

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 548.73:547.221'412.3'546.34

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
1,5-БИС-(4',4',4'-ТРИФТОР-1'-МЕТИЛ-3'-ОКСО-БУТ-1'-ЕНИЛАМИНО)-3-ОКСАПЕНТАНА

© 2011 П. А. Слепухин, Н. С. Болтачева, В. И. Филякова*, В. Н. Чарушин

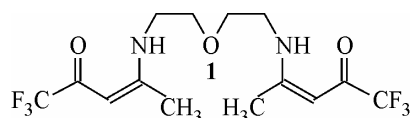
Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского УрО РАН, Екатеринбург

Статья поступила 4 марта 2010 г.

Методом РСА определены особенности молекулярной и кристаллической структур 1,5-бис-(4',4',4'-трифтор-1'-метил-3'-оксо-бут-1'-ениламино)-3-оксапентана.

Ключевые слова: 1,5-бис-(4',4',4'-трифтор-1'-метил-3'-оксо-бут-1'-ениламино)-3-оксапентан, рентгеноструктурный анализ.

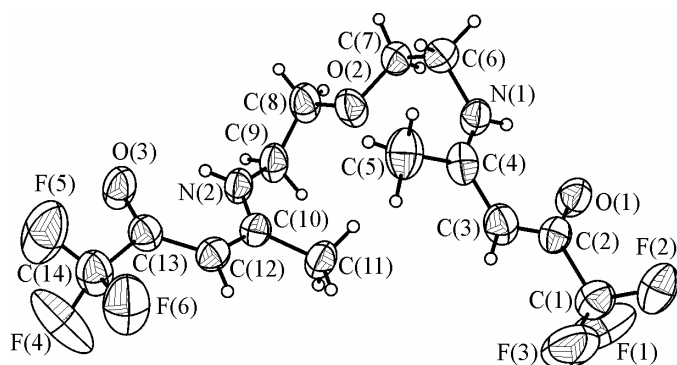
Ранее мы сообщали о синтезе новых типов лигандов: фторированных бис-енаминокетонов, в которых атомы азота енаминокетонных фрагментов соединены конформационно подвижными полиэфирными спейсерами [1]. Однако выяснить особенности молекулярных и кристаллических структур указанных лигандов не удалось из-за сложности получения монокристаллических образцов, пригодных для РСА. В КБСД сведений о подобных структурах не обнаружено. Настоящая работа посвящена рентгеноструктурному исследованию 1,5-бис-(4',4',4'-трифтор-1'-метил-3'-оксо-бут-1'-ениламино)-3-оксапентана **1**.



Методика синтеза, данные элементного анализа, ИК и ЯМР ^1H и ^{19}F спектроскопии бис-енаминокетона **1** представлены в [1]. Монокристаллы **1** получены кристаллизацией из раствора хлороформ—гексан (1:3). Рентгеноструктурное исследование выполнено на рентгеновском дифрактометре Xcalibur-3 с CCD-детектором по стандартной процедуре ($\lambda\text{MoK}\alpha$, графитовый монокроматор, ω -сканирование, 295(2) К). Поправка на поглощение не вводилась. Структура соединения расшифрована прямым методом и уточнена с использованием пакета программ SHELX [2] в анизотропном (изотропном для атомов водорода) приближении. Результаты РСА зарегистрированы в Кембриджском центре кристаллографических данных под номером CCDC 779263. Эти материалы могут быть запрошены по адресу www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif.

Основные параметры структурного эксперимента: сингония триклинная, пространственная группа $P-1$, $a = 5,1747(3)$, $b = 10,7796(6)$, $c = 15,7646(8)$ Å; $\alpha = 95,673(7)$, $\beta = 99,420(5)$, $\gamma = 99,253(5)^\circ$; $V = 849,12(8)$ Å³, брутто-формула $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{F}_6\text{N}_2\text{O}_3$ (для $Z = 2$), $M = 376,30$ г/моль, $d_{\text{ввч}} = 1,472$ г/см³, $\mu = 0,146$ мм⁻¹. Область сканирования: $31,70 \geq \theta \geq 2,64^\circ$, количество измеренных отражений 4989 ($R_{\text{int}} = 0,0175$), из них 2599 с $I > 2\sigma(I)$, полнота сканирования 98,6 % (для $\theta \leq 26,00^\circ$), число уточняемых параметров 298, $S = 1,001$. Окончательные R -факторы: $R_1 = 0,0499$, $wR_2 = 0,1526$ (по отражениям с $I > 2\sigma(I)$), $R_1 = 0,0917$, $wR_2 = 0,1660$ (по всем отражениям). Пики остаточной электронной плотности: $\Delta\rho = 0,313$ и $-0,312$ е·Å⁻³.

* E-mail: vif@ios.uran.ru



Молекула соединения в тепловых эллипсоидах 50 % вероятности

Согласно результатам РСА (см. рисунок), молекула соединения **1** располагается в общей позиции и включает в себя две енаминокетонные группировки с близкими геометрическими параметрами. Атомы каждой из енаминокетонных пентад лежат практически в одной плоскости, с отклонением $< 0,020 \text{ \AA}$. Наличие сопряжения приводит к выравниванию связей С—С в енаминокетонных фрагментах, тем не менее, соотношение длин связей С—О и С—N, а также локализация протона при атоме азота однозначно указывают на существование данных фрагментов в форме енаминокетонов. Молекулярная упаковка формируется посредством системы трехцентровых водородных связей между NH-группами и атомами кислорода кетонных фрагментов соседних молекул. В результате формируются зигзагообразные полимерные ленты, вытянутые параллельно вектору $(b+c)$.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы "Государственная поддержка ведущих научных школ" (грант № НШ-65261.2010.3).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Boltachova N.S., Fedorova O.V., Ovchinnikova I.G. et al. // J. Fluorine Chem. – 2007. – **128**. – P. 762. (DOI <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfluchem.2007.04.017>).
2. Sheldrich G.M. SHELX-97, release 97-2. Program for the Solution and Refinement of Crystal Structures. University of Goettingen, Germany, 1997.