

Röntgenstrukturdaten von 70

Formel	$C_{21}H_{17}BrN_4O_2 \cdot C_3H_7NO \cdot H_2O$
Molekulargewicht	528.41
Temperatur	100 K
Wellenlänge	0.71073 Å
Kristallsystem	triklinisch
Raumgruppe	p1bar
Gitterkonstanten	a = 8.572 (10) Å b = 11.2490 (10) Å c = 12.8000 (10) Å $\alpha = 82.78 (2)^\circ$ $\beta = 84.10 (2)^\circ$ $\gamma = 76.19 (2)^\circ$
Zellvolumen	1185.7 (14) Å ³
Z	2
Dichte ρ (berechnet)	1.480 g/cm ³
Absorptionskoeffizient μ	1.775 mm ⁻¹
F (000)	544
Kristallabmessungen	0.24 x 0.20 x 0.10 mm
θ - Bereich der Datenerfassung	1.61 bis 30.65 °
h, k, l - Grenzen	-12 ≤ h ≤ 12, -16 ≤ k ≤ 16, -17 ≤ l ≤ 17
Gemessene Reflexzahl	14636
Verfeinerungsmethode	Full-matrix least-squares bzgl. F ²
Goodness-of-fit bzgl. F ²	0.987
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R ₁ = 0.0444, wR ₂ = 0.0983
R-Werte (alle Daten)	R ₁ = 0.0823, wR ₂ = 0.1076
Größtes Differenzdichtemaximum und -minimum	0.901 und -0.857 e Å ⁻³

Tabelle 1:
Kristalldaten und Strukturverfeinerung von 70

	x	y	z	U (eq)
C (1)	15747 (3)	127 (2)	2738 (2)	17 (1)
O (1)	17015 (2)	645 (2)	2294 (2)	22 (1)
C (2)	15524 (3)	-975 (2)	2459 (2)	19 (1)
C (3)	14248 (3)	-1461 (2)	2967 (2)	18 (1)
C (4)	13213 (3)	-850 (2)	3739 (2)	16 (1)
O (4)	11952 (2)	-1287(2)	4276(1)	20(1)
C (5)	13436 (3)	273(2)	4015(2)	14(1)
C (6)	14706 (3)	743(2)	3503(2)	15(1)
C (7)	12301 (3)	902(2)	4874(2)	16(1)
N (8)	12767 (2)	1953(2)	5198(2)	17(1)
C (9)	12345 (3)	3144(2)	4732(2)	14(1)
C (10)	13084 (3)	4035(2)	5063(2)	16(1)
C (11)	12704 (3)	5243(2)	4660(2)	15(1)
C (12)	11532 (3)	5654(2)	3909(2)	14(1)
N (13)	11170 (2)	6881(2)	3520(2)	17(1)
C (14)	10066 (3)	7213(2)	2832(2)	21(1)
N (15)	9211 (2)	6488(2)	2489(2)	20(1)
C (16)	9499 (3)	5311(2)	2882(2)	14(1)
C (17)	10760 (3)	4791(2)	3592(2)	13(1)
C (18)	11198 (3)	3534(2)	3989(2)	14(1)
N (19)	8552 (2)	4590(2)	2614(2)	16(1)
C (20)	7089 (3)	5009(2)	2105(2)	16(1)
C (21)	6854 (3)	5984(2)	1296(2)	19(1)
C (22)	5379 (3)	6314(2)	856(2)	22(1)
Br (1)	5035 (1)	7663(1)	-228(1)	33(1)
C (23)	4147 (3)	5708(3)	1166(2)	27(1)
C (24)	4409 (3)	4734(3)	1948(2)	25(1)
C (25)	5863 (3)	4383(2)	2423(2)	20(1)
C (1L)	11621 (3)	685(3)	15(2)	33(1)
O (1L)	11197 (2)	677(2)	-855(2)	31(1)
N (2L)	10947 (3)	1468(2)	678(2)	33(1)
C (3L)	9571 (4)	2425(3)	442(2)	36(1)
C (4L)	11538 (4)	1402(4)	1734(3)	52(1)
O (1W)	8348 (2)	2054(2)	3559(1)	28(1)

