

単結晶X線構造解析

使用装置：Rigaku VariMax with Saturn ほか

分析計測分野では単結晶X線構造解析の依頼測定（受託測定）を受け付けています。良好な単結晶さえあれば、詳細な構造解析結果が得られます。

（平成26年3月現在、成功率77件/83件）
単結晶作成の相談も無料で行っております。

学外の方も
利用可能です！

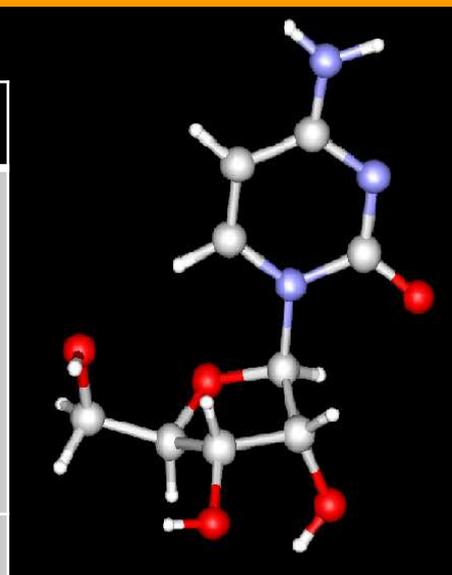
料金表

区分	料金（円/時間）
学内者自己測定	500
学内者依頼測定	2,000
学内者共同研究	1,000
学外者依頼測定	10,000（※）

※別途基本料金30,000円が必要です

平成24～25年度 利用実績

学部	研究室数	依頼数	平均金額
工学部	5	42	16,000円
理学部	4	13	
教育学部	1	2	
薬学部	3	16	
学外	4	10	71,000円



岡山大学 自然生命科学研究支援センター
分析計測・極低温部門 分析計測分野

<http://kikibun1.kikibun.okayama-u.ac.jp/home.html>

担当：太田弘道 086-251-8747 h-ota@okayama-u.ac.jp





単結晶X線構造解析

～依頼測定と共同研究～

自然生命科学研究支援センター
分析計測分野
特任助教 太田弘道



- 依頼測定の特
- 料金のしくみ
- 共同研究の提案
- 分析計測分野からのお願い

利用法習得にかかる時間

- ・結晶学の基礎
- ・装置取り扱い上の注意点
- ・ソフトウェアの習得

利用登録、事務手続き

- ・放射線業務従事者教育訓練(年1回)
- ・IR健康診断(年2回)
- ・フィルムバッジ(毎月、380円)

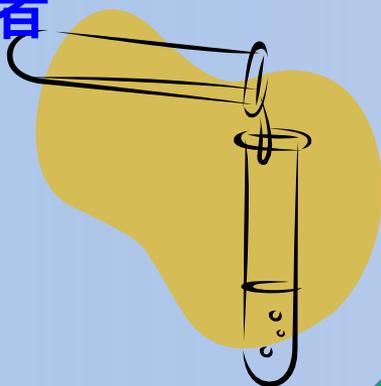
自己測定のためには
日ごろから用意が必要

依頼測定であれば
結晶ができたときに、
すぐ結果が得られる

依頼測定のリット～Win-Winを目指して

個々の研究者

文献調査
汎用分析
合成実験
学生指導
論文執筆
機器管理



分析計測分野

機器管理
専門機器分析
学生指導(機器使用)
論文執筆(補助)



豊富な経験が必要
特化、専門的技能

研究者が機器管理者に依頼測定のリットをチャンスを与える

多くの試料を扱うことにより技能向上

より高品質な測定結果、機器管理を提供

教科書に載っていない測定、解析のノウハウ

- ・自身で習得するには時間がかかる
- ・せっかくスキルを身につけても、使用頻度が低いと忘れてしまう

測定前後のフォロー

- ・良い結晶の選び方
- ・得られた結果の解釈
- ・結果表示ソフトなどの紹介

‘依頼測定’ではあるが
測定結果のみの扱いではなく
測定前後のサポートもOK

依頼測定料金 2,000円/時間

・ハード
装置維持費、消耗品

・ソフト
技術料、サービス料

参考
自己測定
:500円/時間

料金(サービスの代償)を明確にすることで・・・

- ・依頼しやすくなる(気持ちの問題)
- ・責任を持ったサービスの提供
- ・全学に平等にサービス提供
- ・科研費等外部資金の使用に対応

通常の依頼測定 + α の測定、解析サービスを行い
料金を1,000円/時間 とする

共同研究であるため、本来は個別に相談して決定することが望ましいが、統一料金として料金表を公開することで、科研費等での支払いが可能となる(2014年4月分より対応済み)

個別相談

- 条件を具体的に検討できる
- ×科研費等での支払いは不可

統一料金

- ×条件は画一化される
- 科研費等での支払いが可能

現在の状況

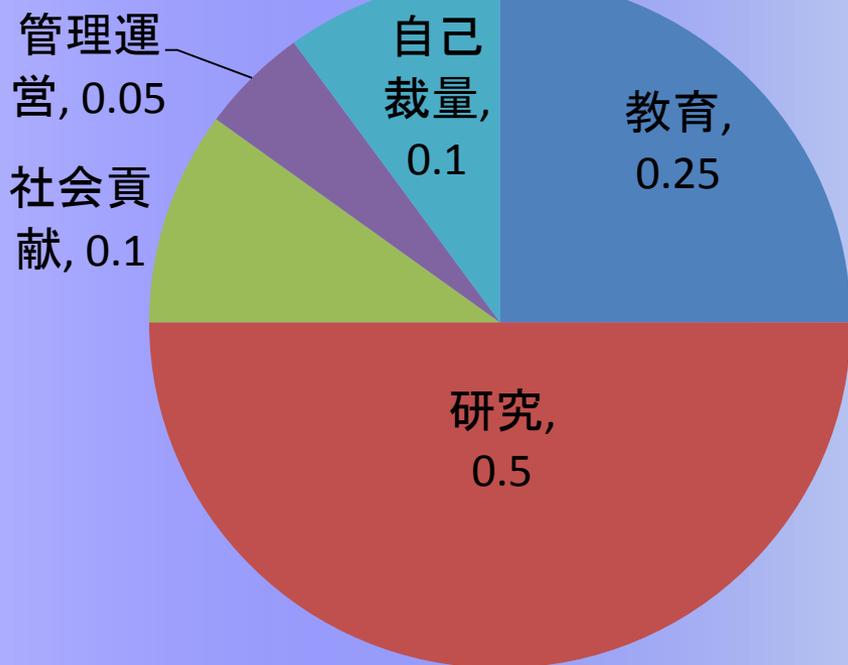
- ・全学センターの教員として、個人の研究テーマよりも
大学全体の研究活動のサポートを優先【管理運営】
- ・各種講習会、学生支援 【教育】
- ・学内の特定の学部、研究室での研究活動は困難【研究】
- ・学外からの依頼測定を受付【社会貢献】

依頼測定、共同研究

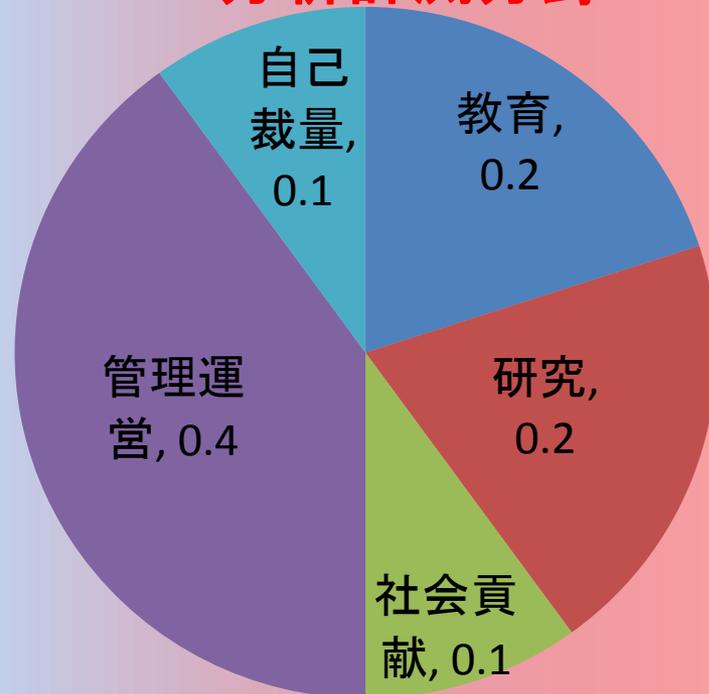
- ・数多くの試料を測定、解析する
 - ・・・測定技能のスキルアップ
- ・共同研究(共著者)として受け入れ
 - ・・・研究業績、実績

助教クラスの仕事の重み付け

学部所属



分析計測分野



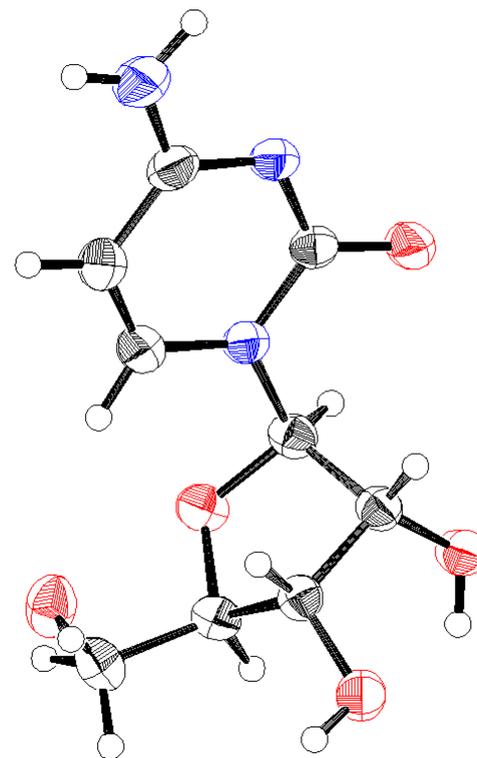
某学部	評価領域	分析計測分野
0.25	教育	0.2
0.5	研究	0.2
0.1	社会貢献	0.1
0.05	管理運営	0.4
0.1	自己裁量	0.1

