

$(\eta^5\text{-Cp}^*)(\text{Ir-B3})(1,2\text{-S,S}(\text{CH}_2\text{SiMe}_3)\text{-}o\text{-carborane}) (\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si})$ 의 합성 및 결정구조

조성일

서울시립대학교 화학공학과

The Synthesis and Crystal Structure of $(\eta^5\text{-Cp}^*)(\text{Ir-B3})$ $(1,2\text{-S,S}(\text{CH}_2\text{SiMe}_3)\text{-}o\text{-carborane})(\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si})$

Sung Il Cho

Department of Chemical Engineering, University of Seoul, Jeonnon-dong 90, Seoul 130-743, Korea

요 약

유기금속 화합물 $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$ 를 *o*-carborane으로 출발하여 $\text{Cp}^*\text{Ir}(\text{S}_2\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10})$ 을 합성하고, $\text{Me}_3\text{SiCHN}_2$ 를 가하여 합성하였다. X-선 회절법을 이용하여 $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$ 화합물의 분자구조를 규명하였다. 이 화합물의 결정학적 자료는 monoclinic, space group $\text{P2}_1/\text{n}$, $a = 10.1986(12) \text{ \AA}$, $b = 14.834(5) \text{ \AA}$, $c = 17.139 \text{ \AA}$, $\beta = 92.24(2)^\circ$, $Z = 4$, $V = 2591.0(14) \text{ \AA}^3$ 이다. 결정 구조는 직접법으로 해석하였으며, 완전행렬최소자승법을 정밀화 하였으며 5080개의 회절 반점에 대하여 최종 신뢰도 인자 $R = 0.053$ 인 분자모형을 구하였다.

Abstract

An Organometallic compound, $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$, was synthesized from *o*-carborane, $\text{Cp}^*\text{Ir}(\text{S}_2\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10})$, and $\text{Me}_3\text{SiCHN}_2$. The molecular structure of this complex has been determined by X-ray diffraction. Crystallographic data : monoclinic, space group $\text{P2}_1/\text{n}$, $a = 10.1986(12) \text{ \AA}$, $b = 14.834(5) \text{ \AA}$, $c = 17.139 \text{ \AA}$, $\beta = 92.24(2)^\circ$, $Z = 4$, $V = 2591.0(14) \text{ \AA}^3$. The structure was solved by direct methods and refined by full-matrix least-squares methods to give a model with a reliability factor $R = 0.053$ for 5080 reflections.

1. 서 론

최근들어 *o*-carborane 유도체 금속화합물들의 합성과 반응성에 관한 연구가 활발히 진행되고 있고,¹⁻⁹⁾ 특히, *o*-carborane dithiolato ligand가 있는 유기금속화합물의 합성과 연구가 활발히 진행되고 있다.¹⁰⁻¹²⁾ *o*-carboranyl 유도체 $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$ 를 합성하고 Ir-S, Ir-B의 배위결합을 포함한 분자내 상호작용을 알아보기 위하여 X-ray를 이용하여 분자구조를 규명하였다. 또한, 분자의 입체적인 결합구조와 배열상태를 밝히고자 한다.

2. 실험

1몰 (0.144g)의 *o*-carborane을 THF(20 ml)에 녹인 용액에 -78°C 하에서 2당량의 *n*-BuLi을 천천히 적가한 후 상온에서 6시간 동안 교반하였다. 이 용액을 0°C 에서 S_8 2당량을 천천히 적가한 후 상온에서 12시간 교반하였다. 생성된 $\text{Li}_2[\text{S}_2\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10}]$ 용액을 0.5몰의 $[\text{Cp}^*\text{IrCl}_2]_2$ 가 녹아있는 THF 용액에 -78°C 하에서 서서히 적가한 후 상온에서 2시간 동안 교반하여 짙은 갈색의 금속화합물 $\text{Cp}^*\text{Ir}(\text{S}_2\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10})$ 을 얻을 수 있었다. 이렇게 얻은 $\text{Cp}^*\text{Ir}(\text{S}_2\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10})$

에 0.5 몰의 $\text{Me}_3\text{SiCHN}_2$ 가 녹아있는 THF 용액을 -78°C 하에서 서서히 적가한 후 상온에서 12 시간 동안 교반하여 금속화합물 $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$ 를 얻을 수 있었다. 톨루엔으로 재결정을 통하여, 순수한 결정인 본 화합물을 얻을 수 있었다.

