

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 544.18:544.142.4:66.022.362

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА N-ФЕНИЛ-N'-ИЗОПРОПИЛ-*n*-ФЕНИЛЕНДИАМИНА© 2011 Э.А. Мухутдинов^{1*}, А.Т. Губайдуллин², Д.Б. Криволапов²,
И.А. Литвинов², А.А. Мухутдинов¹¹Казанский государственный технологический университет²Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КНЦ РАН, Казань

Статья поступила 15 января 2010 г.

С доработки — 6 июля 2010 г.

Ранее нами сообщались результаты исследований природы водородной связи в N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамине методами квантовой химии и ИК-Фурье-спектроскопии [1–3]. Было показано, что ИК спектр N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамина в области поглощения ν_{NH} имеет полосы 3380 и 3400 см^{-1} , соответствующие NH-группам, участвующим в образовании водородной связи.

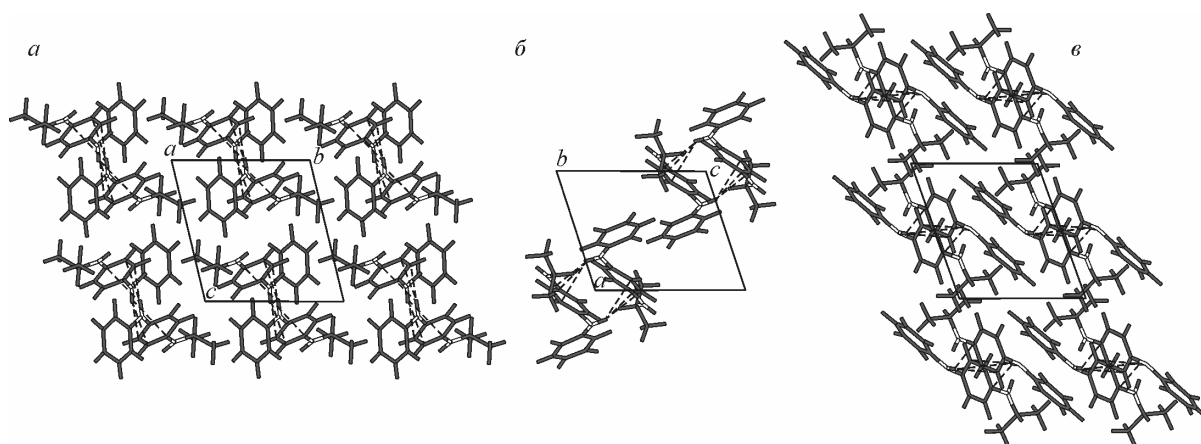
Ключевые слова: N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамин, рентгеноструктурный анализ.

Экспериментальная часть. Рентгеноструктурные исследования монокристаллов N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамина выполнены в Отделении рентгеноструктурных исследований ЦКП САЦ на базе Лаборатории дифракционных методов исследования ИОФХ им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН. Брутто-формула соединения $\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{N}_2$, M 226,31, $T = 23$ °С, параметры ячейки: $a = 8,622(3)$, $b = 9,516(4)$, $c = 9,893(4)$ Å, $\alpha = 67,838(4)$, $\beta = 64,794(4)$, $\gamma = 63,731(3)^\circ$, $V = 640,5(4)$ Å³, $d_{\text{выч}} = 1,173$ г/см³, $Z = 2$, пространственная группа $P\bar{1}$.

Параметры ячейки и интенсивности 4881 отражений, из них 2478 независимых [$R(\text{int}) = 0,0243$], 1933 из которых с $I \geq 2\sigma$, измерены при температуре 23 °С на автоматическом дифрактометре Bruker Smart Apex II, оснащенный плоским CCD-детектором (MoK α , графитовый монохроматор, $\lambda = 0,71073$ Å, ω -сканирование, область измерения: $-10 \leq h \leq 10$, $-11 \leq k \leq 11$, $-12 \leq l \leq 12$, $2,34 \leq \theta \leq 26,00^\circ$). Проведен полуэмпирический учет поглощения с использованием программы SADABS [4] ($\mu_{\text{Mo}} = 0,7$ см⁻¹). Структура расшифрована прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов вначале в изотропном, затем в анизотропном приближении (для всех неводородных атомов) с использованием программ SHELXTL [5], WinGX [6]. Атомы водорода выявлены из разностных рядов Фурье и уточнены изотропно. Окончательные значения факторов расходимости $R = 0,0373$, $R_w = 0,1015$ по 2478 независимым отражениям с $F^2 \geq 4\sigma$, параметр добротности 1,033, число уточняемых параметров 227. Сбор, индексирование, уточнение параметров элементарной ячейки и обработка данных проведены с использованием программы APEX2 [7]. Координаты атомов N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамина и их температурные параметры депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных [12] (<http://www.ccdc.cam.ac.uk>), номер депозита CCDC 752519. Анализ межмолекулярных взаимодействий выполнен с использованием программы PLATON [8], рисунки кристаллических структур подготовлены при помощи программы Mercury [9, 10].

Результаты и их обсуждение. По данным рентгеноструктурного анализа, N-фенил-N'-изопропил-*n*-фенилендиамин образует триклинные кристаллы с одной независимой молекулой в асимметрической части элементарной ячейки (см. рисунок).

* E-mail: wtiger@mail.ru



Упаковка молекул в кристалле N-фенил-N'-изопропил-n-фенилендиамина. Проекция вдоль осей *a*, *b* и *c*

Анализ результатов позволил выявить в кристалле N-фенил-N'-изопропил-n-фенилендиамина межмолекулярное NH... π -взаимодействие, характеризующееся расстоянием H...Cg 2,8 Å и углом при атоме водорода 132°. Квантово-химическое моделирование [1, 2] показывает наличие CH... π -контакта с расстоянием H...Cg 3,1 Å и углом 162°. Такое расхождение в результатах обусловлено различным влиянием стерических факторов, связанных с изопротильным фрагментом, в газовой и кристаллической фазах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мухутдинов Э.А., Мухутдинов А.А., Коваленко В.И. и др. // Журн. физ. химии. – 2007. – **81**, № 5. – С. 864.
2. Мухутдинов Э.А., Ильин С.В., Мухутдинов А.А. и др. // Изв. вузов. Химия и хим. технол. – 2007. – **50**, № 10. – С. 114.
3. Мухутдинов Э.А., Мухутдинов А.А. // Каучук и резина. – 2007. – № 3. – С. 7.
4. Sheldrick G.M. SADABS, Program for empirical X-ray absorption correction. – Bruker-Nonius, 1990—2004.
5. Sheldrick G.M. SHELXTL v.6.12, Structure Determination Software Suite. – Bruker AXS, Madison, Wisconsin, USA, 2000.
6. Farrugia L.J. // J. Appl. Cryst. – 1999. – N 32. – P. 837.
7. APEX2 (Version 2.1), SAINTPlus. Data Reduction and Correction Program (Version 7.31A, Bruker Advanced X-ray Solutions. – BrukerAXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 2006.
8. Spek A.L. // Acta Crystallogr. – 1990. – **46**. – P. 34.
9. Macrae C.F., Edgington P.R., McCabe P. et al. // J. Appl. Cryst. – 2006. – N 39. – P. 453.
10. Macrae C.F., Bruno I.J., Chisholm J.A. et al. // J. Appl. Cryst. – 2008. – N 41. – P. 466.