Crystal structure of (3THF)-*N*-lithium-*N*-(2',4',6'-tris-*t*-butyl-phenyl)-*E*-pentene(1)-amide, C₃₅H₆₂LiNO₃

F. Bosold, M. Marsch, K. Harms* and G. Boche

Fachbereich Chemie der Philipps Universität, Hans-Meerwein-Str. 32, D-35032 Marburg, Germany

Received February 20, 2001, CCDC-No. 1267/624

Abstract

C₃₅H₆₂LiNO₃, monoclinic, *P*12₁/*c*1 (No. 14), *a* = 9.1764(6) Å, *b* = 13.164(1) Å, *c* = 30.036(3) Å, β = 95.112(8)°, *V* = 3614.0 Å³, *Z* = 4, *R*_{gt}(*F*) = 0.078, *wR*_{ref}(*F*²) = 0.236, *T* = 213 K.

Source of material

Reaction of 2,4,6-tris-*t*-butylphenyl isocyanide with *n*-butyllithium leads to the title compound.

Discussion

The first formed adduct of *n*-butyllithium at the carbon atom of the isocyanide functionality, which is an acyl anion equivalent with carbene character at the carbon atom, apparently is not isolated. Rather a fast hydrogen migration takes place in this species from the neighboring methylene group to the carbenoid carbon atom leading to the title compound [1–3].

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	colorless prism, size 0.25 × 0.30 × 0.80 mm
Wavelength:	Cu K _α radiation (1.54178 Å)
μ:	4.73 cm ^{−1}
Diffractometer, scan mode:	CAD4, ω/θ
2θ _{max} :	109.96°
<i>N</i> (<i>hkl</i>) _{measured} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{unique} :	4864, 4524
Criterion for <i>I</i> _{obs} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{gt} :	<i>I</i> _{obs} > 2 σ(<i>I</i> _{obs}), 4086
<i>N</i> (<i>param</i>) _{refined} :	411
Programs:	SHELXS-97 [4], SHELXL-97 [5], DIFABS [6]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	Occ.	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso}
H(3)	4e		0.7249	0.9198	0.4652	0.062
H(5)	4e		0.7708	0.6285	0.4978	0.065
H(81)	4e		0.6870	1.0726	0.3779	0.130
H(82)	4e		0.8050	1.0181	0.4115	0.130
H(83)	4e		0.6431	1.0330	0.4247	0.130
H(91)	4e		0.7178	0.8448	0.3219	0.112
H(92)	4e		0.8525	0.8978	0.3493	0.112
H(93)	4e		0.7366	0.9643	0.3199	0.112
H(101)	4e		0.4826	0.9792	0.3414	0.111
H(102)	4e		0.4403	0.9359	0.3877	0.111
H(103)	4e		0.4657	0.8605	0.3480	0.111
H(121)	4e	0.34(2)	0.6248	0.9157	0.5360	0.162
H(122)	4e	0.34	0.6702	0.8772	0.5853	0.162
H(123)	4e	0.34	0.5723	0.8077	0.5515	0.162
H(131)	4e	0.34	0.9933	0.8575	0.5250	0.147
H(132)	4e	0.34	0.9463	0.9015	0.5706	0.147
H(133)	4e	0.34	0.8787	0.9476	0.5246	0.147
H(141)	4e	0.34	0.7448	0.6727	0.5677	0.238
H(142)	4e	0.34	0.8657	0.7366	0.5964	0.238
H(143)	4e	0.34	0.9059	0.6789	0.5529	0.238
H(124)	4e	0.66	0.6841	0.7920	0.5968	0.156
H(125)	4e	0.66	0.6592	0.6976	0.5644	0.156
H(126)	4e	0.66	0.5721	0.7999	0.5537	0.156
H(134)	4e	0.66	0.8840	0.9508	0.5343	0.196
H(135)	4e	0.66	0.8018	0.9384	0.5782	0.196
H(136)	4e	0.66	0.7110	0.9566	0.5315	0.196
H(144)	4e	0.66	0.9212	0.6876	0.5577	0.164
H(145)	4e	0.66	0.9510	0.7833	0.5892	0.164
H(146)	4e	0.66	1.0097	0.7816	0.5412	0.164
H(161)	4e		0.6298	0.4928	0.4851	0.129
H(162)	4e		0.8014	0.4794	0.4852	0.129
H(163)	4e		0.6946	0.3979	0.4612	0.129
H(171)	4e		0.8399	0.5265	0.3721	0.115
H(172)	4e		0.8430	0.4232	0.3992	0.115
H(173)	4e		0.9293	0.5191	0.4195	0.115
H(181)	4e		0.4832	0.5235	0.4073	0.107
H(182)	4e		0.5642	0.4218	0.3959	0.107
H(183)	4e		0.5745	0.5184	0.3650	0.107
H(1)	4e		0.829(4)	0.675(3)	0.338(1)	0.08(1)
H(2)	4e		0.588(4)	0.606(3)	0.273(1)	0.09(1)
H(211)	4e		0.8987	0.5930	0.2741	0.081
H(212)	4e		0.7947	0.5016	0.2588	0.081
H(221)	4e		0.6954	0.6059	0.1990	0.097
H(222)	4e		0.8208	0.6850	0.2129	0.097
H(231)	4e		0.8664	0.4882	0.1809	0.138
H(232)	4e		0.9946	0.5642	0.1966	0.138
H(233)	4e		0.8863	0.5902	0.1541	0.138
H(301)	4e		0.4209	0.7382	0.4429	0.092
H(302)	4e		0.3132	0.6442	0.4454	0.092
H(311)	4e		0.2683	0.8405	0.4686	0.142
H(312)	4e		0.1859	0.7414	0.4835	0.142
H(321)	4e		0.0116	0.7589	0.4303	0.139
H(322)	4e		0.0706	0.8717	0.4256	0.139
H(331)	4e		0.0739	0.7311	0.3646	0.095
H(332)	4e		0.1589	0.8364	0.3640	0.095

