

X線単結晶構造解析装置

Mac Science MXC3K/MXC18K

分析センター 佐藤 勝

最近の化学研究においては、新しい機能性の発現との関連から物性と構造との相関に大きな関心が集まっており、化合物の正確な構造を決定することの重要性が増している。有機、有機金属、および無機化合物の構造は、種々のスペクトルデータ、特にNMRスペクトルデータからほぼ正確に決定することができる。しかし、やはり最終的には、X線構造解析による結果が望まれるし、固体物性を研究するには、結晶中の正確な構造とその配列を知ることが必須である。最近のサーキュレーションのよい学術誌ではスペクトルデータだけでなく、X線回折データまで要求されることが多い。X線構造解析データがスペクトルデータと同じ重みで要求される時代になってきた感があり、隔世の思いを禁じ得ない。昨年度の補正予算で、理学部化学科から申請されていたX線単結晶構造解析システムの要求が認められ、共同利用装置として、分析センターに設置され稼働している。有機、無機、および有機金属化学に携わる研究者にとって待望の装置である。

本装置は、Mac Science社が新たに開発した銅型ゴニオメータ(KAPPA mini)と封入管型または回転対陰極型X線発生装置とを組み合わせた装置であり、それぞれX線強度を表してMXC3KおよびMXC18型と呼ばれている。銅型ゴニオメータを採用したことにより、ゴニオメータの上部が解放され、試料冷却装置が簡単に取り付けられるようになっている。銅型ゴニオメータは3軸ともシャフトを持った構造であり、 χ サークル型に比べて機械的な精度および経年安定性に優れていると言われている。また、 χ 軸が ω 軸と直交していない(交差角55度)ために、直交回転系ではなく斜交回転系のアルゴリズムを応用することによって、その交差角を各軸の原点と同様に装置固有のパラメータとして扱えるために、格子定数の方位が非常に精度良く求められるという特徴を持っている。もう一つ付け加えると、結晶試料の取り付け位置が床から110cmに設定されているため、試料の取り付けやセンタリングが非常にやり易くなっているのもその特徴の一つである。

データの収集は、4軸データムと計数回路設定のあと結晶のセンタリングを行えば、あとはピークサーチ、UB計算、Bravais格子決定、Laueチェックまで、自動的に測定が行える。この自動化ルーチンで方位決定がうまく実行できない場合には、オペレータの判断によって逐次それを進めるルーチンも用意されている。連続測定条件の確認をした後、連続測定に入るのが通常の手順である。回折計の機器制御は高性能のワークステーションSUN/SPARC10で行なわれており、これらの操作は、ユニークなアイコンを利用して19インチ大型スクリーン上でマルチウインドの環境下で、すべてマウス操作で行なえるので、見やすく、対応が速く、しかも非常に簡単である。

データ解析は、構造解析用ソフトウェアパッケージCRYSTAN-Gで行なわれる。解析の手順はすべてマウスによる簡単な操作で、会話的に処理を進めることができる。Model画面を中心に、絶えず3次元グラフィックスにより立体構造を確認しながら実行できるので、複雑な化合物でも容易に解析ができる。フーリエ合成、DUMP処理、ブロックおよびフルマトリックス最小2乗法、吸収補正、異方性温度因子補正などの処理がマウス操作で容易に行なえるので、データ解析はスムーズにしかも迅速に行なうことができる。これまでの経験からでも、結晶がよい場合には、ほとんどX線解析の経験・

知識がなくとも、マニュアル通りに操作すれば、容易に4-5%のR値を得ることができる。X線構造解析が、専門家に依存していた時代から、化学者一般でも簡単に行なえる身近な分析手段になったことを感じさせる装置である。

また、本システムは3台のSUN/SPARC10と2台のターミナルコンピュータおよびIRIS-INDIG O2とがイサネットワークで接続されており、データ収集とデータ解析が同時に平衡処理できるように設計されており、装置を効率的に稼働できるように配慮されている。

最後に、MXC18Kで最初に解析された化合物のORTEP図(R=0.046)を以下に示す。

