

## تعیین ساختار بلوری و مولکولی دی متواکسی کالیکس (۴) آراین $C_{30}H_{28}O_{11}$ با استفاده از روش تک بلوری پرتو X

مهدی علوی  
دانشکده علوم دانشگاه اصفهان  
ج. فن و هومل  
گروه شیمی فیزیک دانشگاه تونت هلند.

چکیده: در این پژوهش برای تعیین ساختار مولکولی و بلوری دی متواکسی کالیکس (۴) آراین از پراش سنج چهار دایره‌ای و تابش پرتو X بر یک تک بلور ماده یاد شده استفاده شد. مشخصات و نتایج بدست آمده شامل:  $Mr=452.85$  و سیستم تک میل، گروه فضایی:  $P2_1/C$ ، پارامترهای شبکه  $a = 19.727(4) \text{ \AA}$ ،  $b = 12.073(2) \text{ \AA}$  و  $c = 20.448(6) \text{ \AA}$  و زاویه  $\beta = 100.20^\circ$ ،  $D_m = 0.61 \text{ g cm}^{-3}$ ،  $V = 4793 \text{ \AA}^3$ ،  $Z = 4$ ،  $T = 298 \text{ K}$ ،  $D_x = 0.627 \text{ g cm}^{-3}$  و تکفام سازگرافیت،  $R = 0.044$  برای  $2100$  بازتاب برگزیده.

### مقدمه

آبر مولکولها و مولکولهای بزرگ با مجموعه‌ای از اتمهای سازای خود در پیکربندیها و شکلهای متنوعی ظاهر می‌شوند [۱، ۲]. مطالعه و بررسی این مولکولها در سالهای اخیر آغاز شده است و استفاده انسان از این مولکولهای با خواص گوناگون آن (نظیر خواص فیزیکی، زیستی، شیمیایی، دارویی، رنگ و غیره) همواره مورد توجه بوده است [۳، ۶]. گروهی از این مولکولها به نام calix-arene شکل زنبیل یا تور بسکتبال را دارند [۷]. کاتیونها در درون یا اطراف زنبیل مستقر می‌شوند. چنین بنظر میرسد که استفاده علمی انسان

\* - Dimethoxy calix (4) arene,  
IUPAC: 26, 28 - dimethoxy hexacyclo 19.3 1<sup>3,7</sup> 1<sup>9,13</sup> 1<sup>15,19</sup> Octacos-1 (25), 3, 5,  
(28),9.11.13,(27),15,17,19(26),21,23 - 25,28- dio17,

از این مواد در پزشکی و صنعت در قرن ۲۱ یا پس از آن صورت گیرد [۱۳،۱۰]، زیرا متخصصین این رشته هنوز در آغاز کار بررسی و آشنایی با این نوع مولکولها هستند [۴،۵]. از آنجا که خواص و ویژگیهای این مواد ارتباط تنگاتنگی با ساختار آنها دارند، لذا تعیین ساختار مولکولی و بلوری راهگشای اصلی و مؤثر در شناسایی خواص آنهاست [۱۲،۹،۸]. هدف از انجام این پژوهش تعیین ساختار نوعی مولکول زنبیلی شکل با فرمول  $C_{30}H_{28}O_4$  به نام کالیکس (۴) آرین است.

### روش کار

تک بلور کالیکس (۴) آرین به ابعاد  $0.35 \times 0.25 \times 0.05$  میلیمتر بر روی زاویه سنج چهاردایره‌ای نصب و در دستگاه پراش سنج چهاردایره‌ای خودکار پرتو X فیلیپس از نوع PW1100 قرار داده شد. محدوده زوایای چرخان برای تک بلور برای  $\omega$  از  $49$  تا  $69$  درجه،  $2\theta$  از  $133$  تا  $161$  درجه،  $\chi$  از  $180$  تا  $180$  درجه و بالاخره برای  $\varphi$ ،  $0$  تا  $360$  درجه بود.

با این روش و با استفاده از برنامه‌ریزی کامپیوتری، تعداد  $2100$  بازتاب یگانه از بین بازتابهای بلور برگزیده شد. به یاری سیستمهای خاموشی برای بازتاب و قوانین تداخل امواج [۱۴]، صفحات انتقال بازتاب تعیین شدند. برای تعیین موقعیت اتمها و ساختار مولکولی این ترکیب از روش مستقیم استفاده شد. با استفاده از شدت بازتابها، ضریب ساختاری  $F_{hkl}$  محاسبه و فاز مجهول  $e^{i\varphi}$  از  $F_{hkl}^2$  محاسبه شد. با کنترل شدت بازتابهای مقایسه‌ای و سنجش آماری و نزدیک کردن موقعیت‌های پیش‌بینی شده اتمها با ارقام سنجشی، مختصات اتمها تعیین شد.

