

Bis(*N*-Methylphenazinium) Bis(Oxalato)Palladate(II)의 결정구조

金世煥 · 南宮海* · 李賢美

국민대학교 화학과

(1994. 8. 19 접수)

The Crystal Structure of Bis(*N*-Methylphenazinium) Bis(Oxalato)Palladate(II)

Sei Hwan Kim, Hae Namgung*, and Hyun Mi Lee

Department of Chemistry, Kookmin University, Seoul 136-702, Korea

(Received August 19, 1994)

요 약. Bis(*N*-methylphenazinium) bis(oxalato)palladate(II) ($(C_{13}H_{11}N_2)_2[Pd(C_2O_4)_2]$)의 단위 착이온 및 결정의 구조를 X-선 회절법으로 연구하였다. 이 결정은 사방정재이고 공간군은 $P\bar{1}$ (군 번호=2)이다. 단위세포 길이는 $a=7.616(8)$, $b=9.842(3)$, $c=20.335(7)\text{\AA}$, $\alpha=103.53(3)$, $\beta=90.00(5)$, $\gamma=112.38(5)^\circ$ 이며, $V=1363(2)\text{\AA}^3$, $F_w=672.93$, $D_c=1.639\text{ g cm}^{-3}$, $F(000)=680.0$, $\mu=7.3\text{ cm}^{-1}$, $Z=2$ 이다. 회절반점들의 세기는 흑연 단색화 장치에 있는 자동 4축 회절기로 얻었으며 Mo-K α X-선($\lambda=0.7107\text{\AA}$)을 사용하였다. 구조분석은 중금속법으로 풀었으며, 최소자승법으로 정밀화하였고, 최종 신뢰도 값들은 3120개의 회절반점에 대하여 $R=0.069$, $R_w=0.050$, $R_{\text{all}}=0.069$ 및 $S=5.45$ 였다. 착이온들은 근본적인 평면구조로써, 이들의 총진구조는 착음이온들을 두 개의 착양이온들이 거의 평행하게 둘러싸고 있는 삼중체들을 형성하고 있다. 양이온과 음이온들의 이면각들이 각각 $6.3(6)$ 과 $57.06(6)^\circ$ 인 삼중체들이 b 축을 따라서 배열되어 있으나, 삼중체면의 배향은 두 가지 착음이온의 이면각이 $59.08(9)^\circ$ 을 이루는 방향이다. 삼중체면의 면간거리는 각각 3.328 와 3.463\AA 이었다.

ABSTRACT. The crystal structure of bis(*N*-methylphenazinium) bis(oxalato)palladate(II) has been determined by X-ray crystallography. Crystal data: $(C_{13}H_{11}N_2)_2[Pd(C_2O_4)_2]$ $M_w=672.93$, Triclinic, Space Group $P\bar{1}$ ($N_o=2$), $a=7.616(8)$, $b=9.842(3)$, $c=20.335(7)\text{\AA}$, $\alpha=103.53(3)$, $\beta=90.00(5)$, $\gamma=112.38(5)^\circ$, $Z=2$, $V=1363(2)\text{\AA}^3$, $D_c=1.639\text{ g cm}^{-3}$, $\mu=7.3\text{ cm}^{-1}$, $F(000)=680.0$. The intensity data were collected with Mo-K α radiation ($\lambda=0.7107\text{\AA}$) on an automatic four-circle diffractometer with a graphite monochromator. The structure was solved by Patterson method and refined by full matrix least-square methods using Killean & Lawrence weights. The final R and S values were $R=0.069$, $R_w=0.050$, $R_{\text{all}}=0.069$ and $S=5.45$ for 3120 observed reflections. Both cation and anion complexes are essentially planar and have dihedral angles of $6.3(6)$ and $57.06(6)^\circ$ between their planes. The planar complex anions are sandwiched between slightly bent cations. The interplanar separations of two triads are 3.328 and 3.463\AA , respectively. The triads are stacked along b -axis, but their orientations are different based on dihedral angle $59.08(9)^\circ$ of two complex anions.

