

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.796.1

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА
9-(ФУРАН-2-ИЛ)-4,5,6,7,8,9-ГЕКСАГИДРО-[1,2,3,4]ТЕТРАЗОЛО[5,1-*b*]ХИНАЗОЛИНАА.А. Матвеева¹, П.В. Решетов², А.П. Кривенько¹¹Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского

E-mail: annamatveeva2008@yandex.ru

²Саратовский государственный медицинский университет им. В.И. Разумовского

Статья поступила 5 июня 2012 г.

С доработки — 7 июля 2012 г.

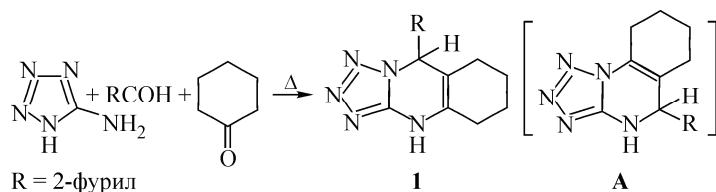
Методом РСА определены кристаллическая структура и конформационные особенности 9-(фуран-2-ил)-4,5,6,7,8,9-гексагидро[1,2,3,4]тетразоло[5,1-*b*]хиназолина, полученного трехкомпонентной циклоконденсацией фурфурола, 5-амино-1Н-1,2,3,4-тетразола и циклогексанона.

Ключевые слова: рентгеноструктурный анализ, кристаллическая структура, 9-(фуран-2-ил)-4,5,6,7,8,9-гексагидро[1,2,3,4]тетразоло[5,1-*b*]хиназолин.

Ранее нами при конденсации фурфурилиден(бензилиден)циклогексанонов с 5-амино-1Н-1,2,3,4-тетразолом были получены смеси региоизомерных гексагидротетразолохиназолинов, спектрально отнесенные к изомерам с линейным (мажорные продукты) и угловым сочленением колец [1].

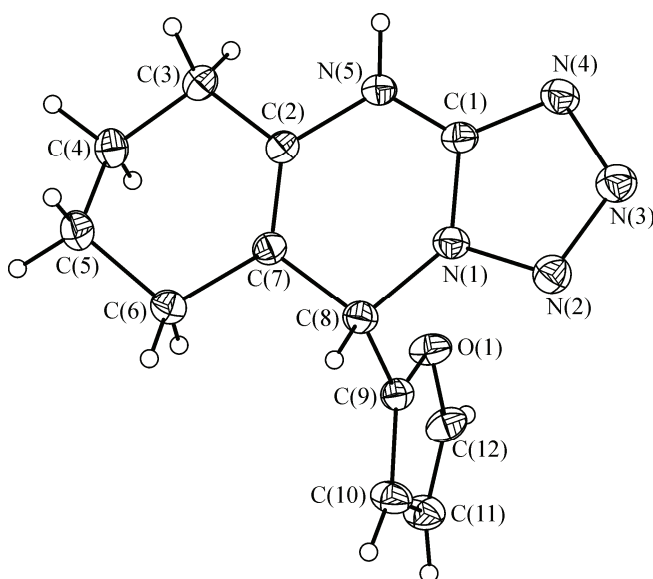
В настоящее время многокомпонентные реакции широко используются для построения гетероциклических систем (в том числе биологически активных) и позволяют сохранить в продукте структурные части исходных молекул [2, 3].

Используя эту методологию нами при трехкомпонентной циклоконденсации фурфурола, 5-амино-1Н-1,2,3,4-тетразола и циклогексанона синтезирован только линейный изомер 9-(фуран-2-ил)-4,5,6,7,8,9-гексагидро[1,2,3,4]тетразоло[5,1-*b*]хиназолин (**1**), сочетающий в своей структуре фармакофорные фрагменты и группы и перспективный для испытания биоактивности. Альтернативный продукт углового строения **A** зафиксирован не был. Установление молекулярной структуры соединения **1** на основании данных ЯМР ¹H не представлялось возможным.



Для однозначного установления строения, конформационных особенностей и кристаллической структуры соединения **1** проведен его рентгеноструктурный анализ, описанный в настоящей работе.

Экспериментальная часть. Синтез соединения **1** описан в работе [1]. Кристалл для РСА получен кристаллизацией соединения **1** из раствора ДМФА:PrⁱОН (1:1). Рентгенодифракцион-



Общий вид соединения **1** в кристалле. Атомы представлены эллипсоидами тепловых колебаний ($p = 50\%$)

ное исследование проведено на дифрактометре SMART 1000 CCD (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор, ω -сканирование).

Кристалл соединения **1** ($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}$, $M = 243,27$) бесцветный, в форме призмы размером $0,30 \times 0,20 \times 0,19$ мм, моноклинный: $a = 22,9112(16)$, $b = 11,2329(8)$, $c = 19,6686(14)$ Å, $\beta = 114,8450(10)^\circ$, $V = 4593,4(6)$ Å³, пространственная группа $C2/c$, $Z = 16$, $d_{\text{выч}} = 1,407$ г·см⁻³, $\mu = 0,96$ см⁻¹. Число измеренных отражений 26285, число независимых отражений

6675, $R_1 = 0,046$ ($wR_2 = 0,132$) для 5693 отражений с $I > 2\sigma(I)$, GOOF = 1,005.

