



ガス導入下における多孔性配位高分子の 温度可変粉末 X 線構造解析

細野 暢彦¹, 佐藤 洋平¹

1. 京都大学高等研究院 物質-細胞統合システム拠点

キーワード：多孔性配位高分子, 粉末 X 線構造解析, ガス吸着, ガス分離

1. 背景と研究目的

多孔性配位高分子¹ (Porous Coordination Polymer: PCP) は、有機配位子と金属イオンから成る多孔質の有機金属錯体である。その結晶構造は、Å~nm サイズの細孔を無数に有しており、その細孔内部にガス分子を補足することができる。その際、ガス分子の種類や吸着時の温度によって、その結晶構造が変形する現象が知られている。その変形メカニズムとガス選択性については未解明な部分が多く、低温・ガス導入下という特殊な条件での放射光粉末 X 線構造解析が強力な研究手法となっている。

申請者のグループでは、ガス分離材料の開発を目的に PCP について研究している。通常、この吸着現象は低温で顕著に起こるが、最近、100℃を超える高温でもなおガス吸着を示す PCP が発見された。未だその強い吸着性能のメカニズムはわかっておらず、本実験では、その PCP について二酸化炭素、エチレン、およびエタンガス導入下での放射光粉末 X 線構造解析を行い、ガス分子の吸着サイトを特定することで吸着メカニズムの解明を試みた。

2. 実験内容

PCP 結晶粉末を入れたキャピラリーにガスハンドリングシステムを接続し、ガスシリンダーからのガスをキャピラリー内に導いた状態で粉末 X 線回折測定 (PXRD) を行った。キャピラリーホルダーはビームライン保有のものを利用した。温度は窒素吹付型温度制御装置で制御し、ガスハンドリングシステムには自作 (Fig. 1 左) のものを使用した。ガス導入圧力はニードルバルブで調整し、圧力センサーでモニターすることで、測定中に 1 bar を保つよう制御した。

3. 結果および考察

脱着状態、およびガス吸着状態において回折パターンの変化が見られた (Fig. 1 右)。それぞれのガスでピーク位置と強度が異なり、この傾向は実験室で得られた結果と一致した。このことから、自作システムを用いた今回のガス導入下放射光 PXRD 測定は問題なく行われたと考えられる。現在、得られた放射光回折データを元に、リートベルト法を用いた結晶構造解析を進めている。

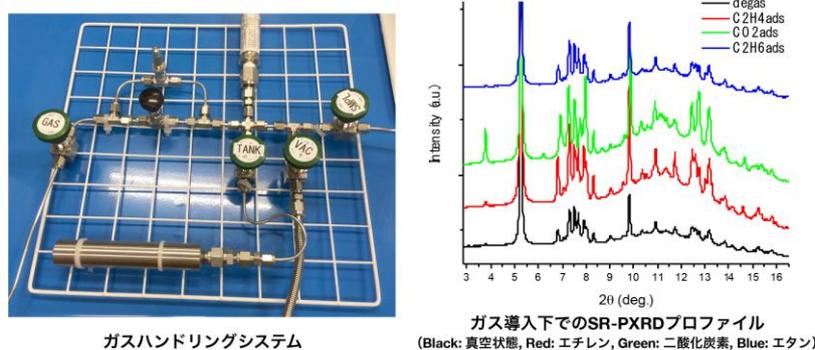


Fig. 1. 自作ガスハンドリングシステム (左) と得られた粉末 X 線回折パターン

4. 参考文献

1. S. Kitagawa, R. Kitaura, S.-I. Noro, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2004**, *43*, 2334–2375.