

EXPO2009 を用いた 直接法による粉末結晶構造解析

はじめに

従来、結晶構造解析は単結晶を用いることが一般的でした。しかし、結晶性の純物精製が難しい試料、また純物質の精製ができて結晶成長が難しい試料では単結晶による結晶構造解析は困難となります。近年では粉末X線回折装置の精度が著しく向上してきており、結晶性の純物質が得られれば、粉末試料からでも結晶構造解析を行うことが可能となりつつあります。ここでは粉末試料を測定し、得られた回折図形から構造解析を行った例を示します。

測定・解析例

ガラスキャピラリーにシメチジンの粉末を詰め、データの均一化のために試料をつめたキャピラリーを回転させながら、高分解能平行ビーム光学系を用いて、粉末回折パターンを測定しました。入射側にチャンネルカットモノクロメーターを用い、高速1次元X線検出器 D/teX Ultraを使用することで、高分解能なデータを比較的短時間で得ることができ、直接法による結晶構造解析に成功しました。図1に、測定データと、Rietveld法により精密化した計算データを示します。

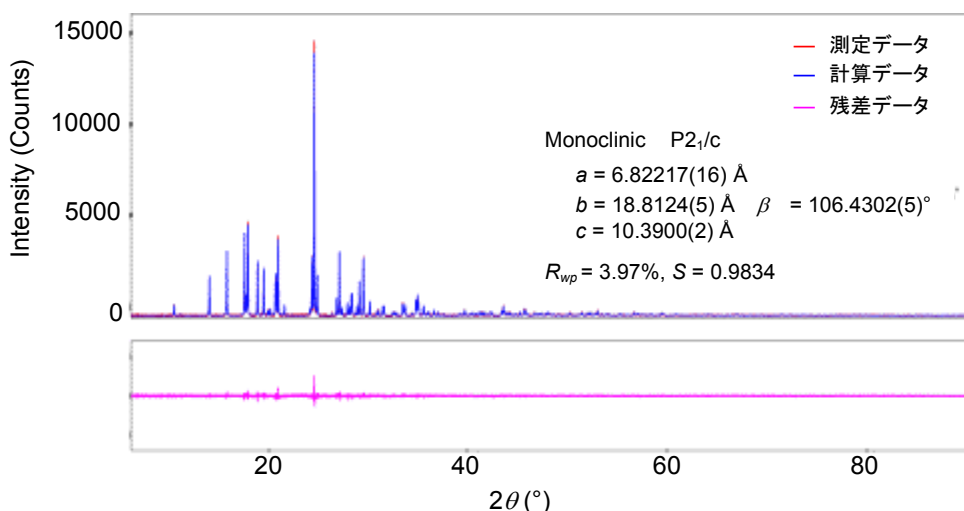


図1 シメチジンのX線回折パターンと計算結果

精密化によって得られた結晶構造は図2のように、単結晶構造解析によって得られた構造とよく一致することが明らかになりました。

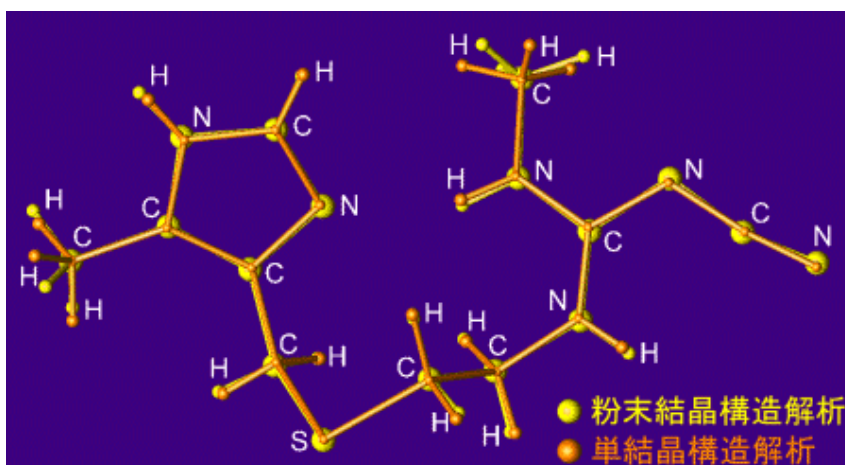


図2 粉末結晶と単結晶から得られたシメチジンの結晶構造

推奨装置・ソフトウェア

- ▶ 全自動水平型多目的 X 線回折装置 SmartLab + 高速1次元X線検出器 D/teX Ultra + 統合粉末X線解析ソフトウェアPDXL