서 론

평면구조를 갖는 d^8 -전이금속 착이온이나 유기라디칼 이온들은 여러가지 형태로 면간중첩을 통해서 일차원 총진구조를 형성한다¹. 결합하는 상대이온들

의 종류, 반대이온들의 종류, 산화도 및 총진구조 여하에 따라서 물리적 성질들은 비등방성을 보여주고 있다². 특히, 전기전도성은 일차원 축을 따라서 반도체 내지는 금속성 성질을 보여주고 있어서 흥

미를 끌어 왔다³⁻⁵.

전이금속 착이온과 유기라디칼 이온 사이에 형성되는 전하이동 착염 가운데 $\text{TTT} \cdot \text{Pt}(\text{mnt})_2$ ⁶과 $(\text{TTT})_{1.2} \cdot \text{Ni}(\text{mnt})_2$ ⁷(TTT=TetraThiaTetracene)의 구조는 밝혀지지 않고 있지만 비전도성이 각각 1과 $3 \times 10^3 \Omega \text{cm}^{-1}$ 인 금속성 전기전도성을 보여주고 있다. 반면에 유기라디칼 이온 NMP(NMP=N-MethylPhenazinium radical ion)과 리간드가 mnt(mnt=maleonitriledithiolate ion)인 금속착이온 사이에 형성된 $\text{NMP}_2 \cdot \text{Ni}(\text{mnt})_2$ ⁸ 및 $\text{NMP}_2 \cdot \text{Cu}(\text{mnt})_2$ ⁹의 비전도성은 $10^{-3} \Omega \text{cm}^{-1}$ 인 반도체 성질을 보여주고 있다. 후자 두 물질의 결정구조들은 착음이온 전후로 유기라디칼이온이 중첩된 삼중체들이 또다시 중첩된 일차원 구조를 하고 있다. 본 과제에서는 리간드가 oxalate 이온인 금속착이온 $\text{M}(\text{ox})_2^{2-}$ (ox=oxalato)과 유기라디칼 이온 NMP 사이에 형성하는 착염 $\text{NMP}_2 \cdot \text{M}(\text{ox})_2$ 들의 결정구조를 밝히고자 하였다.

실 험

출발물질 $\text{NMP} \cdot \text{CH}_3\text{SO}_4$ ¹⁰와 $\text{K}_2[\text{Pd}(\text{ox})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ¹¹을 각각 제조하여, 이들 0.184 g(0.601 mmol)과 0.13 g(0.1 mmol)을 75 °C의 증류수 각각 10 ml에 용해, 반응시켜서 얻었다. $\text{CH}_3\text{OH} : \text{CH}_3\text{CN}$ 1:1 혼합용액에서의 재결정화 과정에서 암갈색의 단결정을 얻을 수 있었다. 이 때 사용한 모든 시약은 Aldrich사 제품이었다. 단결정의 크기는 결정구조 분석에 적합한 1.0, 0.24, 0.05 mm의 선형결정이었다. 결정구조 분석을 위해서 결정의 선형측상을 회전축이 되도록 고니오미터헤드에 부착시켜, Enraf-Nonius CAD4 회절기에 고정 및 조절과정을 거쳐서, 포라로이드 필름법으로 25개의 회절반점을 찾아서 강도를 측정하고 최소자승법으로 격자상수를 결정하였다. 이 때 반점들의 2θ는 9.61~18.76° 범위에 속하였다. 회절반점들의 세기는 흑연 단색화 장치가 있는 상기 회절기로 얻었으며 Mo-Kα($\lambda=0.7107 \text{ \AA}$) X-선을 사용하였다. 회절반점들은 $\omega/2\theta$ 주사법을 이용하여 $2 \leq 2\theta \leq 46^\circ$ 범위의 반점범위 $0 \leq h \leq 8$, $-10 \leq k \leq 10$, $-22 \leq l \leq 22$ 내에서 측정하였다. 이 때, 3개의 표준반점(0 -5 2, -2 -6 -4, -3 -3 3)들의 세기를 매시