Tabelle 2:

Atomkoordinaten ($x 10^4$) und äquivalente isotrope Verschiebungsparameter ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) von 70
 $(U_{eq} = 1/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^*)$

C (1) – C (6)	1.390 (3)
C (1) – O (1)	1.391 (3)
C (1) – C (2)	1.392 (3)
C (2) – C (3)	1.402 (4)
C (3) – C (4)	1.392 (3)
C (4) – O (4)	1.378 (3)
C (4) – C (5)	1.413 (3)
C (5) – C (6)	1.391 (3)
C (5) – C (7)	1.517 (3)
C (7) – N (8)	1.454 (3)
N (8) – C (9)	1.376 (3)
C (9) – C (18)	1.395 (3)
C (9) – C (10)	1.431 (3)
C (10) – C (11)	1.366 (3)
C (11) – C (12)	1.418 (3)
C (12) – N (13)	1.380 (3)
C (12) – C (17)	1.417 (3)
N (13) – C (14)	1.316 (3)
C (14) – N (15)	1.355 (3)
N (15) – C (16)	1.331 (3)
C (16) – N (19)	1.369 (3)
C (16) – C (17)	1.451 (3)
C (17) – C (18)	1.415 (3)
N (19) – C (20)	1.423 (3)
C (20) – C (25)	1.400 (3)
C (20) – C (21)	1.403 (3)
C (21) – C (22)	1.387 (3)
C (22) – C (23)	1.388 (4)
C (22) – Br (1)	1.912 (3)
C (23) – C (24)	1.381 (4)
C (24) – C (25)	1.393 (4)
C (1L) – O (1L)	1.208 (3)
C (1L) – N (2L)	1.294 (4)
N (2L) – C (3L)	1.423 (4)
N (2L) – C (4L)	1.479 (4)

Tabelle 3:
Bindungslängen (Å) von 70

C (6) – C (1) – O (1)	117.2 (2)
C (6) – C (1) – C (2)	120.3 (2)
O (1) – C (1) – C (2)	122.5 (2)
C (1) – C (2) – C (3)	119.3 (2)
C (4) – C (3) – C (2)	120.5 (2)
O (4) – C (4) – C (3)	123.3 (2)
O (4) – C (4) – C (5)	116.6 (2)
C (3) – C (4) – C (5)	120.1 (2)
C (6) – C (5) – C (4)	118.6 (2)
C (6) – C (5) – C (7)	122.8 (2)
C (4) – C (5) – C (7)	118.6 (2)
C (1) – C (6) – C (5)	121.2 (2)
N (8) – C (7) – C (5)	114.1 (2)
C (9) – N (8) – C (7)	125.46 (19)
N (8) – C (9) – C (18)	123.5 (2)
N (8) – C (9) – C (10)	117.80 (19)
C (18) – C (9) – C (10)	118.6 (2)
C (11) – C (10) – C (9)	121.6 (2)
C (10) – C (11) – C (12)	120.4 (2)
N (13) – C (12) – C (17)	122.21 (19)
N (13) – C (12) – C (11)	119.05 (19)
C (17) – C (12) – C (11)	118.7 (2)
C (14) – N (13) – C (12)	116.42 (19)
N (13) – C (14) – N (15)	127.1 (2)
C (16) – N (15) – C (14)	117.5 (2)
N (15) – C (16) – N (19)	118.3 (2)
N (15) – C (16) – C (17)	121.7 (2)
N (19) – C (16) – C (17)	120.0 (2)
C (18) – C (17) – C (12)	120.4 (2)
C (18) – C (17) – C (16)	124.75 (19)
C (12) – C (17) – C (16)	114.81 (19)
C (9) – C (18) – C (17)	120.2 (2)
C (16) – N (19) – C (20)	126.4 (2)
C (25) – C (20) – C (21)	119.6 (2)
C (25) – C (20) – N (19)	117.3 (2)
C (21) – C (20) – N (19)	123.1 (2)
C (22) – C (21) – C (20)	118.1 (2)
C (21) – C (22) – C (23)	122.9 (2)
C (21) – C (22) – Br (1)	118.3 (2)
C (23) – C (22) – Br (1)	118.74 (18)
C (24) – C (23) – C (22)	118.3 (2)
C (23) – C (24) – C (25)	120.7 (2)
C (24) – C (25) – C (20)	120.3 (2)
O (1L) – C (1L) – N (2L)	125.5 (3)
C (1L) – N (2L) – C (3L)	121.9 (2)
C (1L) – N (2L) – C (4L)	121.9 (3)
C (3L) – N (2L) – C (4L)	116.2 (3)