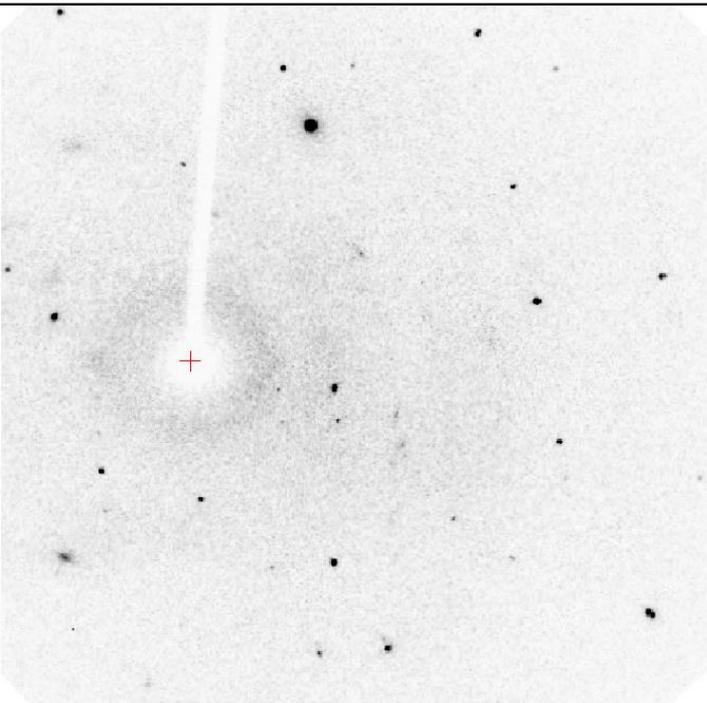


単結晶X線構造解析の基礎

自然生命科学研究支援センター
分析計測分野
特任助教 太田弘道

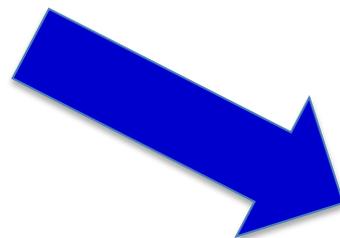
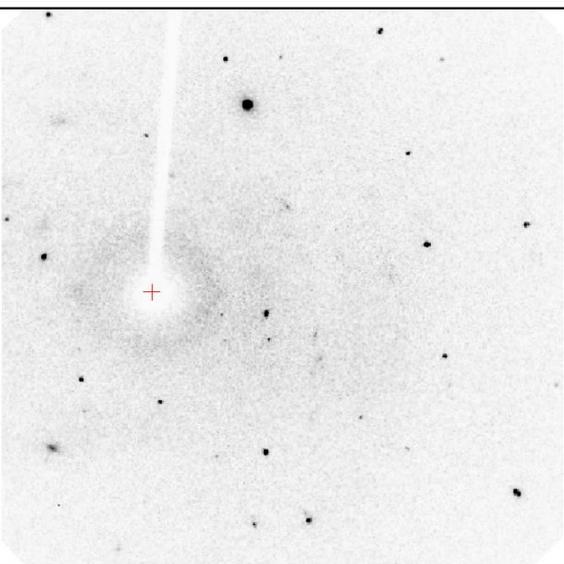
- **単結晶X線構造解析の概要**
- 基礎となる学問
- 試料の準備(結晶作成)
- 測定～解析の流れ
- 得られたデータの解釈
- 測定を依頼する場合の注意



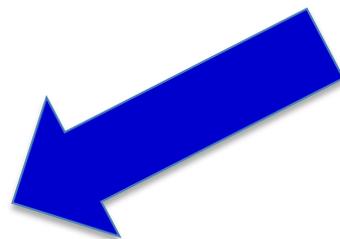
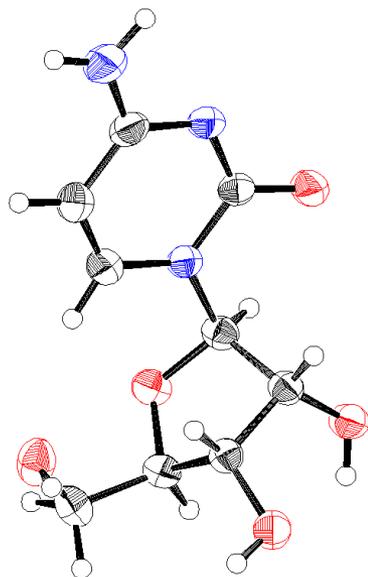


1. ランダムである程度の数(200前後)の反射を測定する
2. 反射が測定された位置の情報から単位格子を決定する
3. 結晶を少しずつ動かしながら連続的にX線回折像を測定する
4. 各格子面指数に対応する反射の強度を算出する
5. 反射強度を再現できる分子のモデルを解いていく

単結晶X線構造解析の概要



h	k	l	F2	SIGF2	F2RAW	ABSF	
0	0	-1	2.68128	10.1473	24.96	0.97132	1
0	0	-1	-2.6554	9.80161	-25.6553	0.978433	1
0	0	1	10.0232	9.63721	94.97	0.980149	1
0	0	1	0.271125	9.9948	2.55245	0.967048	1
0	0	1	-0.29241	5.44483	-4.62283	0.976769	1
0	0	-1	15.7551	5.36407	252.729	0.975709	1
0	0	-1	-0.92516	9.68749	-8.86507	0.977342	1
0	0	1	-4.95901	6.05514	-78.6133	0.980091	1
0	0	-2	36395.5	627.954	167661	0.976272	1
0	0	-2	37274.8	596.54	297389	0.984293	1
0	0	2	37735	646.032	176933	0.983144	1
0	0	2	36584.8	585.288	287727	0.984789	1
0	0	2	34598.4	594.527	168481	0.977532	1
0	0	-2	32675.4	568.684	154367	0.968228	1
0	0	2	36547.9	622.281	177988	0.982657	1
0	0	-2	36992.6	629.272	176860	0.978109	1



現在

従来

未経験

装置の基本的な使用法
測定、解析の手順

結晶学、X線の学問知識
装置の基本的な使用法
測定、解析の手順

ソフトウェアによる支援

初級者

測定の回数に応じた
経験

測定の回数に応じた
経験

ハードウェア、PCの性能向上

中級者

結晶学、X線の学問知識
装置の応用的な使用法

膨大な測定・解析時間が必要

装置の応用的な使用法

上級者

現在

従来

未経験



初級者



中級者



上級者

結晶学、X線の学問知識

測定によって、どんなデータが出るかわかってきた。

普段は解けるのに、研究の要になる結晶だけがどうしても解けない。結晶学を勉強して、何とか解きたい！

モチベーションが高い

結晶学、X線の学問知識

装置のことはよくわからない。どんな測定結果が得られるかもわからない。

教科書的な勉強をするモチベーションが低い

装置を壊さず、安全(被爆防止)を確保できれば、勉強するタイミングは自由。必要なときにすればよい。

単結晶X線構造解析の概要～得られる情報

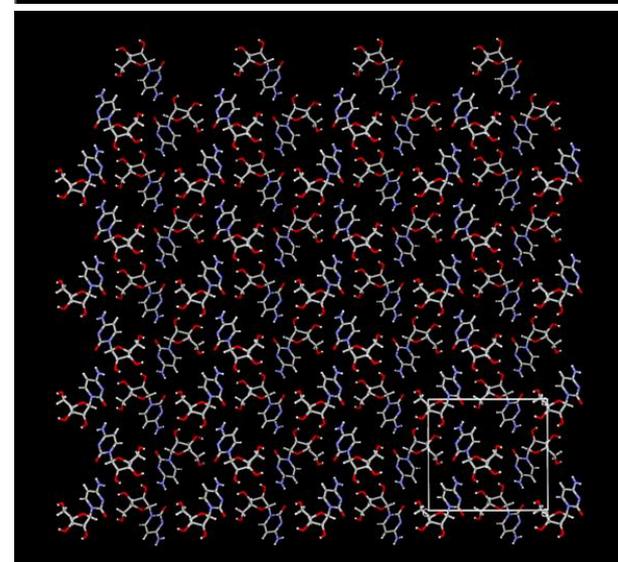
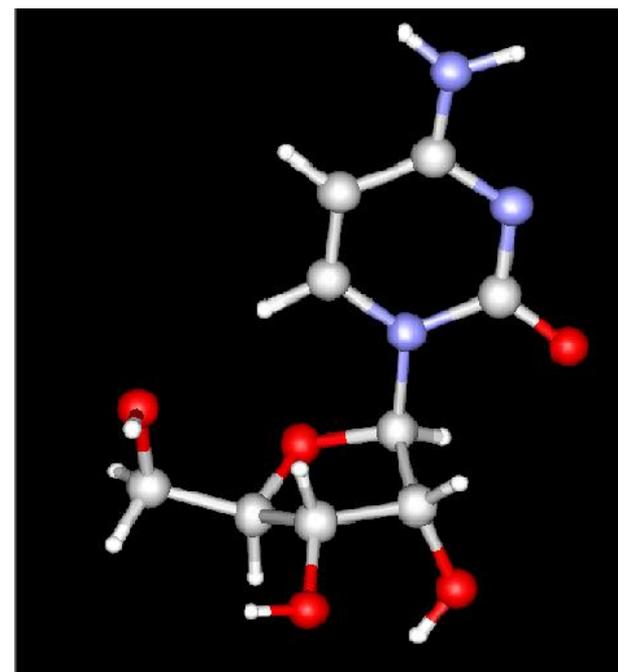


Lattice Parameters $a = 5.12390(9) \text{ \AA}$
 $b = 14.0060(3) \text{ \AA}$ $1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm}$
 $c = 14.7889(3) \text{ \AA}$ $= 10^{-10} \text{ m}$
 $V = 1061.33(4) \text{ \AA}^3$

Space Group $P2_12_12_1$ (#19)

Table 1. Atomic coordinates and Biso/Beq

atom	x	y	z	Beq
O(1)	1.2652(2)	0.48605(7)	0.60055(6)	2.82(2)
O(2)	0.7101(3)	0.45414(7)	0.79141(6)	3.11(2)
O(3)	1.0299(3)	0.28578(7)	0.63000(7)	3.23(3)
O(4)	0.9385(3)	0.32503(8)	0.44791(7)	3.34(3)
O(5)	1.1392(3)	0.58253(8)	0.42506(8)	3.63(3)
N(6)	0.8805(3)	0.53731(8)	0.67443(8)	2.55(3)
N(7)	0.5469(3)	0.60250(8)	0.76653(8)	2.77(3)
N(8)	0.3700(4)	0.7471(1)	0.7333(1)	3.98(3)
C(9)	0.9719(3)	0.4026(1)	0.50790(9)	2.37(3)
C(10)	1.2502(3)	0.4397(1)	0.51300(9)	2.51(3)



単結晶X線構造解析の概要～得られる情報

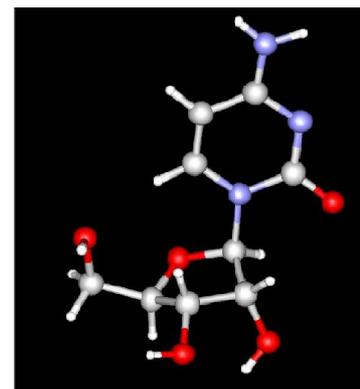


Table 4. Bond lengths (Å)

atom	atom	distance
O(1)	C(10)	1.4505(17)
O(1)	C(12)	1.4098(17)
O(2)	C(14)	1.2442(16)
O(3)	C(13)	1.4171(18)
O(4)	C(9)	1.4128(18)
O(5)	C(15)	1.417(2)
N(6)	C(12)	1.4901(19)
N(6)	C(14)	1.3874(19)
N(6)	C(16)	1.367(2)
N(7)	C(11)	1.3393(19)
.		
.		
.		

Table 6. Bond angles (°)

atom	atom	atom	angle
C(10)	O(1)	C(12)	110.12(11)
C(12)	N(6)	C(14)	117.68(11)
C(12)	N(6)	C(16)	122.16(13)
C(14)	N(6)	C(16)	120.15(13)
C(11)	N(7)	C(14)	119.67(13)
O(4)	C(9)	C(10)	114.07(12)
O(4)	C(9)	C(13)	112.06(12)
C(10)	C(9)	C(13)	102.29(11)
O(1)	C(10)	C(9)	104.30(11)
O(1)	C(10)	C(15)	109.72(12)
.			
.			
.			

