

$C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ 의 결정구조

김문집 · 이정아 · 조경진 · 최기영^a

순천향대학교 물리학과, ^a공주대학교 화학교육과

$C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$

Moon-Jib Kim, Jung-Ah Lee, Kyung-Jin Jo and Ki-Young Choi^a

Department of Physics, Soonchunhyang University, Asan, Chungnam 336-745, Korea

^aDepartment of Chemistry Education, Kongju University, Kongju, Chungnam 314-701, Korea

요 약

X-선 회절법을 이용하여 $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ 의 분자 및 결정구조를 해석하였다. 이 결정의 결정계는 Triclinic이고 공간군은 $P1$ 이며, 단위포 상수 $a = 9.000(1) \text{ \AA}$, $b = 9.312(3) \text{ \AA}$, $c = 9.344(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 89.37(20)^\circ$, $\beta = 68.81(3)^\circ$, $\gamma = 84.70(4)^\circ$, $V = 726.7(8) \text{ \AA}^3$, $T = 298 \text{ K}$, $Z = 1$, $D_c = 1.402 \text{ Mgm}^{-3}$ 이다. 회절반점들의 세기는 Enraf-Nonius CAD4 Diffractometer로 얻었으며 사용한 X-선은 graphite로 단색화한 $MoK\alpha$ 선($\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$)을 사용하였다. 분자구조는 Direct method로 풀었으며, $F_0 > 4\sigma(F_0)$ 인 2521개의 독립 회절 데이터에 대하여 최소 자승법으로 370개의 변수를 정밀화하여 최종 신뢰도 값 $R = 5.95\%$ 를 얻었다.

Abstract

The structure of $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ has been determined by X-ray diffraction methods. The crystal system is triclinic, space group $P1$, unit cell constants, $a = 9.000(1) \text{ \AA}$, $b = 9.312(3) \text{ \AA}$, $c = 9.344(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 89.37(20)^\circ$, $\beta = 68.81(3)^\circ$, $\gamma = 84.70(4)^\circ$, $V = 726.7(8) \text{ \AA}^3$, $T = 298 \text{ K}$, $Z = 1$, $D_c = 1.402 \text{ Mgm}^{-3}$. The intensity data were collected on an Enraf-Nonius CAD4 Diffractometer with graphite monochromated $MoK\alpha$ radiation ($\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$). The molecular structure was solved by direct methods and refined by full-matrix least squares to a final $R = 5.95\%$ for 2521 unique observed $F_0 > 4\sigma(F_0)$ reflections and 370 parameters.

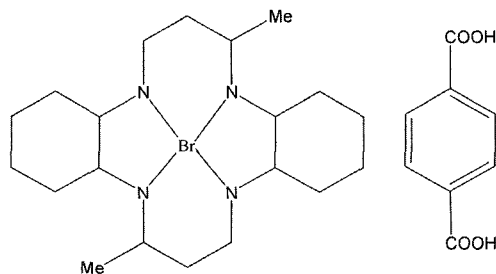
1. 서 론

X-선 회절법에 의한 단결정의 3차원적 구조를 해명함으로써 분자내 원자간의 결합길이와 결합각을 얻을 수 있고 분자의 conformation, 평면성들과 단위세포 내의 분자들의 배열 등을 상세히 규명할 수 있다.

수많은 과학자들은 간단한 분자에서 거대 분자 즉 단백질, 핵산 등에 대한 구조를 활발히 연구하며, 특히 biological activities가 있는 물질의 분자구조를 밝히려고 노력하고 있다.

본 실험에서는 Cyclam과 Terephthalicacid가 1:1

로 들어있는 $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ (Scheme I)의 3차원적 결합 및 분자구조를 단결정 X-선 회절법으로



Scheme 1. $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$.

로 밝힘으로써 분자 내에서 원자들의 결합길이, 결합각과 conformation 및 평면성을 검토하고 분자들의 배열을 해석하는데 이 연구의 목적을 둔다.

2. 실험

본 실험에서 사용한 단결정의 외형은 프리즘의 형태로 결정의 크기는 $0.3 \times 0.3 \times 0.3$ mm이다. $0.67 \leq \theta \leq 11.01$ 사이에 25개 회절반점을 측정하여 $a = 9.000(1)$ Å, $b = 9.312(3)$ Å, $c = 9.344(2)$ Å,

$\alpha = 89.37(20)^\circ$, $\beta = 68.81(3)^\circ$, $\gamma = 84.70(4)^\circ$ 이고 $V = 726.7(8)$ Å³임을 알았으며, 결정계는 Triclinic, 단위포당 분자수는 $Z = 1$, 실험실 온도는 $T = 298$ K였다.