크기가 $0.2 \times 0.3 \times 0.3$ mm인 결정을 X-선 회절

시험에 사용하였다. $1.82^\circ \leq \theta \leq 25.98^\circ$ 사이에서 5080 개의 회절반점을 측정하여 $a = 10.1986(12)$ Å, $b = 14.834(5)$ Å, $c = 17.1392(7)$ Å, $\beta = 92.24(2)^\circ$, $V = 2591.0(14)$ Å³이었으며 결정계는 monoclinic임을 알았다.

$0 \leq h \leq 12$, $0 \leq k \leq 18$, $-21 \leq l \leq 21$ 사이를 수집

Table 1. Experimental and Crystal data

Chemical formula	$\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$
Molecular weight	$M_r = 619.95$
Crystal system	Monoclinic
Space group	$P2_1/n$
Unit cell dimension	$a = 10.1986(12)$ Å $b = 14.834(5)$ Å $c = 17.139(7)$ Å
Unit cell volume	$V = 2591.0(14)$ Å ³
Molecular number per unit cell	$Z = 4$
Radiation	$\lambda(\text{Mo-K}\alpha) = 0.71070$ Å
Density	$D_c = 1.589$ g/cm ³
Theta range for data collection	$\theta = 1.82\text{--}25.98^\circ$
Absorption coefficient	$\mu = 5.364$ mm ⁻¹
Temperature	$T = 293(2)$ K
Crystal size	$0.2 \times 0.3 \times 0.3$ mm ³
Index range	$0 \leq h \leq 12$, $0 \leq k \leq 18$, $-21 \leq l \leq 21$
Reflections collected/unique	5409/5080
Data/parameters	5080/288
Final reliability factor	$R = 0.053$

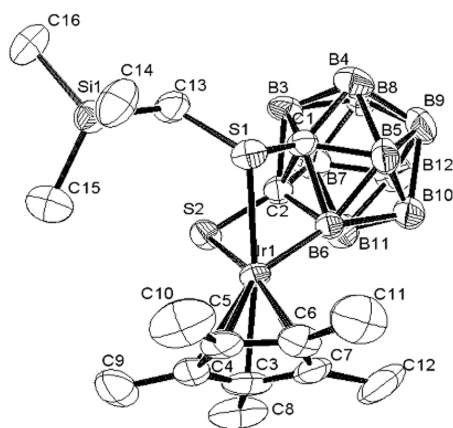


Fig. 1. Molecular structure and atomic numbering scheme and displacement ellipsoids drawn at the 50% probability level. Hydrogen atoms have been omitted for clarity.

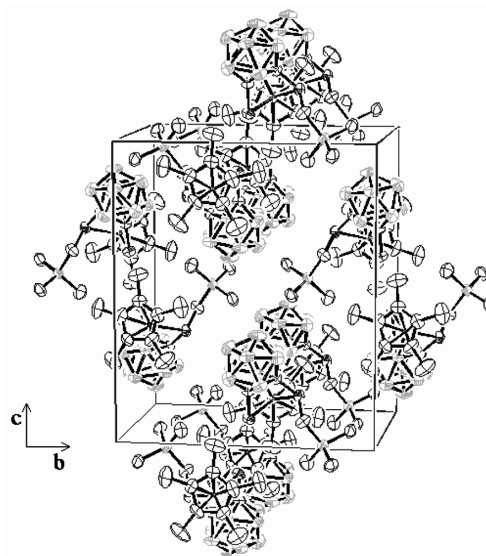


Fig. 2. Unit cell packing structure, viewing along to a-axis. Displacement ellipsoids drawn at the 50% probability level.

