

## КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.854

## КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА 4,5-БИС-ФЕНИЛ-8а-ФЕНИЛ-3,4,4а,5,6,8а-ГЕКСАГИДРО-1Н,8Н-ПИРИМИДО[4.5-d]ПИРИМИДИН-2,7-ДИОНА

© 2010 М.М. Курбанова<sup>1\*</sup>, А.В. Курбанов<sup>1</sup>, А.Б. Новрузова<sup>1</sup>,  
В.Н. Хрусталева<sup>2</sup>, А.М. Магеррамов<sup>1</sup><sup>1</sup>Бакинский государственный университет<sup>2</sup>Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова, Москва

Статья поступила 13 ноября 2009 г.

С доработки — 22 декабря 2009 г.

Методом РСА определена кристаллическая структура 4,5-бис-фенил-8а-фенил-3,4,4а,5,6,8а-гексагидро-1Н,8Н-пиримидо[4.5-d]пиримидин-2,7-диона и выявлены ее конформационные особенности.

**Ключевые слова:** кристаллическая структура, 4,5-бис-фенил-8а-фенил-3,4,4а,5,6,8а-гексагидро-1Н,8Н-пиримидо[4.5-d]пиримидин-2,7-дион.

Как известно, многокомпонентные реакции стали постоянно развивающимся методом получения новых биологически активных соединений и лекарственных средств. С участием трех или более соединений они формируют новый продукт, содержащий основные структурные части всех исходных молекул.

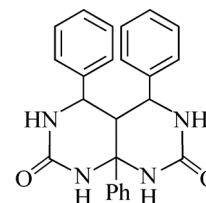
Учитывая вышеизложенное, мы задались целью продолжить исследования по модификации реакции Биджинелли с использованием ароматических кетонов. В качестве ароматических кетонов для исследования был выбран ацетофенон [1]. Конденсация бензальдегида, ацетофенона и карбамида в изопропиловом спирте в присутствии концентрированной HCl привела к образованию 4,5-бис-фенил-8а-фенил-3,4,4а,5,6,8а-гексагидро-1Н,8Н-пиримидо[4.5-d]пиримидин-2,7-диона (I).

В настоящей работе описан рентгеноструктурный анализ 4,5-бис-фенил-8а-фенил-3,4,4а,5,6,8а-гексагидро-1Н,8Н-пиримидо[4.5-d]пиримидин-2,7-диона (I).

**Экспериментальная часть.** Синтез соединения I описан в работе [1]. Кристалл для РСА получен двукратной кристаллизацией соединения I из этанола. Рентгеноструктурное исследование соединения I проведено на дифрактометре Bruker SMART APEX II CCD ( $T = 296$  К,  $\lambda$ MoK $_{\alpha}$ -излучение, графитовый монохроматор,  $\varphi$ - и  $\omega$ -сканирование,  $2\theta_{\max} = 56^\circ$ ).

Кристаллы моногидрата соединения I ( $C_{24}H_{22}N_4O_2 \cdot H_2O$ ,  $M_r = 416,47$ ) белые,  $T_{\text{пл}} = 165\text{—}167^\circ\text{C}$ , кубического габитуса, размер  $0,30 \times 0,30 \times 0,30$  мм, моноклинные:  $a = 11,2789(12)$ ,  $b = 17,4774(19)$ ,  $c = 10,5751(11)$  Å,  $\beta = 94,719(2)^\circ$ ,  $V = 2077,6(4)$  Å<sup>3</sup>, пространственная группа  $P2_1/c$ ,  $Z = 4$ ,  $d_x = 1,332$  г/см<sup>3</sup>,  $\mu = 0,090$  мм<sup>-1</sup>. Измерены интенсивности 23736 отражений (5127 независимых отражений,  $R_{\text{int}} = 0,025$ ), для которых введена полуэмпирическая поправка на поглощение с помощью программы SADABS [2].

Структура соединения I расшифрована прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристалл соединения I со-