* Correspondence author (e-mail: harms@chemie.uni-marburg.de)

Table 2. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U _{iso}
H(401)	4e		0.1296	0.8056	0.2636	0.083
H(402)	4e		0.1389	0.6848	0.2641	0.083
H(411)	4e		0.2009	0.6805	0.1958	0.116
H(412)	4e		0.1541	0.7968	0.1923	0.116
H(421)	4e		0.3798	0.8349	0.1873	0.125
H(422)	4e		0.4283	0.7202	0.1970	0.125
H(431)	4e		0.5269	0.7832	0.2605	0.087
H(432)	4e		0.4194	0.8785	0.2582	0.087

Table 2. Continued.

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U _{iso}
H(501)	4e		0.4083	0.4551	0.2911	0.087
H(502)	4e		0.3142	0.5297	0.2582	0.087
H(511)	4e		0.1131	0.4367	0.2596	0.118
H(512)	4e		0.2286	0.3477	0.2711	0.118
H(521)	4e		0.1960	0.3501	0.3422	0.135
H(522)	4e		0.0407	0.3958	0.3247	0.135
H(531)	4e		0.0986	0.5450	0.3501	0.092
H(532)	4e		0.2305	0.4905	0.3786	0.092

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	Occ.	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
N(1)	4e		0.6192(2)	0.6963(2)	0.35521(7)	0.045(1)	0.046(1)	0.047(1)	0.000(1)	0.003(1)	0.005(1)
C(1)	4e		0.6744(3)	0.7228(2)	0.39921(9)	0.034(1)	0.048(2)	0.045(2)	0.003(1)	0.006(1)	0.006(1)
C(2)	4e		0.6854(3)	0.8270(2)	0.41197(9)	0.041(1)	0.048(2)	0.048(2)	0.001(1)	0.001(1)	0.008(1)
C(3)	4e		0.7217(3)	0.8509(2)	0.45694(9)	0.054(2)	0.049(2)	0.052(2)	0.005(1)	0.005(1)	-0.002(1)
C(4)	4e		0.7528(3)	0.7798(2)	0.4898(1)	0.062(2)	0.058(2)	0.043(2)	0.007(1)	0.005(1)	0.004(1)
C(5)	4e		0.7471(3)	0.6786(2)	0.47605(9)	0.060(2)	0.057(2)	0.046(2)	0.012(1)	0.006(1)	0.014(1)
C(6)	4e		0.7091(3)	0.6471(2)	0.43268(9)	0.043(1)	0.044(2)	0.049(2)	0.008(1)	0.008(1)	0.009(1)
C(7)	4e		0.6593(3)	0.9163(2)	0.3791(1)	0.063(2)	0.046(2)	0.056(2)	-0.005(1)	-0.006(1)	0.009(1)
C(8)	4e		0.7026(5)	1.0195(3)	0.4003(1)	0.121(3)	0.053(2)	0.081(3)	-0.014(2)	-0.019(2)	0.014(2)
C(9)	4e		0.7498(4)	0.9047(3)	0.3389(1)	0.082(2)	0.072(2)	0.069(2)	-0.012(2)	0.004(2)	0.028(2)
C(10)	4e		0.4972(4)	0.9236(3)	0.3625(1)	0.074(2)	0.056(2)	0.089(3)	0.009(2)	-0.012(2)	0.015(2)
C(11)	4e		0.7881(4)	0.8089(3)	0.5387(1)	0.100(3)	0.071(2)	0.048(2)	0.012(2)	0.008(2)	0.002(2)
C(121)	4e	0.34(2)	0.652(2)	0.857(2)	0.5543(5)	0.12(1)	0.15(2)	0.052(8)	0.02(1)	0.020(7)	-0.03(1)
C(131)	4e	0.34	0.913(2)	0.886(2)	0.5398(4)	0.10(1)	0.14(2)	0.056(7)	-0.02(1)	-0.010(6)	-0.044(8)
C(141)	4e	0.34	0.830(4)	0.716(1)	0.5664(5)	0.29(4)	0.13(2)	0.042(9)	0.05(2)	-0.06(2)	0.007(8)
C(122)	4e	0.66	0.6644(9)	0.7711(9)	0.5659(2)	0.131(7)	0.127(8)	0.057(4)	0.017(6)	0.032(4)	0.006(4)
C(132)	1e	0.66	0.797(2)	0.9243(5)	0.5464(2)	0.26(2)	0.080(5)	0.050(4)	-0.002(7)	-0.007(6)	-0.009(3)
