



大環状化合物を用いたホスト-ゲスト錯体の単結晶構造解析

河野 慎一郎

名古屋大学 大学院理学研究科

キーワード：単結晶 X 線構造解析，大環状化合物，有機結晶

1. 背景と研究目的

サイズや化学的性質が厳密に定義できるナノ空間の中では、立体特異的な化学反応や吸着、配列化などが期待される。我々は、大環状化合物や大環状金属錯体を用いて、流動性や相転移性を示す液体や液晶の中に分子レベルの空間を創り出すことを目的として研究を行っている。その中で、我々の研究グループでは、自己組織化を利用してカラムナー液晶性を発現するイミン結合をもつ大環状化合物の開発を行っている¹⁾。本研究では、ナノサイズの内部空孔をもつ大環状化合物にゲスト分子を複合化させたホスト-ゲスト複合体を調製し、その単結晶構造解析を行った。得られたプリズム状の単結晶の構造解析を行うために、放射光を用いた単結晶構造解析を行った。これまで、実験室レベルの単結晶 X 線構造解析用装置により解析を行ってきたが、広角側のピーク数が少なく結晶構造解析は不完全なものであった。そこで、高輝度の放射光を用いた実験により構造解析が行えるかについて検討した。ビームラインとしても、微小結晶を測定するためには、集光された高エネルギー X 線ビームと CCD カメラを組み合わせたシステムをもつ、あいちシンクロトロン光センター (BL2S1) での単結晶回折実験が極めて有効であると考えられる。

2. 実験内容

本研究では、ビームライン BL2S1 の波長を 0.75 Å、カメラ長を 90 mm に設定し、CCD 検出器を用いて、測定温度 95 K にて回折実験を行った。振動角を 0.5 度とし ω 角を 0 から 180 度分のデータを数セット測定した。コンプリートネスの向上のために、ビームラインのゴニオメータに取り付けた、手動で銅軸を可変できる治具を利用して複数回データを取得し、データ解析ソフト XDS 上で得られたデータを合算させた。

3. 結果および考察

有機溶媒の再結晶により得られた赤色のプリズム状結晶 (図 1, $0.2 \times 0.2 \times 0.1 \text{ mm}^3$) に対して、15 秒露光した回折データを得た。その結果、結晶が、正方晶系の単位格子 ($a = 34.2 \text{ Å}$, $b = 34.2 \text{ Å}$, $c = 17.3 \text{ Å}$) からなることが示唆された。構造解析を続けている途中であるが、現段階でゲスト分子の電子密度が見られており、精密化により詳細な解析を進めている。今後、この単結晶構造解析で得られた構造の知見を基に、ナノ空間をもつ大環状化合物を用いたホスト-ゲスト複合体の構築を進める。

4. 参考文献

1. S. Kawano, Y. Ishida, K. Tanaka, *J. Am. Chem. Soc.* **2015**, *137*, 2295.

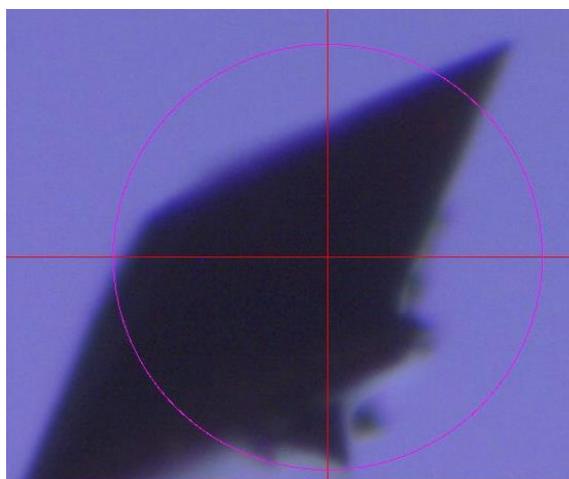


図 1. 本実験で用いた試料の単結晶写真