

1,1,3,3-ТЕТРАФЕНИЛ-1,3-БИС(N-МЕТИЛ-АЦЕТАМИДОМЕТИЛ)-1,3-ДИСИЛОКСАН

© 2024 г. Н. Ф. Лазарева^{1,*}, И. В. Стерхова¹, И. М. Лазарев¹

¹ Иркутский институт химии имени А. Е. Фаворского Сибирского отделения Российской академии наук,
Иркутск, 664033 Россия

*e-mail: nataly_lazareva@irioch.irk.ru

Поступило в редакцию 8 августа 2024 г.

После доработки 3 сентября 2024 г.

Принято к печати 5 сентября 2024 г.

1,1,3,3-Тетрафенил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксан образуется в результате мягкого гидролиза N-[хлор(дифенил)силил]метил-N-метилацетамида. Его строение изучено методами спектроскопии ЯМР и рентгеноструктурного анализа. Это первый пример нейтрального (O–Si) хелатного силоксана с координационным узлом C=O→SiC₃OSi.

Ключевые слова: N-[хлор(дифенил)силил]метил-N-метилацетамид, гидролиз, 1,1,3,3-тетрафенил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксан, рентгеноструктурный анализ

DOI: 10.31857/S0044460X24050071, **EDN:** FKALPP

ВВЕДЕНИЕ

Устойчивое развитие и высокая актуальность исследований в области кремнийорганических соединений, содержащих гипервалентный атом кремния, обусловлены их уникальными структурными особенностями, высокой реакционной способностью, возможностью применения в синтетической органической химии и химии материалов как в качестве исходных реагентов, так и генерированных *in situ* активных интермедиатов [1–9]. (O–Si) Хелатные N-силилметилированные производные карбоксамидов и родственных соединений А (схема 1) являются типичными представителями соединений гипервалентного кремния [1–3, 10–28]. Среди них наиболее изучены

соединения с координационным узлом C=O→SiC₃X, в которых аксиальный заместитель является либо атомом галогена либо электроноакцепторной группой [X = Hlg, OTf, OAr, OC(O)R]. Следует отметить, что (O–Si) хелаты, содержащие атом хлора в качестве аксиального заместителя, легко гидролизуются с образованием соответствующих силоксанов с тетракоординированным атомом кремния (схема 2) [20, 27, 29–36]. Их строение доказано методами ИК, ЯМР спектроскопии и рентгеноструктурного анализа, а механизм их образования в результате гидролиза подробно обсуждается в работе [35].

В 90-е годы прошлого столетия было показано, что N-триметилсилиламида и -лактамы реагируют с бис(хлорметил)дихлорсиланом (в соотношении

Схема 1.

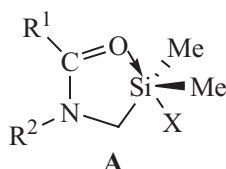


Схема 2.

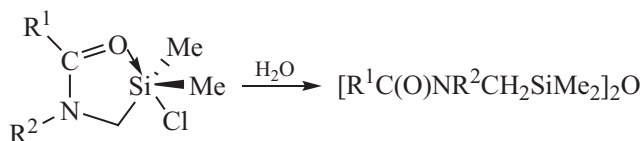
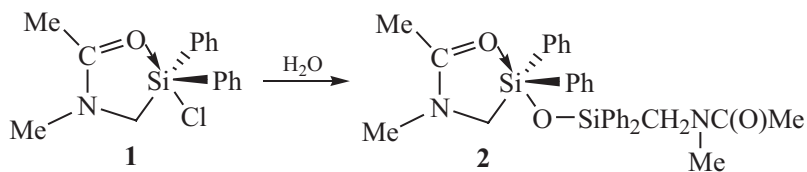


Схема 3.



2:1), образуя бис(карбоксамидометил)дихлорсиланы – соединения с гексакоординированным атомом кремния. Последующий гидролиз как этих соединений, так и их производных привел к получению комплексов $[(LCH_2)_2SiO(CH_2L)_2]^{2+} \cdot 2X^-$ (LCH_2 – лактамометильный или карбоксамидный бидентатный хелатирующий лиганд, $X^- = Cl^-, TfO^-, HgCl_3^-, HgCl_4^-$). Методом РСА однозначно доказано, что дикатионы дисилоксана $[(LCH_2)_2SiO(CH_2L)_2]^{2+}$ содержат пентакоординированные бис-С,О-хелатные силилиевые ионы, стабилизированные дативным взаимодействием $C=O \rightarrow Si$ [37–40]. Мы не нашли в литературе сведений о нейтральных силоксанах, содержащих (О–Si) хелатную группу с пентакоординированным атомом кремния.

Недавно нами был синтезирован N-[хлор(дифенил)силлил]метил-N-метилацетамид **1** [41]. Оказалось, что это соединение медленно гидролизруется влагой воздуха с образованием моно-(О–Si) хелатного 1,1,3,3-тетрафенил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксана **2** (схема 3). Цель этой работы заключалась в изучении его строения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

С целью исследования молекулярной структуры и межмолекулярных взаимодействий в твердом состоянии был проведен рентгеноструктурный анализ соединения **2**. Монокристалл получен перекристаллизацией силоксана **2** из раствора хлороформа. Молекулярная структура силоксана **2** показана на

