

# 単結晶X線回折法による立体構造解析

大阪事業所 梅木 卓

## 1 はじめに

物質の性質の由来を知りたい場合、分子レベルの構造を知ることは重要です。X線回折法は、物質の立体構造についての情報を非破壊で得ることができる手法で、あらゆる分野の材料（金属、触媒、錯体、ガラス、鉱物、医薬品、半導体等）や生体関連化合物（タンパク質等）の研究・開発や品質管理に利用されています。また、近年X線回折装置及び解析ソフトの取扱いが簡便になったことにより利用範囲がますます広がっています。

一口にX線回折法といってもさまざまな測定・解析手法がありますが、ここではその1手法である単結晶を用いた立体構造解析法について紹介します。

## 2 単結晶X線構造解析について

原子・分子が3次元的に規則正しく周期的に配列した状態の固体を結晶といいます。一様な1個の結晶、つまり単結晶にX線を照射すると特徴的な回折パターンが得られ、これを解析する手法を単結晶X線構造解析法といいます。

本手法で得られる立体構造についての情報とは単位格子中の各原子のxyz座標及び熱振動パラメータとなります。これらの得られた情報は、以下に示すような解析に利用されています。

- (1)構造異性体解析
- (2)光学活性体の絶対配置
- (3)結晶水、溶媒和状態、塩の解析
- (4)触媒等の構造活性相関解析
- (5)分子間相互作用解析
- (6)構造相転移の解析
- (7)粉末X線回折パターンの理論計算

## 3 解析例

インドメタシン 形の解析を紹介します。X線回折パターンは図1に示すように各結晶面によるシャープな回折点の集まりとして検出されます。

X線回折データの難解な点は個々の回折点には結晶を構

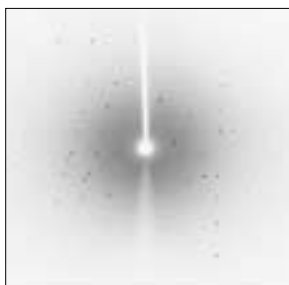


図1 インドメタシン 形のX線回折パターン

成する全ての原子の情報が含まれることと、それぞれの回折点の位相についての情報が失われていることです。しかしながらこの問題は過去の研究者の努力により解決されており、今ではコンピュータ上で簡単に解が得られるようになってきました。

図2は得られた座標データから結晶構造図を表示したものです。これはコンピュータ上であらゆる方向から見ることで結晶内の分

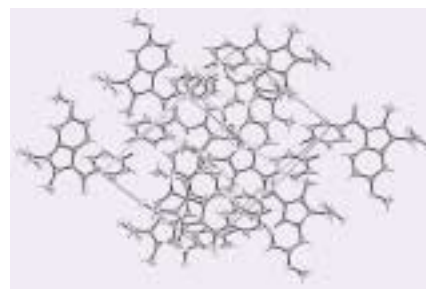


図2 インドメタシン 形の結晶構造図

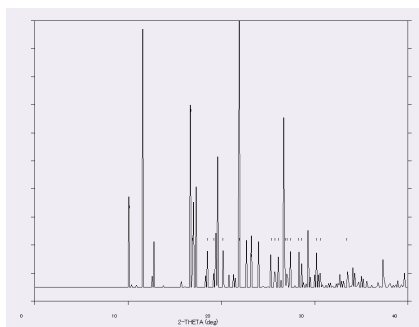


図3 インドメタシン 形粉末X線回折パターンシミュレーション

子のパッキング状態をつぶさに観察することが出来ます。図3に示すように正確な粉末X線回折パターンを簡単に予測することもできます。

## 4 おわりに

近年、X線源や集光ミラー及び検出器の性能向上によって、より微小な結晶でも解析できるようになっています。一方、粉末試料を用いた立体構造解析の試みも盛んに行われるようになっており、単結晶を得ることが困難な試料の結晶解析の今後の進歩が期待できます。

当社では、これらの技術を幅広く活用し、広くお客様のご要望や問題解決のための受託分析を行っています。



梅木 卓  
(うめき たかし)  
大阪事業所