회절데이터 측정은 $0 \leq \theta \leq 25^\circ$, $-9 \leq h \leq 10$, $-11 \leq k \leq 11$, $0 \leq l \leq 11$ 사이에서 2717개의 회절데이터

Table 2. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters for non-hydrogen atoms of $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$. The e.s.d.'s are in parentheses.

$$U_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

Table 1. Experimental data.

Crystal data	
$[C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O]$	MoK α radiation
$M_r = 613.59$	$\lambda = 0.71073$ Å
Triclinic P1	Cell parameters from 25 reflections
$a = 9.000(1)$ Å	$\theta = 4.67^\circ \sim 11.01^\circ$
$b = 9.312(3)$ Å	$\mu = 1.462$ mm ⁻¹
$c = 9.344(2)$ Å	$T = 298(2)$ K
$\alpha = 89.37(20)^\circ$	$0.3 \times 0.3 \times 0.3$ mm
$\beta = 68.81(3)^\circ$	violet
$\gamma = 84.71(4)^\circ$	prism
$V = 726.7(8)$ Å ³	
$Z = 1$	
$D_x = 1.402$ Mg/m ³	
Data collection	
Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer	$\theta = 25.02^\circ$
$\omega/2\theta$ scans	$h = -9 \rightarrow 10$
Absorption correction : psi scan	$k = -11 \rightarrow 11$
2717 measured reflections	$l = 0 \rightarrow 11$
2717 independent reflections	3 stand reflections monitored every 200 reflections intensity decay : none
Refinement	
Refinement on F^2	$(\Delta/\sigma)_{max} = 0.150$
$R = 0.0595$	$\Delta\rho_{max} = 0.893$ eÅ ⁻³
$\omega R = 0.1788$	$\Delta\rho_{min} = -0.811$ eÅ ⁻³
2521 reflections	Extinction coefficient : none
370 parameters	Atomic scattering factors form International Tables for X-ray Crystallography
$\omega = 1/[\sigma^2(F_0^2) + 0.1469 \times P]^2 + 0.70 \times P]$	
Where	
$P = [\text{Max}(F_0^2, 0) + 2 \times F_c^2]/3$	

Atom	x	y	z	U(eq)
Br	0.6002(2)	0.0186(2)	0.6645(2)	0.040(1)
O(1)	1.0428(1)	-0.1148(1)	0.5409(2)	0.047(3)
O(2)	0.8212(1)	-0.1525(1)	0.7447(1)	0.039(2)
O(3)	1.3690(1)	-0.8122(1)	0.5979(2)	0.042(3)
O(4)	1.1625(1)	-0.8461(1)	0.7989(2)	0.047(3)
N(1)	0.6416(1)	0.2030(1)	0.7507(1)	0.017(2)
N(2)	0.7837(1)	0.0308(1)	0.4584(1)	0.023(2)
N(3)	0.4163(1)	0.0162(1)	0.8681(1)	0.024(2)
N(4)	0.5561(1)	-0.1644(1)	0.5756(2)	0.035(3)
C(1)	0.8463(2)	0.2655(2)	0.5110(2)	0.039(3)
C(2)	0.6968(1)	0.3122(1)	0.6470(2)	0.036(3)
C(3)	0.4966(1)	0.2495(1)	0.8932(2)	0.031(3)
C(4)	0.5224(2)	0.3654(1)	0.9936(2)	0.037(4)
C(5)	0.3731(2)	0.4046(2)	1.1230(2)	0.043(4)
C(6)	0.3096(2)	0.2778(2)	1.2175(2)	0.046(4)
C(7)	0.2730(2)	0.1623(2)	1.1166(2)	0.045(4)
C(8)	0.4333(1)	0.1243(2)	0.9791(2)	0.033(3)
C(9)	0.3673(2)	-0.1278(1)	0.9460(2)	0.032(3)
C(10)	0.4823(2)	-0.1950(1)	1.0140(2)	0.036(3)
C(11)	0.3450(1)	-0.2288(1)	0.8239(2)	0.032(3)
C(12)	0.5033(1)	-0.2820(1)	0.6962(2)	0.032(3)
C(13)	0.7050(1)	-0.2157(1)	0.4509(2)	0.027(3)
C(14)	0.6759(2)	-0.3264(2)	0.3460(2)	0.042(4)
C(15)	0.8350(2)	-0.3760(2)	0.2060(2)	0.057(5)
C(16)	0.8990(2)	-0.2342(2)	0.1160(2)	0.047(4)
C(17)	0.9151(2)	-0.1224(1)	0.2194(2)	0.032(3)
C(18)	0.7632(1)	-0.0787(1)	0.3537(1)	0.023(3)
C(19)	0.8316(1)	0.1681(1)	0.3926(2)	0.029(3)
C(20)	0.7274(2)	0.2294(2)	0.3052(2)	0.046(4)
C(21)	0.9614(1)	-0.1966(1)	0.6495(2)	0.025(2)
C(22)	1.0380(2)	-0.3379(1)	0.6548(2)	0.029(3)
C(23)	0.9527(2)	-0.4305(1)	0.7730(2)	0.036(3)
C(24)	1.0157(1)	-0.5693(2)	0.7898(2)	0.035(3)
C(25)	1.1709(1)	-0.6165(1)	0.6760(2)	0.027(3)
C(26)	1.2363(2)	-0.7801(2)	0.6950(2)	0.038(3)
C(27)	1.2479(2)	-0.5319(2)	0.5619(1)	0.034(3)
C(28)	1.1787(2)	-0.3922(1)	0.5546(2)	0.037(3)