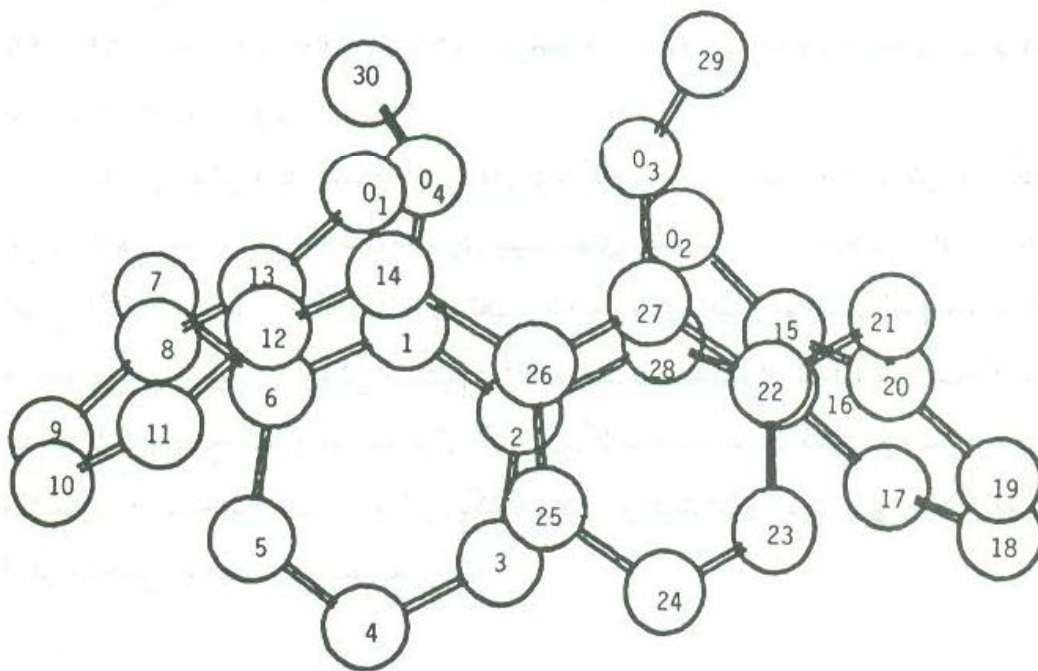
### نتیجه

برای بلور دی‌متواکسی کالیکس (۴) آرین سیستم تک میل با پارامترهای شبکه‌ای  $a = 19727(4)$ ،  $b = 127073(2)$ ،  $c = 20448(6)$  آنگستروم و زاویه  $\beta = 100.2$  درجه بدست آمد. گروه فضایی  $P2_1/C$  از جدولهای بین‌المللی برای بلورشناسی با پرتو X



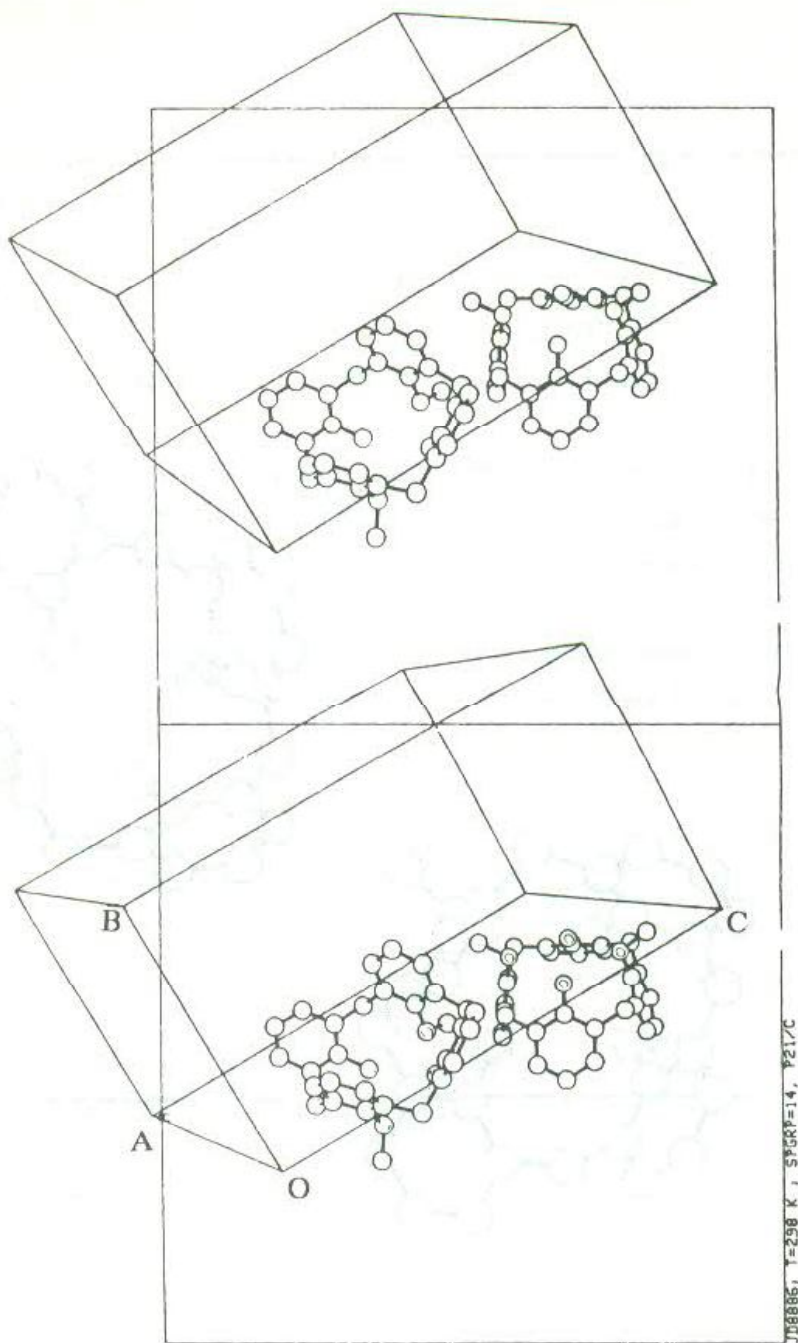
انتخاب شد [۱۴].