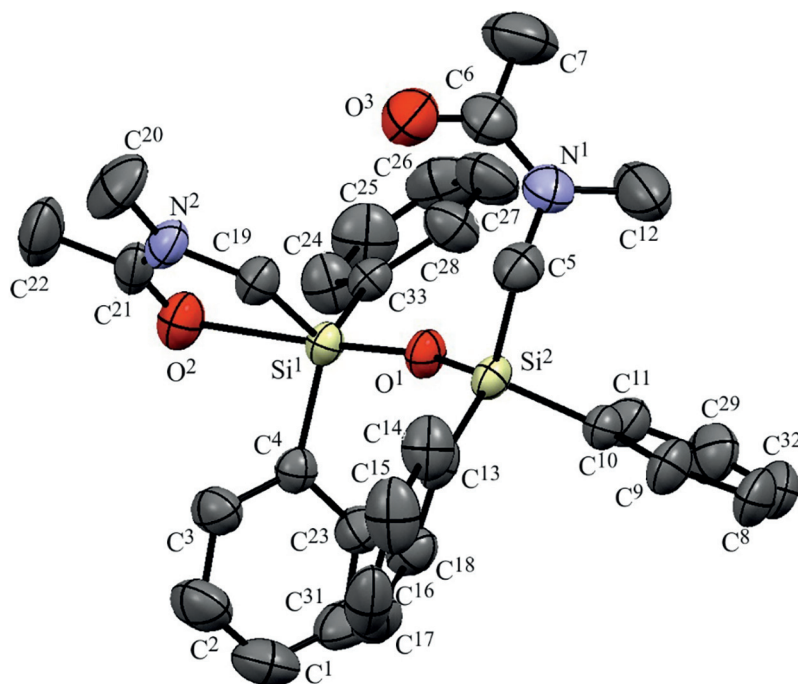


Рис. 1. Общий вид молекулы соединения **2** в кристалле (ORTEP, 20%). Атомы водорода не показаны.

рис. 1. Детали рентгеноструктурного эксперимента приведены в табл. 1.

Элементарная ячейка содержит четыре молекулы соединения **2**. Основные длины связей, валентные углы и торсионные углы представлены в табл. 2. Координационный полиэдр атома кремния Si¹ можно описать как почти идеальную тригональную бипирамиду. Атомы O¹ и O² занимают аксиальные положения, причем длины связей Si¹–O¹ и Si¹–O² существенно различаются [1.689(2) и 2.302(2) Å

Таблица 1. Кристаллические данные и детали рентгеноструктурного анализа соединения **2**.

Эмпирическая формула	C ₃₂ H ₃₆ N ₂ O ₃ Si ₂
<i>M</i> , г/моль	552.81
Кристаллическая система	Моноклинная
Пространственная группа	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i>
<i>a</i> , Å	16.935(9)
<i>b</i> , Å	9.587(5)
<i>c</i> , Å	18.758(9)
β, град	96.527(17)
<i>V</i> , Å ³	3026(3)
<i>Z</i>	4
<i>d</i> _{выч} , г/см ³	1.207
μ, мм ⁻¹	0.152
Излучение, Å	MoK _α (0.71073)
<i>T</i> , К	293(2)
2θ, град	4.65–61.64
Размер кристалла, мм	0.14 × 0.16 × 0.30
Цвет кристалла	Бесцветные призмы
<i>F</i> (000)	1160
Диапазон изменения индексов	–23 ≤ <i>h</i> ≤ 23, –13 ≤ <i>k</i> ≤ 13, –26 ≤ <i>l</i> ≤ 22
Число измеренных отражений	74824
Число независимых отражений	9033
<i>T</i> _{min} / <i>T</i> _{max}	0.6917/0.7460
Число уточняемых параметров	379
<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	0.0587/0.1296
<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂	0.1633/0.1623
Критерий согласия по <i>F</i> ²	1.021
Остаточная электронная плотность ρ _{min} /ρ _{max} , e/Å ³	0.200/–0.270

соответственно]. Связь Si¹–O² является дативной и ее длина лежит в области значений типичных соединений пентакоординированного кремния, а длина связи Si¹–O¹ близка к значениям длин силосановых связей [2]. Хелатный гетероцикл имеет почти плоское строение (рис. 2). Отклонение атома Si¹ от плоскости, образованной экваториальными атомами, составляет 0.04 Å, угол O¹Si¹O² равен 173.2°. Анализ геометрических параметров соединения **2** подтверждает пентакоординацию атома кремния, возникающую в результате образования внутримолекулярной дативной связи C=O→Si.

(O–Si) хелаты **A**, содержащие в качестве аксиального заместителя кислородсодержащую группу OR, все еще мало изучены. На схеме 4 приведены соединения, строение которых доказано методами спектроскопии и/или рентгеноструктурного анализа [12, 27, 31, 42–45]. Значения геометрических параметров хелатной группы силосана **2** и соединений **6**, **8**, **11–15** с кислородсодержащей аксиальной группой (схема 4, табл. 3) находятся в хорошем согласии [27, 31, 43, 45].

Следует отметить, что значение угла Si²O¹Si¹ составляет 156.9(1)° и существенно отличается от линейного угла 180°. Последнее значение характерно для большинства ациклических 1,3-дисилоксанов [47], в том числе дигидрохлорида 1,1,3,3-тетраметил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксана [MeC(O)NMeCH₂SiMe₂]₂O·2HCl и нейтральных 1,1,3,3-тетраметил-1,3-дисилоксанов, содержащих у атома кремния лактамометильную или имидометильную группы [35].

Молекулы 1,1,3,3-тетрафенил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксана связаны между собой двумя короткими контактами: между атомом водорода фенильной группы и некоординированной карбонильной группой C_{Ar}H···O=C (2.629 Å) и атомами водорода фенильных групп C_{Ar}H···HC_{Ar} (2.375 Å) (рис. 3). Эти слабые взаимодействия обеспечивают существование кристаллической структуры соединения **2**.