\* E-mail: mkurbanova72@mail.ru

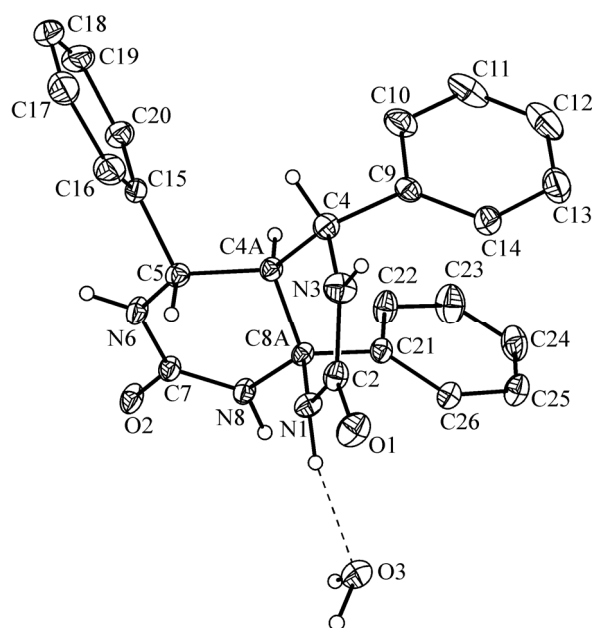


Рис. 1. Молекулярная структура моногидрата соединения **I**. Альтернативная позиция разупорядоченной молекулы воды с меньшей заселенностью не представлена. В молекуле **I** приведены только атомы водорода аминогрупп, а также атомы водорода при асимметрических атомах углерода. Штриховой линией показана межмолекулярная водородная связь

держит сольватную молекулу воды, разупорядоченную по двум положениям с заселенностями 0,7:0,3. Атомы водорода аминогрупп и сольватной молекулы воды выявлены объективно в разностных синтесах Фурье и включены в уточнение с фиксированными позиционными и изотропными тепловыми параметрами ( $U_{\text{экр}}(\text{H}) = 1,5U_{\text{экр}}(\text{O})$  и  $U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{экр}}(\text{N})$ ). Координаты остальных атомов водорода рассчитаны из геометрических соображений и уточнены по модели "наездника" с тепловыми параметрами ( $U_{\text{экр}}(\text{H}) = 1,5U_{\text{экр}}(\text{C})$  для групп  $\text{CH}_3$  и  $U_{\text{экр}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{экр}}(\text{C})$  для всех остальных групп). Окончательные значения факторов расходимости равны  $R_1 = 0,041$  для 4084 независимых отражений с  $I > 2\sigma(I)$  и  $wR_2 = 0,111$  для всех независимых отражений. Все расчеты проведены с помощью комплекса программ SHELXTL [3].

Структура **I** депонирована в Кембриджском банке структурных данных (номер депонирования CCDC 732855).

**Обсуждение результатов.** Строение и кристаллическая упаковка моногидрата соединения **I** показаны на рис. 1 и 2, длины связей и валентные углы в молекуле **I** приведены в табл. 1.

Бициклическая система молекулы **I** образована двумя *цис*-сочлененными по связи C(4a)—C(8a) гексагидропиримидиновыми циклами (торсионный угол H(4a)—C(4a)—C(8a)—C(21) равен  $48,2^\circ$ ) (см. рис. 1). Оба шестичленных цикла имеют конформацию *софы* (отклонения атома C(4a) от средних плоскостей C(8a)N(1)C(2)N(3)C(4) (плоскость *A*) и C(5)N(6)C(7)N(8)C(8a) (плоскость *B*) равны  $-0,611$  и  $0,680 \text{ \AA}$  соответственно). Интересно отметить, что атом кислорода O(1) существенно выходит из плоскости *A* (отклонение составляет  $0,137 \text{ \AA}$ ), в то время как атом кислорода O(2) фактически лежит в аналогичной плоскости *B* (отклонение составляет меньше  $0,001 \text{ \AA}$ ). Этот факт, по-видимому, объясняется искажением планарно-тригональной конфигурации атома азота N(1) (сумма валентных углов при атоме азота N(1) равна  $355,4^\circ$ ), участвующей

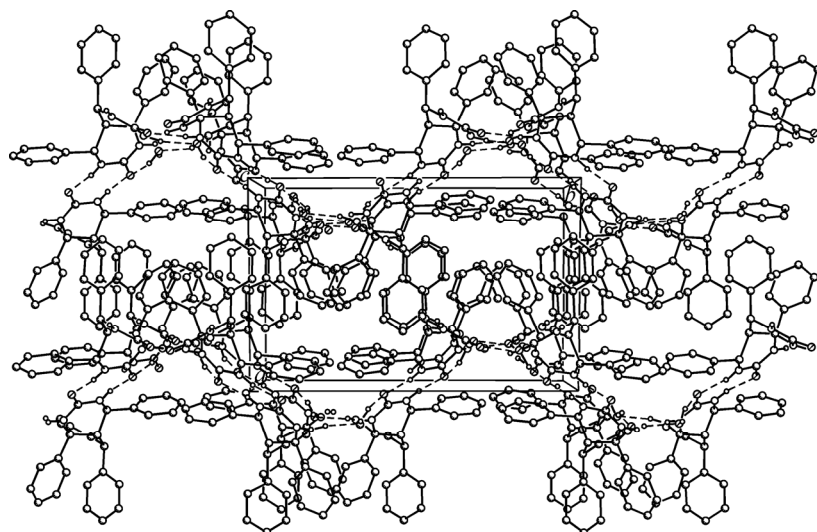


Рис. 2. Водородные связи и упаковка молекул соединения **I** в кристалле (водородные связи показаны штриховыми линиями)