Table 1. Experiment data for the X-ray diffraction study

Crystal parameters	
$a = 7.616(8) \text{ \AA}$	Crystal = Yellow-Brown, Needle
$b = 9.842(3) \text{ \AA}$	Formula = $\text{PdC}_{30}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_8$
$c = 20.335(7) \text{ \AA}$	Size = 1.00, 0.24, 0.05 mm
$\alpha = 103.53(3)^\circ$	Space Group = $\text{P}\bar{1}$ (NSPG = 2)
$\beta = 90.00(5)^\circ$	Mol. Wt = 672.93
$\gamma = 112.38(5)^\circ$	$D_c = 1.639 \text{ gcm}^{-3}$
$V = 1363(2) \text{ cm}^3$	$\mu = 7.283 \text{ cm}^{-1}$
$Z = 2$	$F(000) = 680.0$
Data collection	
Instrument = Enraf-Nonius CAD4-Diffractometer	
Radiation = Mo-Kα, 0.7107 Å	
Monochromator = Incident beam, Graphite	
Unit Cell = 25 Reflections, $9.61 < 2\theta < 18.76^\circ$	
Mode = $\omega/2\theta$	
θ range ($^\circ$) = 1~23°	
Standard Reflections = 0 -5 2, -2 -6 -4, -3 -3 3	
HKL ranges = H 0 to 8	
K -10 to 10	
L -22 to 22	
Structure solution	
Correction = Lorentz, Polarisation, Linear decay (averaging, 1.01601 on I)	
Empirical absorption correction (DIFABS)	
Reflection = 4113 total	
3778 unique	
3120 with $I > 3.0 \sigma(I)$	
Solution = SDP and SHELXS-86 package program (Patterson methods, Fourier maps)	
Refinement = Full-matrix least square calculation	
Function minimized = $\sum w(F_o - F_c)^2$	
Weight = Killean & Lawrence (PWT=0.05 and QWT=1.0)	
$w = 1/[\sum(F_o)^2 + (\text{PWT} * F_o)^2 + \text{QWT}] - F_c$ and Dunitz-Seiler Weights (SHARP=20)	
Parameter refined = 44 atoms, 391	
$R, R_w, R(\text{all}) = 0.069, 0.050, 0.069$	
Maximum shift e.s.d. = 0.00	
Scale factor (final) = 1.110	
Goodness of fit (S) = 5.454	
$\Delta\rho = 4.226 \sim 0.000 \text{ e/\AA}^3$	

간마다 측정하였다. 이 과정에서 4113개의 회절반점들을 수집하였다. 이 반점들을 SDP-Program package¹²로 data reduction하였는데, 이 때 표준반점들의 세기가 매시간당 0.1471%씩 감소하였기 때문에 이의 보정과 함께 F_o 에 대한 흡수보정(Empiri-

Table 2. Atomic coordinates and equivalent isotropic parameters of nonhydrogen atoms