C(142)	4e	0.66	0.930(1)	0.761(1)	0.5585(3)	0.108(6)	0.16(1)	0.055(4)	0.032(6)	-0.019(4)	-0.012(5)
C(15)	4e		0.7056(3)	0.5303(2)	0.4241(1)	0.060(2)	0.045(2)	0.059(2)	0.015(1)	0.012(1)	0.010(1)
C(16)	4e		0.7081(5)	0.4695(3)	0.4679(1)	0.127(3)	0.056(2)	0.076(2)	0.006(2)	0.015(2)	0.018(2)
C(17)	4e		0.8420(4)	0.4967(3)	0.4016(1)	0.071(2)	0.068(2)	0.094(3)	0.027(2)	0.020(2)	0.006(2)
C(18)	4e		0.5696(4)	0.4953(3)	0.3955(1)	0.071(2)	0.045(2)	0.098(3)	-0.001(2)	0.005(2)	0.003(2)
C(19)	4e		0.7143(3)	0.6607(2)	0.3274(1)	0.051(2)	0.059(2)	0.049(2)	0.003(1)	0.005(1)	0.007(1)
C(20)	4e		0.6887(4)	0.6160(3)	0.2872(1)	0.056(2)	0.079(2)	0.062(2)	0.003(2)	0.009(2)	-0.004(2)
C(21)	4e		0.8023(4)	0.5759(3)	0.2593(1)	0.068(2)	0.074(2)	0.063(2)	0.004(2)	0.012(2)	0.002(2)
C(22)	4e		0.7962(5)	0.6126(3)	0.2125(1)	0.104(3)	0.075(2)	0.065(2)	0.019(2)	0.011(2)	-0.000(2)
C(23)	4e		0.8944(5)	0.5592(4)	0.1835(1)	0.119(3)	0.100(3)	0.060(2)	-0.001(3)	0.023(2)	-0.016(2)
O(3)	4e		0.2828(2)	0.7218(2)	0.38894(7)	0.053(1)	0.066(1)	0.061(1)	0.014(1)	0.0113(9)	0.002(1)
C(30)	4e		0.3202(4)	0.7149(3)	0.4356(1)	0.072(2)	0.100(3)	0.061(2)	0.026(2)	0.019(2)	0.011(2)
C(31)	4e		0.2203(6)	0.7775(5)	0.4579(2)	0.124(4)	0.153(5)	0.080(3)	0.077(4)	0.021(3)	0.001(3)
C(32)	4e		0.0972(5)	0.7997(5)	0.4245(2)	0.076(3)	0.164(5)	0.107(3)	0.054(3)	0.011(2)	-0.021(3)
C(33)	4e		0.1463(4)	0.7744(3)	0.3814(1)	0.056(2)	0.094(3)	0.088(3)	0.024(2)	0.005(2)	0.001(2)
O(4)	4e		0.3308(2)	0.7526(2)	0.28161(7)	0.051(1)	0.067(1)	0.063(1)	-0.012(1)	-0.008(1)	0.017(1)
C(40)	4e		0.1899(4)	0.7472(3)	0.2568(1)	0.051(2)	0.068(2)	0.085(2)	-0.002(2)	-0.014(2)	0.012(2)
C(41)	4e		0.2184(5)	0.7479(4)	0.2090(1)	0.086(3)	0.124(4)	0.075(3)	-0.012(2)	-0.020(2)	0.002(2)
C(42)	4e		0.3715(5)	0.7770(4)	0.2075(1)	0.099(3)	0.147(4)	0.066(3)	-0.029(3)	-0.002(2)	0.012(3)
C(43)	4e		0.4252(4)	0.8049(3)	0.2538(1)	0.063(2)	0.076(2)	0.075(2)	-0.014(2)	-0.003(2)	0.026(2)
O(5)	4e		0.2870(2)	0.5527(2)	0.32231(7)	0.058(1)	0.050(1)	0.064(1)	-0.0080(9)	0.0156(9)	-0.003(1)
C(50)	4e		0.3135(4)	0.4893(3)	0.2855(1)	0.081(2)	0.060(2)	0.081(2)	-0.006(2)	0.026(2)	-0.011(2)
C(51)	4e		0.1933(5)	0.4135(3)	0.2810(2)	0.121(4)	0.074(3)	0.105(3)	-0.029(2)	0.036(3)	-0.016(2)
C(52)	4e		0.1466(7)	0.4068(4)	0.3260(2)	0.161(5)	0.089(3)	0.092(3)	-0.059(3)	0.034(3)	-0.005(2)
C(53)	4e		0.1859(4)	0.5029(3)	0.3482(1)	0.076(2)	0.076(2)	0.081(2)	-0.027(2)	0.025(2)	-0.005(2)
Li(1)	4e		0.4020(5)	0.6813(4)	0.3397(2)	0.052(3)	0.050(3)	0.055(3)	-0.003(2)	0.006(2)	0.004(2)

