Е. Е. Пивнева, А. В. Галенко, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов*

ПЕРЕГРУППИРОВКА АДДУКТОВ α-(АМИНОКАРБОНИЛ)АЦЕТАМИДОКСИМОВ С АЦИЛАЦЕТИЛЕНАМИ, ПРИВОДЯЩАЯ К ПРОИЗВОДНЫМ 2-АМИНОПИРРОЛОВ*

Перегруппировка и циклизация О-виниламидоксимов – аддуктов α-(аминокарбонил)ацетамидоксимов с ацетиленовыми кетонами приводит к 2-ациламинопирролам.

Ключевые слова: 2-аминопирролы, *О*-виниламидоксимы, [3,3]-сигматропная перегруппировка.

О-Винилоксимы метиленкетонов в ходе реакции Трофимова превращаются в пирролы [2–8]. Ключевой стадией при этом является [3,3]-сигматропная перегруппировка енгидроксиламина – таутомерной формы оксима. Сходным образом О-виниламидоксимы через таутомерную форму имина превращаются в имидазолы [9–14]. О-Винилацетамидоксимы, имеющие в α -положении электроноакцепторный заместитель, потенциально могут образовывать как имидазолы, так и 2-аминопирролы, интерес к которым в последние годы растёт [15, 16]. Ранее мы описали перегруппировку О-винилацетамидоксимов – аддуктов α -(аминокарбонил)ацетамидоксимов с эфирами пропиоловой и ацетилендикарбоновой кислот. В результате этой перегруппировки образуются различные типы пирролов [17, 18]. Настоящая работа посвящена исследованию направления и синтетического потенциала перегруппировки О-виниламидоксимов – аддуктов α -(аминокарбонил)ацетамидоксимов с ацетиленовыми кетонами.

О-Виниламидоксимы **3а**–**d** получены присоединением амидоксимов **1а**,**b** к ацетиленам **2а**,**b** в присутствии триэтиламина. Аддукты **3а**–**d** перегруппировываются с образованием 2-ациламинопирролов **7а**–**d**. На схеме представлен наиболее вероятный путь их образования. Реакция протекает через таутомерную форму енгидроксиламина **4**, которая в результате [3,3]-сигматропной перегруппировки превращается в дикетон **5**. Затем происходит ранее не наблюдавшееся в таких реакциях нуклеофильное расщепление β -дикетона **5** с переносом одной из ацильных групп на атом азота и образованием интермедиата **6**, который циклизуется в пиррол **7**.

Аддукты **3a,b** с бензоилфенилацетиленом подвергаются сигматропной перегруппировке неожиданно легко. Перегруппировка с заметной скоростью протекает уже при комнатной температуре. В то же время присоединение амидоксима **1a** и особенно амидоксима **1b** к ацетилену **2a** происходит медленно и требует для завершения реакции 10–15 сут при комнатной температуре. Поэтому выделить аддукты **3a,b** в чистом виде не удалось, а наиболее удобным способом получения пирролов **7a,b** оказалось проведение реакции между амидоксимами **1a,b** и бензоилфенилацетиленом **2a** при 40 °C в течение 10 сут без выделения промежуточно образующихся виниловых эфиров **3a,b**. Синтез пирролов **7a,b** описан в предварительном сообщении [1].

^{*} Предварительное короткое сообщение см. [1].



1a, 3–7 a, c $R_2N = N(CH_2)_4$, 1b, 3–7 b, d $R_2N = N(CH_2CH_2)_2O$; 2a, 3–7 a, b $R^1 = Ph$, 2b, 3–7 c, d $R^1 = Me$