Pd1	0.000	0.000	0.000	3.183(7)
O1	0.1648(4)	0.1234(4)	0.0877(2)	4.30(6)
O2	-0.2083(4)	-0.0388(4)	0.0600(2)	4.10(6)
C1	0.0641(6)	0.1379(5)	0.1372(2)	3.84(7)
C2	-0.1528(5)	0.0407(4)	0.1221(2)	3.62(7)
O3	0.1302(6)	0.2247(6)	0.1934(2)	6.0(1)
O4	-0.2606(6)	0.0400(5)	0.1669(2)	5.64(9)
C5	-0.2844(8)	0.1171(8)	-0.1685(3)	5.8(1)
N1	-0.1206(5)	0.2140(4)	-0.1152(2)	4.03(7)
C6	-0.1526(5)	0.2466(4)	-0.0498(2)	3.86(7)
C7	-0.3386(6)	0.1998(5)	-0.0260(3)	4.64(9)
C8	-0.3558(7)	0.2392(6)	0.0402(3)	5.4(1)
C9	-0.1998(7)	0.3262(5)	0.0897(3)	5.0(1)
C10	-0.0184(6)	0.3746(5)	0.0701(2)	4.22(8)
C11	0.0100(6)	0.3365(4)	0.0004(2)	3.88(7)
N2	0.1874(5)	0.3854(4)	-0.0165(2)	3.90(7)
C12	0.2136(5)	0.3524(4)	-0.0831(2)	3.80(7)
C13	0.4037(6)	0.4096(6)	-0.1015(3)	5.0(1)
C14	0.4338(7)	0.3825(8)	-0.1680(3)	5.8(1)
C15	0.2823(8)	0.2992(7)	-0.2190(3)	5.7(1)
C16	0.0977(7)	0.2410(6)	-0.2039(3)	5.0(1)
C17	0.0588(6)	0.2671(4)	-0.1345(2)	3.98(8)
Pd2	0.500	0.000	0.500	3.213(7)
O5	0.5416(4)	-0.1236(4)	0.4122(2)	4.24(6)
O6	0.3302(4)	0.0388(4)	0.4395(2)	4.29(6)
C3	0.4262(6)	-0.1385(5)	0.3629(2)	3.91(8)
C4	0.3067(6)	-0.0407(5)	0.3778(2)	3.83(8)
O7	0.4065(6)	-0.2240(6)	0.3067(2)	6.1(1)
O8	0.2003(6)	-0.0401(5)	0.3332(2)	5.70(8)
C18	0.0981(8)	-0.1187(6)	0.6682(3)	5.9(1)
N3	0.1656(5)	-0.2147(4)	0.6155(2)	3.98(7)
C19	0.2926(6)	-0.2663(5)	0.6346(2)	4.02(8)
C20	0.3565(7)	-0.2421(6)	0.7039(3)	5.0(1)
C21	0.4820(8)	-0.2984(8)	0.7186(3)	5.7(1)
C22	0.5505(7)	-0.3820(8)	0.6683(3)	5.7(1)
C23	0.4932(7)	-0.4091(7)	0.6014(3)	5.2(1)
C24	0.3620(6)	-0.3522(5)	0.5834(2)	3.82(8)
N4	0.3011(5)	-0.3868(4)	0.5162(2)	4.01(7)
C25	0.1738(6)	-0.3367(4)	0.4996(2)	3.74(8)
C26	0.1067(6)	-0.3743(5)	0.4299(2)	4.26(9)
C27	-0.0261(7)	-0.3276(6)	0.4101(3)	4.9(1)
C28	-0.0962(8)	-0.2410(6)	0.4595(4)	5.5(1)
C29	-0.0367(6)	-0.1999(5)	0.5265(3)	4.67(9)
C30	0.1007(6)	-0.2463(4)	0.5497(2)	4.00(8)

Anisotropically refined atoms are given in the form of the isotropic equivalent displacement parameter defined as: $(4/3) * [a^2 * B(1, 1) + b^2 * B(2, 2) + c^2 * B(3, 3) + ab * (\cos\gamma) * B(1, 2) + ac * (\cos\beta) * B(1, 3) + bc * (\cos\alpha) * B(2, 3)]$.

cal absorption correction=DIFABS)도 0.809~1.220 범위에서 행하였다. 등가반점들의 세기를 평균하였을 때 얻어진 3778개의 반점을 가지고 중급속법으로 두 팔라듐의 좌표를 결정하고, SHE-LXS-86 Program¹³로 수소를 제외한 모든 좌표를 결정하였다. 구조정밀화는 SDP-Program의 Weighting Scheme 7번인 Killean & Lawrence Weights (Cutoff=3.0, PWT=0.05, QWT=1.00)와 Dunitz-Seiler modified Weights(SHARP=20)를 이용하였 때 얻어진 3120개 반점들로부터 모든 원소들의 좌표와 비등방성 온도계수들을 최종 정밀화하였다. 이때 $R=0.069$, $R_w=0.050$, $R_{int}=0.069$ 및 $S=5.454$ 로써 모든 결합거리 및 각들은 적절한 값들이었다. 수소좌표들을 계산하여 좌표만을 정밀화하여 보았으나 현저히 개선되지 않았다. 최종정밀화 단계에서 원자들에 대한 $(\Delta/\sigma)_{max}$ 은 0.00이었고, 최대 및 최소 $\Delta\rho$ 는 각각 4.226과 $0.0 \text{ e}\text{\AA}^{-3}$ 이었다. 모든 계산은 PDP-11/23+ 컴퓨터에서 행하였다. 결정 및 실험 자료들 및 수소를 제외한 모든 원자좌표들을 각각 Table 1과 2에 수록하였다. 수소를 제외한 원소들의 비등방성 온도계수, 계산한 수소좌표, 최소자승면으로부터 원자들의 편차 및 F_o-F_c 값들의 보충자료들을 Table S1에서부터 S4까지의 부록에 수록하였다¹⁴.

