Application Note B-XRD1139

View on rigaku.com

B-XRD1139 - Berechnung des molekularen Stapelungsabstandes von Kupferphthalocyanin mittels PDF-Analyse

Einführung

Phthalocyanin (Pc)-Verbindungen, organische kleine Moleküle, haben hervorragende elektrische Eigenschaften und eine lange Lebensdauer und werden häufig als organische Halbleitermaterialien und blaue Farbe für Hochgeschwindigkeitszüge verwendet. Ein Pc-Molekül koordiniert sich mit einem Metallion in der Mitte und weist verschiedene optische und elektrische Eigenschaften auf. Dieses Molekül bildet eine säulenartige Packungsstruktur, in der die Moleküle übereinander gestapelt sind und eine einachsige elektrische Leitfähigkeit in Richtung der Molekülstapelung aufweisen. Die elektrischen Eigenschaften hängen vom Abstand zwischen den Molekülstapeln ab, der sich jedoch nicht mit der Standard-Röntgenbeugung für Pulver abschätzen lässt. Andererseits kann mit der PDF-Analyse der interatomare Abstand schwerer Elemente berechnet werden, was für die Berechnung des Abstands zwischen den Metallen im Zentrum der Pc-Moleküle hilfreich sein kann [(1)].

Messungen und Analyse

Abbildung 1 zeigt eine schematische Darstellung der Molekularstruktur und der Molekülpackungsstruktur von Kupferphthalocyanin (CuPc). Das Pulver-Röntgenbeugungsprofil wurde mit CuKα und der Reflexionsmethode gemessen, und das PDF-Muster wurde mit AgKα und der Transmissionsmethode gemessen.

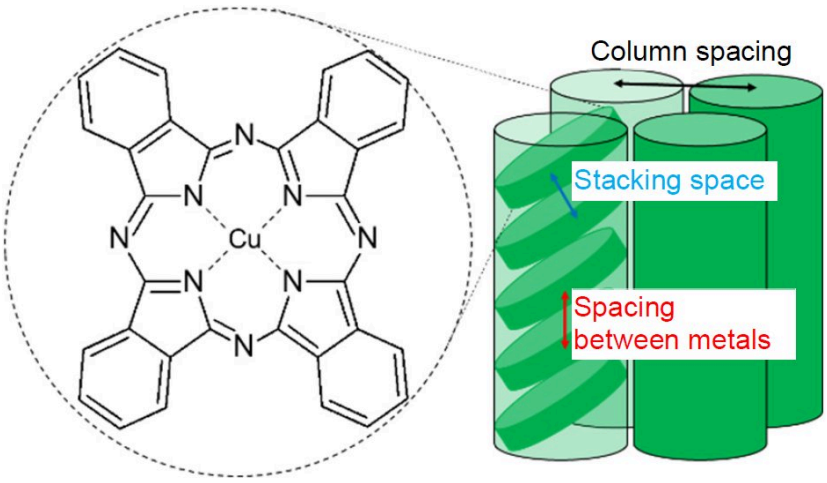

Abbildung 1: Die Molekularstruktur und die Molekülpackungsstruktur von CuPc

Abbildung 2 zeigt das Pulver-Röntgenbeugungsprofil. Wir haben versucht, eine Indizierung durchzuführen, was jedoch nicht gelang, da die Gitterkonstanten nicht bestimmt werden konnten. Da der molekulare Stapelungsabstand in der in Abbildung 1 gezeigten Molekülpackungsstruktur kürzer ist als der Säulenabstand, sind die der molekularen Stapelungsstruktur zugeschriebenen Peaks zur Hochwinkelseite in 2θ verschoben. Daher wird angenommen, dass der zentrale Metallabstand länger als 3,75 Å ist, da ein hochintensiver Peak, der wahrscheinlich von der molekularen Stapelstruktur stammt, bei 2θ = 23,7° (3,75 Å) entdeckt wurde.