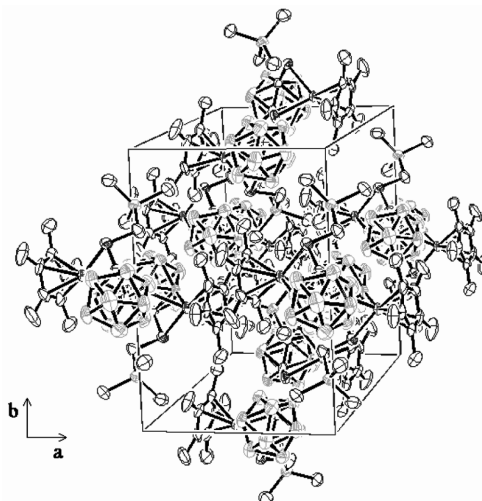


Fig. 3. Unit cell packing structure, viewing along to c-axis. Displacement ellipsoids drawn at the 50% probability level.

하였으며 회절독립반점수는 5080 이고 사용한 파장의 graphite로 단색화한 Mo-K α ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$)이고 $\omega/2\theta$ 로 scan 하였다.

측정한 회절데이터는 Lorentz-Polarization factor 를 보정하였으며 흡수계수 $\mu = 3.862 \text{ mm}^{-1}$ 로 흡수 보정하였다. 모든 결정학적 자료는 Table 1에 나타내었다.

구조해석은 SHELXS-86¹³⁾을 사용하여 F_o^2 써서 직접법으로 하였으며 수소원자를 제외한 모든 원자에 anisotropic displace 인자들을 사용했다. SHELXS-93¹⁴⁾으로 full-matrix least-squares 방법을 정밀화하였다.

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{A}^2 \times 10^3$) U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized Uij tensor

	x	y	z	U(eq)
Ir(1)	8120(1)	5897(1)	1374(1)	33(1)
S(1)	9628(3)	7080(2)	1705(2)	42(1)
S(2)	10094(3)	5214(2)	952(2)	40(1)
Si(1)	10283(3)	8080(2)	165(2)	42(1)
C(1)	10451(11)	6306(8)	2352(6)	37(2)
C(2)	10656(11)	5260(8)	1950(6)	40(3)
C(3)	6641(12)	4985(9)	925(9)	59(4)
C(4)	6554(10)	5726(9)	391(7)	46(3)
C(5)	6237(10)	6490(9)	819(8)	47(3)
C(6)	6093(11)	6265(9)	1625(8)	51(3)
C(7)	6278(12)	5291(9)	1677(7)	50(3)
C(8)	6897(15)	4017(9)	710(12)	81(5)
C(9)	6687(14)	5666(13)	-467(8)	78(5)
C(10)	5992(16)	7427(11)	514(12)	90(6)
C(11)	5672(16)	6844(13)	2274(10)	96(6)
C(12)	6089(18)	4724(14)	2389(11)	98(6)
C(13)	10885(12)	7378(9)	1027(7)	52(3)
C(14)	9233(16)	9011(8)	528(9)	64(4)
C(15)	9393(15)	7361(10)	-564(8)	65(4)
C(16)	11793(14)	8547(9)	-265(8)	60(4)
B(3)	11971(15)	5858(11)	2316(9)	57(4)
B(4)	11427(16)	6452(11)	3152(9)	57(4)
B(5)	9722(16)	6205(12)	3211(8)	56(4)
B(6)	9194(12)	5523(10)	2381(7)	38(3)
B(7)	11781(15)	4681(12)	2481(10)	58(4)
B(8)	12237(14)	5417(12)	3263(8)	56(4)
B(9)	10873(18)	5640(14)	3804(9)	69(5)
B(10)	9461(15)	5062(12)	3356(8)	56(4)
B(11)	10048(15)	4488(11)	2566(9)	52(4)
B(12)	11056(18)	4571(12)	3407(10)	66(5)

정밀화 계산은 $\sum w(|F_o|^2 - |F_c|^2)^2$ 을 최소화하였으며 $\omega = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.1319 \times P)v + 1.08 \times P]$, $P = [\text{Max}(F_o^2) + 2 \times F_c^2]/3$ 이고 변수의 수는 288 이다. 최종신뢰도는 독립회절반점수인 5080개에 대하여 $R = 0.053$ 이다. 이때 이용한 원자 산란인자는 International Table for X-ray Crystallography¹⁵⁾에 수록된 값을 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

$\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{B}_{10}\text{IrS}_2\text{Si}$ 분자와 원자번호 부여에 대한 입체 그림을 ORTEP으로 Fig. 1, 단위 세포 내에서의 분자배열은 Fig. 2와 Fig. 3에 a축과 c축의 projection을 나타내었다. Table 2에는 최종 수소를 제외한 모든 원자의 좌표를, Table 3에는 결합길이를, Table 4에는 결합각을 나타내었다. Table 5에는 비등방성온도인자를 각각 나타내었다.

