تهیه، بررسی ساختار بلوری و آنالیز سطح هیرشفلد یک ترکیب جدید راسمیک آمیدوفسفواستر

علی کلاته[۱]، مهرداد پورایوبی[۱×]، فاطمه کریمی احمدآباد[۱]، مارک نکاس[۲]

۱-گروه شیمی، دانشکده علوم، دانشگاه فردوسی مشهد

2- Department of Chemistry, Faculty of Science, Masaryk University, Kotlarska 2, Brno, CZ-61137, Czech Republic

چکیده:

یک ترکیب راسمیک جدید ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-پروپان دی آمین، N و N-بیس((O-فنیل) (سیکلوهگزیل آمیدو) فسفینات)، $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NHP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_5)$، تهیه و با روش های پراش پرتو ایکس و طیف سنجی مطالعه شد. در ساختار بلوری، مولکول‌ها در یک آرایش دوبعدی موازی با صفحه (۱۰-۱) از طریق پیوندهای هیدروژنی NH···OP تجمع می‌یابند. ترکیب در سیستم بلوری مونوکلینیک با گروه فضایی $P2_1/n$ متبلور می‌گردد و واحد بی تقارن از یک مولکول تشکیل شده است. تجزیه و تحلیل سطح هیرشفلد و نمودارهای اثر انگشت بررسی می‌شود.

واژه‌های کلیدی: آمیدوفسفواستر، ساختار بلوری، پیوند هیدروژنی، آنالیز هیرشفلد.

مقدمه

در میان ترکیبات فسفر، فسفرآمیدها به دلیل داشتن کاربردهای متنوع و روزافزون بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. تعدادی از این ترکیبات در صنایع کشاورزی به عنوان کود استفاده می‌شوند که این کاربرد به دلیل داشتن عناصر فسفر و نیتروژن می‌باشد و نیز تعدادی از آن‌ها برای افزایش کارایی کودهای مبتنی بر اوره استفاده می‌شوند[1]. همچنین تعدادی از آن‌ها به عنوان ضد آفات در کشاورزی مورد استفاده قرار می‌گیرند[2و3]. گزارش‌هایی از استفاده فسفرآمیدها در صنایع دارویی وجود دارد که به عنوان مثال به درمان انواع مختلف سرطان اشاره می‌شود[4,5]. اخیرا کاربرد این ترکیبات به عنوان عامل بهبود دهنده کیفیت بسپارها مانند عامل بازدارنده آتش یا بهبود شفافیت بسپارها نیز مورد توجه قرار گرفته است[6].

برهمکنش‌های متنوع مولکولی مخصوصا برهمکنش‌های قوی از نوع پیوندهای هیدروژنی در ترکیبات دارای اسکلت $(N)_2(O)P(O)$ و ارتباط ساختار مولکولی و ساختار بلوری مطالعه شده است و در مقاله های مربوطه روش‌های سنتزی مختلفی برای تهیه ترکیبات کایرال و راسمیک ارائه شده است[7–9]. در تهیه ترکیبات راسمیک با سه گروه متفاوت متصل به فسفر نیاز به انجام واکنش‌ها به صورت مرحله-مرحله است و فرآیند جداسازی نمک تشکیل شده (حاصل از واکنش جاذب HCl و اسید کلریدریک جدا شده در آن مرحله) و محصول اصلی چالشی است که نیاز به دانستن خواص حلالیت حلال مورد استفاده در فرآیند واکنش دارد. در این زمینه به کار پیشتر گزارش شده در تهیه ترکیبات راسمیک $(C_6H_{11}NH)P(O)(N(CH_3)(C_6H_{11}))(NHC_6H_4\text{-}4\text{-}CH_3)$ از خانواده فسفریک تری آمیدها و $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C_6H_5$ از خانواده آمیدوفسفواسترها اشاره می‌شود[10,11].

ویرایش نشده

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

در این مقاله ترکیب راسمیک جدید ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-پروپان دی آمین، N و N-بیس((O-فنیل) (سیکلوهگزیل آمیدو) فسفینات) $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NHP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_5)$ با ساختار مولکولی شکل ۱ تهیه و بررسی گردید .

بخش تجربی:

کلیه مواد استفاده شده در این کار با درجه خلوص تجزیه‌ای مورد استفاده قرار گرفت.