В спектрах ЯМР ¹H, ¹³C и ²⁹Si соединения **2**, зарегистрированных при комнатной температуре в растворе дейтерохлороформа, присутствует единственный набор сигналов, что указывает на эквивалентность двух групп MeC(O)NMeCH₂SiPh₂. Известно, что в (O–Si) хелатных соединениях наблюдается

Таблица 2. Геометрические параметры соединения 2.

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\varphi, \text{град}$	Торсионный угол	$\theta, \text{град}$
Si ¹ –O ¹	1.689(2)	O ¹ Si ¹ C ⁴	99.9(1)	C ¹³ Si ² O ¹ Si ¹	23.2(3)
Si ¹ –C ⁴	1.880(2)	O ¹ Si ¹ C ¹⁹	96.7(10)	C ¹¹ Si ² O ¹ Si ¹	143.2(2)
Si ¹ –C ¹⁹	1.883(3)	C ⁴ Si ¹ C ¹⁹	116.5(11)	C ⁵ Si ² O ¹ Si ¹	–98.6(3)
Si ¹ –C ³³	1.883(2)	O ¹ Si ¹ C ³³	98.8(1)	C ⁴ Si ¹ O ¹ Si ²	–69.7(3)
Si ¹ –O ²	2.302(2)	C ⁴ Si ¹ C ³³	116.6(10)	C ¹⁹ Si ¹ O ¹ Si ²	48.8(3)
Si ² –O ¹	1.607(2)	C ¹⁹ Si ¹ C ³³	120.5(11)	C ³³ Si ¹ O ¹ Si ²	171.2(2)
Si ² –C ¹³	1.869(2)	O ¹ Si ¹ O ²	173.2(1)	O ¹ Si ¹ C ³³ C ²⁴	153.7(2)
Si ² –C ¹¹	1.874(2)	C ⁴ Si ¹ O ²	83.6(1)	C ⁴ Si ¹ C ³³ C ²⁴	47.9(2)
Si ² –C ⁵	1.888(2)	C ¹⁹ Si ¹ O ²	76.5(1)	C ¹⁹ Si ¹ C ³³ C ²⁴	–103.0(2)
O ² –C ²¹	1.245(3)	C ³³ Si ¹ O ²	84.6(1)	O ² Si ¹ C ³³ C ²⁴	–32.1(2)
N ¹ –C ⁶	1.333(4)	O ¹ Si ² C ¹³	113.5(1)	O ¹ Si ¹ C ³³ C ²⁸	–23.7(2)
N ¹ –C ¹²	1.449(4)	O ¹ Si ² C ¹¹	108.1(1)	C ⁴ Si ¹ C ³³ C ²⁸	–129.56(19)
N ¹ –C ⁵	1.476(3)	C ¹³ Si ² C ¹¹	108.2(1)	C ¹⁹ Si ¹ C ³³ C ²⁸	79.5(2)
O ³ –C ⁶	1.240(3)	O ¹ Si ² C ⁵	109.5(1)	O ² Si ¹ C ³³ C ²⁸	150.4(2)
C ²⁰ –N ²	1.457(4)	C ¹³ Si ² C ⁵	108.8(1)	C ²³ C ³¹ C ¹ C ²	2.0(5)
C ³¹ –C ¹	1.375(4)	C ¹¹ Si ² C ⁵	108.6(1)	C ³¹ C ¹ C ² C ³	–1.6(5)
C ¹ –C ²	1.372(4)	Si ² O ¹ Si ¹	156.9(1)	C ¹ C ² C ³ C ⁴	–0.1(5)
C ¹⁹ –N ²	1.459(3)	C ²¹ O ² Si ¹	109.3(2)	C ² C ³ C ⁴ C ²³	1.2(4)
N ² –C ²¹	1.328(3)	C ⁶ N ¹ C ¹²	124.2(3)	C ² C ³ C ⁴ Si ¹	–172.3(2)
C ²¹ –C ²²	1.508(3)	C ¹² N ¹ C ⁵	117.0(2)	O ¹ Si ¹ C ⁴ C ³	116.7(2)
C ²⁴ –C ²⁵	1.374(4)	O ³ C ⁶ N ¹	122.7(3)	C ¹⁹ Si ¹ C ⁴ C ³	14.0(2)
C ²⁵ –C ²⁶	1.359(4)	O ³ C ⁶ C ⁷	119.1(3)	O ² Si ¹ C ⁴ C ³	–57.4(2)
C ²⁶ –C ²⁷	1.371(4)	N ¹ C ⁶ C ⁷	118.2(3)	O ¹ Si ¹ C ⁴ C ²³	–56.50(19)