典型的な値

$C(sp^3)-C(sp^3): 1.53 \text{ \AA}$

$C(sp^2)=C(sp^2): 1.32 \text{ \AA}$

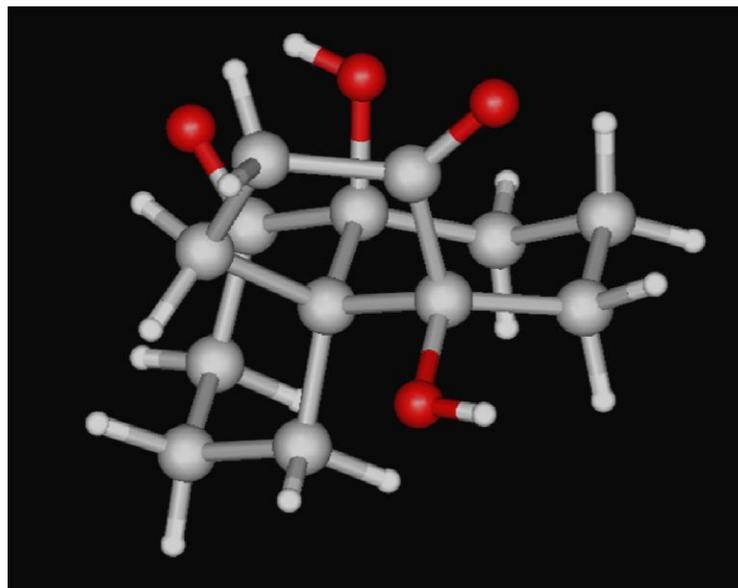
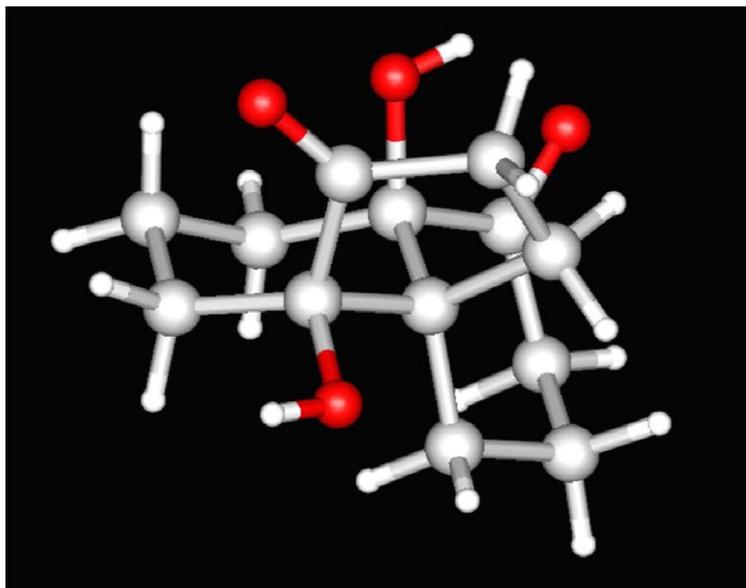
$X-C(sp^3)-Y: 109.47^\circ$

$X-C(sp^2)-Y: 120^\circ$

単結晶X線構造解析の概要～得られる情報



岡山大学
OKAYAMA UNIV.



絶対構造の決定が可能！

(他の測定法で直接決定することは困難)

P、S程度以上の重い元素を含む化合物



Mo線源装置(汎用装置)で可能

C、H、N、O等の軽元素だけ



Cu線源装置で可能

単結晶X線構造解析の概要～得られる情報



```
summary.txt - メモ帳
ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)
Summary for 20130821ota
Formula: C(9)H(13)N(3)O(5)

***** Unit Cell Parameters *****
a: 5.1179(12)
b: 14.003(3)
c: 14.776(4)
alpha: 90.000
beta: 90.000
gamma: 90.000
volume: 1058.9(5)

***** Model Refinement *****
R1 factor[I>2.0sigma(I)]: 0.0316
R factor[all data]: 0.0330
wR factor[all data]: 0.0766
goodness of fit: 1.100
# of observations: 2435
# of variables: 206
refl/para ratio: 11.8
maximum shift/error: 0.00
Refinement program: SHELXL
Refinement mode: Single
Flack Parameter: 0.4(9)

***** Space Group Information *****
symbol: P212121
number: 19
centricity: acentric
Z value: 4
formula weight: 243.22
calculated density: 1.525
mu (cm-1): 1.256
crystal system: orthorhombic
laue group: mmm
lattice type: P

***** Reflection Processing *****
total # processed: 16962
total # unique: 2435
R merge (%): 4.68
Wilson B: 2.31

***** Experimental Information ****
radiation: Mo
wavelength: 0.7107
max. 2theta: 55.0
sin(theta)/lambda: 0.6498
temperature (C): 20.0
```

```
summary.txt - メモ帳
ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)
Summary for 090910
Formula: C(9)H(13)N(3)O(5)

***** Unit Cell Parameters *****
a: 5.12431(9)
b: 14.0067(3)
c: 14.7901(3)
alpha: 90.000
beta: 90.000
gamma: 90.000
volume: 1061.55(4)

***** Model Refinement *****
R1 factor[I>2.0sigma(I)]: 0.0279
R factor[all data]: 0.0287
wR factor[all data]: 0.0735
goodness of fit: 1.122
# of observations: 1891
# of variables: 206
refl/para ratio: 9.2
maximum shift/error: 0.00
Refinement program: SHELXL
Refinement mode: Single
Flack Parameter: 0.10(19)

***** Space Group Information *****
symbol: P212121
number: 19
centricity: acentric
Z value: 4
formula weight: 243.22
calculated density: 1.522
mu (cm-1): 10.794
crystal system: orthorhombic
laue group: mmm
lattice type: P

***** Reflection Processing *****
total # processed: 11206
total # unique: 1891
R merge (%): 2.48
Wilson B: 2.94

***** Experimental Information ****
radiation: Cu
wavelength: 1.5418
max. 2theta: 136.5
sin(theta)/lambda: 0.6023
temperature (C): 20.0
```

単結晶X線構造解析の概要～用意する試料



岡山大学
OKAYAMA UNIV.

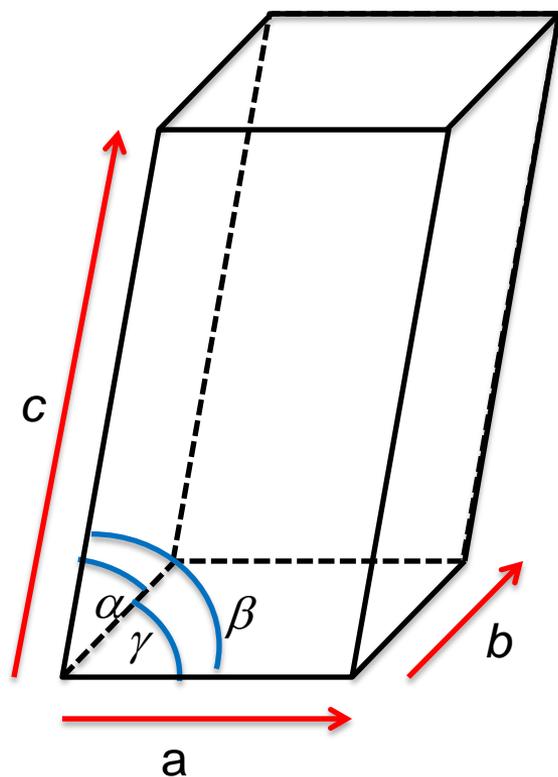


単結晶であること

大きさは0.1～0.3 mm角であること
(一般に有機物の場合には、より大きい結晶を、
無機物の場合にはより小さい結晶を用いる)

結晶の大きさは結晶選定の際に選ばばよい。
きれいな結晶を作ること。

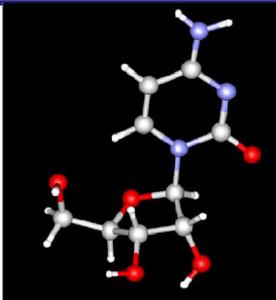
- 単結晶X線構造解析の概要
- **基礎となる学問**
- 試料の準備（結晶作成）
- 測定～解析の流れ
- 得られたデータの解釈
- 測定を依頼する場合の注意



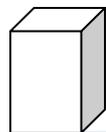
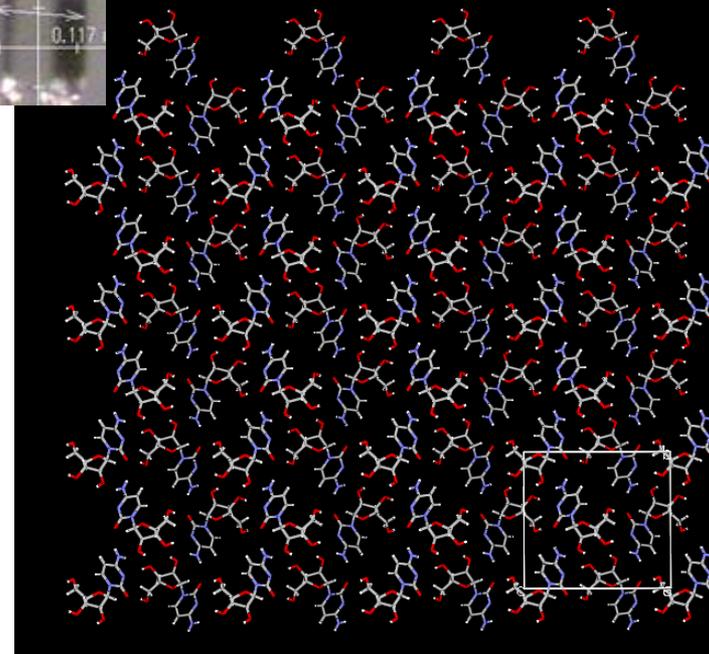
単位胞：繰り返し構造の基本
平行六面体

格子定数： a 、 b 、 c 長さ(\AA)
 α 、 β 、 γ 角度($^{\circ}$)

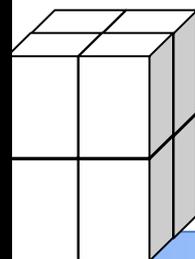
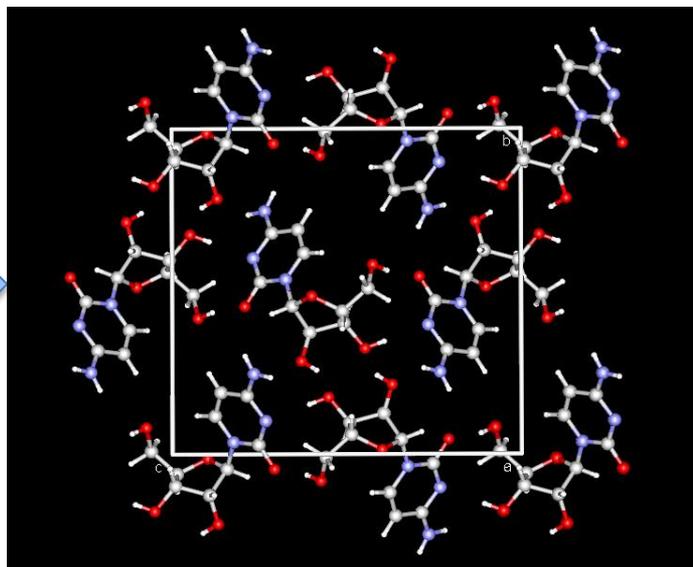
基礎となる学問～結晶学



非対称単位
asymmetric unit
= 1 分子
(分子の一部、原子、イオン)



