

[rigaku.com](#)で見る

B-SCX1007 - 軽元素のみからなる結晶の Mo 線源を用いた絶対構造の判定

はじめに

天然物等のキラル化合物の絶対立体配置を決定する際に、単結晶X線構造解析は最も信頼性の高い手法として広く使われています。その際には、X線回折の異常分散を利用したBijvoet法⁽¹⁾⁽²⁾が用いられます。しかし通常、Neより原子番号が小さい軽元素のみからなる結晶は、Mo線源では異常分散効果が不十分であり、絶対構造を判定することは困難です。

CrysAlis^{Pro}により最適化された測定スケジュールと、最新のSHELXLにより計算されるFlackパラメーターを採用することにより、軽元素のみからなる結晶においても絶対構造の判定が可能となりました。

測定・解析例

例としてC, H, Oのみからなるスクロースの結晶を用い、Mo線源での絶対構造判定を行いました。デスクトップ単結晶X線構造解析装置 XtaLAB mini IIを用い、CrysAlis^{Pro}の最適化された絶対構造判定用の測定スケジュールを用いて、回折データを収集しました（図1）。従来版であるSHELXL-97および最新版であるSHELXL-2013⁽³⁾の2種類のソフトウェアを用いて構造解析を行った結果、SHELXL-97では絶対構造を判定できなかったのに対し、SHELXL-2013では絶対構造の妥当性を示すFlackパラメーターが0に近く標準不確かさも小さいことから、絶対構造が判定できていることがわかります（図2、表1）。

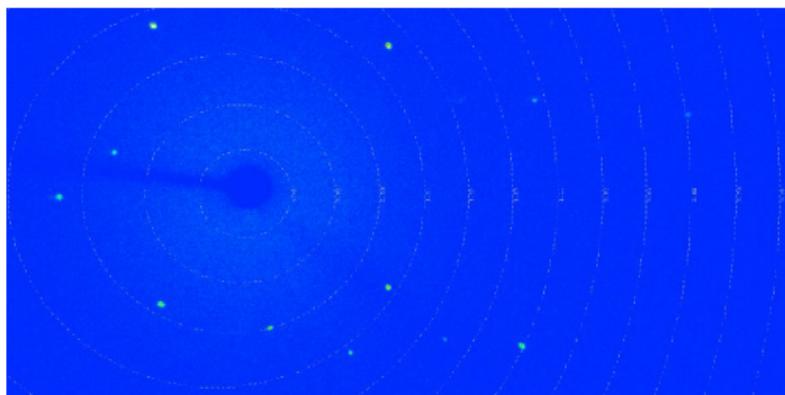


図1 スクロースのX線回折像

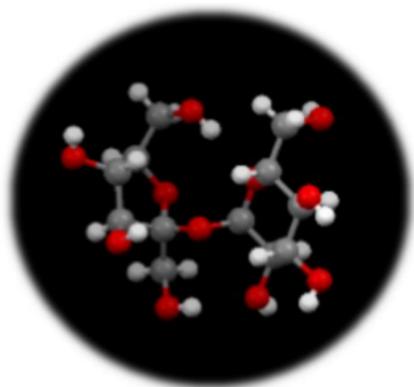


図2 スクロースの構造

表1 スクロースの構造解析結果

	SHELXL-2013	SHELXL-97
全測定時間	9時間36分	
X線源	MoK α	
空間群	$P2_1$	
R _{int} 値, R1値	1.28%, 2.51%	
Flackパラメーター	0.09(8)	0.2(4)

参考文献： (1) J. M. Bijvoet, A. F. Peerdeman, A. J. van Bommel: *Nature*, 168 (1951) 271-272.

(2) H. D. Flack, G. Bernardinelli: *Acta Cryst.*, A55 (1999) 908-915.

(3) G. M. Sheldrick: *Acta Cryst.*, A64 (2008) 112-122.

推奨装置

- 単結晶X線構造解析装置 XtaLAB Synergyシリーズ
- デスクトップ単結晶X線構造解析装置 XtaLAB mini II

おすすめの製品



XtaLAB mini II

デスクトップ単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB mini II*
HPC X線検出器を搭載した世界最小の単結晶X線構造解析装置。



XtaLAB SynergyCustom

超高速・超高精度単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB SynergyCustom*
現有システムのアップグレードや、ニーズに合わせたカスタムモデルを構築可能なシステム。



XtaLAB Synergy-DW

2波長搭載単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB Synergy-DW V HF*
多用途性と組み合わせて驚異的なパフォーマンスを実現。



XtaLAB Synergy-ED

電子回折統合プラットフォーム
データ測定から結晶構造の決定まで、シームレスなワークフローを備えた唯一の単結晶電子回折装置。



XtaLAB Synergy-i

マイクロフォーカス封入管システム搭載単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB Synergy-i*

広範囲の低分子試料に対応可能な単結晶X線構造解析装置のエントリーモデル。



XtaLAB Synergy-R

回転対陰極線源搭載 単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB Synergy-R*

超高輝度X線発生装置を搭載した単結晶X線構造解析装置のフラッグシップモデル。



XtaLAB Synergy-S

超高速・超高精度 単結晶X線構造解析装置 *XtaLAB Synergy-S*

高輝度マイクロフォーカス封入管線源を搭載し、回折データを精度よく、迅速かつ効率的に収集可能なX線構造解析装置。



CrysAlis^{Pro}

単結晶構造解析統合プラットフォーム *CrysAlis^{Pro}*

データの収集と解析、高度な機能を備えた統合ソフトウェア。