طیف‌های ^{1}HNMR، ^{13}CNMR و ^{31}PNMR با طیف‌سنج Bruker Avance DRS 300 ثبت شد. تغییرات شیمیایی نسبت به TMS برای ^{1}H و ^{13}C و ۸۵٪ H_3PO_4 برای ^{31}P، به عنوان استاندارد تعیین شد. طیف مادون قرمز (IR) با یک طیف‌سنج Buck 500 با استفاده از قرص KBr ثبت شد. بلورنگاری با پرتو ایکس با استفاده از دستگاه Xcalibur, Sapphire2, large Be window و تابش Mo Kα (λ =۰/۷۱۰۷ Å) بر روی تک بلور بی رنگ ترکیب انجام شد.

پیش ماده راسمیک (R, S)-$(Cl)P(O)(OC_6H_5)(NHC_6H_{11})$ طبق روشی که در کار قبلی گزارش شده بود[10]، تهیه شد.

برای تهیه ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-پروپان دی آمین، N و N-بیس((O - فنیل) (سیکلوهگزیل آمیدو) فسفینات)، $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NHP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_5)$ به محلولی از (R, S)-$(Cl)P(O)(OC_6H_5)(NHC_6H_{11})$ در کلروفرم خشک، محلولی از ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-دی پروپان آمین و تری اتیل آمین (نسبت مولی ۲:۱:۲) در همان حلال در دمای صفر درجه سانتیگراد اضافه شد. پس از چهار ساعت هم زدن، حلال به وسیله پمپ خلا حذف شد و سپس محصول با آب مقطر شسته شد و در مخلوط کلروفرم/n-هپتان در دمای اتاق متبلور شد.

M. p. 76 °C. **IR (KBr, cm^{-1})**: 3748, 3690, 3454, 3265, 3048, 3029, 2932, 2874, 1590, 1483, 1426, 1250, 1193, 1100, 939, 809, 762, 688. **^{31}P{^{1}H} NMR** (121.79 MHz, DMSO-d_6, 296.5 K, H_3PO_4 external): δ = 13.04 ppm. **^{1}H NMR** (300.84 MHz, DMSO-d_6, 295.9 K, TMS): δ = 0.76 (s, 6H), 1.09 (m, 10H), 1.49–1.81 (m, 10H), 2.64 (m, 4H), 2.91 (broad, 2H), 4.66 (t, J = 10.2 Hz, 2H), 4.81 (m, 2H), 7.08–7.12 (m, 2H), 7.17–7.21 (m, 4H), 7.29–7.34 (m, 4H) ppm. **^{13}C{^{1}H} NMR** (75.66 MHz, DMSO-d_6, 296.6 K, TMS): δ = 23.84 (s), 25.50 (s), 25.66 (s), 35.59 (d, ^{3}J(P,C) = 5.3 Hz), 35.75 (d, ^{3}J(P,C) = 4.5 Hz), 36.52 (t, ^{3}J(P,C) = 4.5 Hz), 48.01 (s), 50.58 (s), 120.98 (d, ^{3}J(P,C) = 4.5 Hz), 121.00 (d, ^{3}J(P,C) = 4.5 Hz), 123.90 (s), 129.63 (s), 152.36 (d, ^{2}J(P,C) = 6.8 Hz).

بحث و نتیجه گیری:

بررسی داده‌های بلورنگاری:

این ترکیب در سیستم بلوری مونوکلینیک با گروه فضایی $P2_1/n$ متبلور می‌شود و واحد بی تقارن شامل یک مولکول کامل است (شکل ۲). طول و زوایای پیوند انتخابی و پارامترهای هندسی پیوند هیدروژنی در جدول‌های ۱، ۲ و ۳ ارائه شده است.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

در این ترکیب، اتم‌های فسفر در یک محیط چهاروجهی (N)(N)(O)P(O) منحرف شده قرار دارد و حداکثر و حداقل زاویه‌های پیوندی در اتم فسفر P1، O=P–N و O–P–N می‌باشد. گروه‌های OC_6H_5 و $C_6H_{11}NH$ متصل به P2 اختلال موقعیتی را با اشغال (۳) ۰/۴۱۷:(۳) ۰/۵۸۳ نشان می‌دهند. در این مولکول، دو قطعه $(C_6H_5O)P(O)(NH\text{-}cyclo\text{-}C_6H_{11})$ از طریق یک اتصال دهنده $NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NH$ پل می‌شوند. نزدیکترین ساختار به این ترکیب، ساختار $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)N$ $(C_4H_8)NP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_5)$ می‌باشد که شامل دی آمین پل‌ساز حاصل از آمین نوع دوم است[10].