Ацетилметилацетилен 2b присоединяет амидоксимы 1a,b заметно быстрее (за 5–6 сут при комнатной температуре), чем бензоилфенилацетилен, хотя амидоксим 1b реагирует значительно медленнее, чем амидоксим 1a. Мы связываем это со следующими обстоятельствами. Амидоксимы 1a,b очень плохо растворимы в органических растворителях, в том числе и в изопропиловом спирте, наиболее удобном для проведения реакции. Поэтому достичь полного растворения амидоксима в разумном количестве растворителя при 40 °С не удаётся, а повышение температуры реакции приводит к сильному осмолению реакционной смеси. Поэтому амидоксимы 1a,b вводятся в реакцию в виде суспензии. Амидоксим 1b растворим заметно хуже амидоксима 1a, что приводит к увеличению времени реакции и падению выхода из-за накопления продуктов осмоления. Аддукты 3c,d были выделены в чистом виде. Они с заметной скоростью перегруппировываются только при температуре выше 80 °С. Наилучшие выходы пирролов 7c,d были получены при кипячении соединений 3c,d в толуоле.

Строение пирролов **7а–d** подтверждается спектрами ЯМР ¹Н и ¹³С. Необходимо было надёжно отличить пирролы **7** от изомерных пирролов **8**. Образования такого типа пирролов можно было ожидать, если бы реакция протекала как перегруппировка таутомерной имино-формы с последующим переносом ацильной группы на атом азота и циклизацией с участием нуклеофильного α -углеродного атома промежуточного амидина. Возможность протекания реакции по такому пути была нами показана ранее [17, 18]. Выбор между структурами **7** и **8** был сделан на основании значений прямых КССВ С–Н пиррольного фрагмента. Для всех описанных в настоящей статье пирролов это значение лежит в интервале 169–173 Гц, что характерно для β -незамещённых пирролов. Для α -незамещённых пирролов **8** следовало ожидать КССВ ~183–194 Гц [17, 19, 20].



943

Кроме того, пиррол 7а был получен встречным синтезом по реакции с известной хемоселективностью [21, 22].



Таким образом, ацетиленовые кетоны 2a,b, имеющие два одинаковых заместителя R^1 , дают единственные продукты реакции – пирролы 7a-d, а образования изомерных пирролов 8 или имидазолов не наблюдается.

Ацетилфенилацетилен 2с, имеющий различные заместители при тройной связи и карбонильной группе, реагирует с амидоксимом 1а сравнительно медленно, а перегруппировка аддукта 3е протекает с заметной скоростью уже при комнатной температуре. Выдерживание смеси реагентов 1a и 2c при температуре 40–45 °C в течение 30 сут привело к исчезновению в реакционной смеси исходных соединений и появлению аддукта 3е и пирролов 7е и 7f в соотношении примерно 2:2:1 (по данным ЯМР спектроскопии), поэтому аддукт 3е не выделяли. Для завершения реакции потребовалось ещё 30 сут при той же температуре, после чего два изомерных пиррола 7е и 7f были разделены хроматографически и выделены с выходами 24 и 12% соответственно.



Различить пирролы 7e,f оказалось возможным по следующим признакам. Пирролы 7e,f заметно отличаются значениями химических сдвигов протона пиррольного кольца. В пирроле 7e этот сигнал находится при 6.06 м. д., что близко к значениям для пирролов 7c,d (5.97 и 5.78 м. д.), имеющих рядом с протоном метильную группу. В пирроле 7f сигнал этого же протона находится при 6.62 м. д., что близко к значениям для пирролов 7a,b (6.69 и 6.50 м. д.) [1], имеющих рядом с протоном фенильную группу. Пирролы 7e,f различаются характером сигналов протонов фенильной группы. В спектре ЯМР ¹H пиррола 7f, где фенил присоединён непосредственно к пиррольному кольцу, сигналы протонов фенильного кольца находятся в сравнительно узкой области 7.21–7.47 м. д., что характерно для арилзамещённых бензолов [19]. В спектре пиррола 7e сигналы *мета-* и *орто-*протонов находятся в области 7.45–7.56 м. д., а сигнал *орто-*протонов заметно сдвинут в слабое поле и находится при 7.99 м. д. Такой вид сигналов характерен для бензоильной группы [19]. Сигналы атомов углерода метильных групп пирролов 7e,f

отмечены при 13.1 и 24.3 м. д., что близко к значениям для 2-метилпиррола и ацетамидов соответственно [19]. Образование двух изомерных пирролов 7e,f указывает на вероятное возникновение в ходе реакции интермедиата, в котором метильный и фенильный заместители находятся в эквивалентных положениях. Таким интермедиатом, вероятно, является β-дикетон 5e.