References

- Marks, M. J.; Walborsky, H. M.: Metallo Aldimines. 3. Coupling of Lithium Aldimines with Aryl, Vinyl, and Acetylenic Halides. *J. Org. Chem.* **47** (1982) 52-56.
- Boche, G.; Langlotz, I.; Marsch, M.; Harms, K.; Frenking, G.: [tert-Butylcyanid-Lithiumbis(trimethylsilyl)amid]₂, ein Modell des intermediären RCNMR'-Komplexes bei Reaktionen von Cyaniden RCN mit metallorganischen Verbindungen R'M. *Angew. Chem.* **105** (1993) 1207-1209; *Angew. Chem. Int. Ed.* **32** (1993) 1171-1173.
- Hilf, C.; Bosold, F.; Harms, K.; Lohrenz, J. C. W.; Marsch, M.; Schimeczek, M.; Boche, G.: Carbene Structure of Stable Acyl (Formyl) Anion Equivalents. *Chem. Ber./Recueil* **130** (1997) 1201-1212.
- Sheldrick, G. M.: SHELXS-97. Program for Crystal Structure Solution. University of Göttingen, Germany 1997.
- Sheldrick, G. M.: SHELXL-97. Program for Crystal Structure Refinement. University of Göttingen, Germany 1997.
- Walker, N.; Stuart, D.: An Empirical Method for Correcting Diffractometer Data for Absorption Effects. *Acta Crystallogr. A* **39** (1983) 159-166.