به طور کلی، تمام طول و زوایای پیوند در مقادیر مورد انتظار مشاهده شده در ساختارهای مشابه ایجاد شده با این اتم‌ها هستند، برای مثال، طول پیوند P1=O1 و P2=O3 به ترتیب برابر با ۱/۴۷۷ و ۱/۴۴۷ آنگستروم می‌باشد[10].

در ساختار بلوری، مولکول‌ها در یک الگوی پیوند هیدروژنی دوبعدی موازی صفحه (۱۰-۱) و از طریق تشکیل گروه‌بندی (N–H···)(N–H···)OP توسط اتم P1 و پیوند هیدروژنی N–H···OP توسط اتم P2 متصل می‌شوند. این الگو شامل موتیف‌های S(8) و $R_2^2(8)$ است (شکل ۳). در ساختار هم خانواده گفته شده نیز مولکول‌ها در یک تجمع دو بعدی با تشکیل پیوندهای هیدروژنی N–H···OP ارتباط دارند و در آن مشابه ترکیب جدید تهیه شده اتم های اکسیژن استری و نیتروژن نقشی در پیوندهای هیدروژنی به عنوان پذیرنده ندارند[10].

تجزیه و تحلیل سطح هیرشفلد

سطح هیرشفلد نمایشی برای ترسیم حضور یک مولکول در یک بلور و تقسیم چگالی الکترون بلور به قطعات مولکولی ارائه می‌دهد. علاوه بر این، برهمکنش‌های بین مولکولی را به همراه نمودارهای اثر انگشت دوبعدی نشان می‌دهد[12]. نواحی قرمز روی سطوح هیرشفلد نشان‌دهنده تماس‌های نزدیک است که در آن فواصل کوتاه‌تر از مجموع شعاع‌های واندروالس است، در حالی که بخش‌های سفید تا آبی نشان دهنده فواصل بزرگ‌تر از این مجموع هستند[13]. با توجه به وجود اختلال در آنالیز پرتو ایکس، در بررسی‌های هیرشفلد این ترکیب از داده‌های جزء عمده استفاده شده است.

در شکل ت، برهمکنش‌های بین مولکولی این ترکیب با استفاده از سطح هیرشفلد بر مبنای d_{norm} نشان داده شده است. در این شکل پیوندهای هیدروژنی با قدرت متوسط N-H···OP به صورت ناحیه های قرمز پررنگ و پیوندهای هیدروژنی ضعیف C-H···π به صورت ناحیه‌های قرمز روشن مشاهده می‌شود.

نمودارهای اثر انگشت دوبعدی و درصد تماس‌های مختلف اتم···اتم در شکل ۵ نشان داده شده است. این نمودارها، از برهمکنش‌های بین مولکولی در بلور و داده‌های تصویری خلاصه شده از تکرار de و di در سراسر سطح یک مولکول است. de و di به ترتیب فاصله یک نقطه از سطح هیرشفلد تا نزدیکترین اتم خارجی و فاصله یک نقطه از سطح هیرشفلد تا نزدیکترین اتم داخلی را نشان می‌دهد. هر نقطه در نمودار اثر انگشت دوبعدی مربوط به de و di است و رنگ هر ناحیه نشان دهنده مساحت سطح نسبی این دو است. تجزیه نمودارهای اثر انگشت امکان مشخص کردن سهم هر برهمکنش، که معمولاً در اثر انگشت کامل همپوشانی دارند، را می‌دهد[12].

بیشترین سهم برهمکنش مشاهده شده مربوط به برخوردهای H···H است و سهم ۸۶/۴ درصد از کل برهمکنش‌ها را دارد. تماس‌های O···H/H···O نزدیک‌ترین برهمکنش‌ها با حداقل di + de برابر ۱/۴ را نشان می‌دهد که به شکل دو علامت تیز مجزا دیده می‌شود.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

این برهم کنش ۹/۲ درصد از کل برهمکنش‌های این ترکیب را شامل می‌شود. برهم کنش‌های C···H و H···C ۳/۹ درصد کل برهمکنش‌ها می‌باشد و مربوط به برخوردهای π···H/H···π است که می‌تواند به صورت بال‌های مشخص در نمودار مربوطه دیده شود. برهمکنش‌های N···H و H···N ۰/۴ درصد از کل برهمکنش‌ها می‌باشد.

مطالعه NMR

علامت فسفر (^{31}P NMR) در ۱۳/۰۴ ppm ظاهر می‌شود. در طیف ^{1}HNMR، سه‌تایی در ۴/۶۶ ppm (^{2}J = ۱۰/۲ Hz) و چندتایی در ۴/۸۱ ppm مربوط به واحدهای NH بخش‌های $C_6H_{11}NH$ و $NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NH$ است.

