



ORIST

有機化合物や金属錯体の単結晶構造解析

キーワード：X線回折、微小部X線回折装置、イメージングプレート検出器

はじめに

研究開発において、有機化合物や金属錯体などの結晶が析出することがあります。もし各辺が0.1mm角～0.5mm角程度の傷や濁りのない結晶が得られたら、その分子の立体構造を可視化できるかもしれません。単結晶X線構造解析は、結晶中での化合物の立体構造を可視化できる、きわめて強力な分析法です。当研究所森之宮センターには、イメージングプレート微小部X線回折装置(テクニカルシート No.17-09、株式会社リガク、R-AXIS RAPID II)が設置されており、低分子化合物の単結晶構造解析を実施できます。以下に、著者らが開発した新規化合物の結晶構造を測定例としてご紹介します。

単結晶構造解析の測定例

1. 銅錯体の構造同定

チオシアン酸銅とアリルチオシアナートとピペリジンから結晶が得られ、測定の結果、図1に示すCu(I)二核錯体であることがわかりました。Cu(I)にアリル基が配位しているアリルチオウレア系二核錯体の結晶構造は、報告例が過去に1例しかない稀有なものです。

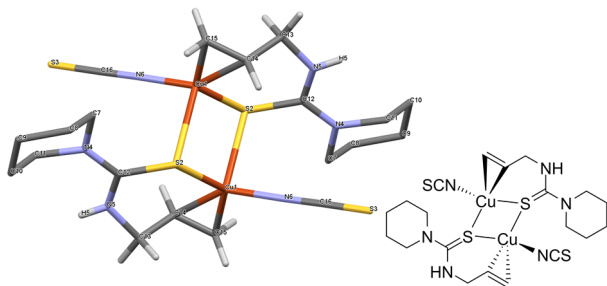


図1. 二核銅錯体の結晶構造

2. 分子間相互作用ネットワークの探索

キノリノール骨格は、分子内に水素結合供与体である水酸基と、水素結合受容体である芳香族窒素原子を有しています。図2に示すビスキノリノール誘導体は、結晶中で水素結合による二量体を形成していました。さらにC—H...O相互作用を介して結晶内で一次元鎖状ネットワークを形成していました。

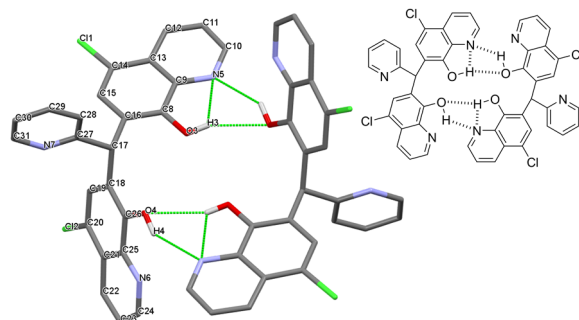


図2. ビスキノリノール誘導体の二量体構造

3. 結晶溶媒を含む配位高分子化合物

架橋配位子と亜鉛錯体からなる、一次元鎖状配位高分子の構造を図3に示します。結晶構造から、配位子の三つのピリジル基のうち、二つしか亜鉛への配位には使われていないことが明らかになりました。また、空孔があり、溶媒であるテトラヒドロフラン(THF)がC—H...O相互作用を介して取り込まれていました。

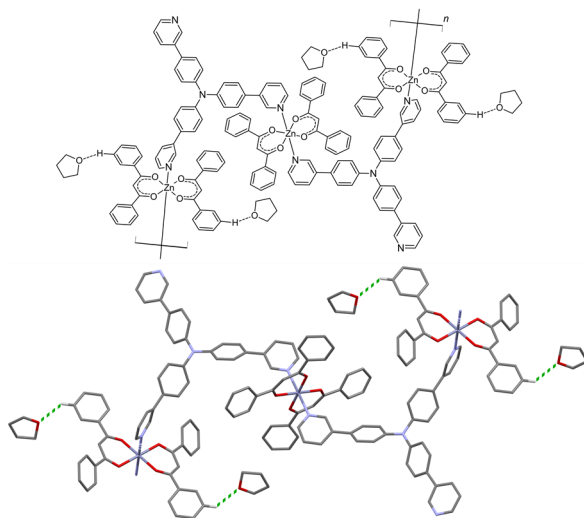


図3. 一次元鎖状配位高分子の結晶構造

まずはご相談ください

大阪産業技術研究所では、単結晶作成からでもご相談に応じます。経験のない方でも、お気軽にご相談ください。単結晶構造解析については、受託研究で対応が可能ですので、是非ご利用ください。