回答



講習会の内容について

30 件の回答



よく理解できた 14 名、理解できた 11 名 合計 25 名

少し難しかった 5 名、難しかった 0 名 合計名 5

コメント 17 件

- 単結晶 X 線構造解析はややマイナーであるためか、初心者向けの講習会が少ないと思っていました。貴重なお話をお聞かせいただきありがとうございました。今後ともどうぞよろしくお願いいたします。
- 一部聞き逃してしまいましたが、大変わかりやすい説明で、単結晶 X 線構造回折の概要を理解することができました。もう少し応用的な話も聞いてみたいので、機会があればどうぞよろしくお願いいたします。
- 聞き漏らしてしまったかもしれないのですが、有機分子の場合、どの程度のサイズの単結晶サイズまでの測定が可能でしょうか？(特に小さいサイズのほうに興味があります) もちろん、回折強度はサンプル体積にも依存しますので、明確な指標は無いのかもしれませんが、どの程度の大きさの単結晶の育成(測定)を目指すのが良い、といったコメントがあれば頂けましたら幸いです。(一般に、結晶が小さいほうが結晶としてのクオリティは担保されやすいような気がしますので。)

→結晶の性質や装置の性能にもよるため、一概に言うことはできませんが、最近の装置であれば、一番長い辺の長さが数十 μm を超える結晶は測定を試してみる価値があると思われます。

また、報告数は限られますが、一辺あたり数 μm 以下の結晶を用いて構造解析した例も報告されております。

- スライドもお話も非常にわかりやすかったです。ありがとうございました。ところで、このアンケートにあります確認テストの正解は、実施報告に掲載されますか？

→報告書中で一番回答が多いものが正答です。正答率が悪い場合は、別途解説を行います。

- 非常に微量にしか入手できない天然有機化合物の構造解析に興味をもっているため、結晶スポンジ法を用いた分子構造解析の実際の実験フローについて知れるような講習会などがあるとよいなと思いました。ARIM の前身のナノテク時代から支援メニューがあることに興味をもっていました。
- 結晶スポンジ法についての講習があったら受けてみたい。
- わかりやすいお話を有難うございました。別の機会に位相問題を分かりやすく説明していただけると有難いです。
- 初心者なので内容は少し難しかったですが、基本は理解できました
- 普段やらないので助かります
- 非常にわかりやすいご説明有難うございました。
- 初歩講習として大変勉強になりました。有難うございました。x 線回折装置を使って反応速度論的パラメータ(K_m, V_{max} 等)と結晶構造とを関係づけられるのかと受講終了後考えたりしましたが、いずれにせよ個々の装置のくせのようなものもあるでしょうし、装置の扱いに習熟するまでにはかなりの時間を要すると感じました。
- 結晶 X 線を勉強したいと思っていたので、初心者向けに説明頂き大変勉強になりました。最初からメーカーの難しい説明会に参加したことがあり、一旦挫折しましたが、また、勉強してみようという気になりました。ありがとうございました。
- 質問：結晶切断の道具には何を使っていますか？、切断のコツ等がありますでしょうか？

→私自身は、操作しやすいため、メスの様な形の刃物を使用しております。

コツといたしましては、切断時に結晶が動いてしまうと上手く切れないことが多い為、その様な場合には、結晶用のハンドリングツールなどで結晶を押さえながら切断することが有効です。ただ、結晶ごとに硬さ・形など様々ですので、試行錯誤が必要である場合も多々あります。

また、うまく切断できない時に、原因が刃物の劣化であるという場合もある為、新品の刃物に変えるということも試してみる価値があります。

- わかりやすい講習をありがとうございました。今後、中級・上級者向けの講習会も開催して頂けると嬉しいです。引き続きよろしくお願いいたします。
- 解析の画面を見ながら解析手順を学びたいです。
- 分かりやすい講習をありがとうございました。単結晶 X 線構造解析を共同研究でお願いすることが多く実際の測定に関する知識が乏しかったので、基本的な点を整理できたため大変ありがたかったです。 今後につきまして、解析における注意点や、パラメータの解釈で陥りやすい注意点など、より専門的な目線での知識やノウハウをご共有いただける講習や交流会があると大変助かります。
- ご講演ありがとうございました。こちらは初心者でしたが単結晶構造解析の概要が理解できました。ただ、実際の解析作業について、どのような測定結果をもとに、どのような計算をするのか（ソフトなど）があまりイメージがわからなかったため、今後勉強していきたいと思います。今後ともよろしくお願いいたします。

※ 講習会のスライドは、設備ネットワーク人材育成情報-資料にアップしています。

-以上-