در طیف ^{13}C NMR، دوتایی‌ها در ۳۵/۵۹ ppm (J = ۵/۳ Hz) و ۳۵/۷۵ ppm (J = ۴/۵ Hz) مربوط به اتم‌های کربن قطعه سیکلوهگزیل با سه پیوند فاصله از فسفر می‌باشند. سه‌تایی در ۳۶/۵۲ ppm (J = ۴/۵ Hz) مربوط به اتم کربن قطعه $NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NH$ با سه پیوند فاصله از دو اتم فسفر است. اتم‌های کربن ارتو گروه‌های C_6H_5O دو دوتایی در ۱۲۰/۹۸ و ۱۲۱/۰۰ ppm (J = ۴/۵ Hz برای هر دو) و و اتم کربن ایپسو یک دوتایی در ۱۵۲/۳۶ ppm (J = ۶/۸ Hz) نشان می‌دهند.

برداشت:

مجموعه مولکولی $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NHP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_{11})$ مورد بحث قرار گرفت. در این ترکیب یک الگوی پیوند هیدروژنی دوبعدی موازی با صفحه (1-10) دیده می‌شود. نقشه سطح هیرشفلد، تماس‌های نزدیک H···O را به صورت ناحیه قرمز تیره و تماس‌های ضعیفتر C–H···π را به صورت ناحیه قرمز روشن نشان می‌دهد. با توجه به نمودارهای اثر انگشت، برهمکنش‌های H···H سهم قابل توجهی را در این ساختار دارد و پس از آن برهم کنش های H···O و H···C بیشترین سهم را دارند.

قدردانی

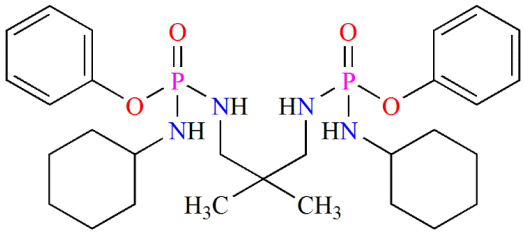
بدین وسیله از دانشگاه فردوسی مشهد (۳/۵۷۰۷۶ و۳/۴۱۹۲۷) و مسئولین محترم مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران نهایت سپاس و قدردانی می‌گردد.

مراجع

(1) Domínguez, M. J.; Sanmartín, C.; Font, M.; Palop, J. A.; San Francisco, S.; Urrutia, O.; Houdusse, F.; García-Mina, J. M. Design, Synthesis, and Biological Evaluation of Phosphoramide Derivatives as Urease Inhibitors. *J. Agric. Food Chem.* **2008**, *56* (10), 3721–3731. https://doi.org/10.1021/jf072901y.

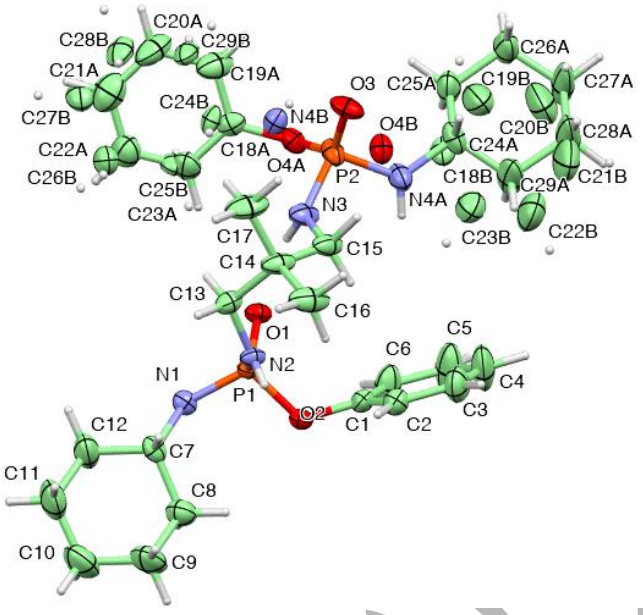
[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