空間群の判定
対称操作による拡張



単位胞
unit cell

並進操作による拡張

表

非対称単位
asymmetric unit
= 1分子

表	裏	表	裏	表	裏
裏	表	裏	表	裏	表
表	裏	表	裏	表	裏
裏	表	裏	表	裏	表
表	裏	表	裏	表	裏
裏	表	裏	表	裏	表

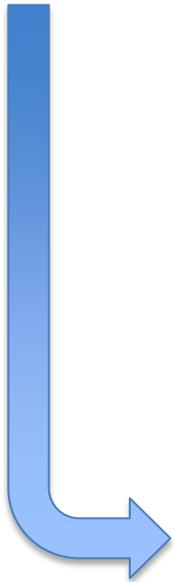
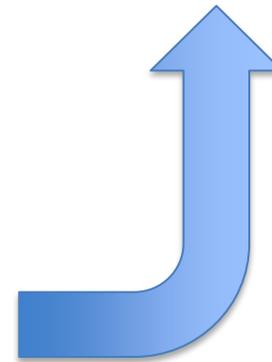


表	裏
裏	表

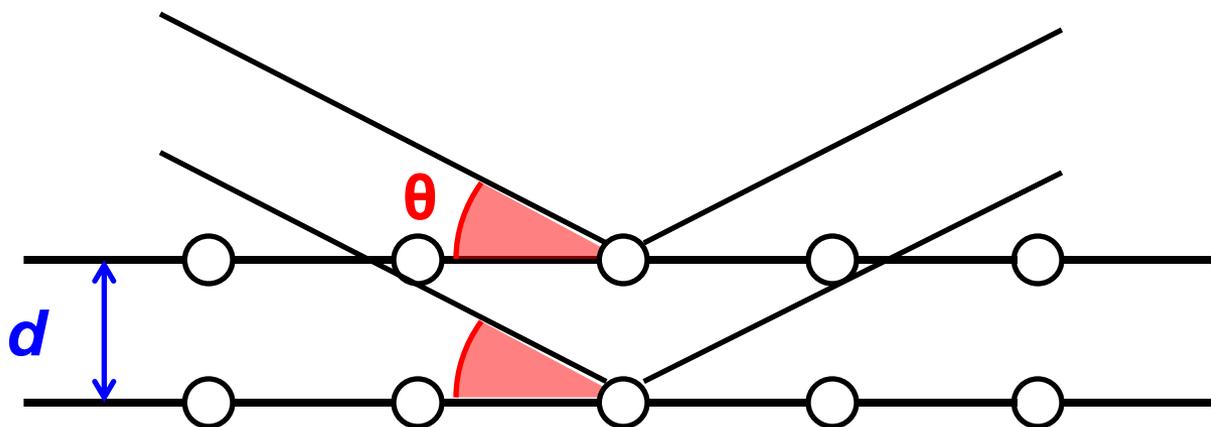
 or

表	裏
裏	表



並進操作による拡張

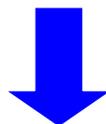
空間群の判定
対称操作による拡張



$$2d \sin \theta = n\lambda$$

波長 λ が既知 (MoK α)

測定装置で θ を測る



格子面間隔 d 値がわかる

波長の短い電磁波(=光)→人体に有害

距離 なるべく離れる

時間 なるべく短く

遮蔽 間に遮蔽物を

被ばく量を「低減」させる
ための対策

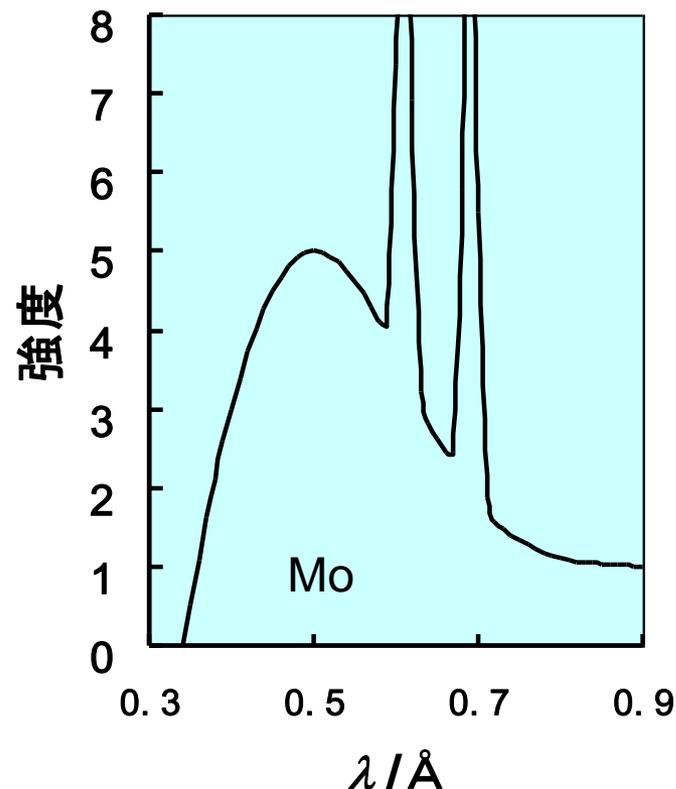
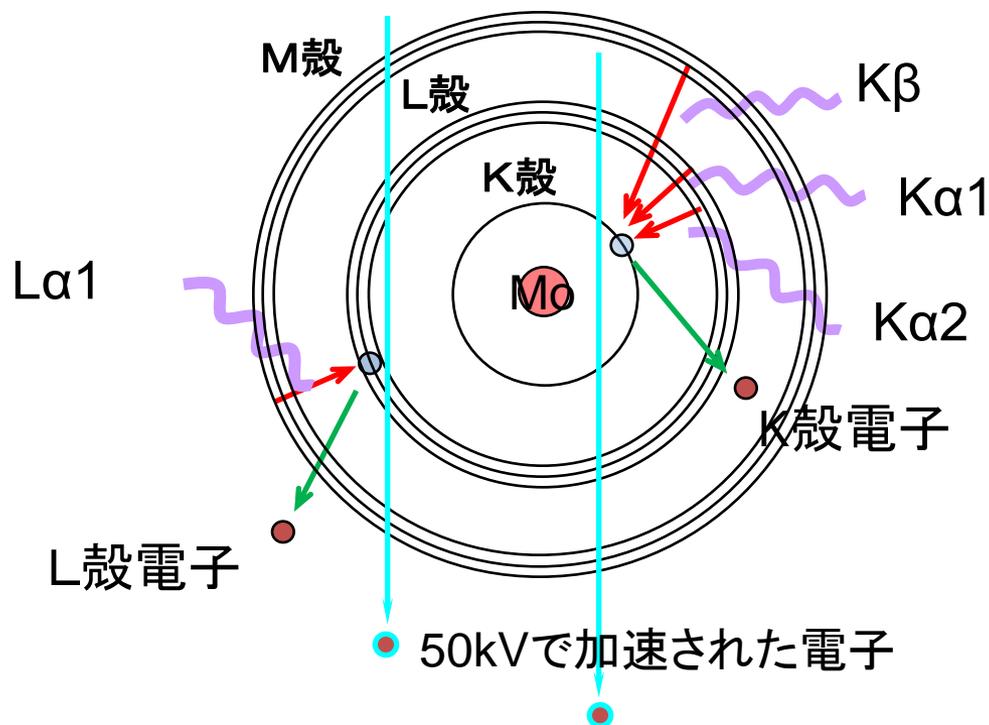
装置に異常がなく、
正しい手順で作業していれば、
被ばく量はゼロ

参考：電離放射線障害防止規則
X線作業主任者

基礎となる学問～X線

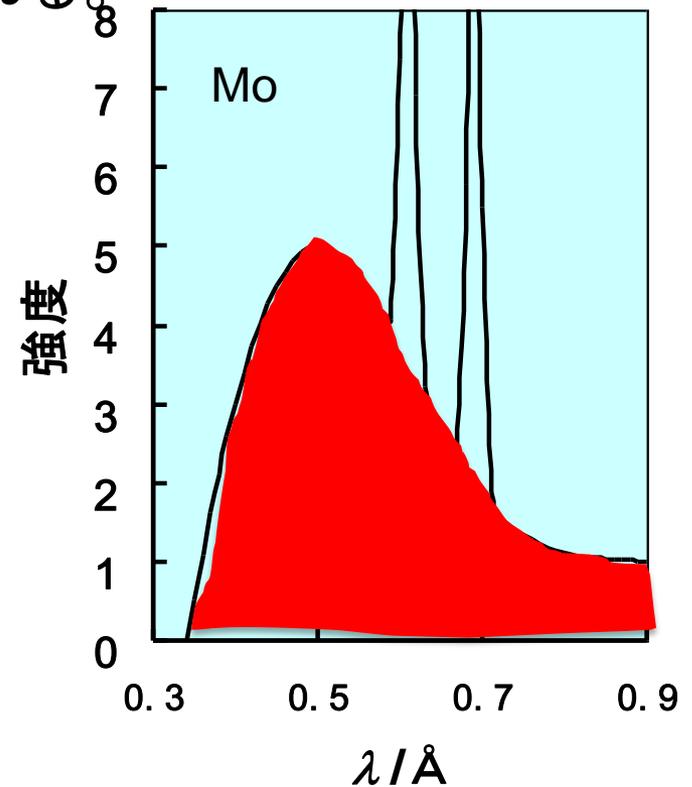
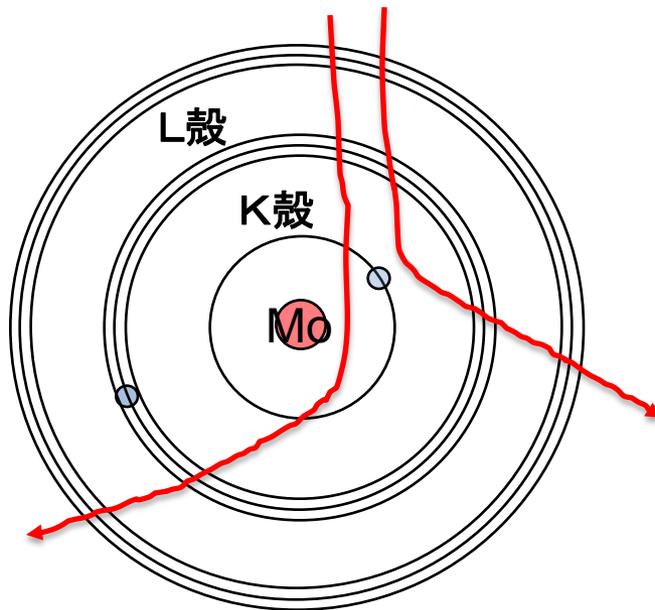