결과 및 고찰

Table 2의 좌표로 계산한 결합거리 및 각들을 Table 3과 4에 각각 수록하였다. 팔라듐 옥살레이트 이온의 구조에 대하여 알려진 것이 없으나, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ¹⁵나 $\text{K}_2\text{Pt}(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ¹⁶ 또는 부분적으로 산화된 백금 옥살레이트 착화합물들^{17,18}의 알려진 결합거리 및 각들에 상응하였다. 즉, 산소와 탄소 사이의 결합거리가 약 1.280 Å과 1.224 Å로써 차이를 보여주고 있으나, $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ¹⁹와 같은 옥살산 이온들의 경우에는 1.25와 1.26 Å로써 거의 같은 값을 보여주었다. NMP 이온의 결합거리 및 각들은 이미 알려진 NMP와 TCNQ(7,7,7,7-Tetracyanoquinodimethane) 또는 이들 유도체 사이에 형성되는 착화합물들의 구조와 근본적으로 같으나, 금속성 전기전도성을 보여주는 NMP·TCNQ의 NMP에서 메틸기의 탄소와 질소사이의 거리 1.53 Å보다 작은

Table 3. Bond distances in angstroms

Pd1	O1	2.014(3)	Pd1	O2	1.977(3)	Pd2	O5	2.011(3)	Pd2	O6	1.982(4)
O1	C1	1.280(5)	O2	C2	1.291(5)	O5	C3	1.277(6)	O6	C4	1.286(5)
C1	O3	1.226(5)	C2	O4	1.226(6)	C3	O7	1.221(6)	C4	O8	1.218(7)
C1	C2	1.549(5)				C3	C4	1.542(7)			
C5	N1	1.499(6)	N1	C6	1.340(6)	C18	N3	1.484(7)	N3	C19	1.345(7)
N1	C17	1.358(5)	C6	C7	1.435(6)	N3	C30	1.349(6)	C19	C20	1.427(7)
C6	C11	1.449(5)	C7	C8	1.332(9)	C19	C24	1.417(6)	C20	C21	1.34(1)
C8	C9	1.407(7)	C9	C10	1.372(7)	C21	C22	1.39(1)	C22	C23	1.361(9)
C10	C11	1.418(7)	C11	N2	1.326(6)	C23	C24	1.403(9)	C24	N4	1.363(6)
N2	C12	1.350(6)	C12	C13	1.425(6)	N4	C25	1.319(7)	C25	C26	1.421(6)
C12	C17	1.422(5)	C13	C14	1.353(9)	C25	C30	1.446(6)	C26	C27	1.356(9)
C14	C15	1.401(7)	C15	C16	1.367(8)	C27	C28	1.402(9)	C28	C29	1.352(9)
C16	C17	1.426(7)				C29	C30	1.411(8)			

1.484~1.499 Å을 보여주고 있다. 이들 평면구조 이온들의 평면성을 보기 위해서 Least square plane 들로부터 해당면들의 편차를 Table S5에 수록하였으며, 여러가지 이온들의 이면각들을 Table 5에 수록하였다. 아울러 두 양이온의 매칠기와 두 질소원자를 포함하는 두 면사이의 각들은 모두 3(1)°이었다. 이 값들은 $NMP_2 \cdot Cu(mnt)_2$ 나 $NMP_2 \cdot Ni(mnt)_2$ 들의 2.05°나 4°와 거의 같은 값을 보여주었다. 이들 작은 편차와 면각으로 보아서 팔라듐 착이온은 근사적인 평면구조이다. 두 가지 이온들의 충전구조를 알아보기 위해서 ORTEP²⁰으로 bc-면에 투영한 그림들은 Fig. 1과 같다. 알려진 앞선 두 가지 물질은 하나의 일차원 구조로 되어 있는데 반하여, 본 물질에서는 $Pd(ox)_2^{2-}$ 음이온들의 앞과 뒷면에 두 개의 NMP 양이온들이 중첩된 두 가지 형태의 삼중체들로 구성되어 있는데, 첫번째 삼중체들은 b-축을 따라서 또다시 번갈아 배열된 일차원 구조로 형성되고 있다. 그러나 두번째 삼중체들은 역시 b-축을 따라서 배열되어 있으나 중첩면의 배향이 전자보다 크게 경사되어 있어서 삼중체간 직접적인 중첩은 나타나지 않고 있다. 두 가지 삼중체들의 삼중체내의 면간 평균거리가 각각 3.328 및 3.463 Å이었으며, 두 가지 음이온들은 이면각이 59.08(9)°인 방향으로 배향되어 있다. Fig. 2와 같은 삼중체들의 충전모양이나 삼중체들의 두 가지 양이온들의 중첩모양들은 앞선 두 물질의 전자와는 비슷하지만 후자와는 다른 모양이다. 이러한 충전구조에 영향을 미치는 수소결합을

