

## КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.854:548.737

## КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА 2-(2-МОРФОЛИНОАЦЕТИЛ)ГИДРАЗИНОКАРБОТИОАМИДА

К.М. Турдыбеков<sup>1</sup>, О.А. Нуркенов<sup>2</sup>, Ж.Б. Сатпаева<sup>2</sup>, С.Д. Фазылов<sup>2</sup>,  
С.А. Талипов<sup>3</sup>, Б.Т. Ибрагимов<sup>3</sup>, А.С. Утегенова<sup>1</sup><sup>1</sup>Карагандинский государственный технический университет, Республика Казахстан

E-mail: xray-phytol@yandex.kz

<sup>2</sup>Институт органического синтеза и углехимии, Караганда, Республика Казахстан

E-mail: satpaeva\_zh@mail.ru

<sup>3</sup>Институт биоорганической химии им. акад. А.С. Садыкова АН РУз, Ташкент, Республика Узбекистан

Статья поступила 3 июня 2016 г.

Методом РСА определена кристаллическая структура 2-(2-морфолиноацетил)гидразинокарботиоамида.

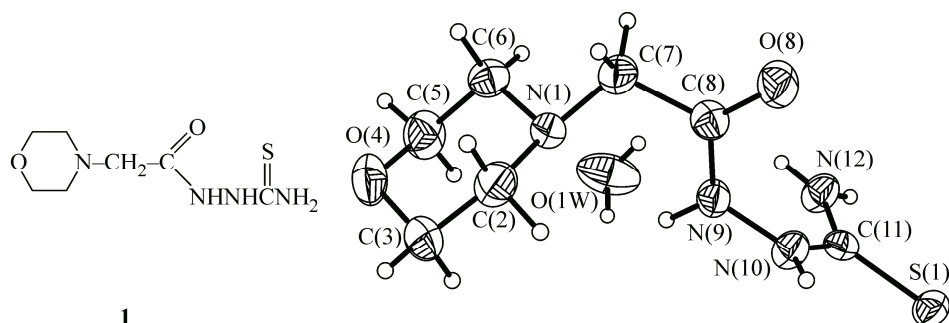
DOI: 10.15372/JSC20170435

**Ключевые слова:** РСА, тиосемикарбазид, кристаллогидрат.

Ранее нами был осуществлен синтез монозамещенного тиосемикарбазидного производного **1** взаимодействием гидразида N-морфолинилуксусной кислоты с роданидом калия [ 1 ]. Строение 2-(2-морфолиноацетил)гидразинокарботиоамида **1** было доказано ранее данными ИК и ЯМР <sup>1</sup>H спектров [ 1 ], а физико-химические константы совпали с ранее описанными.

В настоящей работе приводятся данные рентгеноструктурного анализа кристаллогидрата молекулы **1**, общий вид которого показан на рисунке.

Монокристаллы для РСА получены двукратной кристаллизацией соединения **1** из этанола. Рентгеноструктурный эксперимент выполнен на дифрактометре Xcalibur S ( $\lambda$ MoK $\alpha$ , графитовый монохроматор,  $\theta/\omega$ -сканирование, 293(2) К). Поправка на поглощение не вводилась. Структура расшифрована прямым методом и позиции неводородных атомов уточнены в анизотропном приближении полноматричным МНК. Атомы водорода выявлены из разностного синтеза и их позиции уточнены в изотропном приближении. Структура расшифрована и уточнена по ком-

Строение кристаллогидрата молекулы **1**

плексу программам SHELX-97 [2]. CIF-файл, содержащий полную информацию по исследованной структуре, депонирован в CCDC под номером 1453047, откуда может быть свободно получен по запросу на следующем интернет-сайте: [www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Кристаллы моноклинные, пространственная группа  $P2_1/n$ ,  $a = 11,338(4)$ ,  $b = 7,486(3)$ ,  $c = 14,080(5)$  Å,  $\beta = 100,77(5)^\circ$ ,  $V = 1174,0(8)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$  ( $C_7H_{14}N_4O_2S \cdot H_2O$ ),  $M = 236,3$  г/моль,  $d_{\text{выч}} = 1,337$  г/см<sup>3</sup>,  $\mu = 0,272$  мм<sup>-1</sup>. Область сканирования  $2,12 \leq \theta \leq 25,08^\circ$ , количество измеренных отражений 4518 ( $R_{\text{int}} = 0,0164$ ), в расчетах использовано 1856 независимых отражений с  $I \geq 2\sigma(I)$ , число уточняемых параметров 201, GOOF = 1,041. Окончательные факторы расходимости  $R_1 = 0,0359$ ,  $wR_2 = 0,0947$  (по отражениям с  $I \geq 2\sigma(I)$ ),  $R_1 = 0,0408$ ,  $wR_2 = 0,0979$  (по всем отражениям). Пики остаточной плотности:  $\Delta\rho = 0,343$  и  $-0,201$  е/Å<sup>3</sup>.

Из полученных данных следует, что длины связей и валентные углы в кристаллогидрате соединения **1** близки к обычным [3], за исключением значительного удлинения связи C(11)=S(1) (1,699(1) Å) и укорочения связей N(10)—C(11) (1,335(2) Å), C(11)—N(12) (1,320(2) Å). Это вызвано мезомерным эффектом, как, например, в кристаллогидрате молекулы 1-(4-нитробензоил)тиосемикарбазида [4].

Морфолиновый цикл принимает конформацию почти идеального *кресла* ( $\Delta C_S^{12} = 1,2^\circ$  и  $\Delta C_2^{11,12} = 1,2^\circ$ ). В кристалле молекулы связаны межмолекулярными водородными связями, N(10)—H ( $x, y, z$ )...O(1)W ( $x, -1+y, z$ ) (расстояния N...O 2,79 Å, H...O 1,95 Å, угол N—H...O 163°), N(12)—H ( $x, y, z$ )...O(4) ( $-0,5+x, 2,5+y, 0,5+z$ ) (расстояния N...O 2,90 Å, H...O 1,98 Å, угол N—H...O 170°), N(10)—H ( $x, y, z$ )...O(8) ( $0,5-x, 0,5+y, 0,5-z$ ) (расстояния N...O 3,06 Å, H...O 2,28 Å, угол N—H...O 162°), O(1W)—H ( $x, y, z$ )...S(1) ( $1-x, 1-y, 1-z$ ) (расстояния O...S 3,27 Å, H...S 2,49 Å, угол N—H...O 165°) и O(1W)—H ( $x, y, z$ )...O(8) ( $0,5-x, 0,5+y, 0,5-z$ ) (расстояния O...O 2,97 Å, H...O 2,07 Å, угол N—H...O 168°), образуя сложный трехмерный каркас.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нуркенов О.А., Фазылов С.Д., Сампаева Ж.Б. и др. // Журн. общ. химии. – 2013. – **83**, № 3. – С. 467.
2. Sheldrick G.M. SHELX-97, release 97-2. – Germany, University of Göttingen, 1997.
3. Allen F.H., Kennard O., Watson D.G. et al. // Chem. Soc. Perkin Trans. II. – 1987. – **2**, N 12. – P. S1.
4. Boechat N., Lages A., Kover W.B. et al. // Acta Crystallogr. Sect. E: Struct. Rep. Online. – 2006. – **62**. – P. o2563.