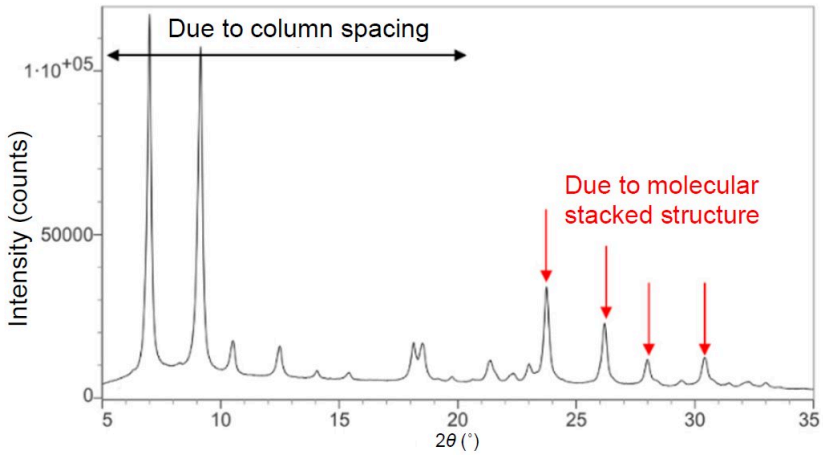

Abbildung 2: Mit CuKα-Strahlen gemessenes Pulver-Röntgenbeugungsprofil

Abbildung 3 zeigt das gemessene PDF-Muster und ein mit der Analysesoftware PDFgui(2) berechnetes PDF-Muster von einem einzelnen CuPc-Molekül. Der Vergleich zeigt, dass die Peakintensitäten, die interatomaren Abständen von 3,54 Å, 4,60 Å und 4,88 Å entsprechen, unterschiedlich sind. Der Unterschied könnte darauf zurückzuführen sein, dass die intermolekularen Abstände in der Einzelmolekülsimulation nicht berücksichtigt werden. Unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Pulverröntgenbeugung wird vorgeschlagen, dass der zentrale Metallabstand 4,60 Å oder 4,88 Å beträgt.

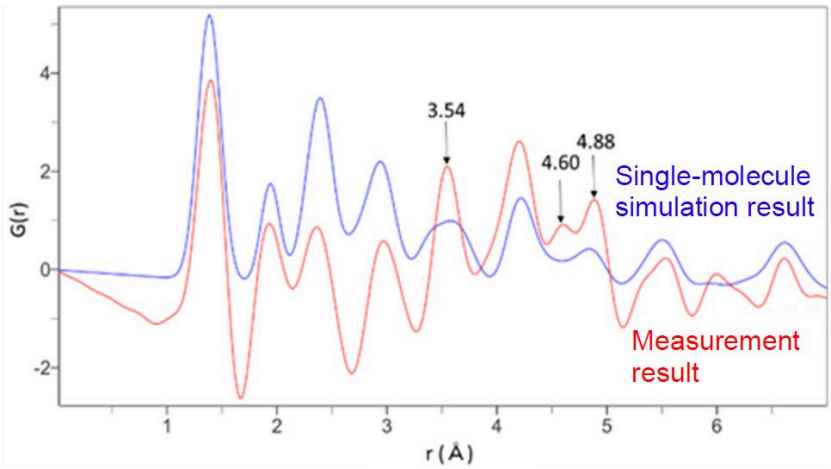

Abbildung 3: PDF-Muster des Messergebnisses und das mit einem Einzelmolekül simulierte PDF-Muster

Nach der in der Datenbank (ICDD PDF-4/Organics) aufgeführten Kristallstruktur beträgt der zentrale Metallabstand 4,81 Å, was dem Analyseergebnis von 4,88 Å entspricht. Diese Ergebnisse deuten darauf hin, dass die PDF-Analyse die Berechnung des zentralen Metallabstands ermöglicht, der mit der Pulverröntgenanalyse nur schwer abzuschätzen ist.

Referenzen

(1) M. Yoshimoto und Y. Shiramata: *Rigaku Journal* (englische Version), **36**(1) (2020) 10-18.
(2) P. Juhas, C. L. Farrow, X. Yang, K. R. Knox und S. J. L. Billinge: *Acta Crystallogr.*, **A71** (2015) 562-568.

Related products

HyPix-3000

Compact photon counting x-ray detector

SmartLab

Advanced, state-of-the-art, high-resolution XRD system pow
ered by Guidance expert system software

SmartLab Studio II

Windows-based software suite for Rigaku's X-ray diffractom
eters