

УДК 539.26:547.495.3

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА N,N'-ДИ-ТРЕТ-БУТИЛМОЧЕВИНЫ–N,O-ДОНОРНОГО ЛИГАНДА

© 2003 г. В. О. Гельмбольдт*, Я. Е. Филинчук**, Л. В. Короева*

*Физико-химический институт защиты окружающей среды и человека Министерства образования и науки Украины и НАН Украины, г. Одесса

**Женевский университет, Швейцария

Поступила в редакцию 22.04.2003 г.

Мочевину и ее N-замещенные производные на основании данных структурных и спектральных исследований соответствующих комплексов обычно относят к O-донорным лигандам [1]. Такой способ координации N,N'-ди-трет-бутилмочевины (ДТБМ) обнаружен в структуре комплекса вольфрама(VI) [2]. В то же время депротонированные формы ДТБМ могут реализовать структурно подтвержденную N,N- или N,O-бидентатную координацию с образованием четырехчленных хелатных и бис(хелатных) узлов MN_2 и MN_2O_2 [3, 4]. При этом строение самой ДТБМ оставалось неизученным.

Монокристаллы ДТБМ в виде тонких бесцветных игл были получены при попытке выделить продукт взаимодействия ДТБМ с кремнефтороводородной кислотой из водно-метанольного раствора. По данным РСА, ДТБМ кристаллизуется в ромбической сингонии: $a = 9.4579(14)$, $b = 13.823(2)$, $c = 17.9603(18)$ Å, $V = 2348.1(5)$ Å³, $M = 172.27$, $F(000) = 768$, $\rho(\text{выч.}) = 0.975$ г/см³, $\mu = 0.064$ мм⁻¹, $Z = 8$, пр. гр. $P2_12_12_1$. Экспериментальный материал получен на дифрактометре Stoe IPDS с детектором image plate (180 К, MoK_{α} -излучение, $2\theta_{\text{max}} = 51.94^\circ$, диапазон индексов $-11 \leq h \leq 11$, $-17 \leq k \leq 17$, $-20 \leq l \leq 22$). Структура решена прямыми методами с последующими синтезами Фурье, атомы водорода заданы в рассчитанных позициях. Уточнение методом наименьших квадратов по 4596 независимым отражениям проведено для координатных и тепловых параметров, анизотропных для всех неводородных атомов, с использованием программы SHELXL-97 [5]. Заключительный R-фактор равен 0.0400 для рефлексов с $I > 2\sigma(I)$, $wR = 0.0679$, GOOF (по F_2) = 0.524; $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.105$, $\Delta\rho_{\text{max}} = 0.014$ eÅ⁻³.

В кристалле две независимые молекулы ДТБМ образуют димеры за счет межмолекулярных H-связей NH...O (N...O 2.888(5)–2.944(5) Å). Длины связей C=O для двух независимых молекул ДТБМ составляют 1.245(6) и 1.244(6), C...N–

1.363(6)–1.489(6) Å. Углы NCN равны 113.8(5)° и 114.2(5)°, NCO–122.6(6)°–123.0(5)°, углы CСС в трет-бутильных заместителях близки к тетраэдрическому (107.1(7)°–112.6(8)°). Среднеквадратическое отклонение атомов из плоскости сопряжения амидной группы для двух независимых молекул ДТБМ (А и В) составляет 0.036 и 0.019 Å; двугранный угол А/В равен 86.9(1)°. В структуре ДТБМ наблюдается заметное различие тепловых колебаний трет-бутильных групп двух независимых молекул.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гарновский А.Д., Васильченко И.С., Гарновский Д.А. Современные аспекты синтеза металлокомплексов. Основные лиганды и методы. Ростов-н/Д: ЛаПО, 2000. 355 с.
2. Hon-Wah Lam, Wilkinson G., Hussain-Bates B. // Dalton Trans. 1993. № 5. P. 781.
3. Wa-Hung Leung, Wilkinson G., Hussain-Bates B., Hursthouse M.B. // Dalton Trans. 1991. № 10. P. 2791.
4. Schatte G., Chivers T., Jaska C., Sandblom N. // Chem. Comm. 2000. № 17. P. 1657.
5. Sheldrick G.M. SHELXS97 and SHELXL97. Programs for the solution and refinement of crystal structures. Göttingen (Germany): University of Göttingen, 1997.