(2) Sharifi, M.; Ghadamyari, M.; Gholivand, K.; Ebrahimi Valmoozi, A. The Study of Insecticidal Effect of New Phosphoramide Compounds on Some Insect Pests. *Plant Protection (Scientific Journal of Agriculture)* **2016**, *39* (3), 39–49. https://doi.org/10.22055/ppr.2016.12394.
(3) Itumoh, E. J.; Data, S.; Leitao, E. M. Opening up the Toolbox: Synthesis and Mechanisms of Phosphoramidates. *Molecules* **2020**, *25* (16), 3684. https://doi.org/10.3390/molecules25163684.
(4) Zhu, Y.-Y.; Niu, Y.; Niu, Y.-N.; Yang, S.-D. Recent Advances in the Synthesis and Applications of Phosphoramides. *Org. Biomol. Chem.* **2021**, *19* (47), 10296–10313. https://doi.org/10.1039/D1OB01566D.
(5) Yu, H.; Yang, H.; Shi, E.; Tang, W. Development and Clinical Application of Phosphorus-Containing Drugs. *Medicine in Drug Discovery* **2020**, *8*, 100063. https://doi.org/10.1016/j.medidd.2020.100063.
(6) Li, M.; Chen, Y.; Kong, Z.; Sun, Z.; Qian, L. Impact of a Novel Phosphoramide Flame Retardant on the Fire Behavior and Transparency of Thermoplastic Polyurethane Elastomers. *ACS Omega* **2023**, *8* (20), 18151–18164. https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01464.
(7) Sabbaghi, F.; Pourayoubi, M.; Nečas, M.; Damodaran, K. Two Single-Enanti-omer Amido-phospho-esters: A Database Study on the Chirality of (O)2P(O)(N)-Based Structures. *Acta Cryst C* **2019**, *75* (1), 77–84. https://doi.org/10.1107/S205322961801673X.
(8) Toghraee, M.; Pourayoubi, M.; Divjakovic, V. Study on H-Bond Patterns in Phosphoric Triamides Having a P(O)NHC(O) Skeleton, a *Gauche* Orientation of P(O) *vs* C(O) in New Compounds. *Polyhedron* **2011**, *30* (10), 1680–1690. https://doi.org/10.1016/j.poly.2011.03.045.
(9) Gryshkun, E. V.; Andrushko, N. V.; Kolodiazhnyi, O. I. Stereoselective Reactions of Chiral Amines with Racemic Chlorophosphines. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements* **2004**, *179* (6), 1027–1046. https://doi.org/10.1080/10426500490459650.
(10) Pourayoubi, M.; Karimi Ahmadabad, F.; Eshtiagh-Hosseini, H.; Kučeráková, M.; Eigner, V.; Dušek, M. New Rac-XP(O)(OC_6H_5)(NHC_6H_4-p-CH_3) [X = N(CH_3)(Cyclo-C_6H_{11}) and NH(C_3H_5)] and Rac-($C_6H_5CH_2NH$)P(O)(OC_6H_5)(NH-Cyclo-C_6H_{11}) Mixed-Amide Phosphinates. *Acta Cryst C* **2013**, *69* (10), 1181–1185. https://doi.org/10.1107/S010827011302341X.
(11) Keikha, M.; Pourayoubi, M.; Tarahhomi, A.; Lee, A. van der. Syntheses and Structures of Four New Mixed-Amide Phospho-ric Tri-amides. *Acta Cryst C* **2016**, *72* (3), 251–259. https://doi.org/10.1107/S2053229616001595.
(12) Spackman, M. A.; Jayatilaka, D. Hirshfeld Surface Analysis. *CrystEngComm* **2009**, *11* (1), 19–32. https://doi.org/10.1039/B818330A.
(13) Gomes, L. R.; Souza, M. V. N. de; Da Costa, C. F.; Wardell, J. L.; Low, J. N. Crystal Structures and Hirshfeld Surfaces of Four Meth-oxy-benzaldehyde Oxime Derivatives, 2-MeO-XC_6H_3C=NOH (X = H and 2-, 3- and 4-MeO): Different Conformations and Hydrogen-Bonding Patterns. *Acta Cryst E* **2018**, *74* (11), 1553–1560. https://doi.org/10.1107/S2056989018014020.

