

Krystalizacja analogów 1,2-cyklopentanodiolu oraz badania strukturalne ich kokryształów z wybranymi aminami alifatycznymi.

Joanna Gajda

Promotor: dr hab. Łukasz Dobrzycki prof. ucz.

Badania prowadzone w ramach pracy magisterskiej polegały na krystalizacji i określeniu struktur krystalicznych analogów 1,2-cyklopentanodiolu oraz kokryształizacji związków z wybranymi aminami alifatycznymi. Grupy aminowe i hydroksylowe, ze względu na komplementarność oddziaływań, mogą tworzyć stosunkowo silne wiązania wodorowe, gdzie fragmenty OH czy NH_2 pełnią zarówno rolę donora jak i akceptora [1]. Przy braku innych grup funkcyjnych oddziaływania $\text{OH}\dots\text{NH}_2$ będą zatem w istotnym stopniu determinować strukturę kryształu. W ramach pracy przeprowadzono krystalizacje strukturalnie zbliżonych dioli: *cis*-1,2-cyklopentanodiolu, *trans*-1,2-cyklopentanodiolu i 1,4-anhydroerytrytolu oraz kokryształizację *cis*-1,2-cyklopentanodiol z etylenodiaminą, cyklopropyloaminą, cyklobutyloaminą, cyklopentyloaminą i cykloheksyloaminą, jak również kokryształizację *trans*-1,2-cyklopentanodiolu z etylenodiaminą, cyklopropyloaminą, cyklobutyloaminą.

Jako że badane diole mają dość niskie temperatury topnienia podczas krystalizacji oraz kokryształizacji używano metody krystalizacji *in situ* wspomaganej laserem IR [2]. Struktury otrzymanych układów określono korzystając z metody dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego na monokryształach. Dla *cis*-1,2-cyklopentanodiolu otrzymano wysokotemperaturową fazę plastyczną oraz niskotemperaturową fazę krystaliczną. Uzyskanie dobrej jakości kryształów fazy krystalicznej związku było możliwe, gdy krystalizacja była bardzo powolna, prowadzona *in situ* w odpowiednio niskiej temperaturze. Ochłodzenie monokryształu fazy plastycznej powodowało pękanie kryształów z wytworzeniem bardzo wielu różnie zorientowanych domen. Próba krystalizacji *trans*-1,2-cyklopentanodiolu doprowadziła do otrzymania jedynie fazy plastycznej związku. Natomiast krystalizacja 1,4-anhydroerytrytolu nie powiodła się. Doszło do zeszklenia związku. Dla poszczególnych alkoholi, w celu określenia temperatur topnienia oraz efektów energetycznych przejść fazowych wykonano pomiary skaningowej kalorymetrii różnicowej (DSC) [3].

Otrzymano również kokryształy *cis*-1,2-cyklopentanodiolu z etylenodiaminą, cyklopropyloaminą, cyklobutyloaminą, cyklopentyloaminą oraz cykloheksyloaminą, a także kokryształy *trans*-1,2-cyklopentanodiolu z cyklopropyloaminą i cyklobutyloaminą. Nie udało się uzyskać kokryształu *trans*-1,2-cyklopentanodiolu z etylenodiaminą. Badane układy kokryształów w mierzonym zakresie temperatur (od ok. 100 K do stopienia) nie wykazały przejść fazowych, a pozycje atomów wodoru grup NH_2 i OH są uporządkowane.

Literatura:

- [1] O. Ermer and A. Eling, "Molecular recognition among alcohols and amines: super-tetrahedral crystal architectures of linear diphenol–diamine complexes and aminophenols", *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, 1994, 925-944.
- [2] R. Boese, "Special issue on *In Situ* Crystallization", *Z. Für Krist. - Cryst. Mater.* 2014, 229, 595-601.

[3] T. Lever, P. Haines, J. Rouquerol, E. L. Charsley, P. Van Eckeren, i D. J. Burlett, „ICTAC nomenclature of thermal analysis (IUPAC Recommendations 2014)”, Pure Appl. Chem., 2014, 86, 4, 545–553.