

Andrzej Gzella,* Justyna
Żwawiak and Lucjusz ZaprutkoLehrstuhl für Organische Chemie der
K. Marcinkowski Universität der Medizinischen
Wissenschaften Poznań, ul. Grunwaldzka 6,
60-780 Poznań, Polen

Correspondence e-mail: akgzella@amp.edu.pl

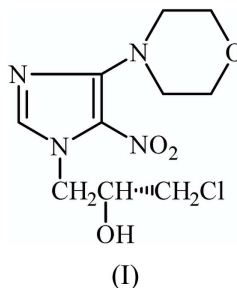
Key indicators

Single-crystal X-ray study
 $T = 293$ K
Mean $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.003$ Å
 R factor = 0.027
 wR factor = 0.076
Data-to-parameter ratio = 12.6For details of how these key indicators were
automatically derived from the article, see
<http://journals.iucr.org/e>.**(R)-(+)-3-Chlor-1-(4-morpholino-5-nitro-
1H-imidazol-1-yl)propan-2-ol**

The absolute configuration of the optically active title compound, (+)-3-chloro-1-(4-morpholino-5-nitroimidazol-1-yl)propan-2-ol, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{ClN}_4\text{O}_4$, has been confirmed as *2R* by structure refinement using Friedel-pair reflections. The nitro group takes part in the conjugation system of the imidazole ring. In consequence, the exocyclic $\text{C}-\text{N}$ bond is significantly shorter than the normal single Csp^2-NO_2 bond. In the crystal structure, the molecules are linked by $\text{O}-\text{H}\cdots\text{N}$ and $\text{C}-\text{H}\cdots\text{O}$ intermolecular hydrogen bonds into an infinite three-dimensional network.

Kommentar

Anknüpfend an eine vorangehende Publikation (Gzella *et al.*, 2000) wird in dieser Mitteilung über die Strukturanalyse des optisch aktiven (+)-3-Chlor-1-(4-morpholino-5-nitroimidazol-1-yl)propan-2-ol, (I), berichtet. Diese Verbindung, mit dem asymmetrischen C7-Kohlenstoffatom in der Seitenkette, liegt als *R*-Isomer vor (Abbildung 1). Die Torsionswinkel $\text{N1}-\text{C6}-\text{C7}-\text{O10}$ und $\text{O10}-\text{C7}-\text{C8}-\text{C19}$ betragen $60,51$ (19) bzw. $62,29$ (18)°.



Der Morpholinrest ist mit dem Kohlenstoffatom C4 und die Nitrogruppe mit dem Kohlenstoffatom C5 des Imidazolringes verbunden. Der Interplanarwinkel zwischen der Morpholin- und Imidazolebene beträgt $34,91$ (9)°. Die Nitrogruppe weicht um $19,3$ (2)° von der Imidazolringebene ab. Obwohl die Nitrogruppe nicht exakt in der Imidazolringebene liegt, beteiligt sie sich stark am konjugierten System des heterozyklischen Ringes. Davon zeugt die weitgehende Verkürzung der exozyklischen $\text{C5}-\text{N17}$ Bindung [$1,391$ (2) Å] im Vergleich zu der normalen Csp^2-NO_2 Einfachbindungslänge [$1,468$ (1) Å; Allen *et al.*, 1987]. In dieser Bindungslängenverkürzung scheint der Grund zu liegen, daß sich die Nitrogruppe in (I) gegen einen weiteren Morpholinrest nicht austauschen läßt, auch dann, wenn ein sechsfacher Überschuß des Amins eingesetzt wird und der Versuch unter Sieden verläuft (Gzella *et al.*, 2000).

In (I) beteiligt sich das Kohlenstoffatom C16 des Morpholinrestes und das Sauerstoffatom O18 der Nitro-

Eingegangen am 18. Oktober
2005
Angenommen am 4. November
2005
Internet 10. November 2005Azole, Teil XLIX. Teil XLVIII
Zaprutko *et al.* (2003).

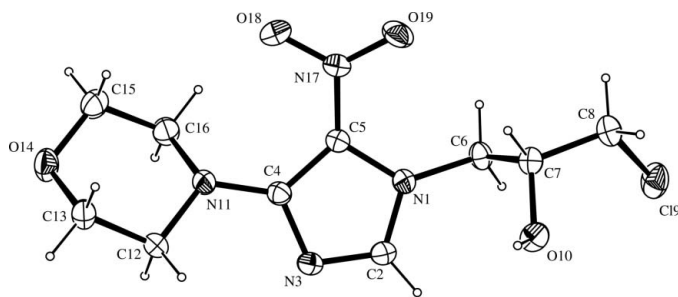


Abbildung 1
Molekülstruktur von (I) mit Nummerierung. (Wahrscheinlichkeitsniveau der Ellipsoide 30%.)

gruppe an der Bildung der intramolekularen Wasserstoffbrückenbindung C16—H16B···O18. Das Kohlenstoffatom C16 nimmt zusätzlich an der intermolekularen Wasserstoffbrücke C16—H16B···O19^{iv} teil (Tabelle 1). In der Kristallstruktur verbinden die Wasserstoffbrückenbindungen O10—H10···N3ⁱ (Tabelle 1) die Moleküle in zickzackförmige Ketten, die sich in Richtung der *b* Achse entwickeln. Nicht konventionelle C—H···O Wasserstoffbrücken verbinden die einzelnen Ketten zu einem dreidimensionalen Netzwerk.