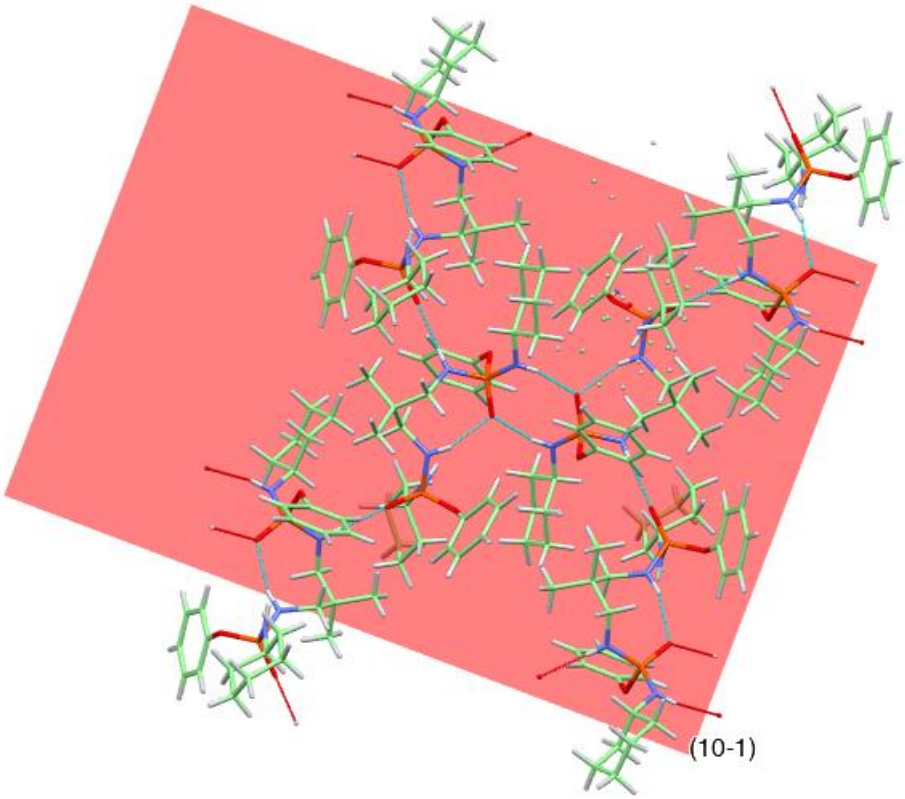


شکل ۱: ساختار شیمیایی ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-پروپان دی آمین، N و N-بیس((O - فنیل) (سیکلوهگزیل آمیدو) فسفینات)

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

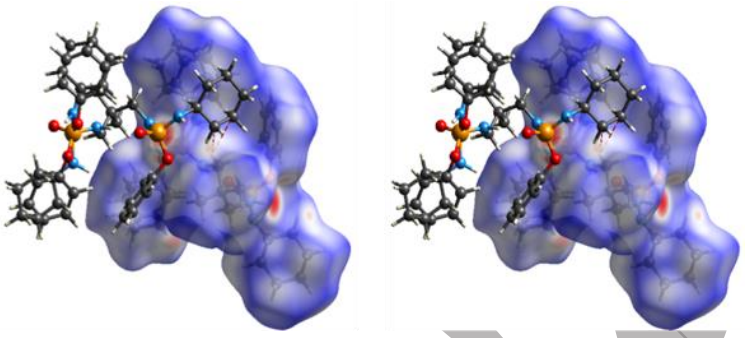


شکل ۲: ساختار مولکولی ۲و۲-دی متیل، ۱و۳-پروپان دی آمین، N و N-بیس((O - فنیل) (سیکلوهگزیل آمیدو) فسفینات)



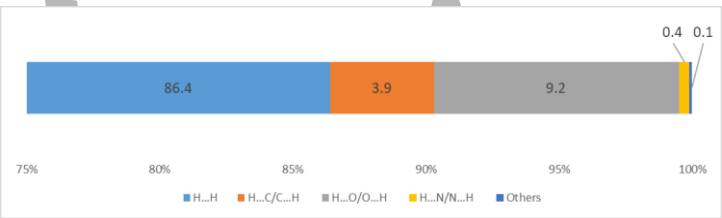
[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