를 수집하였고, 독립 회절반점 수는 2717개이다. 사용한 X-ray diffractometer는 Enraf-Nonius CAD4, 파장은 graphite로 단색화한 MoK α 이고 w/2 θ 로 scan하였다. 측정된 회절데이터는 Lorentz-polarization factor를 보정하였으며, PSI scan으로 흡수보정을 하였다. 공간군은 P1이다.

수소를 제외한 37개 원자와 물분자 2개의 초기 좌표는 SHELXS¹⁾를 사용한 direct method로 결정하였으며, SHELXL-97²⁾을 사용하여 full-matrix least-squares 방법으로 정밀화 하였다. 41개의 수소위치는 기하학적 방법으로 계산하였다.

정밀화 계산은 $\sum w(|F_o|^2 - |F_c|^2)^2$ 을 최소화 하였

Table 3. Bond lengths (Å) and angles (°) for non-hydrogen atoms of C₂₈H₄₁N₄O₄Br · 2H₂O. The e.s.d.'s are in parentheses.

Br-N(3)	2.021(11)	N(3)-Br(1)-N(1)	84.1(5)	N(2)-C(18)-C(17)	113.3(11)
Br-N(1)	2.025(10)	N(3)-Br(1)-N(4)	96.1(5)	N(2)-C(18)-C(13)	107.6(10)
Br-N(4)	2.036(12)	N(1)-Br(1)-N(4)	178.9(6)	C(17)-C(18)-C(13)	109.1(9)
Br-N(2)	2.044(11)	N(3)-Br(1)-N(2)	177.4(6)	N(2)-C(19)-C(1)	110.0(13)
O(1)-C(21)	1.302(18)	N(1)-Br(1)-N(2)	94.0(5)	N(2)-C(19)-C(20)	111.5(12)
O(2)-C(21)	1.286(16)	N(4)-Br(1)-N(2)	85.8(6)	C(1)-C(19)-C(20)	116.2(12)
O(3)-C(26)	1.224(19)	C(2)-N(1)-C(3)	114.9(10)	O(2)-C(21)-O(1)	121.5(12)
O(4)-C(26)	1.16(2)	C(2)-N(1)-Br(1)	116.7(8)	O(2)-C(21)-C(22)	122.8(13)
N(1)-C(02)	1.394(17)	C(3)-N(1)-Br(1)	108.3(8)	O(1)-C(21)-C(22)	115.8(12)
N(1)-C(03)	1.522(14)	C(19)-N(2)-C(18)	116.5(11)	C(28)-C(22)-C(23)	117.2(13)
N(2)-C(19)	1.446(16)	C(19)-N(2)-Br(1)	121.5(9)	C(28)-C(22)-C(21)	125.4(13)
N(2)-C(18)	1.490(19)	C(18)-N(2)-Br(1)	106.6(9)	C(23)-C(22)-C(21)	117.4(12)
N(3)-C(8)	1.51(2)	C(8)-N(3)-C(9)	111.5(12)	C(24)-C(23)-C(22)	122.3(13)
N(3)-C(9)	1.543(13)	C(8)-N(3)-Br(1)	110.1(8)	C(23)-C(24)-C(25)	115.8(14)
N(4)-C(13)	1.465(16)	C(9)-N(3)-Br(1)	120.5(8)	C(27)-C(25)-C(24)	121.8(12)