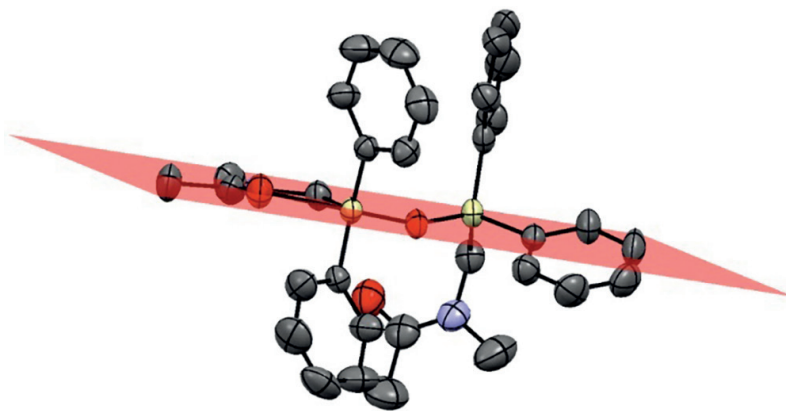
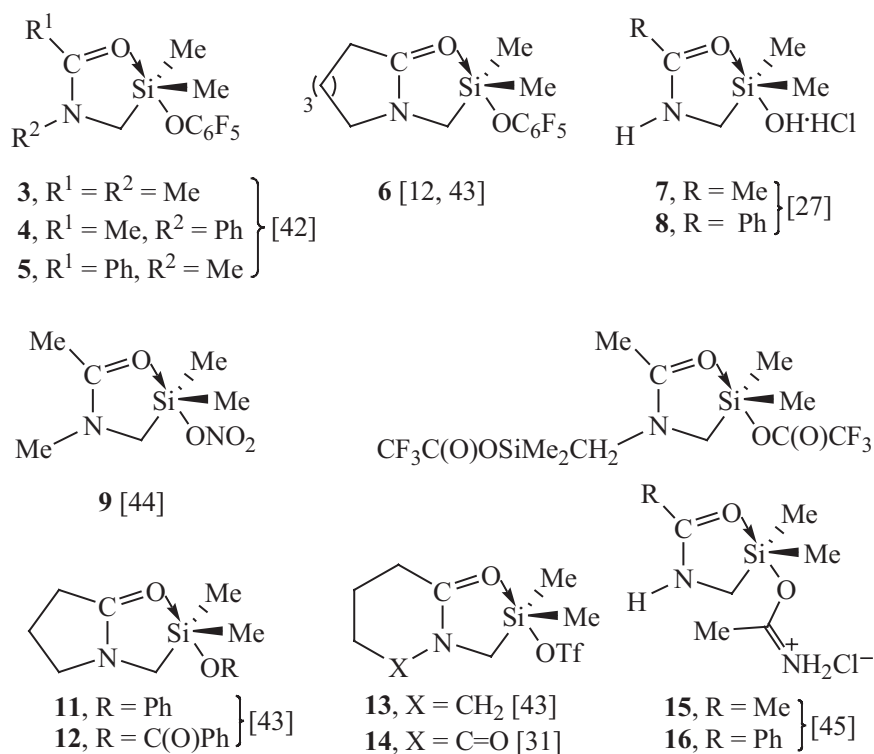


Рис. 2. Плоскость хелатного гетероцикла соединения 2.

пермутационная изомеризация – стереодинамический процесс быстрого (в шкале ЯМР) позиционного обмена заместителей в координационном узле [15]. По-видимому, в растворе соединения 2 протекает аналогичный процесс. Судя по результатам рентге-

ноструктурного анализа, дативная связь C=O→Si в соединении 2 является слабой, ее длина только на 0.065 Å меньше, чем в соединении 11 [2.302(2) и 2.367(2) Å соответственно]. Поэтому в растворе хлороформа возможен разрыв дативной связи C=O→Si¹

Схема 4.

Таблица 3. Геометрические параметры (O–Si) хелатного гетероцикла соединений **2** и **6, 8, 11–15**.

№	$d, \text{Å}$						$\varphi, \text{град}$ O–Si–O	$\eta_c, \%$ ^a	Ссылка
	C=O→Si	Si–O	C=O	C–N	NCH ₂	CH ₂ Si			
2	2.302(2)	1.689(2)	1.245(4)	1.327(5)	1.459(4)	1.882(3)	173.2(1)	99.5	Данная работа [43] [27] [43] [43] [43] [43] [31] [45]
6	1.904(4)	2.031(4)	1.269(7)	1.340(7)	1.479(7)	1.888(6)	171.2(2)	100	
8	1.906(6)	1.979(6)	1.283(8)	1.318(8)	1.457(1)	1.902(7)	169.2(2)	99.7	
11	2.367(2)	1.711(2)	1.237(3)	1.315(4)	1.456(3)	1.897(3)	169.1(1)	76.5	
12	2.228(2)	1.778(2)	1.240(2)	1.326(3)	1.448(3)	1.893(2)	167.8(1)	88.6	
13	1.753(2)	2.785(2)	1.314(3)	1.284(3)	1.467(3)	1.883(3)	165.0(1)	75.2	
14	2.078(2)	1.787(2)	1.282(4)	1.323(4)	1.461(4)	1.895(4)	166.8(1)	93.3	
15	1.931(3)	1.931(3)	1.273(4)	1.301(5)	1.452(4)	1.888(3)	172.2(1)	99.5	

^a η_c – степень пентакоординации по формуле Тамао–Кано [46].

с образованием силоксана **Б** с двумя тетракоординированными атомами кремния и формирование новой дативной связи C=O→Si² (схема 5).

Значение химического сдвига сигнала в спектре ЯМР ²⁹Si находится в более сильном поле по сравнению с силоксаном (MePh₂Si)₂O, содержащим тетракоординированный атом кремния (–18.03 и

–9.8 м. д. [48] соответственно). В табл. 4 приведены химические сдвиги в спектрах ЯМР ²⁹Si (O–Si) хелатов с координационным узлом C=O→SiC₃OR. К сожалению, изучить соединение **2** методом динамического ЯМР не удалось. Вопрос о том, существует ли это соединение в растворе в форме (O–Si) хелата или в форме **Б** остается открытым.

