

Координаты ($\times 10^4$) и эквивалентные изотропные параметры смещения атомов ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) для соединения **1**

Атом	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	U_{eq}^*	Атом	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	U_{eq}^*
O1	-2681,0(12)	6482,3(8)	3178,9(6)	19,8(2)	C6	-4474,8(19)	5166,3(12)	5156,5(8)	21,6(3)
O2	-847,8(13)	6719,8(8)	2047,5(6)	24,8(2)	C7	-6004(2)	5258,4(12)	5659,5(9)	27,6(3)
O3	2849,5(15)	2719,6(8)	4564,4(6)	27,2(2)	C8	-7335(2)	6032,3(13)	5443,4(9)	29,7(3)
O4	4737,5(15)	1380,2(8)	4271,9(7)	30,2(3)	C9	-7152(2)	6710,5(12)	4720,9(8)	26,0(3)
N1	1423,9(15)	5084,8(9)	2927,1(7)	18,8(2)	C10	-5626,7(19)	6629,0(11)	4220,9(8)	21,1(3)
N2	2302,5(16)	4291,2(9)	3380,1(7)	19,5(3)	C11	3953,6(17)	3932,8(11)	3091,4(8)	17,5(3)
N3	4110,1(16)	2330,9(9)	4140,2(7)	21,1(3)	C12	4785,6(19)	4493,1(11)	2403,7(8)	20,0(3)
C1	-1134,2(17)	6267,1(10)	2724,9(8)	18,9(3)	C13	6439,6(19)	4161,5(11)	2108,9(9)	21,3(3)
C2	-104,5(18)	5425,7(11)	3226,8(8)	18,6(3)	C14	7356,4(19)	3266,1(12)	2495,4(9)	23,6(3)
C3	-1174,1(18)	5160,2(11)	3967,7(8)	19,2(3)	C15	6569,7(19)	2688,8(11)	3163,0(9)	21,8(3)
C4	-2675,3(18)	5784,7(10)	3909,0(8)	18,1(3)	C16	4882,7(19)	3006,6(11)	3453,7(8)	19,3(3)
C5	-4272,6(18)	5863,7(11)	4433,8(8)	18,6(3)					

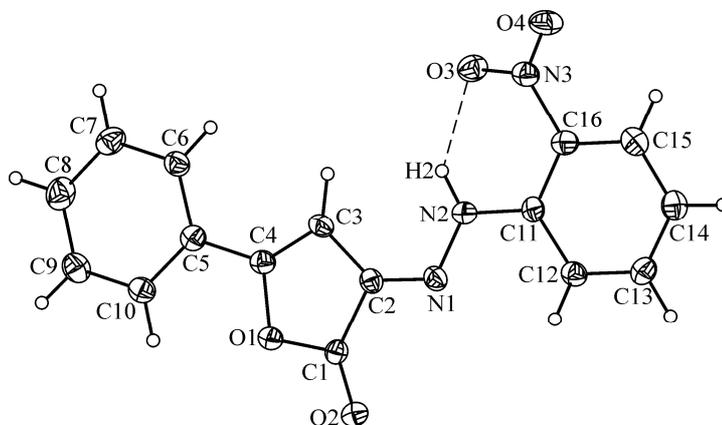
* U_{eq} определяется как 1/3 следа ортогонализированного тензора U_{ij} .

$\gamma = 90,00^\circ$, $V = 1373,71(3) \text{\AA}^3$, $P2_12_12_1$, $Z = 4$, $d_{\text{выч}} = 1,495 \text{ г/см}^3$, $\mu(\text{CuK}\alpha) = 0,926 \text{ мм}^{-1}$. Число измеренных отражений — 5408, независимых отражений — 2285, число отражений с $I > 2\sigma(I)$ — 2264, количество уточняемых параметров — 213. Область сканирования 2θ 9,4—131,94°.