N(4)-C(12)	1.542(13)	C(13)-N(4)-C(12)	110.4(10)	C(27)-C(25)-C(26)	123.9(12)
C(1)-C(19)	1.49(2)	C(13)-N(4)-Br(1)	106.5(8)	C(24)-C(25)-C(26)	114.3(12)
C(1)-C(2)	1.509(19)	C(12)-N(4)-Br(1)	112.6(9)	O(4)-C(26)-O(3)	129.2(15)
C(3)-C(8)	1.45(2)	C(19)-C(1)-C(2)	117.9(11)	O(4)-C(26)-C(25)	119.6(14)
C(3)-C(4)	1.52(2)	N(1)-C(2)-C(1)	113.9(10)	O(3)-C(26)-C(25)	111.0(14)
C(4)-C(5)	1.464(19)	C(8)-C(3)-C(4)	112.6(13)	C(25)-C(27)-C(28)	119.1(11)
C(5)-C(6)	1.50(2)	C(8)-C(3)-N(1)	110.1(10)	C(22)-C(28)-C(27)	123.7(12)
C(6)-C(7)	1.57(2)	C(4)-C(3)-N(1)	115.1(11)		
C(7)-C(8)	1.559(18)	C(5)-C(4)-C(3)	109.7(11)		
C(9)-C(10)	1.49(2)	C(4)-C(5)-C(6)	112.5(11)		
C(9)-C(11)	1.56(2)	C(5)-C(6)-C(7)	110.2(14)		
C(11)-C(12)	1.533(16)	C(8)-C(7)-C(6)	105.8(12)		
C(13)-C(14)	1.53(2)	C(3)-C(8)-N(3)	107.9(13)		
C(13)-C(18)	1.575(16)	C(3)-C(8)-C(7)	112.9(11)		
C(14)-C(15)	1.586(19)	N(3)-C(8)-C(7)	112.2(11)		
C(15)-C(16)	1.60(2)	C(10)-C(9)-N(3)	113.0(11)		
C(16)-C(17)	1.48(2)	C(10)-C(9)-C(11)	112.6(10)		
C(17)-C(18)	1.509(18)	N(3)-C(9)-C(11)	107.4(12)		
C(19)-C(20)	1.52(2)	C(12)-C(11)-C(9)	113.2(10)		
C(21)-C(22)	1.437(17)	C(11)-C(12)-N(04)	110.0(9)		
C(22)-C(28)	1.33(2)	N(4)-C(13)-C(14)	111.4(11)		
C(22)-C(23)	1.428(19)	N(4)-C(13)-C(18)	105.4(10)		
C(23)-C(24)	1.394(16)	C(14)-C(13)-C(18)	108.0(11)		
C(24)-C(25)	1.449(17)	C(13)-C(14)-C(15)	111.7(13)		
C(25)-C(27)	1.336(19)	C(14)-C(15)-C(16)	107.1(13)		
C(25)-C(26)	1.614(16)	C(17)-C(16)-C(15)	112.1(15)		
C(27)-C(28)	1.402(17)	C(16)-C(17)-C(18)	114.4(12)		

Table 4. Torsion angles (°) for non-hydrogen atoms of $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$. The e.s.d.'s are in parentheses.