Table 3. Bond lengths [\AA]

Ir(1)-B(6)	2.082(12)	Ir(1)-C(3)	2.147(12)
Ir(1)-C(7)	2.164(11)	Ir(1)-C(6)	2.197(11)
Ir(1)-C(5)	2.286(11)	Ir(1)-C(4)	2.290(11)
Ir(1)-S(1)	2.387(3)	Ir(1)-S(2)	2.391(3)
S(1)-C(1)	1.784(11)	S(1)-C(13)	1.818(13)
S(2)-C(2)	1.784(11)	Si(1)-C(15)	1.852(13)
Si(1)-C(16)	1.865(13)	Si(1)-C(14)	1.869(14)
Si(1)-C(13)	1.892(11)	C(1)-B(4)	1.676(17)
C(1)-B(5)	1.681(17)	C(1)-B(3)	1.690(19)
C(1)-C(2)	1.713(16)	C(1)-B(6)	1.732(17)
C(2)-B(7)	1.673(18)	C(2)-B(11)	1.692(19)
C(2)-B(3)	1.706(17)	C(2)-B(6)	1.734(16)
C(3)-C(7)	1.428(18)	C(3)-C(4)	1.430(19)
C(3)-C(8)	1.508(18)	C(4)-C(5)	1.395(17)
C(4)-C(9)	1.486(18)	C(5)-C(6)	1.434(18)
C(5)-C(10)	1.502(19)	C(6)-C(7)	1.459(19)
C(6)-C(11)	1.482(17)	C(7)-C(12)	1.501(19)
B(3)-B(8)	1.76(2)	B(3)-B(7)	1.78(2)
B(3)-B(4)	1.79(2)	B(4)-B(8)	1.75(2)
B(4)-B(9)	1.75(2)	B(4)-B(5)	1.78(2)
B(5)-B(10)	1.74(2)	B(5)-B(9)	1.74(2)
B(5)-B(6)	1.81(2)	B(6)-B(11)	1.79(2)
B(6)-B(10)	1.816(19)	B(7)-B(8)	1.78(2)
B(7)-B(12)	1.78(2)	B(7)-B(11)	1.80(2)
B(8)-B(9)	1.73(2)	B(8)-B(12)	1.76(2)
B(9)-B(12)	1.74(3)	B(9)-B(10)	1.82(2)
B(10)-B(11)	1.73(2)	B(10)-B(12)	1.78(2)
B(11)-B(12)	1.74(2)		

Table 4. Bond angles [deg]

