

シクロパラフェニレン - フェナレニルラジカルと二量体型二重ナノ環状構造
Cycloparaphenylene - Phenalenyl Radical and Its Dimeric Double NanostructureMichal Juricek^{1,*}, Yong Yang¹, Olivier Blacque¹, 佐藤宗太²¹チューリッヒ大学化学科

〒CH-8057 Winterthurerstrasse 190, Zurich, Switzerland

²東京大学応用化学科, 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1Michal Juricek^{1,*}, Yong Yang¹, Olivier Blacque¹, Sota Sato²¹Department of Chemistry, University of Zurich

Winterthurerstrasse 190, CH-8057 Zurich, Switzerland

²Department of Applied Chemistry, The University of Tokyo,

7-3-1 Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113-8656, Japan

1 はじめに

芳香族分子を環状に連結した分子は、sp² 炭素ネットワークがつくる共役系に対する興味から近年さかんに研究されている。合成した有機分子であるが、非常に大きな分子構造であるために、分子構造の決定は困難であった。X 線回折は強力な構造決定法であるが、微小な結晶しか得られず、また軽元素だけからなるために回折強度が弱く、今回、放射光 X 線源の利用によって問題解決することができた[1]。

2 結果および考察

二量体型二重ナノ環状構造を有する標的化合物 CPP-PP は、フェナレニルラジカルが局在化した

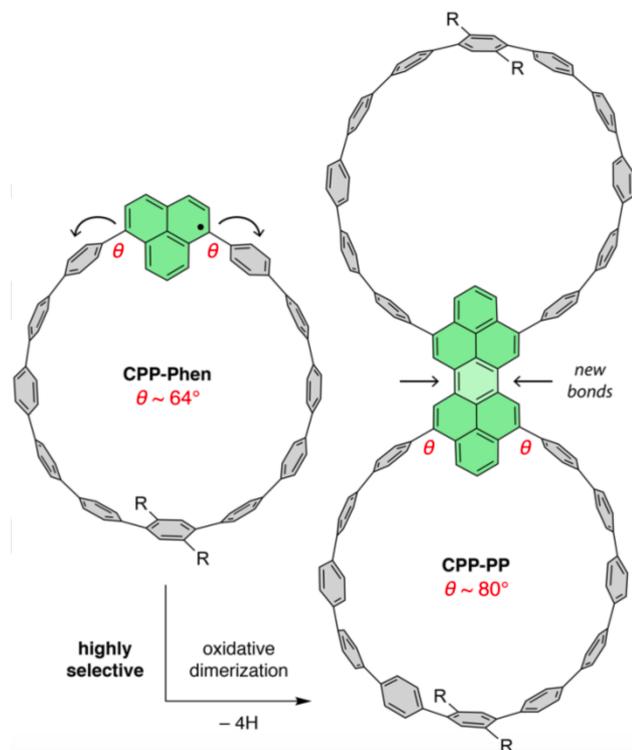


図 1. 酸化的二量化反応による標的分子の合成。

CPP-Phen を酸化的条件下で二量化することで合成した (図 1)。結晶化条件を精査したところ、 $0.10 \times 0.05 \times 0.05 \text{ mm}^3$ の小さな結晶が得られた。実験室に設置された回折計では構造解析できる質の回折データは得られず、BL-17A ビームラインでの測定を検討した。クライオプロテクタントで溶媒を含む結晶を損傷しないように包み込み、フラッシュクーリング法によってマウントした。放射線損傷を避けるために 95 K の冷却気流下で、BL-17A の挿入光源が生み出す $20 \times 40 \mu\text{m}^2$ の高輝度な集光された X 線ビームを照射したところ、良好な回折データを取得することに成功した。結晶の長手方向は X 線ビームよりも大きいので、ヘリカルスキャンを行うことで X 線損傷を避けながら露光時間を十分に設定することができた。高感度かつ高速なピクセルアレイ型検出器も高品質なデータ取得に重要であり、ビームタイム内で複数個の結晶を測定した中から、最良のデータを選ぶことができ、最終的に、明瞭な構造決定を達成できた (図 2)。

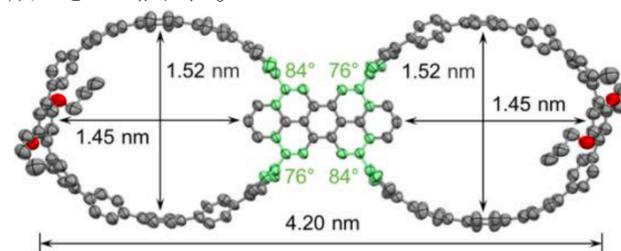


図 2. 明瞭に決定された CPP-PP 分子の分子構造。

3 まとめ

高輝度な放射光 X 線を光源として用いることで、困難な巨大有機分子の単結晶構造解析に成功した。物性と構造との相関理解を深めるための重要な構造情報を明瞭に得ることができた。

参考文献

[1] M. Juricek, Y. Yang, O. Blacque, and S. Sato, *Angew. Chem. Int. Ed.* **60**, 13529-13535 (2021).

* michal.juricek@chem.uzh.ch