N(3)-Br-N(1)-C(2)	-144.3(8)	Br-N(3)-C(9)-C(11)	-51.2(1)
N(4)-Br-N(1)-C(2)	-48.3(3)	C(10)-C(9)-C(11)-C(12)	-54.5(1)
N(2)-Br-N(1)-C(2)	34.0(8)	N(3)-C(9)-C(11)-C(12)	70.6(1)
N(3)-Br-N(1)-C(3)	-12.7(7)	C(9)-C(11)-C(12)-N(4)	-80.5(1)
N(4)-Br-N(1)-C(3)	84.2(9)	C(13)-N(4)-C(12)-C(11)	-178.5(1)
N(2)-Br-N(1)-C(3)	165.6(8)	Br-N(4)-C(12)-C(11)	62.7(1)
N(3)-Br-N(2)-C(19)	9.1(6)	C(12)-N(4)-C(13)-C(14)	73.6(1)
N(1)-Br-N(2)-C(19)	-31.6(1)	Br-N(4)-C(13)-C(14)	-163.9(9)
N(4)-Br-N(2)-C(19)	147.3(1)	C(12)-N(4)-C(13)-C(18)	-169.5(1)
N(3)-Br-N(2)-C(18)	-127.1(5)	Br-N(4)-C(13)-C(18)	-47.1(1)
N(1)-Br-N(2)-C(18)	-168.5(8)	N(4)-C(13)-C(14)-C(15)	176.9(1)
N(4)-Br-N(2)-C(18)	10.4(8)	C(18)-C(13)-C(14)-C(15)	61.6(1)
N(1)-Br-N(3)-C(8)	-12.9(8)	C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-57.2(1)
N(4)-Br-N(3)-C(8)	168.3(8)	C(14)-C(15)-C(16)-C(17)	53.2(0)
N(2)-Br-N(3)-C(8)	-54.1(5)	C(15)-C(16)-C(17)-C(18)	-56.1(1)
N(1)-Br-N(3)-C(9)	-144.9(1)	C(19)-N(2)-C(18)-C(17)	61.5(1)
N(4)-Br-N(3)-C(9)	36.2(1)	Br-N(2)-C(18)-C(17)	-159.1(8)
N(2)-Br-N(3)-C(9)	174.1(1)	C(19)-N(2)-C(18)-C(13)	-177.9(9)
N(3)-Br-N(4)-C(13)	-160.1(9)	Br-N(2)-C(18)-C(13)	-38.5(1)
N(1)-Br-N(4)-C(13)	104.2(2)	C(16)-C(17)-C(18)-N(2)	178.2(1)
N(2)-Br-N(4)-C(13)	21.7(9)	C(16)-C(17)-C(18)-C(13)	58.5(1)
N(3)-Br-N(4)-C(12)	-39.0(9)	N(4)-C(13)-C(18)-N(2)	58.1(1)
N(1)-Br-N(4)-C(12)	-135.2(2)	C(14)-C(13)-C(18)-N(2)	177.4(9)
N(2)-Br-N(4)-C(12)	142.7(9)	N(4)-C(13)-C(18)-C(17)	-178.6(1)
C(3)-N(1)-C(2)-C(1)	176.6(1)	C(14)-C(13)-C(18)-C(17)	-59.4(1)
Br-N(01)-C(2)-C(1)	-55.0(1)	C(18)-N(02)-C(19)-C(1)	179.8(1)
C(19)-C(1)-C(2)-N(1)	72.1(1)	Br-N(2)-C(19)-C(1)	46.9(1)
C(2)-N(1)-C(3)-C(8)	170.3(1)	C(18)-N(2)-C(19)-C(20)	49.4(1)
Br-N(1)-C(3)-C(8)	37.8(1)	Br-N(2)-C(19)-C(20)	-83.5(1)
C(2)-N(1)-C(3)-C(4)	-61.2(1)	C(2)-C(1)-C(19)-N(2)	-64.4(1)
Br-N(1)-C(3)-C(4)	166.2(9)	C(2)-C(1)-C(19)-C(20)	63.5(1)
C(8)-C(3)-C(4)-C(5)	-55.0(1)	O(2)-C(21)-C(22)-C(28)	176.1(1)
N(1)-C(3)-C(4)-C(5)	177.8(1)	O(1)-C(21)-C(22)-C(28)	-4.2(0)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	57.1(1)	O(2)-C(21)-C(22)-C(23)	-1.2(0)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-60.7(1)	O(1)-C(21)-C(22)-C(23)	179.6(1)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	56.7(1)	C(28)-C(22)-C(23)-C(24)	3.2(0)
C(4)-C(3)-C(8)-N(3)	-178.7(8)	C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	-179.5(1)
N(1)-C(3)-C(8)-N(3)	-48.9(1)	C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	-2.2(0)
C(4)-C(3)-C(8)-C(7)	56.7(1)	C(23)-C(24)-C(25)-C(27)	-0.3(1)
N(1)-C(3)-C(8)-C(7)	-173.4(1)	C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-177.6(1)
C(9)-N(3)-C(8)-C(3)	173.7(9)	C(27)-C(25)-C(26)-O(4)	179.3(1)
Br-N(3)-C(8)-C(3)	37.1(1)	C(24)-C(25)-C(26)-O(4)	-3.2(0)
C(9)-N(3)-C(8)-C(7)	-61.3(1)	C(27)-C(25)-C(26)-O(3)	4.2(0)
Br-N(03)-C(08)-C(07)	162.1(1)	C(24)-C(25)-C(26)-O(3)	-178.6(1)
C(6)-C(7)-C(8)-C(3)	-56.3(1)	C(24)-C(25)-C(27)-C(28)	2.2(0)
C(6)-C(7)-C(8)-N(3)	-178.5(1)	C(26)-C(25)-C(27)-C(28)	178.9(1)
C(8)-N(3)-C(9)-C(10)	-57.9(1)	C(23)-C(22)-C(28)-C(27)	-2.2(0)
Br-N(3)-C(9)-C(10)	73.5(1)	C(21)-C(22)-C(28)-C(27)	-178.6(1)
C(8)-N(3)-C(9)-C(11)	177.3(8)	C(25)-C(27)-C(28)-C(22)	-1.2(0)