Структура расшифрована прямым методом и уточнена МНК в анизотропном полноматричном приближении по F_{hkl}^2 . Значения факторов сходимости следующие: $R1 = 0,0288$, $wR2 = 0,0676$, $\text{GOOF} = 1,074$. Атом водорода группы NH локализован из разностных Фурье синтезов электронной плотности и включен в уточнение в изотропном приближении. Положения остальных атомов водорода рассчитаны геометрически; все они уточнены в изотопном приближении по модели наездника. Координаты неводородных атомов для соединения **1** представлены в таблице. Расчеты проведены по комплексу программ Olex2 [2] и SHELXTL PLUS [3].

Полные данные PCA депонированы в Кембриджском банке структурных данных (номер депозита CCDC 1003814).

Обсуждение результатов. Строение молекулы в кристалле соединения **1** показано на рисунке.



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

ВВС обозначена пунктиром

Вся молекула соединения **1** лежит практически в одной плоскости благодаря протяженной цепи сопряжения, охватывающей фенильное кольцо в положении 5, двойную связь и лактонную карбонильную группу в фураноновом кольце, а также 2-нитрофенилгидразофрагмент. Фураноновый цикл плоский, отклонение атома O(1) от плоскости цикла не превышает $1,25(14)^\circ$ (торсионный угол C(2)—C(3)—C(4)—O(1)), а атома O(2) карбонильной группы $2,85^\circ$ соответственно (торсионный угол O(2)—C(1)—C(2)—C(3) составляет $-177,15(14)^\circ$). Угол между плоскостями, в которых лежат фураноновое и фенильное кольца, составляет $-2,1(2)^\circ$ (торсионный угол C(3)—C(4)—C(5)—C(6)). Фенильное кольцо 2-нитрофенильного фрагмента несколько выходит из плоскости, в которой расположен фурановый цикл и атомы азота N(1) и N(2), торсионный угол N(1)—N(2)—C(11)—C(12) составляет $8,08(17)^\circ$, а сама нитрогруппа отклоняется от плоскости фенильного кольца на $-18,41(18)^\circ$ (торсионный угол O(3)—N(3)—C(16)—C(11)), что обусловлено наличием в молекуле внутримолекулярной водородной связи (ВВС) между атомом водорода при N(2) и атомом O(3) нитрогруппы. Межатомное расстояние O(3)⋯H—N(2) составляет $1,990(14) \text{ \AA}$, расстояние O(3)⋯N(2) — $2,6469(14) \text{ \AA}$, угла O(3)⋯H—N(2) — $130,4(16)^\circ$.

Соединение **1** находится в гидразонной форме, что подтверждается соответствующими межатомными расстояниями N(1)—N(2) — $1,3437(16) \text{ \AA}$ и N(1)—C(2) — $1,2984(18) \text{ \AA}$. Значение длины первого межатомного расстояния характерно для одинарной связи N—N в гидразонах, значение же второго соответствует длине двойных связей C=N в гидразонах и основаниях Шиффа [4, 5].

Таким образом, с помощью РСА было показано, что полученные путем азосочетания солей арилдиазония с 3*H*-фуран-2-онами соединения находятся в гидразонной таутомерной форме, при наличии благоприятно для ВВС расположенных соответствующих заместителей в арильном фрагменте возможна дополнительная стабилизация молекулы.

Работа осуществлена в рамках выполнения государственного задания № 4.1212.2015/К Минобрнауки России.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гавкус Д.Н., Майорова О.А., Борисов М.Ю., Егорова А.Ю. // Журн. орган. химии. – 2012. – **48**, № 9. – С. 1230.
2. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J. et al. // J. Appl. Crystallogr. – 2009. – **42**. – P. 339.
3. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. – 2008. – **A64**. – P. 112.
4. Allen F.H., Kennard O., Watson D.G. et al. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. II. – 1987. – **12**. – P. S1.
5. Glidewell C., Low J.N., Skakle J.M.S., Wardell J.L. // Acta Crystallogr. C. – 2004. – **C60**. – P. o686 – o689.