

PF 滞在記

BL-9A を利用した固定化錯体触媒の構造解析に関する研究

東京工業大学物質理工学院
博士後期課程 1年 前田恭吾

私は東京工業大学物質理工学院応用化学系の本倉研究室に所属し、固定化触媒についての研究を行っています。より具体的には、「固体表面に金属錯体や有機塩基を固定化した触媒について、これらの活性点間の距離を制御し集積することによる高収率・高選択的な触媒反応の開発」をテーマとして研究を行っています。例えば、Rh 錯体をシリカの表面に固定した触媒を用いたヒドロシリル化反応が挙げられます。担体であるシリカ表面に Rh 錯体およびアミノ基を近接位置に固定することで、アミノ基の無い場合と比較してオレフィンのヒドロシリル化反応が促進されることを既に報告しています [1]。しかしながら、固体 NMR 測定や FT-IR 測定ではアミノ基の有無による構造の差が確認できず、アミノ基によるヒドロシリル化反応の促進機構についての詳細は分かっていませんでした。加えて、私が取り扱う触媒は、X線結晶構造解析のように単結晶のサンプルを必要とする測定には不向きです。そこで、単結晶を取り出さずとも、アモルファス担体表面の金属錯体の情報が得られる X線吸収微細構造 (X-ray absorption fine structure, XAFS) 測定を利用して分析を行い、錯体構造の変化を基に促進機構について考察してきました。

XAFS 測定のため、放射光施設には約半年に 1 度訪れ、1 回につき 1 日～2 日間測定を行います。また、その際には指導教員の本倉健准教授以外にも、共同研究者の田旺帝教授 (国際基督教大学教養学部) や上村洋平助教 (分子科学研究所, 現: ユトレヒト大学研究員) に協力して頂いて



図1 指導教員の本倉先生 (右) および後輩の福田拓磨君 (中央) と共に試料および検出器のセッティングを確認している著者 (左)。

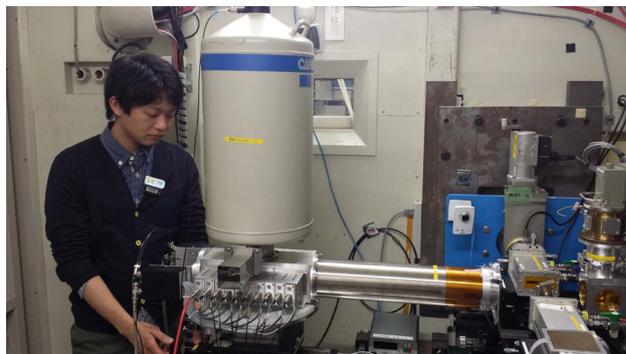


図2 試料交換後、慎重に検出器を試料に近づける著者。

います。本記事では 2018 年 3 月に KEK, PF で行った実験の様子について書きたいと思います。

利用したビームラインは PF の BL-9A でした。これまでは Rh や Pd のサンプルを測定していたため、PF-AR のビームラインを使用していましたが、今回は最近研究対象としている Fe 触媒および Ir 触媒について XAFS 測定を行ったため、Fe K-edge および Ir L_{III}-edge の吸収エネルギーに適した BL-9A を使用しました。上村先生と田先生の手厚い指導の下、測定条件の設定やソフトの使用法を学び、Ir サンプルから先に測定を始めました。今回のビームタイムは朝 9:00 から翌日の 21:00 までの 36 時間であり、昼間は全員で、夜中は指導教員の本倉先生と私、M1 の後輩の 3 人で測定を行い、食事休憩などは交代で取りました。Ir サンプルは早々に終了し、続いて Fe サンプルの測定を行いました。昼間のうちに先生方から測定のノウハウを聞き、夜中にミスしないように測定をルーチンワーク化して夜間の測定に臨みました。今回の測定では、サンプルの不備などの問題がありましたが、時間内に対処することができ、それ以外では特にトラブルも無かったため測定自体はスムーズに行えました。

私は、以前在籍していた研究室でも錯体触媒の研究をしていましたが、NMR や IR, GCMS, XRD といったオーソドックスな装置にしか触れたことがなかったため、加速器設備を利用した XAFS 測定は本倉先生の下で初めて知りました。KEK を最初に訪れた際は測定直後にスペクトルを比較しても、各スペクトルの差が全く分かりませんでした。現在は測定操作もスペクトルの解析も主体的に行えるようになり、測定に行く度に成長できていると思います。これからも KEK の設備を利用して良い研究が行えるよう励みたいと思います。

引用文献

- [1] K. Motokura, K. Maeda, W.-J. Chun, ACS Catal. 7, 4637 (2017).

