



# 放射光 X 線を用いた大環状芳香族分子の単結晶構造解析

佐藤 宗太

東京大学; JST, ERATO

キーワード：単結晶 X 線回折, 大環状芳香族分子, 有機結晶

## 1. 背景と研究目的

我々の研究グループでは、大環状芳香族分子の合成を通じて、Organic LED デバイスを始めとする有機エレクトロニクス<sup>[1]</sup>・スピントロニクスデバイス<sup>[2]</sup>への応用や、リチウムイオン電池の電極材料<sup>[3]</sup>・キラル光学材料<sup>[4]</sup>への応用といった、幅広い適用を狙って研究を展開してきている。本実験では、新たに合成した大環状芳香族分子の単結晶 X 線構造解析を通じて、分子構造の決定および結晶性固体中での分子充填構造の決定を目的とした。これまでに、今回と同じ BL2S1 ビームラインを用いて X 線回折実験を行ってきた。標的とする分子の構造は異なるが、実験手法は同様のものである。その一部の成果は、6 角形の芳香族分子骨格に 5 角形も組み込まれた大環状芳香族分子の合成とその特異な性質を報告する原著論文として発表に至っている<sup>[5]</sup>。

## 2. 実験内容

BL2S1 ビームラインにおいて標準的に備えられた回折装置を用い、標準的な測定条件を用いて検討を行った。高分解能なデータの取得をめざし、波長は  $0.75\text{\AA}$  を用い、検出器は ADSC Q315r CCD 検出器を利用し、95 K の標準的な測定温度を用いた。また、手動で角度を変更できる、ミニカップ軸を活用して複数のデータセットを取得して、XDS ソフトを用いた解析においてマージすることで、コンプリートネスの向上をめざした。

## 3. 結果および考察

新たに合成した大環状芳香族分子の大きさ  $0.1\sim 0.2\text{ mm}$  程度、厚さ  $0.02\text{ mm}$  程度の、無色の板状結晶得られ、この単結晶に対して X 線回折実験を行ったところ格子定数の決定に至り、 $a = 11.2\text{\AA}$ ,  $b = 19.0\text{\AA}$ ,  $c = 22.9\text{\AA}$ ,  $\alpha = 100.6^\circ$ ,  $\beta = 93.5^\circ$ ,  $\gamma = 103.0^\circ$ , Triclinic,  $P1$  であることがわかった。実験室に備えられた回折計では、分解能が  $2\text{\AA}$  程度であったが、放射光 X 線を用いたことで  $1.3\text{\AA}$  程度まで向上が図れた。しかし、複数の結晶に対してデータを取得したが、いずれの結晶も質が悪く、スケーリングを完了できなかった。今後、合成できた試料量が限られるため、作成した結晶を溶解して再結晶化を検討し、結晶の質の向上を図り、構造決定を達成する。

## 4. 参考文献

1. J. Y. Xue, T. Izumi, A. Yoshii, K. Ikemoto, T. Koretsune, R. Akashi, R. Arita, H. Taka, H. Kita, S. Sato, and H. Isobe, *Chem. Sci.* **2016**, 7, 896-904. [10.1039/C5SC03807C]
2. K. Z. Suzuki, T. Izumi, X. Zhang, A. Sugihara, S.-T. Pham, H. Taka, S. Sato, H. Isobe, and S. Mizukami, *APL Mater.* **2017**, 5, 046101. [10.1063/1.4979548]
3. S. Sato, A. Unemoto, T. Ikeda, S. Orimo, and H. Isobe, *Small* **2016**, 12, 3381-3387. [10.1002/sml.201600916]
4. S. Sato, A. Yoshii, S. Takahashi, S. Furumi, M. Takeuchi, and H. Isobe, *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **2017**, 114, 13097-13101. [10.1073/pnas.1717524114]
5. S. Hitosugi, S. Sato, T. Matsuno, T. Koretsune, R. Arita, and H. Isobe, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2017**, 56, 9106-9110. [10.1002/anie.201704676]