으며 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + 0.1469 \times P]^2 + 0.70 \times P]$, $P = [\text{Max}(F_o^2, 0) + 2F \times c^2]/3$ 이고 변수의 갯수는 370개이다. 독립회절데이터 (N_p)와 파라미터 수 (N_r)의 비는 $N_p/N_r = 7.3$ 이고, 최종신뢰도는 $F_o > 4\sigma(F_o)$ 인 2521개의 독립회절데이터에 대해 $R = 0.0595$, $wR = 0.1788$ 이다. 모든 계산은 Pentium PC를 사용하였으며 data reduction 및 계산은 WinGX³⁾를 사용하였다. 실험에 대한 전반적인 사항은 Table 1에 정리하였고, 비수소 원자들의 좌표와 equivalent isotropic temperature factor를 Table 2에, 수소 원자들의 좌표는 Table 3에, 분자 내의 결합길이 및 결합각은 Table 4에, torsion angle은 Table 5에 정리하였다.

3. 결과 및 고찰

본 실험에서 사용한 $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ 결정계는 Triclinic이고, 공간군은 $P1$, $Z = 1$ 이며, 이에 대한 분자구조와 번호 붙임은 Fig. 1에 나타내었고, 단위포 내의 packing을 Fig. 2에 나타내었다.

$C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$ 는 Br을 중심으로 한 Cyclam과 Terephthalicacid가 1 : 1로 구성되어있다.

먼저 Br을 중심으로 한 Cyclam 부분을 살펴보면, 이 분자 내에 있는 두개의 시클로 헥실기 평균 결합길이는 1.53 Å으로서 일반적인 결합길이 1.54 Å과 유사하게 나타났다. 그리고 분자 내에

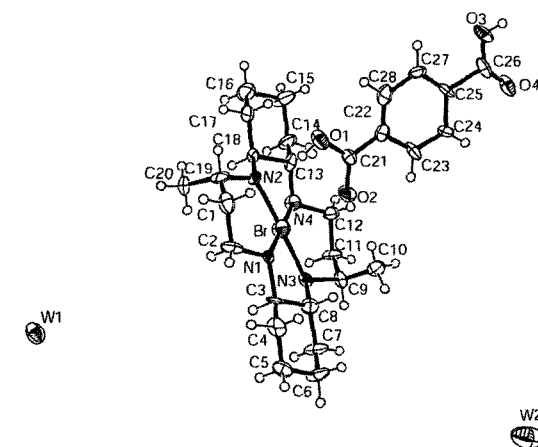


Fig. 1. Molecular structure and atomic numbering scheme of $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$.

있는 N과 C의 평균 결합길이가 1.498 Å으로 일반적인 결합길이 1.47 Å과 거의 유사함을 보였으나 그 중 특히 N(1)-C(3)의 결합길이가 1.224 Å으로 짧게 나타났고, N(3)-C(9)의 결합길이가 1.543 Å으로 길게 나타났다.

