

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.341:548.737

МОЛЕКУЛЯРНАЯ СТРУКТУРА
5-[(ТРИФЕНИЛФОСФОРАНИЛИДЕН)ГИДРАЗОНО]-ЭКЗО-3-АЗАТРИЦИКЛО[5.2.1.0^{2,6}]ДЕКАН-4-ОНА

Ю.Р. Галина¹, А.Н. Лобов¹, Р.М. Султанова¹, Л.В. Спирихин¹,
В.А. Докичев¹, К.Ю. Супоницкий²

¹Институт органической химии Уфимского научного центра РАН, Уфа

E-mail: dokichev@anrb.ru

²Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Москва

Статья поступила 24 февраля 2012 г.

Определена молекулярная структура 5-[(трифенилфосфоранилиден)гидразон]-экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-она. Соединение C₂₇H₂₆N₃OP кристаллизуется в пространственной группе *P*-1: *a* = 9,2163(9), *b* = 11,1102(11), *c* = 11,9397(12) Å, α = 74,284(2), β = 78,532(2), γ = 72,004(2)°.

Ключевые слова: 5-диазо-экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-он, фосфазины, молекулярная структура, рентгеноструктурный анализ.

Аддукты фосфорорганических соединений с диазосоединениями — фосфазины используются для идентификации нестабильных диазосоединений и получения органических веществ различного строения [1—4]. В настоящем сообщении излагаются результаты рентгеноструктурного анализа (РСА) неизвестного ранее фосфазина — 5-[(трифенилфосфоранилиден)гидразон]-экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-она **1**. Данные РСА соединения **1** имеют значение, так как фосфазины, содержащие экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-оновую структуру, ранее не были структурно изучены и представляют интерес в плане установления строения пирролидинового фрагмента и его влияния на кристаллическую структуру. Например, в работе [5] показано, что циклопентаденилиденовый заместитель в отличие от алифатического алкилиденового [6] дает сопряженную систему Ph≡P≡N≡N≡C, приводящую к существенному уменьшению длины связи N—N (1,366 Å).

Экспериментальная часть. Получение 5-[(трифенилфосфоранилиден)гидразон]-экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-она **1**. К раствору 0,34 г (2 ммоль) 5-диазо-экзо-3-азатрицикло[5.2.1.0^{2,6}]декан-4-она в 200 мл эфира добавляли раствор 0,52 г (2 ммоль) трифенилфосфина в 2 мл эфира и оставляли на 10 суток в темном месте. Выпавший светло-желтый осадок отфильтровывали и промывали небольшим количеством эфира. Выход: 0,36 г (41 %). *T*_{пл} 204 °С.

Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃), δ, м.д., *J*, Гц: 1,06 (дтт, 1H, ²*J* 10,8, ³*J* 2,8, ⁴*J* 1,5, H_{anti}-10); 1,15, 1,40 (оба м, по 1H, H_{endo}-9, H_{endo}-8); 1,49 (дтт, 1H, ²*J* 10,8, ³*J* 3,9, ⁴*J* 1,9, H_{syn}-10); 1,56, 1,58 (оба м, по 1H, H_{exo}-8, H_{exo}-9); 2,19 (дддд, 1H, ³*J* 3,9, ³*J* 2,8, ³*J* 2,3, ⁴*J* 0,7, H-1); 3,07 (дддд, 1H, ³*J* 3,9, ³*J* 2,8, ³*J* 2,1, ⁴*J* 0,7, H-7); 3,21 (ддд, 1H, ³*J* 6,8, ⁴*J* 1,5, ⁴*J* 0,7, H-6); 3,50 (ддд, 1H, ³*J* 6,8, ⁴*J* 1,5, ³*J* 1,0, H-2); 6,19 (уш.с, 1H, H-3); 7,46 (тд, 6H, H_m, ³*J* 7,6, ⁴*J*_{HP} 2,9); 7,55 (тд, 3H, H_p, ³*J* 7,6, ⁴*J* 1,5); 7,69 (ддд, 6H, H_o, ³*J*_{HP} 11,3, ³*J* 7,6, ⁴*J* 1,5).

Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м.д., *J*, Гц: 24,91 (C9); 28,37 (C8); 31,90 (C10); 36,97 (C7); 42,20 (C1); 45,73 (C6); 57,69 (C2); 128,65 (д, C_m, ³*J*_{CP} 12,6); 128,96 (д, C_i, ¹*J*_{CP} 93,1); 132,06 (д, C_p, ⁴*J*_{CP} 2,7); 133,36 (д, C_o, ²*J*_{CP} 8,3); 150,49 (д, C5, *J* 42,69); 170,22 (C4).