شکل ۳: الگوی پیوند هیدروژنی



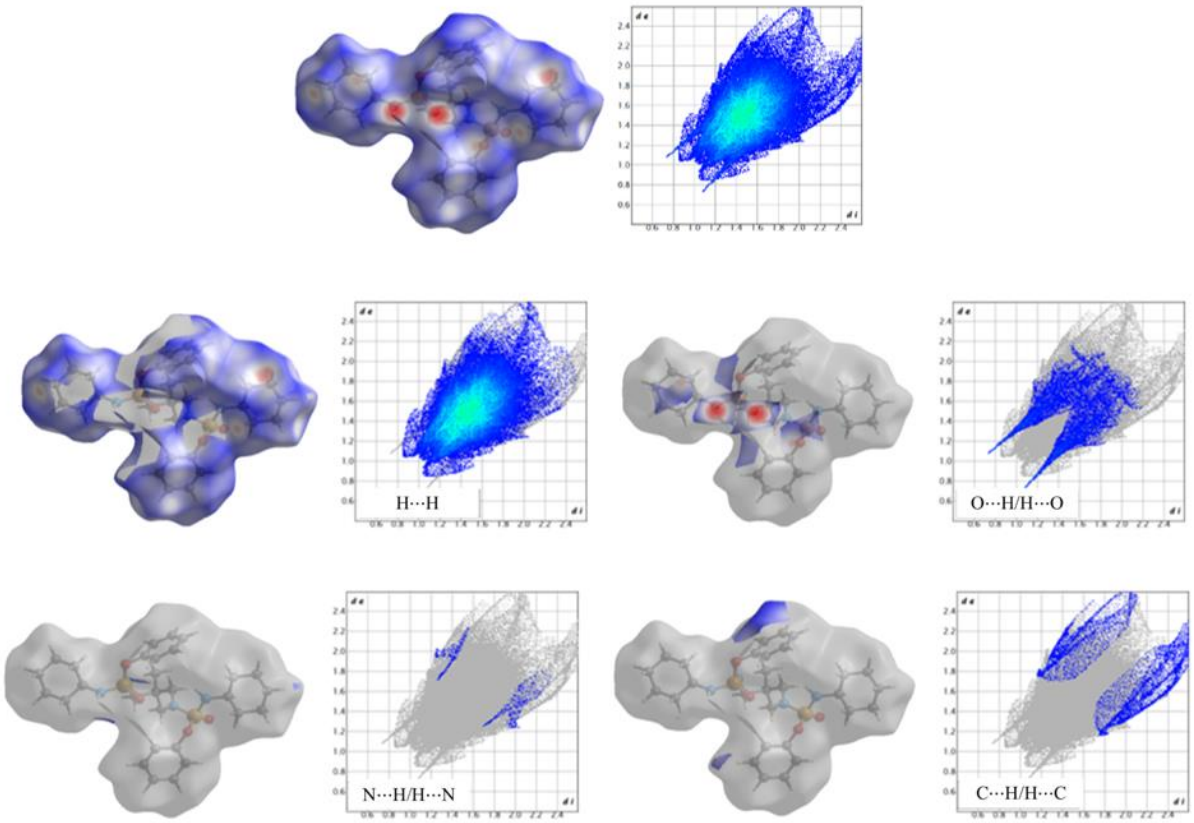
۱ ۲

شکل ۴: نقشه‌های سطح هیرشفلد d_{norm} ۱- نشاندهنده پیوند هیدروژنی قوی N–H···OP و ۲- نشاندهنده پیوند C–H···π



درصد برهمکنش‌ها در ترکیب تهیه شده

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]



شکل ۵: درصد برهمکنش‌ها در ترکیب تهیه شده و نقشه‌های دوبعدی اثر انگشت کامل و تجزیه شده به برهمکنش‌های H/H، OH/HO، CH/HC و NH/HN که درصد توزیع برهم کنش به کل سطح هیرشفلد مولکول را نشان می‌دهد.

جدول ۱: داده های بلورنگاری و حل ساختار ترکیب تهیه شده

جرم فرمولی	۵۷۶/۶۴
دما (کلوین)	۱۲۰ (۲) K
فرمول تجربی	$C_{29}H_{46}N_4O_4P_2$
طول موج	۰/۷۱۰۷۳ Å