분자 내에 있는 C-C간의 SP^3 결합의 평균 결합길이는 1.525 Å로 일반적인 결합길이 1.54 Å과 거의 유사했으며, 분자 내에 위치한 N과 Br의 결합길이는 평균 결합길이는 2.03 Å으로 나타났다. 그리고 분자 내에 있는 시클로 헥실기의 C와 C가 이루는 평균 결합각은 110.37°으로 타 문헌⁴⁾에서

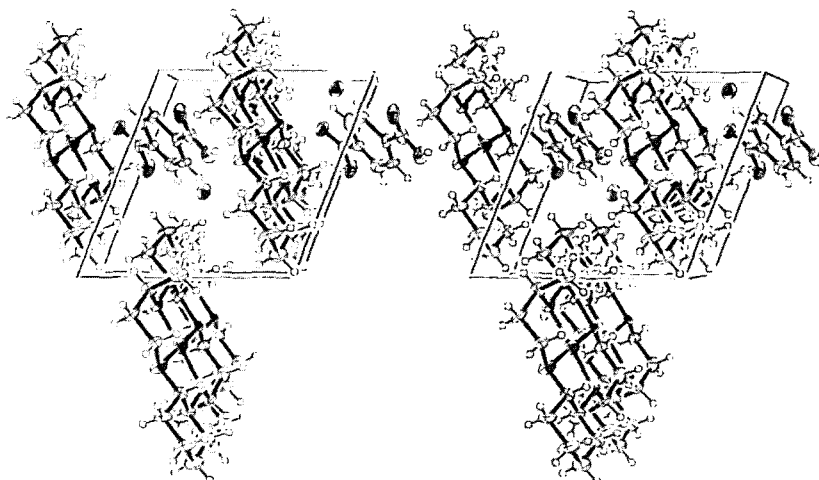


Fig. 2. A stereoscopic view of the packing for $C_{28}H_{41}N_4O_4Br \cdot 2H_2O$.

보고 되어진 값 111.3°과 유사하게 나타났다.

본 구조 내에 있는 N을 중심으로 한 C와의 평균 결합각은 113.3°으로 타 문헌⁴⁾에서 보고 되어진 값 114.73과 유사하게 나타났으며, 본 구조 내에 있는 Br을 중심으로 각각의 결합각은 94°, 85.84°, 100.6°, 84.7°으로 평균 결합각은 91.29°로 나타났다.

다음으로 Terephthalicacid 부분을 살펴보면, C-C간의 평균 결합 길이는 1.39 Å으로 타 문헌⁵⁾에 보고 되어진 값과 일치하고 있고 결합각도는 115.82°~123.69°까지이며 평균값은 119.98°로 이상적인 각 120°와 거의 일치하지만, C(23)-C(24)-C(25)의 각은 115.82°로 120°와 차이를 나타내고 있다. Terephthalicacid를 구성하고 있는 12개의 비수소 원자들은 -0.03(1) Å~0.03(1) Å 즉 0.06(2) Å 사이에서 평면을 이루고 있다. 분자 간 가장 가까운 Intermolecular contact는 Br...O(3) ($x - 1, + y + 1, + z$) 2.7400(0.0023) Å으로 분자와 분자

사이의 van der Waals 힘으로 결합하고 있다.

참고문헌

- 1) Sheldrick, G. M., *SHELXS86 : Acta Cryst*, **A46**, 467 (1990).
- 2) Sheldrick, G. M., SHELXS-97, program for the solution of crystal structures, Univ. of Cambridge, England (1997).
- 3) Louis, J. Farrugia, "WinGx-2002", program for crystal structure determination, Univ. of Glasgow, Scotland (2002).
- 4) Choi, K. Y., Hong, C. P., Kim, M. J., Lee, C. H., Seong, B. S., Lee, J. H. and Suh, I. H., Synthesis and structure of [Cu(L)](ClO₄)₂ (L: 3,5,10,12-Tetramethyl-1,4,8,11-tetraazacyclotetradecane), *한국결정학회지*, **9**(1), 6 (1998).
- 5) International Tables For X-Ray Crystallography, Vol. III, Kynoch Press Birmingham, England, 276 (1986).