

Neutron Diffraction Studies on Chiral Di-Deutero Tetrabenzocyclooctatetraene

新村信雄¹⁾ 田中伊知朗¹⁾ Robert Bau²⁾ 大原高志³⁾ 栗原和男³⁾

Nobuo NIIMURA Ichirou TANAKA Robert BAU Takashi OHHARA Kazuo KURIHARA

¹⁾茨城大学 ²⁾ University of Southern California ³⁾原子力機構

(要約) Chiral Di-Deutero Tetrabenzocyclooctatetraene の単結晶を育成し、その中性子回折実験を行ったが、twin 構造であった。twin 構造を仮定し、指数付けを行い、反射積分強度を得ている。

キーワード : Tetrabenzocyclooctatetraene、8員環フリッピング、ラセミ体、キラル体、中性子回折、重水素ラベル

1. 目的

Tetrabenzocyclooctatetraene の8員環フリッピングの障壁エネルギーの大きさの予測値は数 10 kcal/mol から数 100 kcal/mol と非常に大きな幅を持っており、その実験証拠がない。また、得られる化合物は本来、ラセミ体なのか、キラル体なのかによってもこの値は大きく異なる。そこで、2つの水素を重水素に置換し、中性子でこれを決定する。

2. 方法

2つの水素を重水素に置換した、Chiral Di-Deutero Tetrabenzocyclooctatetraene の単結晶を育成し、その中性子回折実験を行い、得られる化合物は本来、ラセミ体なのか、キラル体なのかを決定する。

3. 研究成果

中性子回折実験に耐える十分な大きさの単結晶(13.5 mm³ and 8 mm³)が得られたので、これを用いて、BIX-3 を用い常温で中性子回折実験を行った。十分な回折パターンが得られた。DENZOで指数付けを試みた。結晶が複雑なtwin 構造をしていることで、いくつかの反射は指数付けられたが、指数のつかない反射が残ること、また指数のついた反射も回折強度を測定しようとする、twinで多くの反射が出るので、反射間に重なりが生ずるものが出て来たが、解析に耐える反射積分強度を得ることができた。

4. 結論・考察

現在、解析中である。

5. 引用(参照)文献等

1. Figeys, H.P.; Dralants, A. *Tetrahedron Lett.*, 1971, 3901
2. Finder, C.J.; Chung, D.; Allinger, N.L. *Tetrahedron Lett.*, 1972, 46, 4677
3. Rashidi,-Ranjbar, P.; Man, Y-M.; Sandstrom, J.; Wong, H.N.C. *J. Org. Chem.*, 1989, 54, 4888
4. Gust, D.; Senkler, G.H.; Mislow, K. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, 1972, 1345