Tabelle 4:
Bindungswinkel (°) von 70

	u11	u22	u33	u23	u13	u12
C (1)	16 (1)	17 (1)	19 (1)	1 (1)	-4 (1)	-8 (1)
O (1)	22 (1)	24 (1)	24 (1)	-6 (1)	3 (1)	-12 (1)
C (2)	24 (1)	19 (1)	16 (1)	-4 (1)	-4 (1)	-6 (1)
C (3)	24 (1)	14 (1)	20 (1)	-4 (1)	-5 (1)	-7 (1)
C (4)	17 (1)	15 (1)	17 (1)	1 (1)	-6 (1)	-8 (1)
O (4)	21 (1)	19 (1)	25 (1)	-5 (1)	1 (1)	-12 (1)
C (5)	12 (1)	12 (1)	18 (1)	-2 (1)	-4 (1)	-3 (1)
C (6)	17 (1)	10 (1)	18 (1)	-1 (1)	-6 (1)	-4 (1)
C (7)	16 (1)	12 (1)	21 (1)	-1 (1)	-5 (1)	-5 (1)
N (8)	19 (1)	13 (1)	21 (1)	-2 (1)	-11 (1)	-3 (1)
C (9)	12 (1)	12 (1)	17 (1)	-4 (1)	0 (1)	-2 (1)
C (10)	12 (1)	19 (1)	18 (1)	-3 (1)	-4 (1)	-6 (1)
C (11)	13 (1)	16 (1)	19 (1)	-6 (1)	-1 (1)	-6 (1)
C (12)	13 (1)	13 (1)	17 (1)	-2 (1)	-2 (1)	-4 (1)
N (13)	20 (1)	13 (1)	21 (1)	-2 (1)	-4 (1)	-7 (1)
C (14)	26 (1)	14 (1)	24 (1)	0 (1)	-7 (1)	-8 (1)
N (15)	23 (1)	15 (1)	24 (1)	1 (1)	-10 (1)	-8 (1)
C (16)	15 (1)	14 (1)	15 (1)	-3 (1)	-1 (1)	-6 (1)
C (17)	13 (1)	14 (1)	14 (1)	-2 (1)	-1 (1)	-5 (1)
C (18)	15 (1)	13 (1)	16 (1)	-4 (1)	-2 (1)	-6 (1)
N (19)	19 (1)	13 (1)	20 (1)	0 (1)	-7 (1)	-7 (1)
C (20)	16 (1)	15 (1)	18 (1)	-6 (1)	-3 (1)	-3 (1)
C (21)	19 (1)	19 (1)	20 (1)	-5 (1)	-4 (1)	-5 (1)
C (22)	25 (1)	18 (1)	22 (1)	-6 (1)	-8 (1)	1 (1)
Br (1)	41 (1)	25 (1)	32 (1)	1 (1)	-21 (1)	-1 (1)
C (23)	17 (1)	31 (1)	33 (2)	-11 (1)	-9 (1)	-1 (1)
C (24)	14 (1)	34 (2)	31 (2)	-10 (1)	-1 (1)	-7 (1)
C (25)	19 (1)	24 (1)	20 (1)	-3 (1)	-3 (1)	-8 (1)
C (1L)	34 (2)	32 (2)	32 (2)	3 (1)	-2 (1)	-9 (1)
O (1L)	28 (1)	36 (1)	28 (1)	-1 (1)	3 (1)	-10 (1)
N (2L)	22 (1)	40 (1)	32 (1)	2 (1)	-4 (1)	0 (1)
C (3L)	39 (2)	33 (2)	31 (2)	-9 (1)	-1 (1)	5 (1)
C (4L)	37 (2)	87 (3)	31 (2)	-10 (2)	-10 (2)	-3 (2)
O (1W)	39 (1)	26 (1)	24 (1)	3 (1)	-11 (1)	-20 (1)

