

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.281:546.47:547.384

СТРОЕНИЕ МЕТИЛОВОГО ЭФИРА 4-МЕТИЛ-3,5-ДИОКСО-1-ФЕНИЛ-2-ОКСАСПИРО[5.5]УНДЕКАН-4-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

© 2010 Н.Ф. Кириллов^{1*}, В.С. Мелехин¹, З.Г. Алиев²¹Пермский государственный университет²Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка

Статья поступила 23 сентября 2009 г.

Рентгеноструктурное исследование кристаллов метилового эфира 4-метил-3,5-диоксо-1-фенил-2-оксаспиро[5.5]ундекан-4-карбоновой кислоты показало, что фенильный и метоксикарбонильный заместители находятся в экваториальной позиции по одну сторону диоксопиранового цикла, который имеет конформацию скрученной ванны.

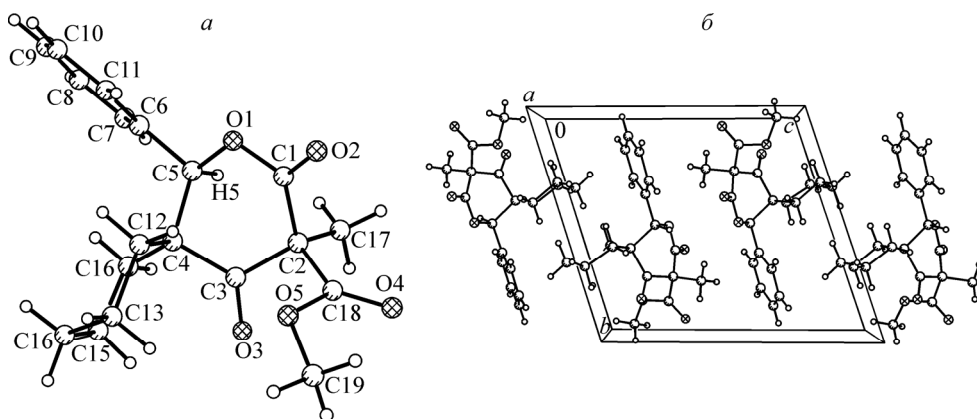
Ключевые слова: диоксопираны, спирогетероциклы, цинкеноляты, рентгеноструктурный анализ.

Взаимодействие диметилового эфира 2-(1-бромциклогексилкарбонил)-2-метилмалоновой кислоты с цинком и бензальдегидом привело к образованию метилового эфира 4-метил-3,5-диоксо-1-фенил-2-оксаспиро[5.5]ундекан-4-карбоновой кислоты, выделенного в виде одного изомера.

Для изучения пространственного строения синтезированного соединения нами было проведено рентгеноструктурное исследование этого соединения. Бесцветные хорошо ограненные в виде четырехгранных призм кристаллы $C_{19}H_{22}O_5$ принадлежат к триклинной сингонии: $a = 6,530(1)$, $b = 11,106(1)$, $c = 12,526(1)$ Å, $\alpha = 71,94(1)$, $\beta = 88,03(1)$, $\gamma = 86,50(1)^\circ$, $V = 861,9(2)$ Å³, $M = 330,37$, $d_{\text{выч}} = 1,273$ г/см³, $Z = 2$, пространственная группа $P-1$. Набор экспериментальных отражений получен в автоматическом четырехкружном дифрактометре KM-4 (KUMA DIFFRACTION) с χ -геометрией методом $\omega/2\theta$ -сканирования на монохроматизированном MoK_α -излучении ($2\theta \leq 50^\circ$). Всего измерено 3578 отражений, из которых 2720 независимых ($R(\text{int}) = 0,0310$). Поправки на поглощение не вводили ($\mu = 0,092$ мм⁻¹). Структура определена прямым методом по программе SIR92 [4] с последующей серией расчетов карт электронной плотности. Атомы водорода заданы геометрически. Полноматричное анизотропное (неводородных атомов) уточнение МНК по программе SHELXL-97 [5] завершено при $R_1 = 0,0443$ и $wR_2 = 0,1261$ по 2383 отражениям с $I \geq 2\sigma(I)$ и $R_1 = 0,0497$ по всем 3578 отражениям. Уточняемых параметров 217; $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,208$, $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,267$ Å⁻³; GOOF 1,044.

Общий вид молекулы показан на рисунке. Пирановый цикл имеет конформацию скрученной ванны. Фенильный и метоксикарбонильный заместители находятся в экваториальной позиции. Плоскость метоксикарбонильной группы бисектрально ориентирована относительно гетероцикла. Плоскость фенильного кольца образует с плоскостью атомов O1, C4 и C5 угол $72,3^\circ$, а торсионный угол O1C5C6C7 равен $138,9^\circ$. Все длины связей и валентные углы находятся в пределах обычных для соответствующих атомов значений [1] и хорошо согласуются с результатами других структурно исследованных диоксопиранов [2, 3]. В таблице приведены длины связей в пирановом гетероцикле. Существенно укороченных межмолекулярных контактов в кристалле не обнаружено.

* E-mail: kirillov@psu.ru



Общий вид молекулы

Длины связей в пирановом кольце и его заместителях d (Å)

Связь	d	Связь	d	Связь	d	Связь	d
O(1)—C(1)	1,343(2)	C(2)—C(18)	1,525(2)	O(1)—C(5)	1,461(2)	C(2)—C(3)	1,537(2)
O(2)—C(1)	1,197(2)	C(2)—C(17)	1,543(2)	O(3)—C(3)	1,206(2)	C(3)—C(4)	1,519(2)
O(4)—C(18)	1,193(2)	C(4)—C(16)	1,535(2)	C(4)—C(12)	1,546(2)	C(4)—C(5)	1,559(2)
C(1)—C(2)	1,525(2)	C(5)—C(6)	1,509(2)				

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 07-03-96035).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Allen F.H., Kennard O., Watson D.G. et al. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. – 1987. – **12**. – P. S1 – S19.
2. Sofiyev V., Navarro G., Trauner D. // Org. Lett. – 2008. – **10**, N 1. – P. 149.
3. Souza L.C., Imbroisi D.O., De Simone C.A. et al. // Acta Crystallogr. – **E65**. – 2009. – P. o250.
4. Altomare A., Casciarano G., Giacovazzo C., Gualardi A. // J. Appl. Cryst. – 1993. – **26**. – P. 343.
5. Sheldrick G.M. Shelxl-97. Programs for Crystal Structure Analysis. – University of Gottingen, Germany, 1997.