Experimentelles

Verbindung (I), Schmp. 423–428 K, $[\alpha]_D = 57,04^\circ$ ($c = 0,42$; CHCl₃), wurde nach der Methode von Żwawiak *et al.* (2000) hergestellt. Die Einkristalle wurden aus Methanol erhalten.

Kristalldaten

C₁₀H₁₅ClN₄O₄
M_r = 290,71
Monoklin, P2₁
a = 9,6835 (16) Å
b = 5,2925 (13) Å
c = 12,823 (2) Å
β = 106,470 (15)°
V = 630,2 (2) Å³
Z = 2

D_x = 1,532 Mg m⁻³
Cu-Kα-Strahlung
Gitterparameter aus 52
Reflexen
θ = 13,8–30,0°
μ = 2,87 mm⁻¹
T = 293 (2) K
Nadel, gelb
0,58 × 0,12 × 0,05 mm

Datensammlung

Kuma KM-4 Diffraktometer
ω/2θ Scans
Absorptionskorrektur: ψ-Scan
(North *et al.*, 1968)
T_{min} = 0,657, T_{max} = 0,866
2279 gemessene Reflexe
2238 unabhängige Reflexe
2148 Reflexe mit I > 2σ(I)

R_{int} = 0,027
θ_{max} = 70,1°
h = -11 → 11
k = -6 → 6
l = 0 → 15
2 Kontrollreflexe
alle 100 Reflexen
Intensitätsschwankung: 2,1%

Verfeinerung

Verfeinerung auf F²
R[F² > 2σ(F²)] = 0,027
wR(F²) = 0,076
S = 1,03
2238 Reflexe
177 Parameter
H-Atome: s.u.
Berechnete Gewichtungen
w = 1/[σ²(F_o²) + (0,0512P)²
+ 0,0863P]
wobei P = (F_o² + 2F_c²)/3

(Δ/σ)_{max} = 0,011
Δρ_{max} = 0,18 e Å⁻³
Δρ_{min} = -0,27 e Å⁻³
Extinktionskorrektur: SHELXL97
(Sheldrick, 1997)
Extinktionskoeffizient: 0,0165 (14)
Absolute Konfiguration: Flack
(1983), mit 914 Friedel-Reflex-
paare
Flack-Parameter = -0,006 (13)

Tabelle 1

Geometrie der Wasserstoffbrücken (Å, °).

D—H···A	D—H	H···A	D···A	D—H···A
O10—H10···N3 ⁱ	0,75 (3)	2,07 (3)	2,795 (2)	164 (3)
C6—H6B···Cl9	0,97	2,76	3,1605 (19)	106
C6—H6A···O19	0,97	2,36	2,825 (3)	109
C6—H6B···O19 ⁱⁱ	0,97	2,56	3,226 (3)	126
C8—H8A···O14 ⁱⁱⁱ	0,97	2,50	3,373 (2)	149
C16—H16B···O18	0,97	2,27	2,918 (3)	124
C16—H16B···O19 ^{iv}	0,97	2,55	3,293 (3)	134

Symmetriebezeichnungen: (i) 1 - x, ½ + y, 1 - z; (ii) x, y - 1, z; (iii) x, y, z - 1; (iv) -x, y - ½, 1 - z.

Das H-Atom der Hydroxylgruppe wurde frei verfeinert [O—H 0,75 (3) Å]. Alle übrigen H-Atome wurden mit Hilfe des Reitermodells verfeinert; C—H = 0,93–0,98 Å und U_{iso}(H) = 1,2U_{aq}(C).

Datensammlung: KM-4 Software (Kuma, 1996); Zellverfeinerung: KM-4 Software; Datenreduktion: KM-4 Software; Lösung der Strukturen: SHELXS97 (Sheldrick, 1997); Verfeinerung der Strukturen: SHELXL97 (Sheldrick, 1997); Molekülgrafik: ORTEP-3 for Windows (Farrugia, 1997); Programm für die Herstellung von Veröffentlichungsmaterialien: WinGX (Farrugia, 1999).

Literatur

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–19.
Farrugia, L. J. (1997). *J. Appl. Cryst.* **30**, 565.
Farrugia, L. J. (1999). *J. Appl. Cryst.* **32**, 837–838.
Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.
Gzella, A., Wrzeczono, U. & Pöppel, W. (2000). *Acta Cryst.* **C56**, 1161–1163.
Kuma (1996). *Kuma KM-4 User's Guide*. Version 8.0.1. Kuma Diffraction, Wrocław, Polen.
North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXS97* and *SHELXL97*. Universität Göttingen, Deutschland.
Zaprutko, L., Olender, D. & Gzella, A. (2003). *Monatsh. Chem.* **134**, 1145–1150.
Żwawiak, J., Gzella, A. & Wrzeczono, U. (2000). *The XLIII Meeting of the Polish Chemical Society*, Łódź, September 10–15, Abstracts, pp. 176.