B(6)-Ir(1)-C(3)	117.9(6)	B(6)-Ir(1)-C(7)	97.1(5)	C(1)-B(3)-B(8)	102.7(11)
C(3)-Ir(1)-C(7)	38.7(5)	B(6)-Ir(1)-C(6)	111.9(5)	C(1)-B(3)-B(7)	105.9(10)
C(3)-Ir(1)-C(6)	64.7(5)	C(7)-Ir(1)-C(6)	39.1(5)	B(8)-B(3)-B(7)	60.2(9)
B(6)-Ir(1)-C(5)	148.6(5)	C(3)-Ir(1)-C(5)	61.7(5)	C(2)-B(3)-B(4)	106.6(11)
C(7)-Ir(1)-C(5)	62.4(5)	C(6)-Ir(1)-C(5)	37.3(5)	B(7)-B(3)-B(4)	108.5(11)
B(6)-Ir(1)-C(4)	155.4(5)	C(3)-Ir(1)-C(4)	37.4(5)	C(1)-B(4)-B(9)	103.7(11)
C(7)-Ir(1)-C(4)	62.8(4)	C(6)-Ir(1)-C(4)	62.4(4)	C(1)-B(4)-B(5)	58.0(7)
C(5)-Ir(1)-C(4)	35.5(4)	B(6)-Ir(1)-S(1)	71.7(4)	B(9)-B(4)-B(5)	58.9(10)
C(3)-Ir(1)-S(1)	170.3(4)	C(7)-Ir(1)-S(1)	143.7(4)	B(8)-B(4)-B(3)	59.7(9)
C(6)-Ir(1)-S(1)	112.0(3)	C(5)-Ir(1)-S(1)	109.8(3)	B(5)-B(4)-B(3)	106.1(10)
C(4)-Ir(1)-S(1)	132.9(3)	B(6)-Ir(1)-S(2)	73.5(4)	C(1)-B(5)-B(9)	104.1(11)
C(3)-Ir(1)-S(2)	102.3(4)	C(7)-Ir(1)-S(2)	130.2(4)	C(1)-B(5)-B(4)	57.7(8)
C(6)-Ir(1)-S(2)	167.0(3)	C(5)-Ir(1)-S(2)	137.8(3)	B(9)-B(5)-B(4)	59.7(10)
C(4)-Ir(1)-S(2)	107.6(3)	S(1)-Ir(1)-S(2)	80.86(10)	B(10)-B(5)-B(6)	61.6(9)
C(1)-S(1)-C(13)	103.2(5)	C(1)-S(1)-Ir(1)	87.6(4)	B(4)-B(5)-B(6)	109.3(10)
C(13)-S(1)-Ir(1)	119.4(4)	C(2)-S(2)-Ir(1)	86.4(4)	C(1)-B(6)-B(11)	103.0(9)
C(15)-Si(1)-C(16)	109.8(7)	C(15)-Si(1)-C(14)	112.2(7)	C(1)-B(6)-B(5)	56.6(7)
C(16)-Si(1)-C(14)	110.5(6)	C(15)-Si(1)-C(13)	110.2(6)	B(11)-B(6)-B(5)	102.3(10)
C(16)-Si(1)-C(13)	105.3(6)	C(14)-Si(1)-C(13)	108.7(7)	C(2)-B(6)-B(10)	101.9(9)
B(4)-C(1)-B(5)	64.2(9)	B(4)-C(1)-B(3)	64.2(9)	B(5)-B(6)-B(10)	57.2(8)
B(5)-C(1)-B(3)	115.8(10)	B(4)-C(1)-C(2)	111.6(9)	C(2)-B(6)-Ir(1)	98.1(7)
B(5)-C(1)-C(2)	109.7(10)	B(3)-C(1)-C(2)	60.2(7)	B(5)-B(6)-Ir(1)	129.2(10)
B(4)-C(1)-B(6)	118.7(9)	B(5)-C(1)-B(6)	64.0(8)	C(2)-B(7)-B(8)	104.4(11)
B(3)-C(1)-B(6)	114.7(9)	C(2)-C(1)-B(6)	60.4(7)	C(2)-B(3)-B(8)	103.7(10)
B(4)-C(1)-S(1)	132.5(9)	B(5)-C(1)-S(1)	112.8(9)	C(2)-B(3)-B(7)	57.3(8)
B(3)-C(1)-S(1)	129.8(8)	C(2)-C(1)-S(1)	113.2(7)	C(1)-B(3)-B(4)	57.5(8)
B(6)-C(1)-S(1)	96.8(7)	B(7)-C(2)-B(11)	64.7(9)	B(8)-B(3)-B(4)	59.1(9)