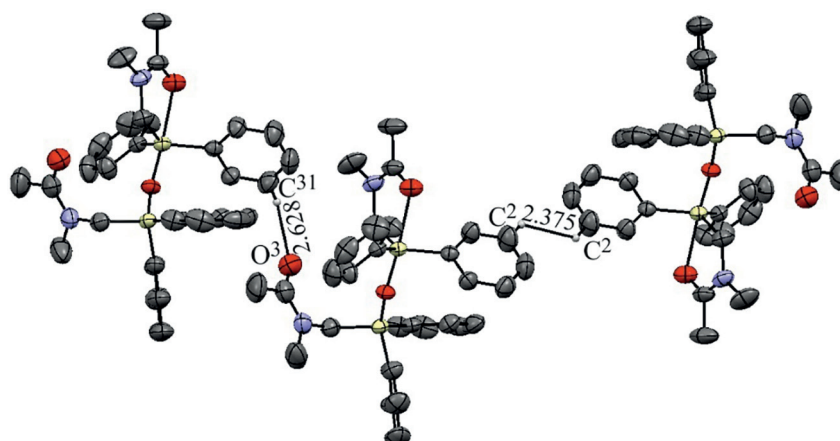
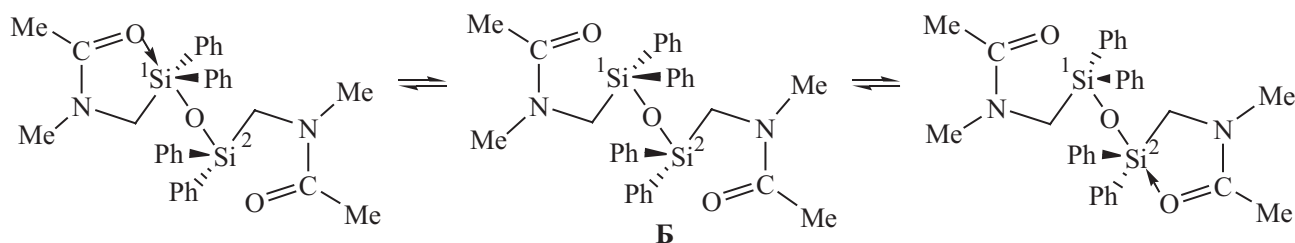


Рис. 3. Короткие контакты в кристалле соединения 2.

Схема 5.

Таблица 4. Химические сдвиги в спектрах ЯМР ^{29}Si соединения 2 и (O–Si) хелатов с координационным узлом $\text{C}=\text{O} \rightarrow \text{SiC}_3\text{OR}$.

Соединение	δ_{Si} , м. д.	Ссылка
2	–18.07	Данная работа
3	–29.9	[43]
4	–26.2	[43]
5	–23.7	[43]
6	–27.6	[12]
7 ^a	4.70	[27]
9	–37.4	[44]
10	–42.2	[12]
14	–27.6	[31]
15	–26.15	[45]
16	–24.73	[45]

^a В CD_3CN .

ВЫВОДЫ

Таким образом, гидролиз N-[хлор(дифенил)-силил]метил-N-метилацетамида влагой воздуха приводит к образованию 1,1,3,3-тетрафенил-1,3-бис(N-метилацетамидометил)-1,3-дисилоксана. Рентгеноструктурный анализ показал, что этот силоксан в кристалле существует в виде нейтрального (O–Si) монохелатного пентакоординированного соединения кремния с аксиальной силоксановой группой.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{29}Si записаны в растворе CDCl_3 при комнатной температуре на Bruker DPX 400 спектрометре (400.13, 100.61 и 79.50 МГц соответственно). В качестве внутреннего стандарта использовали ТМС и циклогексан. Элементный анализ выполнен на автоматическом анализаторе

CHNS Thermo Scientific Flash 2000. Перед использованием растворители очищали стандартными методами [49].

Исследование методом РСА выполнено на дифрактометре Bruker D8 Venture с излучением MoK_α ($\lambda = 0.71073$) с использованием φ - и ω -сканирований. Структура расшифрована и уточнена прямым методом с использованием комплекса программ SHELX [50]. Данные были скорректированы на эффекты поглощения с использованием метода мультисканирования (SADABS). Неводородные атомы уточнены анизотропно с использованием набора программ SHELX [50]. Кристаллографические данные зарегистрированы в Кембриджском центре кристаллографических данных (CCDC 2174792).

Соединение **1** синтезировано по методике, описанной ранее [41].