Table 4. Bond angles in degrees

Atom	Atom	Atom	Angle	Atom	Atom	Atom	Angle
1	2	3		1	2	3	
O1	Pd1	O2	83.5(1)	N1	C6	C11	118.2(4)
Pd1	O1	C1	111.6(2)	C7	C6	C11	117.7(4)
Pd1	O2	C2	112.9(2)	C6	C7	C8	119.6(4)
O1	C1	C2	115.9(3)	C7	C8	C9	123.6(5)
O1	C1	O3	123.6(4)	C8	C9	C10	119.5(5)
C2	C1	O3	120.4(4)	C9	C10	C11	119.8(4)
O2	C2	C1	115.2(3)	C6	C11	C10	119.9(4)
O2	C2	O4	123.7(3)	C6	C11	N2	122.2(4)
C1	C2	O4	121.1(3)	C10	C11	N2	118.0(4)
O5	Pd2	O6	83.0(1)	C11	N2	C12	117.8(3)
Pd2	O5	C3	111.8(3)	N2	C12	C13	117.8(4)
Pd2	O6	C4	113.2(3)	N2	C12	C17	122.3(4)
O5	C3	C4	116.0(4)	C13	C12	C17	119.9(4)
O5	C3	O7	124.1(5)	C12	C13	C14	119.2(4)
C4	C3	O7	119.9(5)	C13	C14	C15	121.4(5)
O6	C4	C3	114.9(4)	C14	C15	C16	121.6(5)
O6	C4	O8	123.9(5)	C15	C16	C17	119.0(4)
C3	C4	O8	121.2(4)	N1	C17	C12	118.4(4)
C5	N1	C6	119.9(4)	N1	C17	C16	122.7(4)
C5	N1	C17	119.1(4)	C12	C17	C16	118.9(4)
C6	N1	C17	121.0(3)	C18	N3	C19	118.9(4)
N1	C6	C7	124.1(4)	C18	N3	C30	119.4(5)
C19	N3	C30	121.7(4)	C24	N4	C25	117.7(4)
N3	C19	C20	123.1(5)	N4	C25	C26	118.2(4)
N3	C19	C24	118.3(4)	N4	C25	C30	122.3(4)
C20	C19	C24	118.6(5)	C26	C25	C30	119.5(5)
C19	C20	C21	119.4(5)	C25	C26	C27	120.6(5)
C20	C21	C22	121.9(6)	C26	C27	C28	119.0(5)
C21	C22	C23	121.0(7)	C27	C28	C29	123.3(6)
C22	C23	C24	119.3(6)	C28	C29	C30	119.9(5)
C19	C24	C23	119.8(4)	N3	C30	C25	117.8(4)
C19	C24	N4	122.2(5)	N3	C30	C29	124.5(4)
C23	C24	N4	117.9(4)	C25	C30	C29	117.7(4)

Numbers in parentheses are estimated standard deviations in the least significant digits.

Table 5. Dihedral angles between least square planes

Plane 1	Plane2	Angle	Plane 1	Plane2	Angle
Pd-1	Pd-2	59.08(9)°	Pd-2	NMP-1	57.07(8)°
Pd-1	NMP-1	6.3 (6)°	Pd-2	NMP-2	7.8 (5)°
Pd-1	NMP-2	57.21(7)°	NMP-1	NMP-2	54.30(6)°

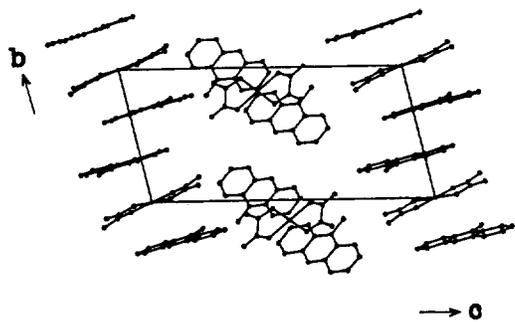


Fig. 1. A-axis projection of unit cell.

