



結晶多形を示すカーボンナノリング分子の構造解析

尾崎 仁亮、坂本 裕俊、伊丹 健一郎

名古屋大学 大学院理学研究科 ERATO 伊丹分子ナノカーボンプロジェクト

1. 背景と研究目的

シクロパラフェニレン(CPP)は複数のベンゼン環がパラ位でつながった環状分子であり、カーボンナノリングと呼ばれる。径や官能基の異なる CPP を選択的に合成できることから、新たなナノカーボン物質として注目されている。CPP は中空構造をもち、その空間に他の化学種を取り込めることから、これらを新しい多孔性炭素材料として応用することを試みている。

こうした中、当グループでは、粉体の CPP が、溶媒処理によって異なる結晶多形へ変化することを見出しており、その結晶構造制御は極めて重要である。本実験では、事前に溶媒処理を行った各 CPP の粉末回折パターンを測定し、結晶構造情報を得ることを目的とした。

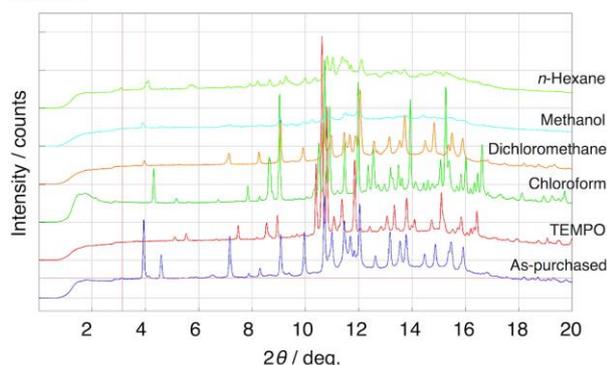
2. 実験内容

用いたサンプルは市販の[9]CPP および、[12]CPP を各種溶媒（クロロホルム、ジクロロメタン、メタノール、*n*-ヘキサン、アセトン、水）中に分散後、自然乾燥させたものを測定用のボロシリケートガラスキャピラリーに充填した。TEMPO (2,2,6,6-tetramethylpiperidine 1-oxyl) については、高温で溶解することにより CPP 内に導入した。BL5S2 にて波長 1.0 Å、4 連装 PILATUS 100K により粉末 X 線回折測定を行った。

3. 結果および考察

図 1 に示すように、[9]および[12]CPP はともに、処理する溶媒分子によって、極めて異なる回折パターンを示すことがわかった。[9]CPP についてはジクロロメタン、メタノール、ヘキサンが購入時の回折パターンとピーク位置が似ていて、かつ強度が低いことから、購入時には細孔が空であったものが、そのパッキング構造を保ったまま、細孔内に溶媒分子が充填されているものと考えられる。TEMPO とクロロホルムについては、得られた回折パターンから、結晶構造を解析中である。[12]CPP についても TEMPO とクロロホルムが他とは異なる結晶系であることが明らかとなった。

(a) [9]CPP



(b) [12]CPP

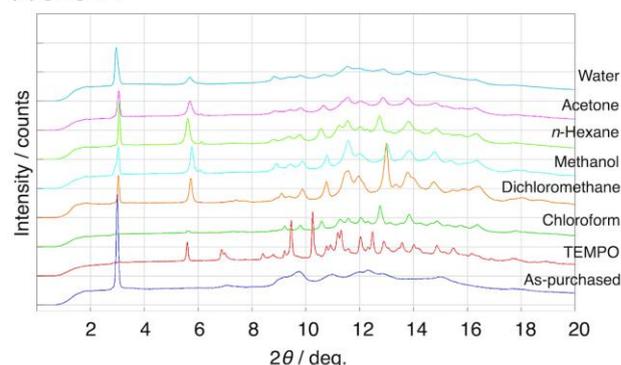


図 1. (a) [9]CPP, および、(b) [12]CPP の各ゲスト溶媒処理後の XRD パターン

4. 参考文献

1. H. Sakamoto, N. Ozaki, K. Itami, *et al. Chem. Sci.*, **7**, 4204 (2016).
2. N. Ozaki, H. Sakamoto, K. Itami, *et al. Angew. Chem. Int. Ed.*, **46**, 11196-11202 (2017)