- 特性X線は電子がターゲット物質中の内殻の軌道電子をたたき出し、これによって生じた空孔に外側の殻から電子が遷移することによって放射される



上記の $K\alpha$ 以外は除去する必要がある→X線の単色化

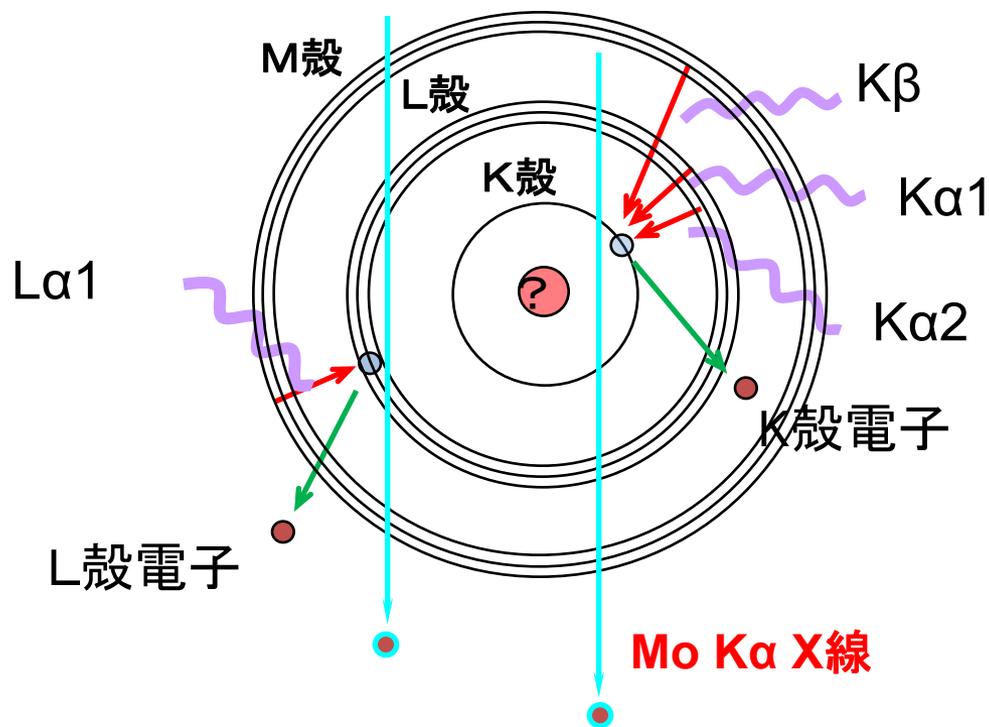
- 制動X線は、高速電子と原子核の相互作用によって発生する。原子核の近傍を通過した電子は曲げられ、減速し、減少したエネルギーがX線として放出される。



上記の $K\alpha$ 以外は除去する必要がある→X線の単色化

基礎となる学問～X線

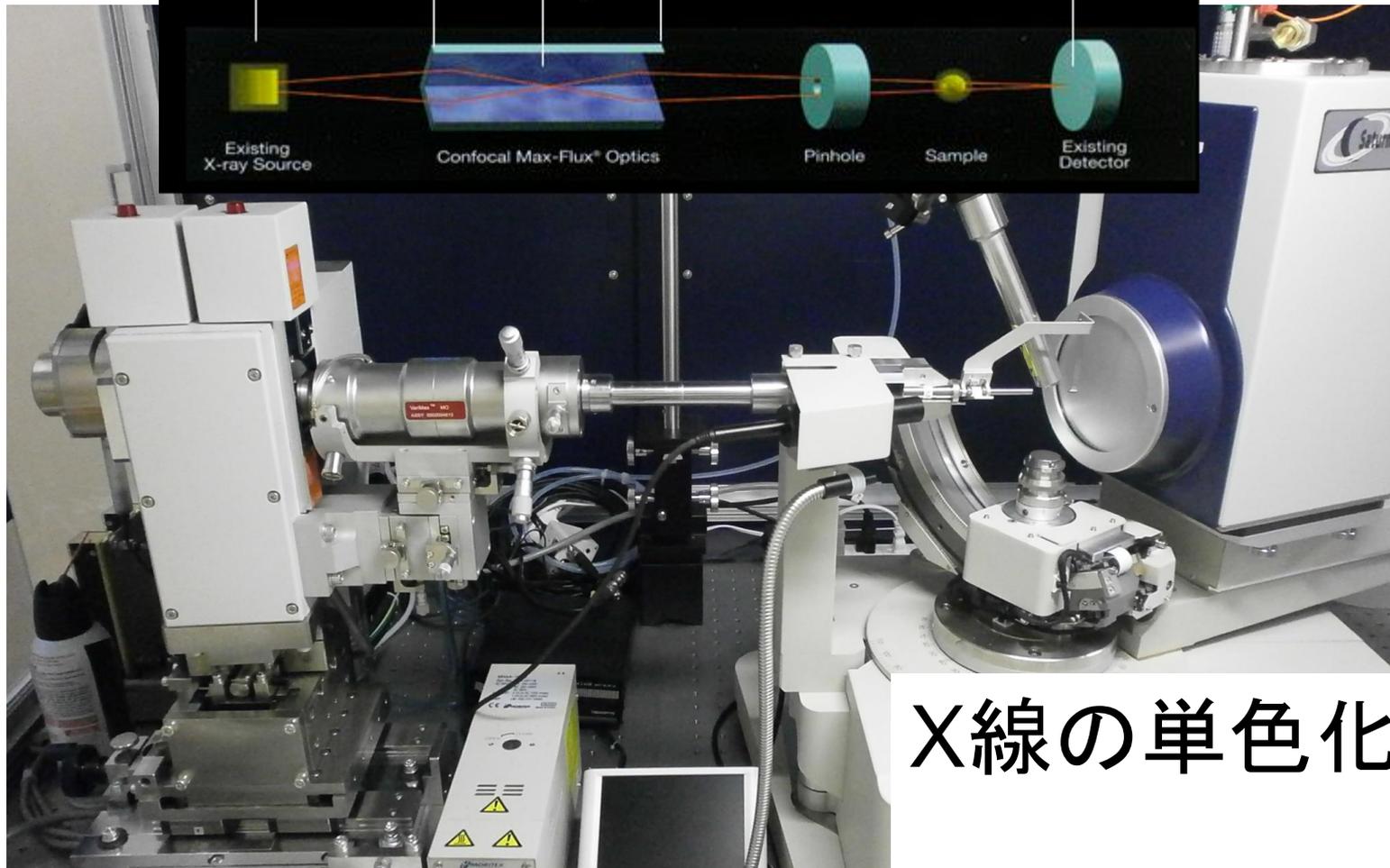
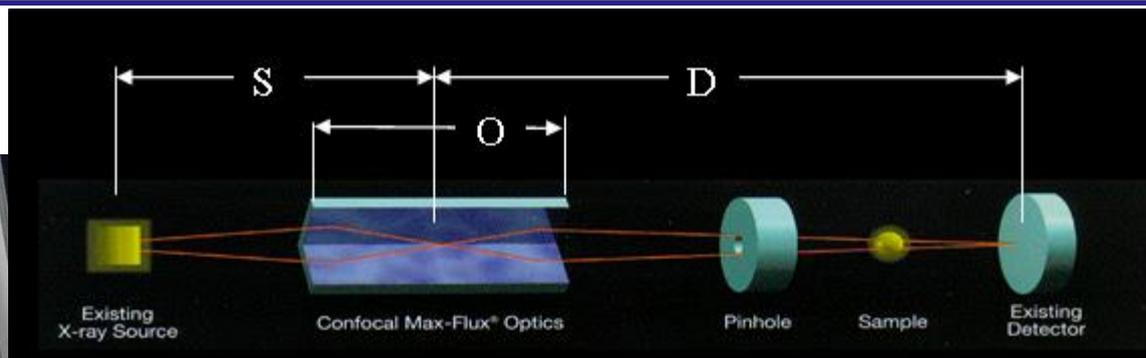
- 二次X線(蛍光)は電子ではなく、入射X線がターゲット物質中の内殻の軌道電子をたたき出し、これ以外は特性X線と同じ機構で発生する。



試料中に右表の元素を含むときは特にバックグラウンドが高くなる

質量吸収係数

元素	μ/ρ
Ga	60.1
Ge	64.8
As	69.7
Se	74.7
Br	79.8
Kr	84.9
Rb	90.0
Sr	95.0
Y	100
Zr	15.9
Nb	17.1



X線の単色化

X線の集光

- ・単結晶X線構造解析の概要
- ・基礎となる学問
- ・**試料の準備(結晶作成)**
- ・測定～解析の流れ
- ・得られたデータの解釈
- ・測定を依頼する場合の注意



試料の準備(結晶作成)

きれいな結晶が一粒あれば測定できる

→量はあまり重要でない

試料を小分けにして、複数の条件でトライする。

(試料の平均情報が得られない点に注意)

溶媒を結晶化の際に取り込んでしまう
場合がある。

→風解性の恐れ

この場合は、溶媒を変えたほうが良い。(可能であれば元素分析、TGなどで事前に確認)