Гидролиз соединения 1. Соединение **1** 0.30 г (0.001 моль) выдерживали на воздухе при комнатной температуре в течение 3 месяцев. Перекристаллизацией из хлороформа выделено 0.21 г кристаллов соединения **2**, т. пл. 164–166°C. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м. д.: 2.18 с [6H, MeC(O)], 2.81 с (4H, NCH₂), 3.27 с (6H, NMe) 7.17–7.96 м (20H, PhSi). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3), δ_{C} , м. д.: 25.3 [MeC(O)], 36.9 (NCH₂), 41.8 (NMe), 172.7 (C=O), 173.4 (C=O). Спектр ЯМР ^{29}Si (CDCl_3): δ_{Si} –18.0 м. д. Найдено, %: C 69.83; H 6.74; N 4.91. $\text{C}_{32}\text{H}_{36}\text{N}_2\text{O}_3\text{Si}_2$. Вычислено, %: C 69.53; H 6.56; N 5.07.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена с использованием аналитического оборудования Байкальского центра коллективного пользования СО РАН.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kost D., Kalikhman I. In: The Chemistry of Organic Silicon Compounds/ Eds Z. Rappoport, Y. Apeloig. Chichester: Wiley, 1998. P. 1339. doi 10.1002/0470857250.ch23
2. Лукевич Э., Пудова О.А. // ХГС. 1996. № 11–12. С. 1605; Lukevics E., Pudova O.A. // Chem. Heterocycl. Compd. 1996. Vol. 32. N 11–12. P. 1381. doi 10.1007/BF01169969
3. Chuit C., Corriu R.J.P., Reyé C., Young J.C. // Chem. Rev. 1993. Vol. 93. N 4. С. 1371. doi 10.1021/cr00020a003
4. Singh G., Kaur G., Singh J. // Inorg. Chem. Commun. 2018. Vol. 88. P. 11. doi 10.1016/j.inoche.2017.12.002
5. Kung M.C., Riofski M.V., Missaghi M.N., Kung H.H. // Chem. Commun. 2014. Vol. 50. N 25. P. 3262. doi 10.1039/C3CC48766K
6. Furin G.G., Vyazankina Q.A., Gostevsky B.A., Vyazankin N.S. // Tetrahedron. 1988. Vol. 44. N 10. P. 2675. doi 10.1016/S0040-4020(88)90008-7
7. Wagler J., Böhme U., Kroke E. In: Structure and Bonding Functional Molecular Silicon Compounds I / Ed. D. Scheschkewitz. Cham: Springer, 2013. P. 29. doi 10.1007/430_2013_118
8. Sivaramakrishna A., Pete S., Mhaskar C.M., Ramann H., Ramanaiah D.V., Arbaaz M., Niyaz M., Janardan S., Suman P. // Coord. Chem. Rev. 2023. Vol. 485. 215140. doi 10.1016/j.ccr.2023.215140
9. Kano N. In: Organosilicon Compounds / Ed. V.Ya. Lee. London: Academic Press, 2017. P. 645. doi 10.1016/b978-0-12-801981-8.00011-3
10. Байков Ю.И., Крамарова Е.П., Шупов А.Г., Оленева Г.И., Артамкина О.Б., Алюанов А.И., Воронков М.Г., Пестунович В.А. // ЖОХ. 1989. Т. 59. Вып. 1. С. 110.
11. Воронков М.Г., Пестунович В.А., Байков Ю.И. // Металлоорг. хим. 1991. Т. 4. № 6. С. 1210; Voronkov M.G., Pestunovich V.A., Baukov Yu.I. // J. Organometal. Chem. (USSR). 1991. Vol. 4. N 6. P. 593.
12. Негребецкий В.В., Байков Ю.И. // Изв. АН. Сер. хим. 1997. № 11. С. 1912; Negrebetsky V.V., Baukov Yu.I. // Russ. Chem. Bull. 1997. Vol. 46. N 11. P. 1807. doi 10.1007/BF02503766
13. Николин А.А., Негребецкий В.В. // Усп. хим. 2014. Т. 83. № 9. С. 848; Nikolin A.A., Negrebetsky V.V. // Russ. Chem. Rev. 2014. Vol. 83. N 9. P. 848. doi 10.1070/RC2014v083n09ABEH004385
14. Bassindale A.R. In: Progress in organosilicon chemistry / Eds B. Marciniec, J. Chojnowski. Basel: Gordon & Breach, 1995, P. 191.
15. Негребецкий В.В., Тандура С.Н., Байков Ю.И. // Усп. хим. 2009. Т. 78. № 1. С. 24; Negrebetsky V.V., Tandura S.N., Baukov Yu.I. // Russ. Chem. Rev. 2009. Vol. 78. N 1. P. 21. doi 10.1070/10.1070/RC2009v078n01ABEH003888
16. Nikolin A.A., Kramarova E.P., Shipov A.G., Baukov Yu.I., Negrebetsky V.V., Arkhipov D.E., Korlyukov A.A., Lagunin A.A., Bylikin S.Yu., Bassindale A.R., Taylor P.G. // RSC Adv. 2016. Vol. 6. N 79. P. 75315. doi 10.1039/c6ra14450k
17. Nikolin A.A., Korlyukov A.A., Kramarova E.P., Romanenko A.R., Arkhipov D.E., Tarasenko D.V., Bylikin S.Yu., Baukov Yu.I., Negrebetsky V.V. // Mendeleev Commun. 2022. Vol. 32. N 1. P. 37. doi 10.1016/j.mencom.2022.01.011