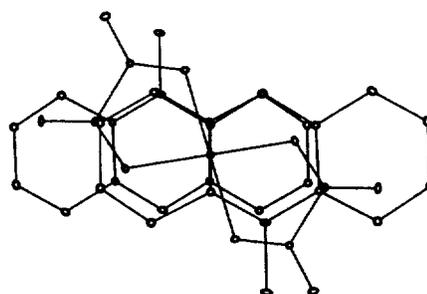


Fig. 2. Perpendicular projection of the NMP+ -planes of adjacent triads.

Table 6. Possible intermolecular contacts less than 3.3(Å)

		Symmetry code			Symmetry code
O2---C7	3.197(5)	(-1 -1 0 0)	O6---C29	3.190(7)	(-1 0 0 1)
O3---C21	3.196(8)	(-1 1 0 1)	O7---C15	3.172(8)	(-1 1 0 0)
O4---C5	3.216(7)	(-1 -1 0 0)	O8---C16	3.181(6)	(-1 0 0 0)
O4---C20	3.171(7)	(-1 0 0 1)	O8---C18	3.215(9)	(-1 0 0 1)

Numbers in parentheses are estimated standard deviations in the least significant digits.

고려하였을 때, Table 6에서 볼 수 있는 바와 같이 일차원 층진 축내 및 축간 사이에 약한 수소결합거리 3.17~3.22 Å를 보여주고 있다.

본 연구는 1994년도 국민대학교 학술연구비 지원으로 이루어졌음.

인용문헌

- Atoji, M.; Richardson, J. W.; Rundle, R. E. *J. Am. Chem. Soc.* **1957**, *79*, 3017.
- Yamada, S. *J. Am. Chem. Soc.* **1951**, *73*, 1579.
- Miller, J.; Epstein, A. J. *Synthesis and Properties of Low-Dimensional Materials*; Ann. N. Y. Acad. Sci.: New York, U. S. A., 1978; Vol. 313, p 1.
- Keller, H. J. *Chemistry and Physics of One-Dimensional Metals*; Plenum Press: New York, U. S. A., 1977; Vol. B25, p 1.
- Bekaroglu, O.; Sharif, M. E.; Endres, H.; Keller, H. J. *Acta Cryst.* **1976**, *B32*, 2983.
- Wheland, R. C.; Gilson, J. L. *J. Am. Soc.* **1976**, *98*, 3916.
- Interrante, L. V.; Bray, K. W.; Hart, H. R. Jr.; Kasper, J. S.; Piacente, P. A.; Watking, G. D. *J. Am. Chem. Soc.* **1977**, *99*, 3523.
- Endres, H.; Keller, H. J.; Moroni, W.; Noethe, D. *Acta Cryst.* **1979**, *B35*, 353.
- Kuppusamy, P.; Ramakrishna, B. L.; Manoharan, P. T. *Inorg. Chem.* **1984**, *23*, 3886.
- Vivian, D. L. *J. Org. Chem.* **1956**, *21*, 822.
- Werner, A. Z. *Anorg. Allge. Chem.* **1986**, *12*, 53.
- Frenz, B. A. *Enraf-Nonius SDP-PLUS Structure Determination Program Package*; Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands, 1985; Ver 3.0.
- Sheldrick, G. M. *SHELX-76 Program for Structure Determination*; Univ. of Cambridge, England, 19

- 76.
14. Supplementary materials. These are available from the corresponding author upon request.
15. Delaplane, R. G.; Ibers, J. A. *Acta Cryst.* **1969**; *B25*, 2423.
16. Mattes, R.; Krogmann, K. *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1964**, 332, 247.
17. Kobayashi, A.; Kondo, H.; Sasaki, Y.; Kobayashi, H.; Underhill, A. E.; Watkins, D. M. *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **1982**, 55, 2074.
18. William, J. M.; Musselman, R. L. *J. Chem. Soc., Chem. Comm.* **1977**, 186.
19. Pedersen, B. F. *Acta Chem. Scand.* **1964**, 18, 1635.
20. Johnson, C. K. *ORTEP Report-ORNL-5138*; Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, U. S. A., 1976.