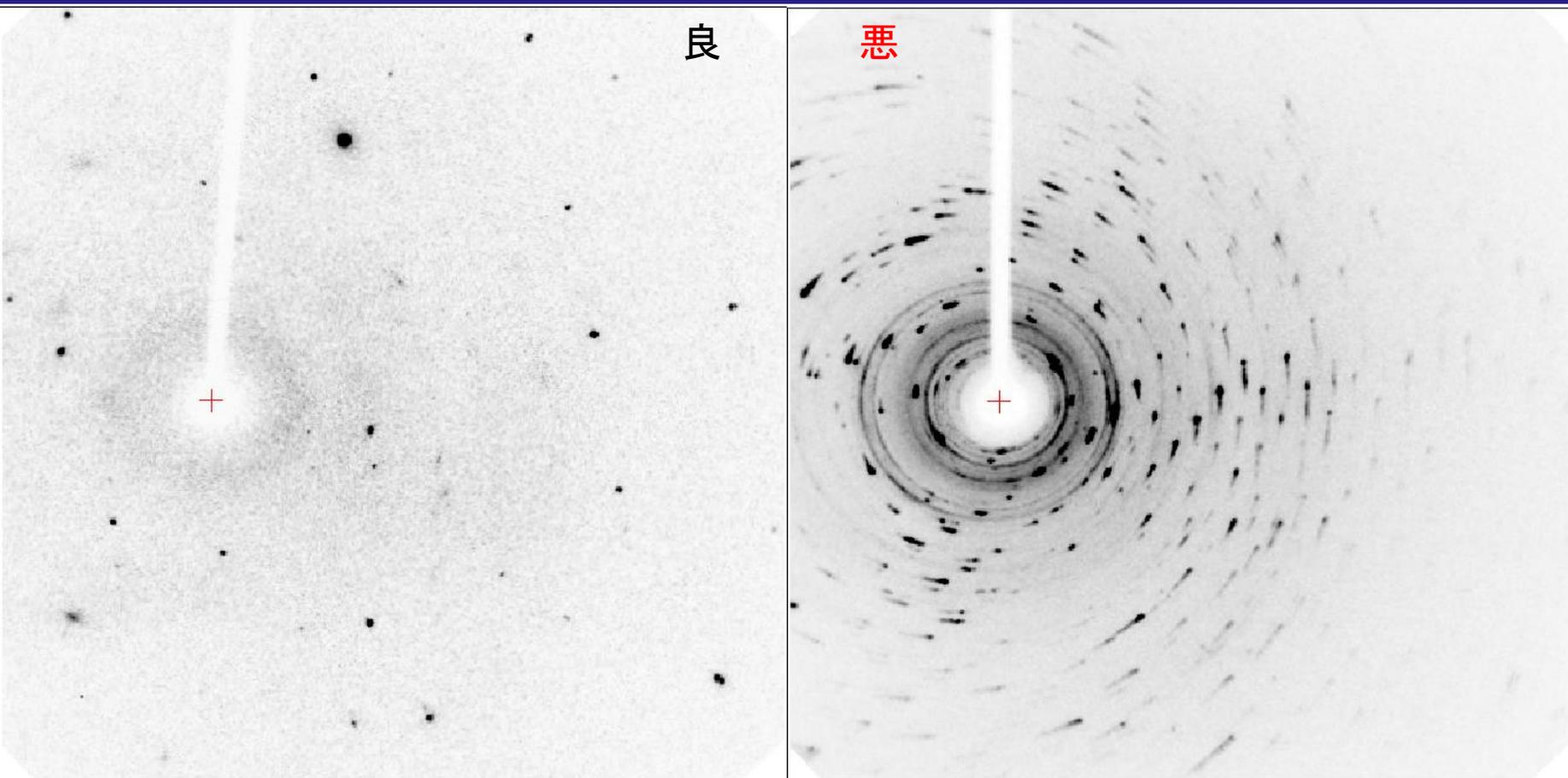
大きな結晶よりも小さな結晶のほうが
良い時もある

→結晶性の問題

短時間で大きく結晶が成長する条件では結晶の質が良くない場合がある。

また、大きな結晶を適度な大きさに切りだす作業が必要となる。

試料の準備(結晶作成) ～結晶の良否～



回折スポットの「数」は格子定数などに依存する

「質」 ○真円に近い⇔×円弧状に**流れている**

「場所」 ○画像の端(高角)まで映っている⇔×中心部(低角)のみで高角に映っていない

試料の準備(結晶作成) ～結晶の良否～



良



悪

良い結晶

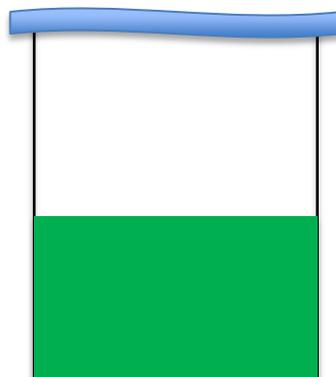
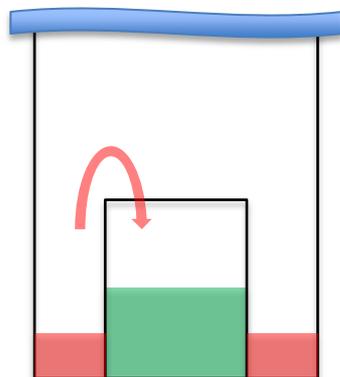
透明性がある
「面」「稜線」がはっきりしている
二つ以上が貼り合わさっていない

試料の準備(結晶作成)

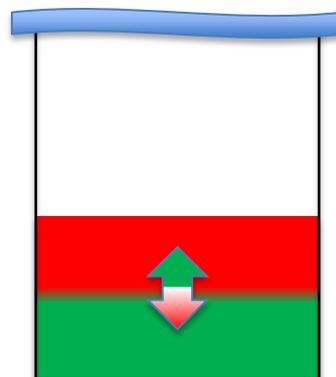
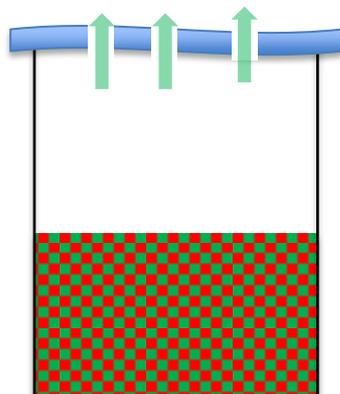
結晶作成≠再結晶

十分精製された試料を結晶化する

■ (飽和)溶液 ■ 貧溶媒



高温で過飽和
→放冷

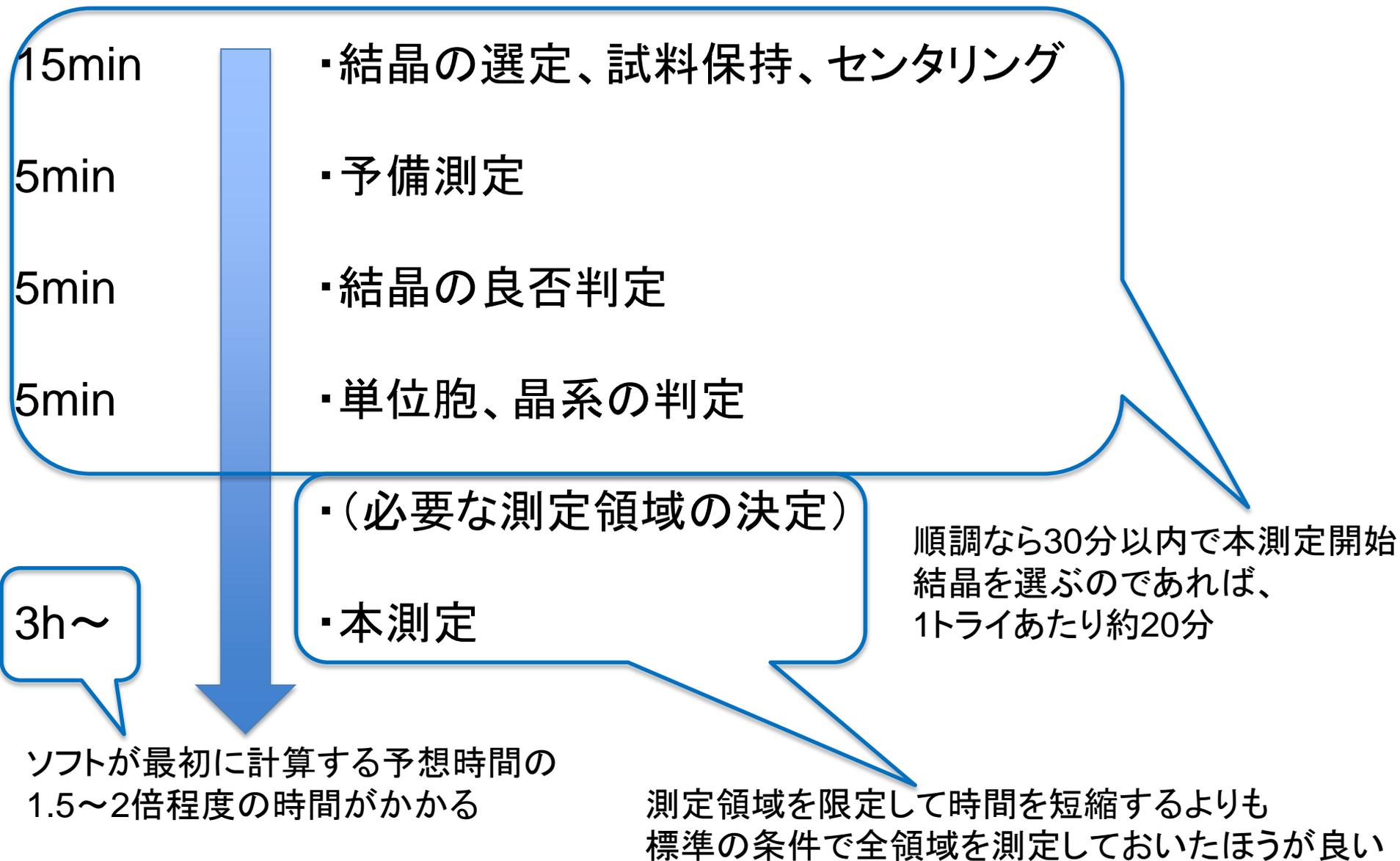


生成物が溶解しないor
非常に不安定な場合

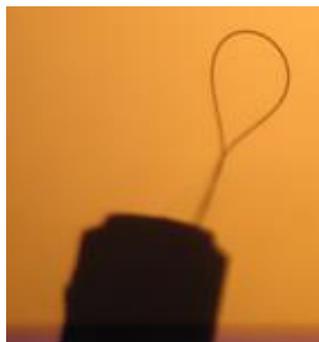
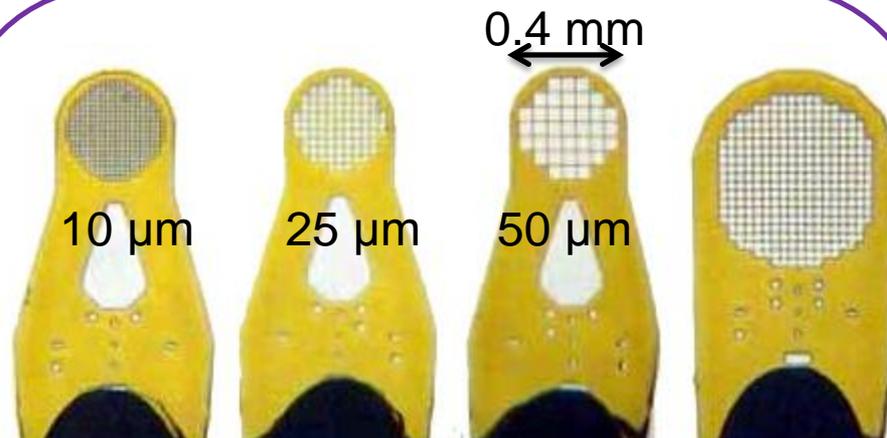
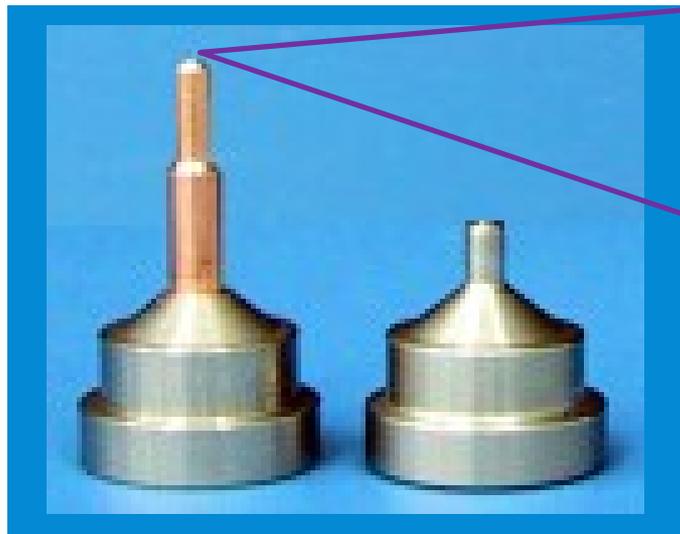
- ・単結晶X線構造解析の概要
- ・基礎となる学問
- ・試料の準備(結晶作成)
- ・**測定～解析の流れ**
- ・得られたデータの解釈
- ・測定を依頼する場合の注意



測定の流れ



測定の流れ～結晶のマウント(低温)



測定の流れ～結晶のマウント(室温)



ガラス棒



解析の流れ

0.5~1h ・生データ(イメージファイル)→数値データへ変換

5min ・初期構造決定

10min ・構造精密化

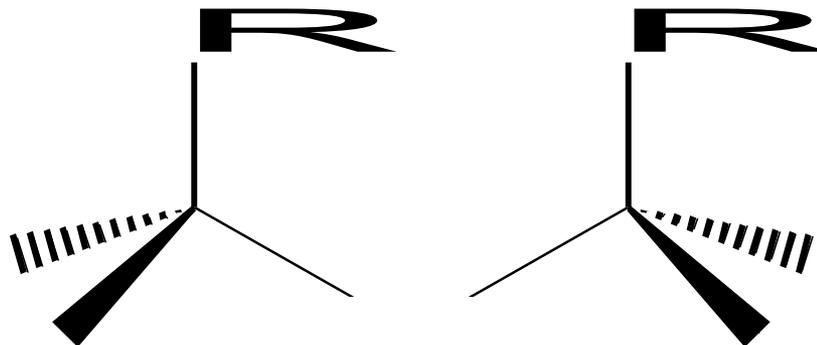
約2時間 順調に解析が進んだ場合

【解析が難航する例】

回折強度が弱い→消滅則の判定が困難→空間群が判定できない

結晶が単結晶ではない(双晶)

構造に乱れがある(disorder)