Т а б л и ц а 1

Основные межатомные расстояния  $d$  (Å) и валентные углы  $\omega$  (град.) для молекулы **I**

Связь	$d$	Связь	$d$	Связь	$d$
O(1)—C(2)	1,2361(14)	N(3)—C(4)	1,4481(16)	N(6)—C(7)	1,3447(15)
O(2)—C(7)	1,2435(14)	C(4)—C(4a)	1,5418(14)	C(7)—N(8)	1,3460(14)
N(1)—C(2)	1,3492(15)	C(4a)—C(5)	1,5422(15)	N(8)—C(8a)	1,4639(13)
N(1)—C(8a)	1,4565(14)	C(4a)—C(8a)	1,5414(15)		
C(2)—N(3)	1,3529(17)	C(5)—N(6)	1,4555(14)		
Угол	$\omega$	Угол	$\omega$	Угол	$\omega$
C(2)—N(1)—C(8a)	124,51(10)	C(4)—C(4a)—C(8a)	111,11(8)	C(7)—N(8)—C(8a)	126,35(9)
N(1)—C(2)—N(3)	117,56(10)	C(5)—C(4a)—C(8a)	108,38(9)	N(1)—C(8a)—C(4a)	107,30(8)
C(2)—N(3)—C(4)	125,98(10)	C(4a)—C(5)—N(6)	108,00(9)	N(1)—C(8a)—N(8)	108,46(9)
N(3)—C(4)—C(4a)	109,28(9)	C(5)—N(6)—C(7)	123,06(9)	C(4a)—C(8a)—N(8)	109,52(8)
C(4)—C(4a)—C(5)	112,11(9)	N(6)—C(7)—N(8)	117,54(10)		

шего в образовании межмолекулярной водородной связи с сольватной молекулой воды (см. ниже). Планарно-тригональные конфигурации же остальных атомов азота N(3), N(6) и N(8) фактически не искажены (суммы валентных углов при атомах азота N(3), N(6) и N(8) равны 359,4, 360,0 и 360,0° соответственно). Фенильные заместители при атомах углерода C(4) и C(5) ориентированы, соответственно, псевдоаксиально и псевдоэкваториально. Фенильный заместитель при атоме углерода C(8a) занимает псевдоаксиальное положение по отношению к пиримидиновому циклу N(1)C(2)N(3)C(4)C(4a)C(8a) и псевдоэкваториальное положение по отношению к пиримидиновому циклу C(4a)C(5)N(6)C(7)N(8)C(8a).

Соединение **I** является диастереомером с четырьмя асимметрическими центрами при атомах углерода C(4), C(4a), C(5) и C(8a). Кристалл соединения **I** представляет рацемат с относительной конфигурацией хиральных атомов — *rac*-4*R*\*,4*aR*\*,5*R*\*,8*aS*\*.

В кристалле молекулы **I** объединены в гофрированные слои, параллельные плоскости OYZ, посредством водородных связей как напрямую между собой, так и через сольватную молекулу воды (см. рис. 2, табл. 2). Следует заметить, что аминогруппа >N(3)H в образовании водородных связей участия не принимает.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Курбанова М.М. // Азербайджан. химич. журн. – 2007. – № 1. – С. 183.
2. Sheldrick G.M. // SADABS, v. 2.03, Bruker Siemens Area Detector Absorption Correction Program, Bruker AXS, Madison, Wisconsin, USA, 2003.
3. Sheldrick G.M. // SHELXTL, v. 6.12, Structure Determination Software Suite, Bruker AXS, Madison, Wisconsin, USA, 2001.

Т а б л и ц а 2

Параметры водородных связей ( $d$ , Å и  $\omega$ , град.) в моногидрате соединения **I**\*

Параметр	$d(D-H)$	$d(H...A)$	$d(D...A)$	$\omega(D-H...A)$
N(1)—H(1N)...O(3)	0,91	1,94	2,829(2)	167
N(1)—H(1N)...O(3')	0,91	1,75	2,657(2)	178
N(6)—H(6N)...O(2)#1	0,92	1,99	2,902(2)	167
N(8)—H(8N)...O(1)#2	0,90	2,11	2,975(2)	160
O(3)—H(3A)...O(2)#3	0,98	1,83	2,753(2)	155
O(3')—H(3A)...O(2)#3	0,96	1,83	2,756(2)	161
O(3)—H(3B)...O(1)#2	0,95	1,92	2,756(2)	147
O(3')—H(3B)...O(1)#2	0,96	1,92	2,754(2)	144

\* D — протонодонор, A — протоноакцептор.

Примечание. Симметрические преобразования для эквивалентных атомов: #1  $-x, -y, -z+2$ ; #2  $x, -y+1/2, z+1/2$ ; #3  $x, -y+1/2, z-1/2$ .