 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2008G0021 実験課題名 Title of experiment 中性子回折による有機化合物結晶の構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 後藤田正晴 所属 Affiliation エーザイ(株) 分析研究部 構造解析室	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA 実施日 Date of Experiment 平成 21 年 11 月 20 日 12 時 ~ 平成 21 年 11 月 20 日 24 時

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. シメチジン粉末 $C_{10}H_{16}N_6S$

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons. シメチジン粉末を内径 10 mm の試料ホルダーに詰め、He 雰囲気下で密封したものを測定試料とし、粉末回折装置 iMATERIA で測定した。1 回目の測定は温度を 100K にコントロールして約 7 時間測定を行った。測定終了後、同試料を温度 293K にコントロールして約 7 時間測定を行った。 面間隔(d, Å)、回折強度で測定データをプロットしたものを図1に示す。100K 測定時と 293K 測定時で回折パターンに違いが見られた。温度変化による相変化が起こった可能性があり、今後精査する予定である。 結晶構造解析ソフトウェア「FOX」を用い、iMATERIA で 293K で測定したデータを使って結晶構造解析を試みた。iMATERIA 測定データのみでは妥当な初期構造モデルを導くことは難しかったが、シメチジンの粉末X線回折データ(FOX に含まれるシメチジンのサンプルデータ)を併用して解析することにより、正しいと思われる初期構造モデルを得ることが出来た。得られた初期モデルは、CSD に登録されているシメチジン結晶構造 (code: CIMETD)と一致した。粉末X線回折データのみでも同じ構造を得ることができており、現状では解析結果への中性子回折の寄与度は小さいと考えられるが、次項に示す改善点を明らかにできた。 Z-CODE を用いた Rietveld 解析は現在実施中である。
--

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

iMATERIA で得た粉末回折データから有機化合物の結晶構造解析を行う際に改善すべき点として、以下の3点があげられる。

- 1) 中性子回折はバックグラウンドが高いため、実測値と計算値のずれが(X線に比べ)小さく見積もられてしまう。適切なバックグラウンド除去が必要。
- 2) d が小さい部分の反射の精度を高める必要がある。低角バンクを活用することが重要。
- 3) アモルファス様のピークが、X線に比べて顕著に観測されてしまう。アモルファスのピークが現れない領域のみを用いて解析を行うか、アモルファスピークの除去が必要。

引き続き以下の検討を行う予定である。

- ・X線回折にて、シメチジン低温から室温に戻した際に見られたパターンの変化が再現するかを確認する。
- ・シメチジンのX線回折データを測定し、iMATERIA 測定データと併用して解析を行う
- ・低温で測定した iMATERIA データを用いて解析する。
- ・Z-CODE による Rietveld 解析を実施する。

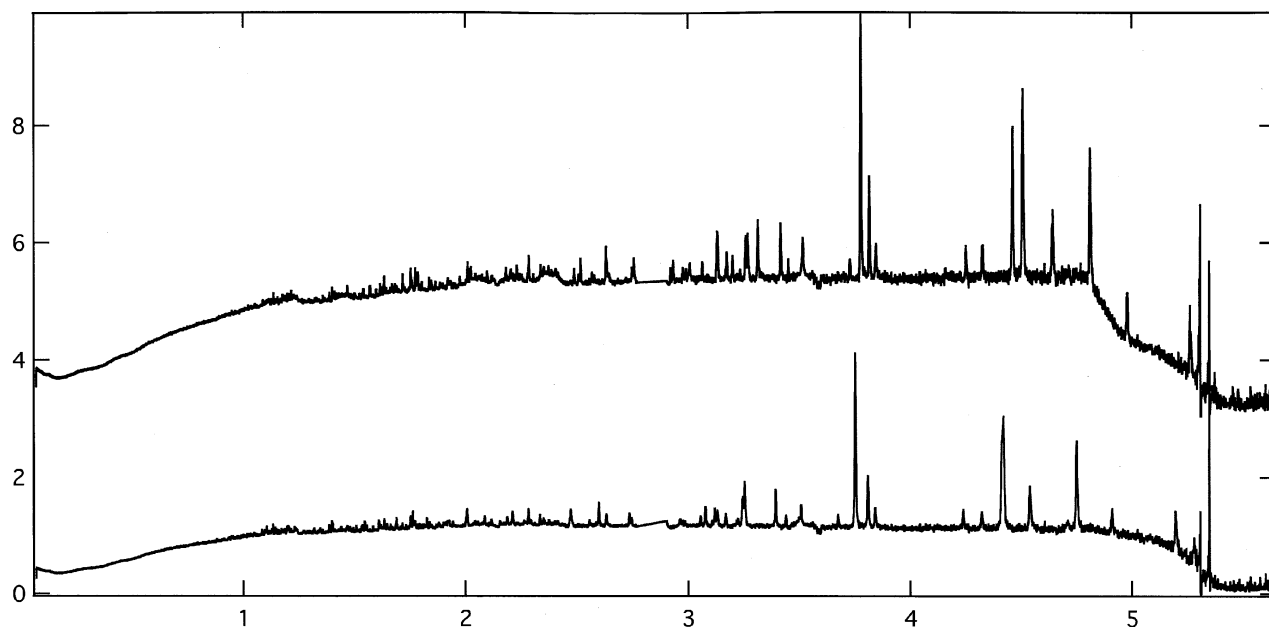


図1 シメチジンの粉末中性子回折パターン(上:293K 測定データ、下:100K 測定データ)