解析の流れ～上級者向け～



International Table Volume A Space-group symmetry

$P2_1/c$

C_{2h}^5

$2/m$

Monoclinic

No. 14

$P12_1/c1$

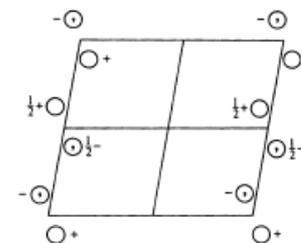
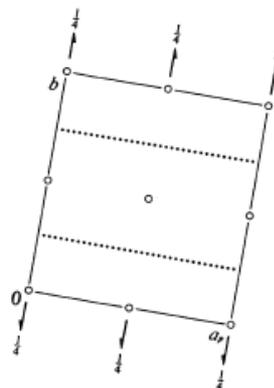
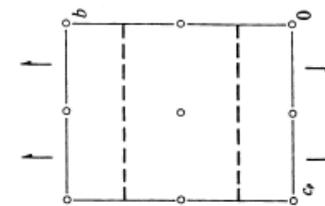
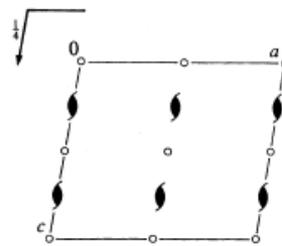
Patterson symmetry $P12/m1$

UNIQUE AXIS b , CELL CHOICE 1

構造解析、結晶学にとって、
非常に重要な情報のデータベース。

必須ではない。

たいていの結晶はソフトウェアが自動で
解析処理してくれる。



Symmetry plane or symmetry line	Graphical symbol	Glide vector in units of lattice translation vectors parallel and normal to the projection plane	Printed symbol
Reflection plane, mirror plane Reflection line, mirror line (two dimensions) }	—————	None	m
'Axial' glide plane Glide line (two dimensions) }	-----	$\frac{1}{2}$ lattice vector along line in projection plane $\frac{1}{2}$ lattice vector along line in figure plane	a, b or c g
'Axial' glide plane	$\frac{1}{2}$ lattice vector normal to projection plane	a, b or c
'Double' glide plane* (in centred cells only)	Two glide vectors: $\frac{1}{2}$ along line parallel to projection plane and $\frac{1}{2}$ normal to projection plane	e
'Diagonal' glide plane	-----	One glide vector with two components: $\frac{1}{2}$ along line parallel to projection plane, $\frac{1}{2}$ normal to projection plane	n
'Diamond' glide plane† (pair of planes; in centred cells only)	-----	$\frac{1}{2}$ along line parallel to projection plane, combined with $\frac{1}{2}$ normal to projection plane (arrow indicates direction parallel to the projection plane for which the normal component is positive)	d

Origin at I

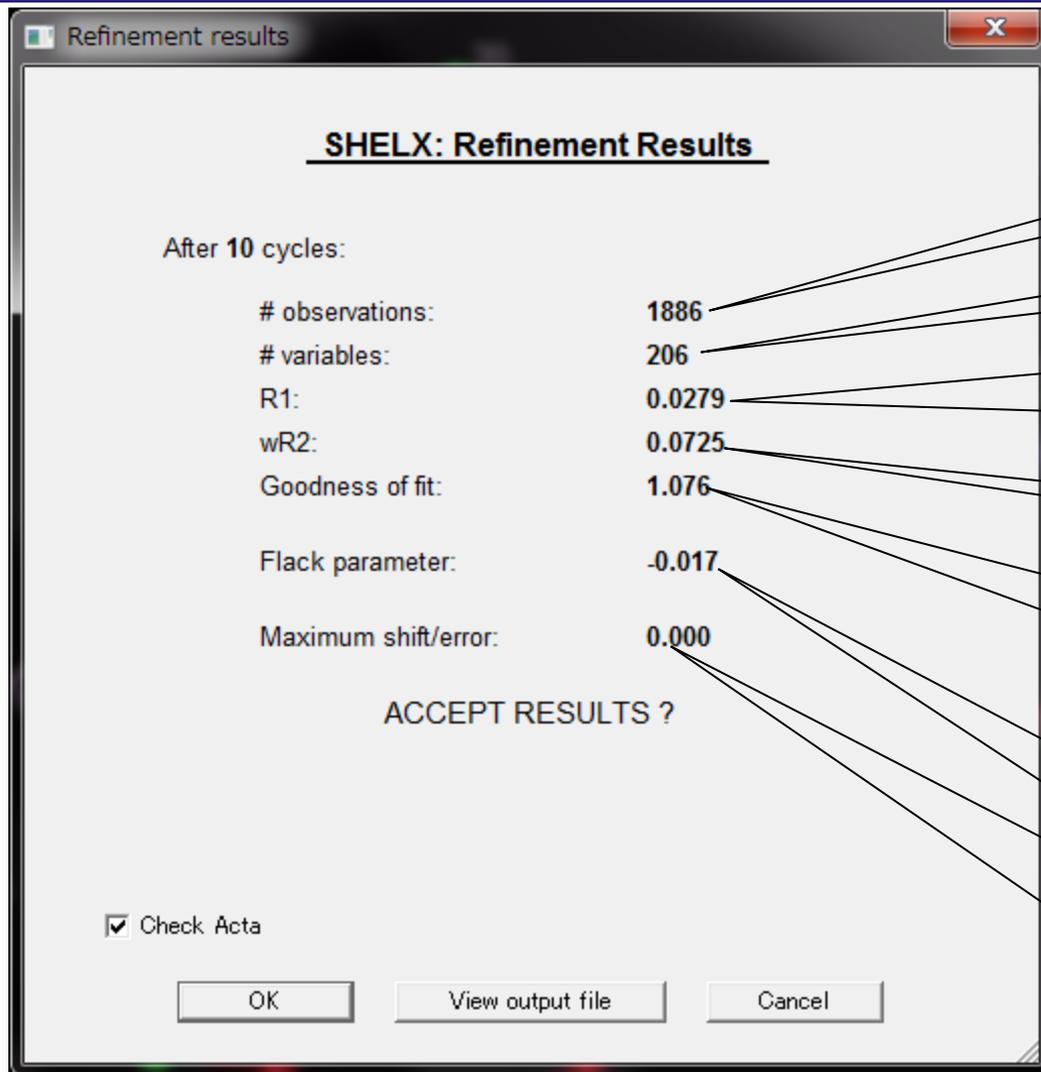
Asymmetric unit $0 \leq x \leq 1; 0 \leq y \leq \frac{1}{2}; 0 \leq z \leq 1$

Symmetry operations

- (1) 1 (2) $2(0, \frac{1}{2}, 0)$ $0, y, \frac{1}{2}$ (3) $\bar{1}$ $0, 0, 0$ (4) c $x, \frac{1}{2}, z$

- ・単結晶X線構造解析の概要
- ・基礎となる学問
- ・試料の準備(結晶作成)
- ・測定～解析の流れ
- ・**得られたデータの解釈**
- ・測定を依頼する場合の注意

得られたデータの解釈



Refinement results

SHELX: Refinement Results

After 10 cycles:

# observations:	1886
# variables:	206
R1:	0.0279
wR2:	0.0725
Goodness of fit:	1.076
Flack parameter:	-0.017
Maximum shift/error:	0.000

ACCEPT RESULTS ?

Check Acta

OK View output file Cancel

測定したデータ数

最適化しているパラメーター数

解析したモデルから予想される強度
と測定したデータの強度との差

反射強度に応じて重みを付けたR

解析全体がうまくいっているかの指標

絶対配置の決定

計算が収束しているかの判定

得られたデータの解釈



Check for Acta

良

Check for Acta

Mu x R	:	0.000
Data Completeness	:	0.981
Refl / Param ratio	:	9.155
Sin(theta) / lambda	:	0.6024
R1	:	0.0279
wR	:	0.0725
Max. Shift / Error	:	0.000
Goodness of fit	:	1.076

Close

Check for Acta

悪

Check for Acta

Mu x R	:	0.000
Data Completeness	:	0.981
Refl / Param ratio	:	41.000
Sin(theta) / lambda	:	0.6024
ALERT A R1	:	0.4600 (> 0.20)
ALERT A wR	:	0.8023 (> 0.45)
ALERT A Max. Shift / Error	:	0.291 (> 0.20)
ALERT A Goodness of fit	:	16.228 (> 6.0)

Close

得られたデータの解釈



Summary for ???

summary.txtの中身

Formula: C(??)H(??)O(?)N(?)

***** Unit Cell Parameters *****

a: 8.812(3)
b: 12.300(5)
c: 13.915(5)
alpha: 90.000
beta: 98.730(7)
gamma: 90.000
volume: 1490.7(9)

***** Space Group Information *****

symbol: P21/n
number: 14
centricity: centric
Z value: 4
formula weight: 259.39
calculated density: 1.156
mu (cm⁻¹): 0.706
crystal system: monoclinic
laue group: 2/m
lattice type: P

***** Reflection Processing *****

total # processed: 5907
total # unique: 3302
R merge (%): 5.29
Wilson B: 1.58

***** Model Refinement *****

R1 factor [I > 2.0 sigma(I)]: 0.0686
R factor [all data]: 0.1269
wR factor [all data]: 0.1434
goodness of fit: 1.051
of observations: 3302
of variables: 272
refl/para ratio: 12.1
maximum shift/error: 0.00
Refinement program: SHELXL
Refinement mode: Single

***** Reflection Corrections *****

absorption applied: Yes
abs. type: SYM
abs. range: 0.717-1.000
decay applied: No
decay (%): 0.00
redundants averaged: Yes

***** Experimental Information *****

radiation: Mo
wavelength: 0.7107
max. 2theta: 54.9
sin(theta)/lambda: 0.6486
temperature (C): -119.8



得られたデータの解釈

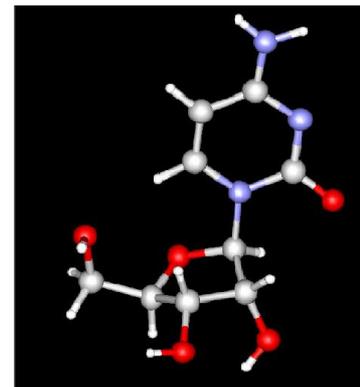


Table 4. Bond lengths (Å)

atom	atom	distance
O(1)	C(10)	1.4505(17)
O(1)	C(12)	1.4098(17)
O(2)	C(14)	1.2442(16)
O(3)	C(13)	1.4171(18)
O(4)	C(9)	1.4128(18)
O(5)	C(15)	1.417(2)
N(6)	C(12)	1.4901(19)
N(6)	C(14)	1.3874(19)
N(6)	C(16)	1.367(2)
N(7)	C(11)	1.3393(19)
.	.	.
.	.	.

Table 6. Bond angles (°)

atom	atom	atom	angle
C(10)	O(1)	C(12)	110.12(11)
C(12)	N(6)	C(14)	117.68(11)
C(12)	N(6)	C(16)	122.16(13)
C(14)	N(6)	C(16)	120.15(13)
C(11)	N(7)	C(14)	119.67(13)
O(4)	C(9)	C(10)	114.07(12)
O(4)	C(9)	C(13)	112.06(12)
C(10)	C(9)	C(13)	102.29(11)
O(1)	C(10)	C(9)	104.30(11)
O(1)	C(10)	C(15)	109.72(12)
.	.	.	.
.	.	.	.