در شکل ۱ تصویر جانبی دی متواکسی کالیکس (۴) آرین همراه با فواصل و زوایای شاخص به ترتیب بر حسب  $[P_m \pm 0.8]$  و  $[\varphi \pm 3]$  نشان داده شده است. در شکل ۲ نمونه تصویری از بخش نامتقارن در یاخته یکه ساختار  $C_{30}H_{28}O_4$  نشان داده شده است. در این شکل چهار حلقه متشکل از شش کربن که توسط چهار کربن با یکدیگر متصل شده اند مشاهده میشود. اتمهای کربن به صورت دایره های تو خالی و اکسیژن با  $\circ$  نمادگذاری شده است. در شکل ۳ نمایش مولکول دی متواکسی [۴] کالیکس آرین از سمت بالا نشان داده شده است. در این شکل آرایش چهار حلقه ای در واحد ساختار مولکولی ملاحظه میشود. انتظار می رود که اکسیژن ها در راس زنبیل با پیوندهای هیدروژنی به یکدیگر در ارتباط باشند.

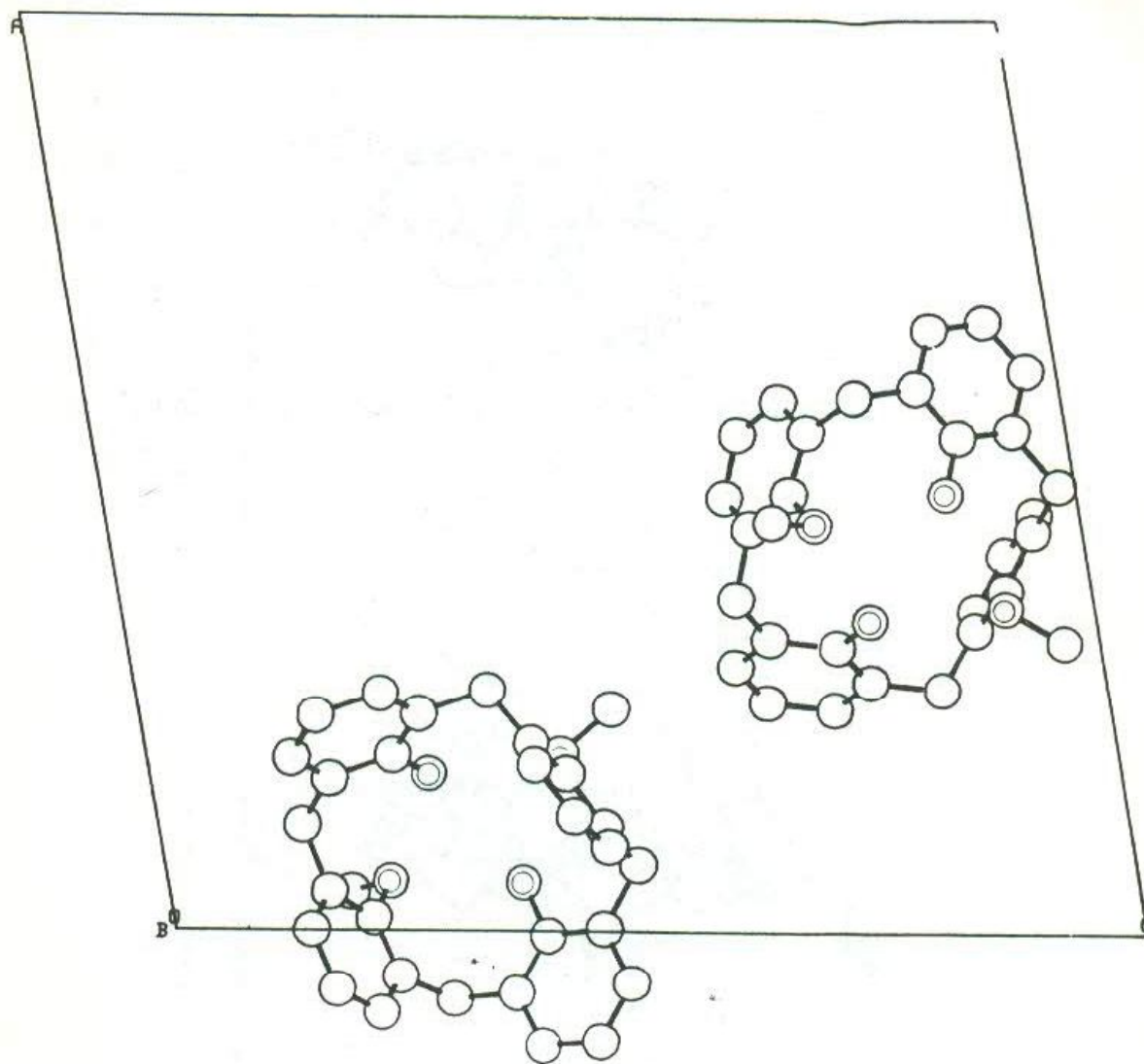


شکل ۱ تصویر جانبی دی متواکسی کالیکس (۴) آرین. خواص مهم:

$[pm \pm 0.8]$  and angles  $[\varphi + 3]$ : C1-C2 140, C2-C3 139, C3-C4 138, C4-C5 139, C5-C6 141, C6-C7 149, C7-C8 150, C-C ring 139, C13-O 122, C1-O 119, O-C30 120; C1-C2-C3 121, C2-C3-C4 118, C3-C4-C5 121, C4-C5-C6 122, C5-C6-C1 118, C6-C1-C2 120, C5-C6-C7 98, C1-C2-C7 123, C6-C7-C8 121, C1-O-C30 121, C6-C1-O 119.



شکل ۲ تصویر سمت جانبی از یاخته یکه. مختصات OA, OB, OC مطابق با محورهای مختصات X, Y, Z یاخته یکه در نظر گرفته شده است.



شکل ۳ تصویر از سمت رأس زنیبل (تصویر سرمولکول) دریاخته یکه این تصویر در راستای محور

