



銅ポルフィリン錯体の単結晶 X 線構造解析

大村 哲賜・岸田佳大
(株)豊田中央研究所

1. 背景と研究目的

近年、細孔を有する有機金属錯体の研究が盛んに行われており、用途として主にガス吸蔵、分子認識、触媒などが期待されている。そこで、我々はより大きな細孔を有する錯体の合成および単結晶化を目指しており、今回 ref.1 の改良型として銅ポルフィリン錯体(錯体 1)を新規に合成しシート状の結晶を得た。初めに、ラボ機での単結晶 X 線構造解析(Rigaku XtaLAB P200 diffractometer, Pilatus)を行った。ところが、 $2\theta = 25^\circ$ (露光時間：100s)よりも広角の反射が全く得られなかったため、高輝度なシンクロトロン光を用いた構造解明を期待し、あいち SR の BL2S1 にて測定を実施した。

2. 実験内容

弊社で合成した錯体 1 の単結晶($0.05 \times 0.05 \times 0.01$)を、あいち SR に持ち込み、BL2S1 にて、単結晶 X 線構造解析を試みた(Fig.1)。露光時間はラボでの実験と同じ 100s で行った。

3. 結果および考察

錯体 1 の単結晶を 10 回程度、載せ替えを行い仮測定を行った。その結果、Fig.2 の回折像を得た。一般に低分子の単結晶 X 線構造解析では、 $2\theta = 55^\circ$ 程度まで反射が得られた場合、ほぼ完全に結晶構造が決定でき、 $2\theta = 40^\circ$ 程度まで反射が得られた場合、結晶溶媒は確認できないが、錯体の骨格の確認ができる程度である。Fig.2 の $2\theta_{\text{MAX}} = 10^\circ$ 程度であったため、本測定に入ることなく終了した。(仮に本測定をしたとしても十分な反射が得られず、解析不可と判断したため) 今回仮測定で得られた回折像(Fig.2)はラボ機により得られた回折像と大差はなかったように思われる。今後は、結晶化を用いる溶媒を変更して単結晶の形状を変える、より高輝度な放射光 (SPring-8) を用いる等、検討したい。

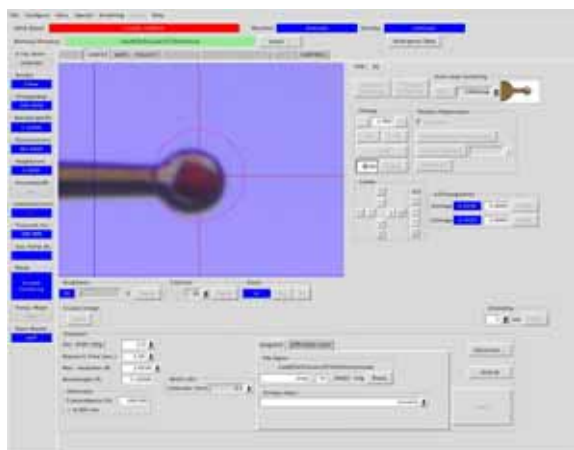


Fig.1 錯体 1 の単結晶

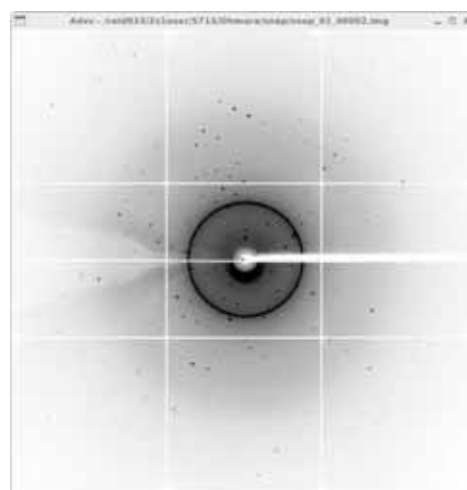


Fig.2 錯体 1 の回折像

4. 参考文献

1. T. Ohmura, A. Usuki, K. Fukumori, T. Ohta. M. Ito, and K. Tatsumi, *Inorg. Chem.* **2006**, *45*, 7988-7990.