18. *Negrebetsky V.V., Kramarova E.P., Shipov A.G., Baukov Yu.I., Korlyukov A.A., Arkhipov D.E., Bassindale A.R., Taylor P.G., Bylikin S.Yu.* // *J. Organometal. Chem.* 2018. Vol. 872. P. 31. doi 10.1016/j.jorganchem.2018.07.027
19. *Николин А.А., Корлюков А.А., Крамарова Е.П., Архипов Д.Е., Шипов А.Г., Бауков Ю.И., Негребецкий В.В.* // *Изв. АН. Сер. хим.* 2018. № 7. С. 1299; *Nikolin A.A., Korlyukov A.A., Kramarova E.P., Arkhipov D.E., Shipov A.G., Baukov Yu.I., Negrebetsky V.V.* // *Russ. Chem. Bull.* 2018. Vol. 67. N 7. P. 1299. doi 10.1007/s11172-018-2215-3
20. *Николин А.А., Корлюков А.А., Крамарова Е.П., Архипов Д.Е., Шипов А.Г., Бауков Ю.И., Негребецкий В.В.* // *Изв. АН. Сер. хим.* 2018. № 8. С. 1504; *Nikolin A.A., Korlyukov A.A., Kramarova E.P., Arkhipov D.E., Shipov A.G., Baukov Yu.I., Negrebetsky V.V.* // *Russ. Chem. Bull.* 2018. Vol. 67. N 8. P. 1504. doi 10.1007/s11172-018-2247-8
21. *Soldatenko A.S., Sterkhova I.V., Lazareva N.F.* // *J. Organometal. Chem.* 2023. Vol. 987–988. Article ID 122634. doi 10.1016/j.jorganchem.2023.122634
22. *Lazareva N.F., Sterkhova I.V., Lazarev I.M.* // *J. Organometal. Chem.* 2024. Vol. 1006. Article ID 123000. doi 10.1016/j.jorganchem.2023.123000
23. *Lazareva N.F., Chipanina N.N., Oznobikhina L.P., Shainyan B.A.* // *J. Organometal. Chem.* 2018. Vol. 876. P. 66. doi 10.1016/j.jorganchem.2018.09.007
24. *Chipanina N.N., Lazareva N.F., Oznobikhina L.P., Shainyan B.A.* // *J. Phys. Chem. (A).* 2019. Vol. 123. N 24. P. 5178. doi 10.1021/acs.jpca.9b03876
25. *Soldatenko A.S., Sterkhova I.V., Lazareva N.F.* // *J. Organometal. Chem.* 2021. Vol. 940. Article ID 121788. doi 10.1016/j.jorganchem.2021.121788.
26. *Корлюков А.А., Архипов Д.Е., Володин А.Д., Негребецкий В.В., Николин А.А., Крамарова Е.П., Шипов А.Г., Бауков Ю.И.* // *Изв. АН. Сер. хим.* 2019. № 1. С. 137; *Korlyukov A.A., Arkhipov D.E., Volodin A.D., Negrebetskii V.V., Nikolin A.A., Kramarova E.P., Shipov A.G., Baukov Yu.I.* // *Russ. Chem. Bull.* 2019. Vol. 68. N 1. P. 137. doi 10.1007/s11172-019-2429-z
27. *Korlyukov A.A., Pogozhikh S.A., Ovchinnikov Yu.E., Lyssenko K.A., Antipin M.Yu., Shipov A.G., Zamyshlyayeva O.A., Kramarova E.P., Negrebetsky V.V., Yakovlev I.P., Baukov Yu.I.* // *J. Organometal. Chem.* 2006. Vol. 691. P. 3962. doi 10.1016/j.jorganchem.2006.05.047.
28. *Yoder C.H., Ryan C.M., Martin G.F., Ho P.S.* // *J. Organometal. Chem.* 1980. Vol. 190. N 1. P. 1. doi 10.1016/S0022-328X(00)82874-0
29. *Sohail M., Bassindale A.R., Taylor P.G., Korlyukov A.A., Arkhipov D.E., Male L., Coles S.J., Hursthouse M.B.* // *Organometallics.* 2013. Vol. 32. N 6. P. 1721. doi 10.1021/om301137b
30. *Bassindale A.R., Borbaruah M., Glynn S.J., Parker D.J., Taylor P.G.* // *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2.* 1999. N 10. P. 2099. doi 10.1039/A904402G
31. *Sohail M., Panisch R., Bowden A., Bassindale A.R., Taylor P.G., Korlyukov A.A., Arkhipov D.E., Male L., Callear S., Coles S.J., Hursthouse M.B., Harrington R.W., Clegg W.* // *Dalton Trans.* 2013. Vol. 42. N 30. P. 10971. doi 10.1039/c3dt50613d
32. *Овчинников Ю.Э., Погужих С.А., Разумовская И.В., Шипов А.Г., Крамарова Е.П., Быликин С.Ю., Негребецкий В.В., Бауков Ю.И.* // *Изв. АН СССР. Сер. хим.* 1998. № 5. 997; *Ovchinnikov Yu.E., Pogozhikh S.A., Razumovskaya I.V., Shipov A.G., Kramarova E.P., Bylikin S.Yu., Negrebetsky V.V., Baukov Yu.I.* // *Russ. Chem. Bull.* 1998. Vol. 47. P. 967. doi 10.1007/BF02498170
33. *Шипов А.Г., Крамарова Е.П., Артамкина О.Б., Негребецкий В.В., Калашикова Н.А., Овчинников Ю.Э., Погужих С.А., Бауков Ю.И.* // *ЖОХ.* 2000. Т. 70. Вып. 6. С. 954.
34. *Shklover V.E., Buergi H.B., Raselli A., Armbruster T., Hummel W.* // *Acta Crystallogr. (B).* 1991. Vol. 47. N 4. P. 544. doi 10.1107/s0108768191002707
35. *Шипов А.Г., Крамарова Е.П., Мурашева Т.П., Корлюков А.А., Погужих С.А., Тарасенко С.А., Негребецкий В.В., Яковлев И.П., Бауков Ю.И.* // *ЖОХ.* 2011. Т. 81. Вып. 12. С. 2428; *Shipov A.G., Kramarova E.P., Murasheva T.P., Korlyukov A.A., Pogozhikh S.A., Tarasenko S.A., Negrebetskii V.V., Yakovlev I.P., Baukov Yu.I.* // *Russ. J. Gen. Chem.* 2011. Vol. 81. N 12. P. 1979. doi 10.1134/S1070363211120048
36. *Kertsus-Banchik E., Gostevskii B., Botoshansky M., Kalikhman I., Kost D.* // *Organometallics.* 2010. Vol. 29. N 21. P. 5435. doi 10.1021/om100461b.
37. *Крамарова Е.П., Смирнова И.С., Артамкина О.Б., Шипов А.Г., Бауков Ю.И., Овчинников Ю.Э., Мозжухин А.О., Стручков Ю.Т.* // *ЖОХ.* 1993. Т. 63. № 10. С. 2275; *Kramarova E.P., Smirnova L.S., Artamkina O.B., Shipov A.G., Baukov Yu.I., Ovchinnikov Yu.E., Mozzhukhin A.O., Struchkov Yu.T.* // *Russ. J. Gen. Chem.* 1993. Vol. 63. N 10. P. 1580.
38. *Шипов А.Г., Крамарова Е.П., Погужих С.А., Негребецкий В.В., Смирнова Л.С., Артамкина О.Б., Быликин С.Ю., Овчинников Ю.Э., Бауков Ю.И.* // *Изв. АН. Сер. хим.* 2007. № 3. С. 446; *Shipov A.G., Kramarova E.P., Pogozhikh S.A., Negrebetskii V.V., Smirnova L.S., Artamkina O.B., Bylikin S.Yu., Ovchinnikov Yu.E., Baukov Yu.I.* // *Russ. Chem. Bull.* 2007. Vol. 56. N 3. P. 461. doi 10.1007/s11172-007-0075-3
39. *Gostevskii B., Zamstein N., Korlyukov A.A., Baukov Yu.I., Botoshansky M., Kaftory M., Kocher N., Stalke D., Kalikhman I., Kost D.* // *Organometallics.* 2006. Vol. 25. N 22. P. 5416. doi 10.1021/om060629w
40. *Шипов А.Г., Корлюков А.А., Крамарова Е.П., Архипов Д.Е., Быликин С.Ю., Хунзе Ф., Погужих С.А., Мурашева Т.П., Негребецкий В.В., Хрусталев В.Н., Овчинников Ю.Э., Бассиндейл А.Р., Тейлор П.Г.А., Бауков Ю.И.* // *ЖОХ.* 2011. Т. 81. Вып. 12. С. 1963;