PF トピックス一覧 (2月～4月)

PF のホームページ (<http://www2.kek.jp/imss/pf/>) では、PF に関係する研究成果やイベント、トピックスなどを順次掲載しています。各トピックスの詳細は PF ホームページをご覧ください。

2018年2月～4月に紹介されたPF トピックス一覧

- 2. 1 【KEK のひと #24】「研究を支える仕事, ドンピシャ」石井晴乃 (いしい・はるの) さん
- 2. 1 【物構研トピックス】チョコレート・サイエンス @ 蒲都市生命の海科学館を開催
- 2. 2 【物構研トピックス】西アフリカのニジェール大使が KEK を訪問, フォトンファクトリーを見学
- 2. 9 【物構研トピックス】チョコレート・サイエンス @ 多摩六都科学館を開催
- 2. 13 【物構研トピックス】岩手医科大学などの研究グループ, 糖尿病薬や抗がん剤開発に役立つ酵素の立体構造を解明
- 2. 16 【物構研トピックス】チョコレート・サイエンス @ つくばエキスポセンターを開催
- 2. 21 【KEK のひと #27】「生きている」とはどういうことか? 安達成彦 (あだち・なるひこ) さん
- 2. 21 【物構研トピックス】理化学研究所の研究グループ, 髄膜炎菌がタンパク質に糖をつける独特な仕組みを明らかに
- 2. 22 【物構研トピックス】つくば SKIP アカデミーの小中学生が物構研 SBRC の見学と実習に参加しました
- 2. 26 【物構研トピックス】九州大学などの研究グループ, 麻疹 (はしか) ウイルスに対する感染阻害剤の作用メカニズムを解明
- 2. 26 【プレスリリース】ミクロな見た目の "かたち" で材料の欠陥がわかる ~放射光計測と応用数学による世界初の視点~
- 2. 27 【物構研トピックス】物構研 設立 20 周年記念シンポジウム プロシーディングスを公開
- 3. 13 【物構研トピックス】2017 年度量子ビームサイエンスフェスタ開催
- 3. 22 【プレスリリース】タンパク質結晶における動力学的回折現象の観察に成功 ~より高精度な構造解析法の確立に期待~
- 3. 29 【プレスリリース】物構研 構造生物学研究センターが創薬標的遺伝子群同定のため日英の共同研究に参加 - 公益社団法人 グローバルヘルス技術振興基金
- 4. 2 【物構研トピックス】物質構造科学研究所 新体制について
- 4. 2 【プレスリリース】超薄膜から薄膜へ膜厚限界を打破 ~「バナジウムの異常な混合原子価」が導く絶縁体転移~

- 4. 6 【物構研トピックス】東大の研究グループ, 微生物の DNA を感知する自然免疫受容体が 2 種類の DNA によって活性化する機構を解明
- 4. 9 【KEK サイエンスカフェ】研究系技術職員インターンシップを開催
- 4. 12 【物構研トピックス】フォトンファクトリー BL-19 の解体工事終了
- 4. 18 【物構研トピックス】構造生物学研究センターにクライオ電子顕微鏡が導入されました
- 4. 20 【トピックス】今年の文部科学省科学技術週間「一家に 1 枚」ポスターは「量子ビーム」
- 4. 24 【トピックス】春のキャンパス公開を行いました
- 4. 25 【トピックス】PF ユーザーの和達大樹氏, 科学技術分野の文部科学大臣表彰若手科学者賞受賞
- 4. 26 【プレスリリース】わずか 2 分子の厚みの超極薄 × 大面積の半導体を開発 - 生体センシングデバイスの開発に期待 -
- 4. 26 【物構研トピックス】千葉大 - KEK 連携 第 1 回合同シンポジウムが開催されました

新しく博士課程に進級された学生さんへ PF ニュースであなたの修士論文を紹介しませんか? 博士論文も歓迎します!

PF ニュースでは、新しく博士課程に進級された学生さんの修士論文の研究内容を紹介するコーナーを設けております。PF で頑張って実験されている博士課程の学生さん自身の紹介、また、その研究内容をアピール出来る場です。我こそはという博士課程の学生さんは、ぜひ下記のフォーマットに従い、あなたの修士論文の研究を紹介して下さい。また今年、修士課程から博士課程へと進学する学生さんが所属される研究室の指導教員の方は、積極的に学生さんに PF ニュースへの投稿を勧めて頂ければ幸いです。

【投稿資格】PF/PF-AR のビームラインを利用した研究に関する修士論文を執筆し、修士を取得した方。

【投稿フォーマット】

1. 修士論文タイトル
2. 現所属、氏名、顔写真
3. 連絡先メールアドレス (希望者のみで可)
4. 修士号取得大学、取得年月
5. 実験を行ったビームライン
6. 論文要旨 (本文 1000 文字以内)
7. 図 1 枚

【原稿量】

図とテキストで刷り上り 1 ページ (2 カラム)。

【提出物・提出方法】

文字データと図表データをメール添付で PF ニュース編集委員会事務局・高橋良美 (pf-news@pfqst.kek.jp) までお送り下さい。