B(7)-C(2)-B(3)	63.6(9)	B(11)-C(2)-B(3)	115.1(10)	C(1)-B(4)-B(8)	103.8(11)
B(7)-C(2)-C(1)	109.8(9)	B(11)-C(2)-C(1)	108.0(9)	B(8)-B(4)-B(9)	59.3(10)
B(3)-C(2)-C(1)	59.2(8)	B(7)-C(2)-B(6)	117.8(10)	B(8)-B(4)-B(5)	105.7(12)
B(11)-C(2)-B(6)	62.9(8)	B(3)-C(2)-B(6)	113.8(10)	C(1)-B(4)-B(3)	58.3(8)
C(1)-C(2)-B(6)	60.3(7)	B(7)-C(2)-S(2)	133.5(9)	B(9)-B(4)-B(3)	106.9(12)
B(11)-C(2)-S(2)	117.4(9)	B(3)-C(2)-S(2)	126.2(8)	C(1)-B(5)-B(10)	106.7(11)
C(1)-C(2)-S(2)	112.4(7)	B(6)-C(2)-S(2)	99.6(7)	B(10)-B(5)-B(9)	63.2(10)
C(7)-C(3)-C(4)	108.7(11)	C(7)-C(3)-C(8)	125.2(14)	B(10)-B(5)-B(4)	111.4(12)
C(4)-C(3)-C(8)	125.6(14)	C(7)-C(3)-Ir(1)	71.3(7)	C(1)-B(5)-B(6)	59.3(7)
C(4)-C(3)-Ir(1)	76.7(7)	C(8)-C(3)-Ir(1)	124.2(9)	B(9)-B(5)-B(6)	111.3(13)
C(5)-C(4)-C(3)	107.4(11)	C(5)-C(4)-C(9)	126.9(13)	C(1)-B(6)-C(2)	59.3(7)
C(3)-C(4)-C(9)	125.6(13)	C(5)-C(4)-Ir(1)	72.1(6)	C(2)-B(6)-B(11)	57.4(8)
C(3)-C(4)-Ir(1)	65.9(6)	C(9)-C(4)-Ir(1)	130.3(8)	C(2)-B(6)-B(5)	103.1(9)
C(4)-C(5)-C(6)	110.5(11)	C(4)-C(5)-C(10)	127.4(13)	C(1)-B(6)-B(10)	101.2(9)
C(6)-C(5)-C(10)	122.0(13)	C(4)-C(5)-Ir(1)	72.4(6)	B(11)-B(6)-B(10)	57.2(8)
C(6)-C(5)-Ir(1)	68.0(6)	C(10)-C(5)-Ir(1)	128.8(9)	C(1)-B(6)-Ir(1)	99.4(7)
C(5)-C(6)-C(7)	105.8(10)	C(5)-C(6)-C(11)	129.1(14)	B(11)-B(6)-Ir(1)	127.8(9)
C(7)-C(6)-C(11)	124.7(14)	C(5)-C(6)-Ir(1)	74.7(6)	B(10)-B(6)-Ir(1)	156.6(9)
C(7)-C(6)-Ir(1)	69.3(7)	C(11)-C(6)-Ir(1)	126.3(10)	C(2)-B(7)-B(3)	59.1(8)
C(5)-C(6)-C(7)	105.8(10)	C(5)-C(6)-C(11)	129.1(14)	B(11)-B(6)-Ir(1)	127.8(9)
C(7)-C(6)-C(11)	124.7(14)	C(5)-C(6)-Ir(1)	74.7(6)	B(10)-B(6)-Ir(1)	156.6(9)
C(7)-C(6)-Ir(1)	69.3(7)	C(11)-C(6)-Ir(1)	126.3(10)	C(2)-B(7)-B(3)	59.1(8)
C(3)-C(7)-C(6)	107.3(11)	C(3)-C(7)-C(12)	127.0(14)	B(8)-B(7)-B(3)	59.4(9)
C(6)-C(7)-C(12)	125.7(14)	C(3)-C(7)-Ir(1)	70.0(7)	B(8)-B(7)-B(12)	59.3(9)
C(6)-C(7)-Ir(1)	71.7(6)	C(12)-C(7)-Ir(1)	124.6(10)	C(2)-B(7)-B(12)	103.4(11)
S(1)-C(13)-Si(1)	114.7(7)	C(1)-B(3)-C(2)	60.6(7)	B(3)-B(7)-B(12)	106.4(12)