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

سیستم بلوری	مونوکلینیک
گروه فضایی	P21/n
ابعاد سلول واحد	a =۱۳/۴۵۶۰ (۴) Å, α = ۹۰°, b =۱۵/۱۸۵۲ (۴) Å, β = ۹۹/۶۵۳ (۳)°, c = ۱۵/۵۶۳۱ (۵) Å, γ = ۹۰°
حجم	۳۱۳۵/۰۱ (۱۶) Å3
Z	۴
دانسیته (محاسباتی)	۱/۲۲۲ gcm–3
ضریب جذب	۰/۱۷۷ mm–1
F(000)	۱۲۴۰
اندازه بلور	۰/۶۰×۰/۴۵×۰/۴۰ mm
رنگ بلور	سفید، شکل چندضلعی
گستره تتا برای جمع آوری داده	۲/۹۷۰۷تا ۲۷/۵۶۴۶ درجه
محدوده‌های شاخص	−۱۶ ≤ h ≤ ۱۶, −۱۴ ≤ k ≤ ۱۸, −۱۲ ≤ l ≤ ۱۸
بازتاب‌های جمع آوری شده	۱۲۵۴۶
بازتاب‌های مستقل	۵۵۰۲ [R(int) = ۰/۰۱۵۲]
تصحیح جذب	نیمه تجربی از اکی والان‌ها
بیشینه و کمینه عبور	۰/۹۳۲۴ و ۰/۹۰۱۰
روش حل ساختار	حداقل مربعات ماتریس کامل درF2
داده/بازداری/پارامترها	۵۵۰۲/۲۳۴/۴۹۷
میزان انطباق در F2	۱/۰۶۱
شاخص‌های R نهایی [I > 2sigma(I)]	R1 = ۰/۰۴۰۵, wR2 = ۰/۱۰۴۲
شاخص‌های R (همه داده‌ها)	R1 = ۰/۰۵۴۳, wR2 = ۰/۱۰۷۷
شماره CCDC	۲۳۹۶۳۴۲

جدول ۲: برخی از طول پیوندها (بر حسب Å) و زوایای پیوندی (بر حسب درجه)

پیوند	طول در مولکول	پیوند	زاویه در مولکول
P1–O1	۱/۴۷۶۶ (۱۳)	O1–P1–O2	۱۱۲/۲۷ (۷)
P1–O2	۱/۶۰۶۰ (۱۳)	O1–P1–N2	۱۱۳/۷۲ (۸)
P1–N1	۱/۶۲۴۶ (۱۶)	O1–P1–N1	۱۱۱/۵۷ (۸)
P1–N2	۱/۶۱۹۸ (۱۶)	O2–P1–N2	۱۰۳/۰۶ (۸)
P2–O3	۱/۴۴۶۸ (۱۴)	O3–P2–O4A	۱۲۴/۹۳ (۱۶)
P2–O4A	۱/۵۲۳ (۵)	O3–P2–N3	۱۱۴/۴۳ (۹)

ویرایش شده

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

P2–N4A	۱/۶۶۲ (۳)	O3–P2–N4A	۱۰۶/۰۶ (۱۳)
P2–N3	۱/۶۰۳۱ (۱۹)	O4A–P2–N3	۱۰۱/۱۹ (۱۸)

جدول ۳: ژئومتری پیوند هیدروژنی(Å, °)

D–H···A	D–H	H···A	D···A	D–H···A
N2–H2N···O3 (–x + 1/2, y + 1/2, –z + 3/2)	۰/۸۲۸ (۱۴)	۲/۰۲۰ (۱۵)	۲/۸۴۷ (۲)	۱۷۵/۹ (۱۹)
N3–H3N···O1	۰/۸۵۶ (۱۵)	۲/۰۱۰ (۱۷)	۲/۸۳۳ (۲)	۱۶۱ (۲)
N1–H1N···O1(–x, –y + 1, –z + 1)	۰/۸۳۹ (۱۵)	۲/۱۲۵ (۱۶)	۲/۹۱۹۳ (۱۹)	۱۵۷/۹ (۱۹)

ویرایش نشده

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]

Preparation, crystal structure investigation and Hirshfeld surface analysis of a new racemic amidophosphoester compound

Ali Kalateh[a], Mehrdad Pourayoubi[a,*], Fatemeh Karimi Ahmadabad[a], Marek Nečas[b]

[a]Department of Chemistry, Faculty of Science, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

[b]Department of Chemistry, Faculty of Science, Masaryk University, Kotlarska 2, Brno CZ-61137, Czech Republic.

Correspondence e-mail: pourayoubi@um.ac.ir

Abstract:

A new racemic compound of 2,2-dimethyl-1,3-propanediamine, N,N-bis((O-phenyl)(cyclohexylamido)phosphinate), $(C_6H_5O)(C_6H_{11}NH)P(O)NHCH_2C(CH_3)_2CH_2NHP(O)(NHC_6H_{11})(OC_6H_5)$, was synthesized and studied by X-ray diffraction and spectroscopic methods. In the crystal structure, the molecules are assembled in a two-dimensional array parallel to the (10-1) plane through NH···OP hydrogen bonds. The compound crystallizes in the monoclinic crystal system with space group $P2_1/n$ and the asymmetric unit is composed of one molecule. Hirshfeld surface analysis and the fingerprint diagrams are discussed.

Keywords: Amidophosphoester, crystal structure, hydrogen bond, Hirshfeld analysis.

ویرایش نشده

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-10]