Tabelle 5:

Anisotrope Verschiebungsparameter ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) von 70

Der Exponent des anisotropen Verschiebungsfaktors hat die Formel:

$$-2\pi^2 (h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2hka^* b^* U_{12} + \dots)$$

	x	y	z	U (eq)
H (1)	17580 (40)	280 (30)	1880 (30)	39 (10)
H (2)	16200 (30)	-1410 (30)	1960 (20)	33 (8)
H (3)	14110 (30)	-2200 (20)	2770 (20)	16 (6)
H (4)	11810 (40)	-1980 (30)	3980 (30)	47 (10)
H (6)	14870 (30)	1470 (20)	3670 (20)	21 (7)
H (71)	12200 (30)	310 (20)	5495	5 (5)
H (72)	11220 (30)	1150 (20)	4683	12 (6)
H (8)	13400 (40)	1740 (30)	5620 (30)	37 (9)
H (10)	13850 (30)	3720 (20)	5610 (20)	15 (6)
H (11)	13150 (30)	5850 (30)	4870 (20)	24 (7)
H (14)	9870 (30)	8060 (20)	2540 (20)	17 (6)
H (18)	10700 (30)	3000 (20)	3730 (20)	16 (6)
H (19)	8620 (30)	3960 (20)	2920 (20)	16 (7)
H (21)	7670 (30)	6300 (30)	1000 (20)	25 (7)
H (23)	3090 (30)	6000 (30)	860 (20)	30 (8)
H (24)	3560 (30)	4340 (30)	2220 (20)	26 (7)
H (25)	6080 (30)	3720 (20)	2980 (20)	19 (7)
H (1L)	12479	-22	285	30
H (31L)	9573	3158	471	30
H (32L)	9469	2534	-264	30
H (33L)	8668	2328	953	30
H (41L)	12433	651	1780	30
H (42L)	11781	2240	1897	30
H (43L)	10548	1136	2202	30
H (11W)	8230	1811	4208	30
H (12W)	8105	1591	3173	30

Tabelle 6:
*Wasserstoffkoordinaten ($\times 10^4$) und isotrope
 Verschiebungsparameter ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) von **70***