OB دیده می شود.

○ کربن  
⊙ اکسیژن



## مراجع

- 1) Ackman R.G, Brown W.H, Wright G.F, 1955, *J. Org. Chem*, **20**, 1147.
- 2) Brown W.H, French W.N, 1958, *Can. J. Chem*, **36**, 537.
- 3) Vogel E, Sichen M, Robring R, Schmichler H, Lex J, Ermer O, 1988, *ibid*, **100**, 450 and 1988, **27**, 411.
- 4) Koniski M, Ohkuma H, Tsumo T, Oki T, 1990, *J Am Chem Soc*, **112**, 3715.
- 5) Haas W, Knipp B, Sichen M, 1988, *Angew Chem Int Ed Engl*, **27**, No 3, 409.
- 6) Schemidbauer H, Hager R, Houber B, Muller G, 1987, *Angew Chem Int Ed Engl*, **27**, No 4, 338.
- 7) Keegan J. D, Stolzenberg A. M, Djerassi C, 1982, *J Am Chem Soc*, **104**, 4305.
- 8) Miehe G, Susse P, Kupcik V, Egert E, 1991, *Angew Chem In Ed Engl*, **30**, No 8, 964.
- 9) Eisner U, Linstead R, 1955, *J Chem Soc*, 3742.
- 10) Inhoffen H. H, Buchler J. W, Japer P, 1988, *Fortsch Chem Org Naturst*, **26**, 284.
- 11) Vogel E, Kocher M, Balei M, Teichler I, 1987, *Angew Chem Int Ed Engl*, **26**, No 9, 931.
- 12) Sondheimer F, Calden I. C, 1967, Aromatic Special Publication, *Chemical Society*, No 21, London.
- 13) Stochel K, Sondheimer F, 1974, *Org Synth*, **54**.
- 14) International Tables for X-ray Crystallography, 1974, The Kynoch Press, Birmingham.