Структура соединения **1** расшифрована прямым методом и уточнена МНК в анизотропном полноматричном приближении по F_{hkl}^2 . Атомы водорода N—H локализованы из разностных Фурье синтезов электронной плотности и уточнены в изотропном приближении. Атомы водорода C—H уточнены в модели "наездника". Все расчеты проведены по комплексу программ SHELXTL PLUS [4].

Полные данные PCA депонированы в Кембриджском банке структурных данных (номер депонирования CCDC 843484).

Обсуждение результатов. Строение и кристаллическая структура соединения **1** показаны на рисунке, длины связей и валентные углы приведены в таблице.

Молекула имеет жесткую трициклическую систему, состоящую из линейно сочлененных тетразольного, дигидропиримидинового и циклогексенового циклов. Фурильный заместитель

Основные межатомные расстояния d (Å) и валентные углы ω (град.) для соединения **1**

Связь	d	Связь	d	Связь	d
N(1)—C(1)	1,3426(12)	N(5)—C(2)	1,4132(13)	N(4)—C(1)	1,3318(13)
N(1)—N(2)	1,3641(12)	C(2)—C(7)	1,3391(14)	N(5)—C(1)	1,3447(13)
N(1)—C(8)	1,4669(12)	C(2)—C(3)	1,5001(14)	C(5)—C(6)	1,5230(15)
N(2)—N(3)	1,2923(12)	C(3)—C(4)	1,5278(15)	C(6)—C(7)	1,5071(14)
N(3)—N(4)	1,3717(12)	C(4)—C(5)	1,5213(17)	C(7)—C(8)	1,5144(14)
Угол	ω	Угол	ω	Угол	ω
C(1)—N(1)—N(2)	108,29(8)	C(1)—N(5)—C(2)	117,90(8)	C(2)—C(7)—C(6)	121,88(9)
C(1)—N(1)—C(8)	126,38(8)	C(1)—N(5)—H(5N)	120,6(10)	C(2)—C(7)—C(8)	122,99(9)
N(2)—N(1)—C(8)	125,10(8)	C(2)—N(5)—H(5N)	119,4(10)	C(6)—C(7)—C(8)	115,07(9)
N(3)—N(2)—N(1)	106,29(8)	N(4)—C(1)—N(1)	108,82(9)	N(1)—C(8)—C(9)	111,36(8)
N(2)—N(3)—N(4)	111,37(8)	N(4)—C(1)—N(5)	129,81(9)	N(1)—C(8)—C(7)	107,41(8)
C(1)—N(4)—N(3)	105,23(8)	N(1)—C(1)—N(5)	121,37(9)	C(9)—C(8)—C(7)	111,25(8)
C(7)—C(2)—C(3)	124,40(9)	C(7)—C(2)—N(5)	122,02(9)	C(5)—C(4)—C(3)	110,81(9)
N(5)—C(2)—C(3)	113,57(8)	C(4)—C(5)—C(6)	110,44(9)	C(10)—C(9)—C(8)	133,22(10)
C(2)—C(3)—C(4)	112,32(9)	C(7)—C(6)—C(5)	111,17(9)	O(1)—C(9)—C(8)	115,75(8)

расположен практически перпендикулярно к плоскости дигидропиримидинового цикла (угол между соответствующими плоскостями равен $108,0^\circ$) и ориентирован псевдоэкваториально ($C(2)-C(7)-C(8)-C(9) = -112,4(4)^\circ$).

Циклогексеновое кольцо находится в форме искаженного *полукресла*. Фрагмент его "насыщенной" части приближен к конфигурации циклогексанового кольца — торсионный угол $C(3)-C(4)-C(5)-C(6)$ составляет $-61,95(12)^\circ$. Фрагмент кольца в области двойной связи почти выплощен: торсионный угол $C(3)-C(2)-C(7)-C(6)$ равен $1,25(16)^\circ$. Торсионный угол $C(2)-N(5)-C(1)-N(1)$ составляет $6,98(14)^\circ$, что свидетельствует о сопряжении тетразольного цикла и аминогруппы. Наличие атома водорода при азоте N(5) с длиной связи $N(5)-H(5N)$ $0,881(17)$ Å подтверждает енаминную, а не альтернативную иминную форму гидропиримидинового кольца. Отклонение атома C8 от плоскости остальных атомов пиримидинового цикла составляет $0,65$ Å. Между атомами $C(2)-C(7)$ имеется двойная связь длиной $1,34$ Å. В кристалле обнаружено образование межмолекулярной водородной связи $N(5)-H(5N)\dots N(4)$ ($NH\dots N$ $2,064$ Å).

Таким образом, данные РСА однозначно свидетельствуют о направленном формировании при трехкомпонентном синтезе NH-гексагидротетразолохиназолина с линейным сочленением колец, что создает перспективу синтеза таким путем родственно построенных систем.

Авторы признательны к.х.н. И.С. Бушмаринову (ИНЭОС) за помощь в установлении молекулярной структуры тетразолахиназолина **1**.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Матвеева А.А.* // Изв. вузов. Прикладная химия и биотехнология. – 2011. – № 6. – С. 20.
2. *Zeng L.-Y., Cai C.* // J. Comb. Chem. – 2010. – **12**. – P. 35.
3. *Desenko S.M., Gladkov E.S., Komykhov S.A., Shishkin O.V., Orlov V.D.* // Chem. Heterocyclic Compounds. – 2001. – **6**. – P. 747.
4. *Sheldrick G.* // Acta Crystallogr. Sect. A. – 2008. – **64**. – P. 112.