C (6) – C (1) – C (2) – C (3)	-0.6 (3)
O (1) – C (1) – C (2) – C (3)	177.9 (2)
C (1) – C (2) – C (3) – C (4)	0.1 (3)
C (2) – C (3) – C (4) – C (4)	-179.1 (2)
C (2) – C (3) – C (4) – C (5)	0.3 (3)
O (4) – C (4) – C (5) – C (6)	179.20 (19)
C (3) – C (4) – C (5) – C (6)	-0.3 (3)
O (4) – C (4) – C (5) – C (7)	0.5 (3)
C (3) – C (4) – C (5) – C (7)	-178.9 (2)
O (1) – C (1) – C (6) – C (5)	-177.9 (2)
C (2) – C (1) – C (6) – C (5)	0.7 (3)
C (4) – C (5) – C (6) – C (1)	-0.2 (3)
C (7) – C (5) – C (6) – C (1)	178.4 (2)
C (6) – C (5) – C (7) – N (8)	-6.7 (3)
C (4) – C (5) – C (7) – N (8)	171.92 (19)
C (5) – C (7) – N (8) – C (9)	87.3 (3)
C (7) – N (8) – C (9) – C (18)	10.6 (4)
C (7) – N (8) – C (9) – C (10)	-171.9 (2)
N (8) – C (9) – C (10) – C (11)	-178.4 (2)
C (18) – C (9) – C (10) – C (11)	-0.7 (3)
C (9) – C (10) – C (11) – C (12)	1.2 (4)
C (10) – C (11) – C (12) – N (13)	179.7 (2)
C (10) – C (11) – C (12) – C (17)	0.4 (3)
C (17) – C (12) – N (13) – C (14)	-0.2 (3)
C (11) – C (12) – N (13) – C (14)	-179.5 (2)
C (12) – N (13) – C (14) – N (15)	2.3 (4)
N (13) – C (14) – N (15) – C (16)	0.1 (4)
C (14) – N (15) – C (16) – N (19)	174.5 (2)
C (14) – N (15) – C (16) – C (17)	-4.4 (3)
N (13) – C (12) – C (17) – C (18)	178.3 (2)
C (11) – C (12) – C (17) – C (18)	-2.4 (3)
N (13) – C (12) – C (17) – C (16)	-3.6 (3)
C (11) – C (12) – C (17) – C (16)	175.7 (2)
N (15) – C (16) – C (17) – C (18)	-176.0 (2)
N (19) – C (16) – C (17) – C (18)	5.2 (4)
N (15) – C (16) – C (17) – C (12)	6.0 (3)
N (19) – C (16) – C (17) – C (12)	-172.9 (2)
N (8) – C (9) – C (18) – C (17)	176.2 (2)
C (10) – C (9) – C (18) – C (17)	-1.3 (3)
C (12) – C (17) – C (18) – C (9)	2.9 (3)
C (16) – C (17) – C (18) – C (9)	-175.1 (2)
N (15) – C (16) – N (19) – C (20)	-12.1 (4)
C (17) – C (16) – N (19) – C (20)	166.8 (2)
C (16) – N (19) – C (20) – C (25)	-143.0 (2)
C (16) – N (19) – C (20) – C (21)	38.7 (4)
C (25) – C (20) – C (21) – C (22)	1.7 (3)
N (19) – C (20) – C (21) – C (22)	180.0 (2)
C (20) – C (21) – C (22) – C (23)	-1.4 (4)
C (20) – C (21) – C (22) – Br (1)	178.81 (17)

C (21) – C (22) – C (23) – C (24)	0.1 (4)
Br (1) – C (22) – C (23) – C (24)	179.9 (2)
C (22) – C (23) – C (24) – C (25)	1.0 (4)
C (23) – C (24) – C (25) – C (20)	-0.7 (4)
C (21) – C (20) – C (25) – C (24)	-0.7 (4)
N (19) – C (20) – C (25) – C (24)	-179.1 (2)
O (1L) – C (1L) – N (2L) – C (3L)	0.9 (5)
O (1L) – C (1L) – N (2L) – C (4L)	179.4 (3)

Tabelle 7:
Torsionswinkel (°) von 70

D-H...A	D-H	H...A	D...A	DHA-Winkel	Sym.op. für A
O1-H1...O1L	0.77 (3)	1.88 (4)	2.641 (3)	174. (4)	3-x, -y, -z
O4-H4...N13	0.95 (3)	1.69 (3)	2.632 (3)	169. (3)	x, -1+y, z
N19-H19...O1W	0.76 (3)	2.25 (3)	2.994 (3)	165. (3)	x, y, z
O1W-H11W...O4	0.85	1.96	2.802 (3)	177.	2-x, -y, 1-z
O1W-H12W...O1	0.83	2.06	2.886 (3)	168.	-1+x, y, z

Tabelle 8:
Intra- und intermolekulare Bindungen von 70