Table 4. Continued

C(2)-B(7)-B(11)	58.1(8)	B(8)-B(7)-B(11)	105.4(12)	B(12)-B(11)-B(6)	110.7(12)
B(3)-B(7)-B(11)	106.4(11)	B(12)-B(7)-B(11)	58.1(9)	B(10)-B(11)-B(7)	110.9(12)
B(9)-B(8)-B(4)	60.4(10)	B(9)-B(8)-B(3)	108.9(11)	B(6)-B(11)-B(7)	108.8(11)
B(4)-B(8)-B(3)	61.2(9)	B(9)-B(8)-B(12)	59.6(10)	B(9)-B(12)-B(8)	59.3(10)
B(4)-B(8)-B(12)	108.5(11)	B(3)-B(8)-B(12)	108.1(10)	B(9)-B(12)-B(10)	62.3(10)
B(9)-B(8)-B(7)	109.2(11)	B(4)-B(8)-B(7)	110.3(10)	B(8)-B(12)-B(10)	109.3(12)
B(3)-B(8)-B(7)	60.4(9)	B(12)-B(8)-B(7)	60.5(10)	B(11)-B(12)-B(7)	61.4(9)
B(8)-B(9)-B(5)	108.5(11)	B(8)-B(9)-B(12)	61.0(11)	B(10)-B(12)-B(7)	109.2(11)
B(5)-B(9)-B(12)	106.9(11)	B(8)-B(9)-B(4)	60.3(10)	B(10)-B(11)-B(6)	62.2(9)
B(5)-B(9)-B(4)	61.5(9)	B(12)-B(9)-B(4)	109.5(12)	C(2)-B(11)-B(7)	57.1(8)
B(8)-B(9)-B(10)	108.8(11)	B(5)-B(9)-B(10)	58.3(9)	B(12)-B(11)-B(7)	60.4(9)
B(12)-B(9)-B(10)	60.0(10)	B(4)-B(9)-B(10)	108.9(11)	B(9)-B(12)-B(11)	108.7(12)
B(11)-B(10)-B(5)	108.1(11)	B(11)-B(10)-B(12)	59.5(9)	B(11)-B(12)-B(8)	108.6(11)
B(5)-B(10)-B(12)	105.2(11)	B(11)-B(10)-B(6)	60.6(8)	B(11)-B(12)-B(10)	58.7(9)
B(5)-B(10)-B(6)	61.2(8)	B(12)-B(10)-B(6)	107.6(11)	B(9)-B(12)-B(7)	108.7(12)
B(11)-B(10)-B(9)	105.7(11)	B(5)-B(10)-B(9)	58.5(10)	B(8)-B(12)-B(7)	60.2(9)
B(12)-B(10)-B(9)	57.7(10)	B(6)-B(10)-B(9)	107.4(11)	B(10)-B(11)-B(12)	61.8(9)
C(2)-B(11)-B(10)	107.6(11)	C(2)-B(11)-B(12)	104.4(11)	C(2)-B(11)-B(6)	59.7(7)

Table 5. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$). The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Ir(1)	19(1)	41(1)	40(1)	0(1)	1(1)	-2(1)
S(1)	36(2)	38(2)	51(2)	1(1)	-1(1)	-5(1)
S(2)	25(1)	55(2)	41(1)	-7(1)	0(1)	7(1)
Si(1)	44(2)	38(2)	44(2)	4(1)	0(1)	-4(1)
C(1)	29(6)	38(6)	42(6)	3(5)	-2(5)	-5(5)
C(2)	27(5)	54(7)	39(6)	1(5)	-1(5)	-1(5)
C(3)	20(6)	60(8)	96(11)	-23(8)	-5(6)	-6(6)
C(4)	14(5)	74(9)	50(7)	-2(6)	-2(4)	0(5)
C(5)	17(5)	57(8)	67(8)	10(6)	-13(5)	0(5)
C(6)	22(6)	67(8)	65(8)	-25(7)	5(5)	9(6)
C(7)	32(6)	57(8)	61(8)	10(6)	-1(6)	-18(6)
C(8)	42(8)	52(9)	150(16)	-25(9)	-2(9)	-1(7)
C(9)	33(7)	141(16)	59(8)	-21(9)	-2(6)	-2(9)
C(10)	48(9)	68(10)	153(17)	18(11)	-3(10)	18(8)
C(11)	51(9)	127(16)	112(14)	-58(12)	23(9)	14(10)
C(12)	64(11)	120(16)	112(14)	31(12)	22(10)	-43(11)
C(13)	36(6)	66(8)	54(7)	19(6)	-10(5)	-13(6)
C(14)	76(10)	44(7)	74(9)	11(7)	23(8)	2(7)
C(15)	58(9)	61(8)	76(10)	-8(7)	-13(7)	0(7)
C(16)	58(9)	54(8)	71(9)	13(7)	22(7)	-8(7)
B(3)	41(8)	76(11)	51(8)	6(8)	-18(6)	-23(8)
B(4)	45(9)	63(10)	62(9)	-4(8)	-19(7)	-3(8)
B(5)	47(9)	88(12)	33(7)	-4(7)	6(6)	-7(8)
B(6)	23(6)	57(8)	34(6)	-2(6)	0(5)	-4(6)
B(7)	40(8)	65(10)	69(10)	-1(8)	-9(7)	8(8)
B(8)	33(7)	91(12)	41(8)	6(8)	-10(6)	1(8)
B(9)	60(10)	111(15)	35(7)	-6(8)	-9(7)	-13(10)
B(10)	40(8)	86(12)	41(7)	0(8)	-2(6)	-10(8)
B(11)	47(8)	57(9)	52(8)	15(7)	-6(7)	3(7)
B(12)	60(11)	68(11)	67(10)	18(9)	-14(8)	2(9)