- Shipov A.G., Korlyukov F.F., Kramarova E.P., Arkhipov D.E., Bylikin S.Yu., Hunze F., Pogozhikh S.A., Murasheva T.P., Negrebetskii V.V., Khrustalev V.N., Ovchinnikov Yu.E., Bassindale A.R., Taylor P.G.A., Baukov Yu.I.* // Russ. J. Gen. Chem. 2011. Vol. 81. N 12. P. 2412. doi 10.1134/S1070363211120036
41. *Лазарева Н.Ф., Лазарев И.М.* // ЖОХ. 2017. Т. 87. № 8. С. 1309; *Lazareva N.F., Lazarev I.M.* // Russ. J. Gen. Chem. 2017. Vol. 87. N 8. P. 1721. doi 10.1134/S107036321708014X.
42. *Солдатенко А.С., Лазарева Н.Ф.* // Изв. АН. Сер. хим. 2023. № 9. С. 2148; *Soldatenko A.S., Lazareva N.F.* // Russ. Chem. Bull. 2023. Vol. 72. N 9. P. 2148. doi 10.1007/s11172-023-4010-z
43. *Овчинников Ю.Э., Мачарашвили А.А., Стручков Ю.Т., Шипов А.Г., Бауков Ю.И.* // ЖСХ. 1994. Т. 35. № 1. С. 100; *Ovchinnikov Yu.E., Macharashvili A.A., Struchkov Yu.T., Shipov A.G., Baukov Yu.I.* // J. Struct. Chem. 1994. Vol. 35. T. 1. P. 91. doi 10.1007/BF02578506
44. *Лазарева Н.Ф., Беляева В.В., Лазарев И.М.* // Изв. АН. Сер. хим. 2015. № 9. С. 2265; *Lazareva N.F., Belyaeva V.V., Lazarev I.M.* // Russ. Chem. Bull. 2015. Vol. 64. N 9. P. 2265. doi 10.1007/s11172-015-1150-9
45. *Soldatenko A.S., Sterkhova I.V., Lazareva N.F.* // J. Organometal. Chem. 2024. Vol. 1018. 123286. doi 10.1016/j.jorganchem.2024.123286.
46. *Kano N., Kikuchi A., Kawashima T.* // Chem. Commun. 2001. N 48. P.2096. doi 10.1039/b106501g
47. Кембриджский банк структурных данных. <https://www.ccdc.cam.ac.uk>
48. *Shankar R., Sharma A., Jangir B., Chaudhary M., Kociok-Koehn G.* // New J. Chem. 2019. Vol. 43. N 2. P. 813. doi 10.1039/c8nj04223c
49. *Armarego W.L.F., Chai C.L.L.*, Purification of Laboratory Chemicals. Butterworth-Heinemann: Elsevier, 2009. 752p.
50. *Sheldrick G.M.* // Acta Crystallogr. (D). 2008. Vol. 64. P. 112. doi 10.1107/S0108767307043930

1,1,3,3-Tetraphenyl-1,3-bis(*N*-methylacetamidomethyl)-1,3-disiloxane

N. F. Lazareva^{1,*}, I. V. Sterkhova¹, and I. M. Lazarev¹

¹ A. E. Favorsky Irkutsk Institute of Chemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Irkutsk, 664033 Russia

*e-mail: nataly_lazareva@irioch.irk.ru

Received August 8, 2024; revised September 3, 2024; accepted September 5, 2024

1,1,3,3-Tetraphenyl-1,3-bis(*N*-methylacetamidomethyl)-1,3-disiloxane is formed as a result of mild hydrolysis *N*-[chloro(diphenyl)silyl]methyl-*N*-methylacetamide. Its structure was studied by NMR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. This is the first example of a neutral (O–Si) chelate siloxane with the coordination unit C=O→SiC₃OSi.

Keywords: *N*-[chloro(diphenyl)silyl]methyl-*N*-methylacetamide, hydrolysis, 1,1,3,3-tetraphenyl-1,3-bis(*N*-methylacetamidomethyl)-1,3-disiloxane, X-ray diffraction