

## X線構造解析と質量分析を用いた銀ナノクラスター錯体の合成確認

○片尾 昇平、西川 嘉子

奈良先端科学技術大学院大学 技術室 マテリアル研究プラットフォームセンター

### 1. はじめに

奈良先端科学技術大学院大学(以下奈良先端大)マテリアル研究プラットフォームセンターでは、電子顕微鏡、質量分析、X線構造解析、NMRといった幅広い多数の先端研究設備を有し、高い技術を持った技術スタッフのもと、利用者に合わせた技術支援を行っている。本発表ではAg<sub>29</sub>ナノクラスターの構造を単結晶X線構造解析と質量分析の結果を多角的に解析することによって明らかにすることができたことを報告する。

### 2. 単結晶X線構造解析

(株)リガク VarimaxRapid、線源:Mo、出力:50kv, 24mA  
-170度窒素気流下、検出器:IP、解析ソフト:Olex2  
を用いて測定・構造解析を行った。単結晶は空気中で不安定であったため、オイル(ParatoneN)中に母液ごとパスツールピペットで取り出し、素早く良い単結晶を選び、必要があればカットしてループですくい取って低温窒素気流下にマウントして測定を行った。三回回転軸上に硝酸イオンのような構造とナトリウム、それに配位するピリジン分子の構造が明らかになった。

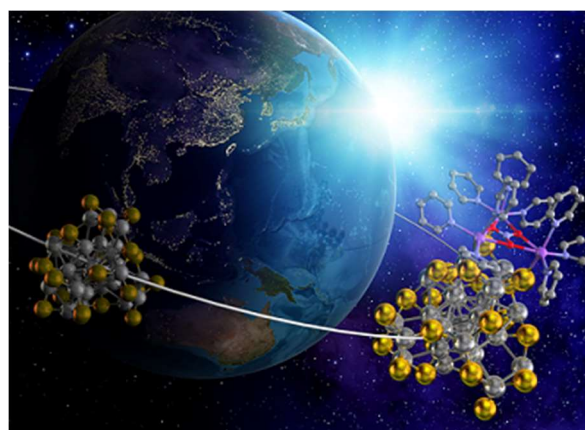


図1 明らかになった Ag ナノクラスターの構造

### 3. 質量分析

日本電子(株)T100LP、イオン化法をESI法、導入法をインフュージョン法にて測定を行った。本サンプルは29個の銀ナノクラスターが中心に存在し、その周りにカチオン物質が配位した3価のネガティブイオンである。そこで、シリンジポンプで導入しつつ、電圧調整を行わない、多価イオンが検出されやすい条件調整を行うことによって検出することが可能となった。

### 4. おわりに

1つの分析機器では疑問符のつくような結果が出た場合にも他の分析機器からアプローチすることによって解決することがある。また、その際異なる装置の担当者間で情報を共有することにより解析がスムーズに進みうる。本支援成果はJACSに掲載されました。J. Am. Chem. Soc. 2023, 145, 11236-11244. <https://doi.org/10.1021/jacs.3c01259>

### 5. 謝辞

貴重な機会を与えていただいた関係者の皆様、本発表にデータを使わせていただくことを快諾していただいた大阪公立大学の中嶋琢也教授、石井航様に心より感謝いたします。