Table 6. Least-squares planes (x, y, z in crystal coordinates) and deviations from them (* indicates atom used to define plane)

* 0.0745 (40) Ir1
* -0.0877 (48) S2
* 0.1182 (65) C2
* -0.1050 (57) B6

Table 7. Angle to previous plane (with approximate esd) = 80.35

* -0.1015 (40) Ir1
* 0.1182 (45) S1
* -0.1598 (60) C1
* 0.1430 (54) B6

이 분자의 모델에서 끝부분에 있는 pentamethyl-cyclopentadienyl기의 C8, C9, C10, C11, C12의 온도인자는 큰 것으로 나타났으며 Fig. 1에서도 크게 나타난 것을 볼 수 있다.

Table 6과 Table 7에서 보듯이 Ir1, S2, C2, B6 원자와 Ir1, S1, C1, B6 원자가 거의 평면을 이루는 찌그러진 사각형을 이루고 있는 것으로 나타났다.

감사의 글

본 연구는 2005년도 서울시립대학교 연구년

교수 연구비 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

- 1) Lee, J. D., Baek, C. K., Ko, J., Park, K., Cho, S., Min, S. K. and Kang, S. O., *Organometallics*, **18**, 2189 (1999).
- 2) Kim, D. H., Won, J. H., Kim, S. J., Ko, J., Kim, S. H., Cho, S. and Kang, S. O., *Organometallics*, **20**, 4298 (2001).
- 3) Lee, J. D., Lee, C. H., Nakamura, H., Ko, J. and Kang, S. O., *Tetrahedron Lett.*, **43**, 5483 (2002).
- 4) Abizanda, D., Crespo, O., Gimeno, M. C., Jimenez, J. and Laguna, A., *Chem. Eur. J.*, **9**, 3310 (2003).
- 5) Usyatinsky, A. Y., Budkina, K. V., Petrovskii, P. V. and Bregadze, V. I., *Russ. Chem. Bull.*, **44**, 724 (1995).
- 6) Lee, J. D., Ko, J., Cheong, M. and Kang, S. O., *Organometallics*, **24**, 5845 (2005).
- 7) Weinstein, J. A., Tierney, M. T., Davies, E. S., Base, K., Robeiro, A. A. and Grinstaff, M. W., *Inorg. Chem.*, **45**, 4544 (2006).
- 8) Hou, X. F., Wang, X. C., Wang, J. Q. and Jin, G. X., *J. Organomet. Chem.*, **689**, 2228 (2004).
- 9) Kang, S. O., Lee, J. and Ko, J., *Coordination Chemistry Reviews*, **231**, 47 (2002).
- 10) Yu, X. F., Jin, G. X., Hu, N. H. and Weng, L. H., *Organometallics*, **21**, 5540 (2002).
- 11) Bae, J. Y., Park, Y. I., Ko, J., Park, K. I., Cho, S. I. and Kang, S. O., *Inorg. Chim. Acta.*, **289**, 141 (1999).
- 12) Kim, B. Y., Lee, C., Chung, S. W., Lee, Y. J., Pak, J. Y., Ko, J. and Kang, S. O., *J. Organomet. Chem.*, **688**, 236 (2003).
- 13) Sheldrick, G. M., *SHELXS-86. Program for the Solution of Crystal Structures from diffraction Data*, Univ. of Göttingen, Germany (1986).
- 14) Sheldrick, G. M. *SHELXS-93. Program for the Refinement of Crystal Structures*, Univ. of Göttingen, Germany (1993).
- 15) *International Table for X-ray Crystallography*, Vol. 4, Kynoch Press, Birmingham (1974).