得られた結果の妥当性を評価する。
結合長、角度など。

- ・単結晶X線構造解析の概要
- ・基礎となる学問
- ・試料の準備(結晶作成)
- ・測定～解析の流れ
- ・得られたデータの解釈
- ・測定を依頼する場合の注意



測定を依頼する場合の注意

結晶作成、選定が何より重要

流動パラフィンなどのオイル類に易溶なものは要注意

推定構造だけでなく、考えられる他の候補も

構造解析の目的を明確に

提供されるものは「測定・解析結果」であって
「論文投稿用データ」ではない

測定を依頼する場合の注意



- ①分析計測分野のHPより右の書式をダウンロードする。
- ②必要事項を記入する。支払責任者(指導教官)の印を忘れずに。
- ③結晶と依頼書を提出する。(コラボ棟2階204号室)。不在の場合もあるので、事前に連絡を。
- ④測定解析終了後、残った結晶と依頼書の写し、解析結果データを受け取る。

(単結晶学内) 2014.04.01より書式変更

単結晶 X線構造解析 測定依頼書 兼 共同研究申込書 (学内用)

下記材料の分析を岡山大学自然生命科学研究支援センター分析計測分野へ依頼し、その分析料金は支払責任者が負担します。

申込日 年 月 日

測定依頼者	e-mail		
支払責任者	④ 内線		
以下の二つから一つを選んで、記入してください*		上限金額**	円
<input type="radio"/> 依頼測定	2,000円/時間	4~12月は科研費等での支払いが可能	
<input type="radio"/> 共同研究	1,000円/時間	4~12月は科研費等での支払いが可能 共著者扱い	
試料名	半角英数 20字程度	予想分子式	
解析難航の場合**	<input type="checkbox"/> 標準解析終了時点で一旦終了 <input type="checkbox"/> 予算内で可能なところまで続行		
結晶化溶媒	易溶性溶媒	難溶性溶媒	
再解析依頼の場合	前回測定時の 測定日: 受付 No.:		
データ様式	<input type="checkbox"/> 解析結果データのみ <input type="checkbox"/> 測定生データ+解析結果データ (要 DVD保存)		
引渡方法	<input type="checkbox"/> メール添付 (測定生データは容量の問題でメール添付できません) <input type="checkbox"/> DVD保存 (100円)		
予想構造、特記事項	<ul style="list-style-type: none"> ・測定後試料はすぐに返却します。 ・「分析計測分野特記事項」の内容は <input type="checkbox"/> 確認済みである。 ・測定に用いた結晶の回収を希望される場合は、あらかじめお伝えください。 ・測定条件を指定される場合は任意様式にて添付してください。 		

ここまでは申込者がご記入ください。太字部は必ずご記入ください。

以下、分析計測分野記入欄

測定日		受付 No.	
測定装置		測定者	
解析結果	A・B・C	R1	
A: on-line checkCIF (http://checkcif.iucr.org/) で Alert-A、Alert-B が残らない B: おおよその構造は見えるが、上記 Alert が残る C: 構造が全く見えない			
請求料金	測定・解析料金	円/時間	測定・解析時間
	追加消耗品等	円	装置使用時間
合計:		円 (測定中断の場合は着手数料 5,000円が必要です) **	
測定温度	℃	結晶サイズ	
結晶形状		結晶の色	マウント方法
連絡事項			

*1: 測定依頼扱いか、共同研究扱いかを選択してください。記入のない場合は A 通常依頼測定として扱います。



利用登録に必要な手続き

①ルクセルバッジの交付を受ける

放射線業務従事者教育訓練を受講する
放射線業務従事者健康診断を受診する
(光・放射線情報解析部門)

②監守者代表に利用登録希望を申告する

③監守者による利用講習を受講する

※ユーザー登録は教職員、博士研究員および博士課程学生とする。
ただし、研究室に該当者がいないなどの場合、特別に
修士課程学生の登録を認める場合もある。
監守者に相談のこと。

【平成26年4月現在】

監守者代表:太田弘道(分析計測)

監守者:高井和彦(工・化学生命工学専攻)

野上由夫(理)、鈴木孝義(理)、片桐利真(工)

光藤耕一(工)、田嶋智之(環)、村井征史(工)

リガク会員サイト

<https://www.rigaku.co.jp/members/index2.html>

FAQ

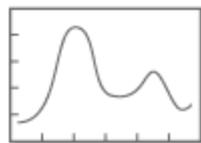


装置やソフトウェアに関するFAQを順次掲載していく予定です。

- [粉末X線回折装置 FAQ](#)
- [X線回折関連ソフトウェア FAQ](#)
- [単結晶構造解析装置 FAQ](#)
- [蛍光X線分析装置 FAQ](#)
- [熱分析装置 FAQ](#)

単結晶構造解析関連ソフトウェア専用の[質問フォーム](#)は、単結晶構造解析装置FAQの「ここで解決しない場合は」の中にあります。

技術情報



装置をご利用いただくにあたり、ご参考いただける技術情報をお届けして参ります。

- [Webinar\(オンラインセミナー\)](#)
- [粉末X線回折測定法の基礎講座](#)
- [単結晶構造解析Tips](#)
- [熱分析装置測定条件の設定ガイド](#)
- [熱分析装置テクニカルノウハウ](#)
- [セミナー・講演会等資料集](#) update

要 会員登録

X線構造解析、大場茂 矢野重信、朝倉書店

X線結晶解析の手引き、桜井敏雄、裳華房

物質の対称性と群論、今野豊彦、共立出版

参考になる外部サイト

Cambridge Crystallographic Data Centre

<http://www.ccdc.cam.ac.uk/>

描画ソフト(フリー)

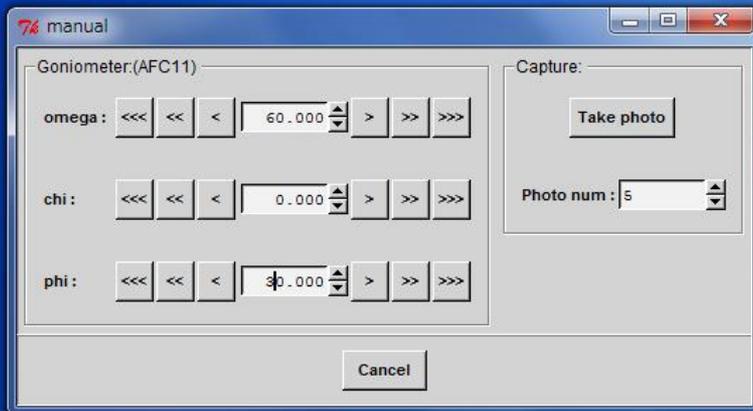
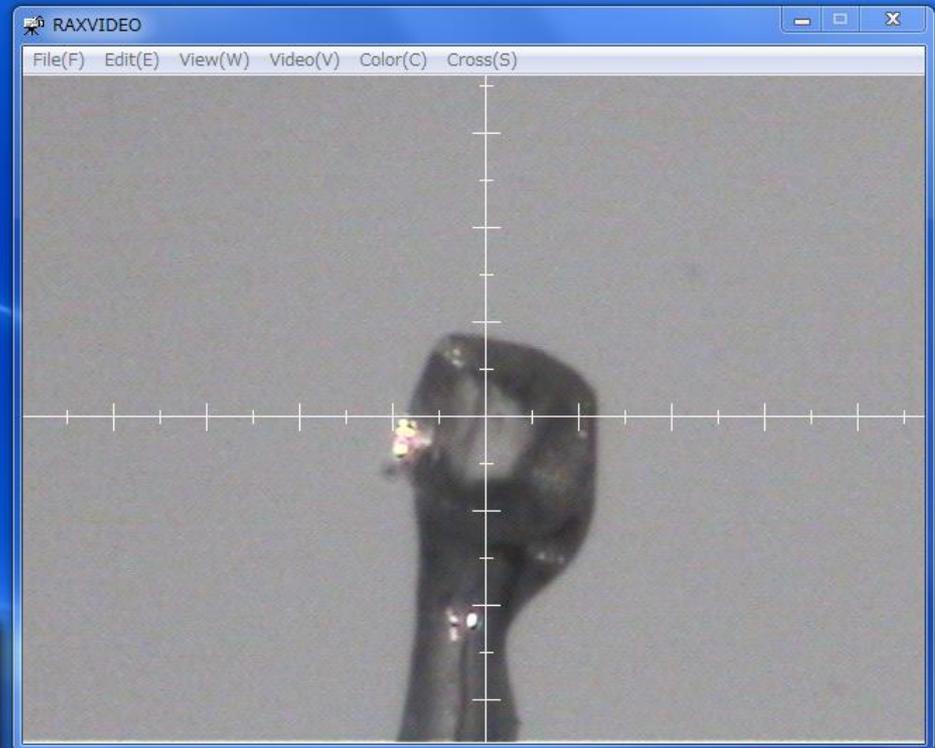
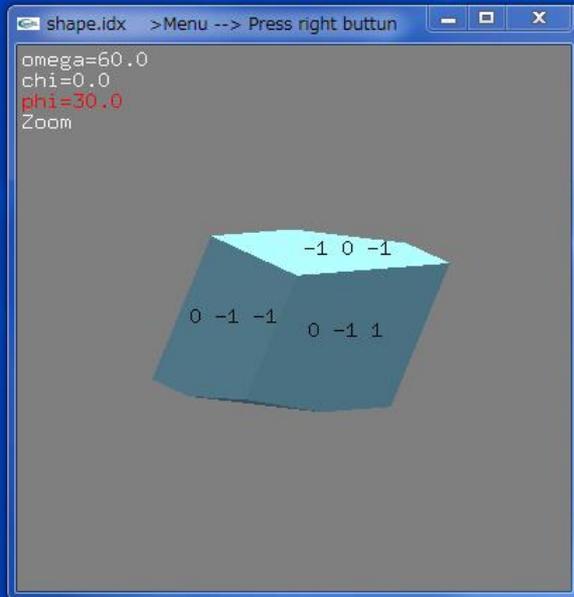
<http://www.ccdc.cam.ac.uk/products/mercury/>

check cif

<http://checkcif.iucr.org/>

Face Index

結晶外形と格子面の関連付けが可能



約 50,100 件 (0.19 秒)

[\[PDF\] 単結晶X線構造解析 - 分析計測分野 - 岡山大学](#)

kikibun1.kikibun.okayama-u.ac.jp/2012aug/20120828.pdf ▾

2012/08/28 - 学内者 **依頼測定** 2,000. 学外者 **依頼測定** 10,000(※). 分析計測分野では **単結晶X線構造解析**の **依頼測定**(受託. 測定)を受け付けています。良好な**単結晶**さえあれば、. 詳細な構造解析結果が得られます。(平成25年2月現在、成功率32 ...

[単結晶X線構造解析の受託分析依頼・お問合せ【リガク】](#)

www.rigaku.co.jp > サポート ▾

低分子**単結晶**・タンパク質のX線構造解析の受託分析を承ります。まずは、お気軽に下記営業窓口にお ... 低分子**単結晶**・タンパク質結晶の **依頼分析** お問合せフォーム. ご利用の流れ. こちらをご覧ください。 **測定装置のご紹介**. **単結晶X線回折装置紹介ページ**.

[単結晶X線構造解析 受託分析の流れ【リガク】](#)

www.rigaku.co.jp > サポート ▾

お手持ちの**単結晶**試料の、X線構造解析についてのお問い合わせは、お問合せフォームにて承ります。お問い合わせの内容に応じて、受託内容、納品仕様などをご相談いたします。ご**依頼**の内容に基づいて、**測定方法**、**解析方法**、**納期**、**料金**などを、見積書 ...