Таким образом, *О*-винил-α-(аминокарбонил)ацетамидоксимы во всех изученных случаях перегруппировываются в производные 2-аминопирролов, реагируя по тому же пути, что и оксимы метиленкетонов. Образования альтернативных продуктов реакции – имидазолов, обычных продуктов перегруппировки ароматических амидоксимов, не отмечено.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ¹Н и ¹³С записаны на приборе Bruker DPX-300 (300 и 75 МГц соответственно) в CDCl₃; внутренний стандарт – сигналы остаточных протонов (δ 7.26 м. д.) и ядер ¹³С (δ 77.2 м. д.) растворителя. Элементный анализ проведён на CHN-анализаторе HP-185B.

Синтез пирролов 7а, b из амидоксимов описан в предварительном сообщении [1].

Встречный синтез пирролидида 2-(*N*-бензоиламино)-5-фенилпиррол-3-карбоновой кислоты (7а). К раствору 0.341 г (2.2 ммоль) 3,3-диамино-1-(пирролидин-1-ил)пропенона [23] в 20 мл абс. ЕtOH при перемешивании и охлаждении до 0 °С добавляют 0.199 г (1.0 ммоль) α-бромацетофенона, перемешивают 10 мин при 0 °С, затем оставляют перемешиваться при комнатной температуре 6 ч. Растворитель упаривают, остаток растворяют в воде и экстрагируют EtOAc. Органические фазы объединяют, промывают насыщенным раствором NaCl, сушат над CaCl₂. Растворитель упаривают. Полученные бежевые кристаллы аминопиррола растворяют в CH₂Cl₂ и к раствору при охлаждении до 0 °С и перемешивании добавляют 0.18 мл (1.3 ммоль) Et₃N и 0.12 мл (1.0 ммоль) PhCOCl. Смесь перемешивают 1 ч при 0 °С и 1 сут при комнатной температуре. Растворитель упаривают, остаток растворяют в EtOAc, органическую фазу промывают водой, насыщенным раствором NaHCO₃ и насыщенным раствором NaCl, сушат над CaCl₂. Растворитель упаривают, остаток растворяют в кипящей смеси EtOAc-гексан, 1:1, и охлаждают раствор до -20 °C. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, сушат на воздухе и получают 0.150 г (42%) пиррола 7а в виде жёлтых кристаллов с т. пл. 175–176 °С. Температура плавления и спектры ЯМР совпадают с таковыми пиррола, полученного из амидоксима 1а [1].

N-(1-Метил-3-оксобут-1-енилокси)-3-оксо-3-пирролидин-1-илпропионамидин (3c). Суспензию 1.75 г (10.2 ммоль) 1-(пирролидин-1-илкарбонил)ацетамидоксима (1а), 0.82 г (10.0 ммоль) ацетилметилацетилена (2b) и 0.16 мл (1.0 ммоль) Et₃N в 50 мл 2-PrOH выдерживают 5 сут при 40 °C. Смесь охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают и промывают холодным 2-PrOH. Выход 1.44 г (56%); бесцветные кристаллы; т. пл. 168–169 °C. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 1.84–2.04 (4H, м, 3,4-CH₂ пирролидин); 2.15 (3H, с, CH₃CO); 2.31 (3H, с, HC=CC<u>H₃</u>); 3.21 (2H, с, COCH₂); 3.48–3.57 (4H, м, N(CH₂)₂); 5.59 (2H, уш. с, NH₂); 6.22 (1H, с, HC=C). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 17.8 (HC=C<u>C</u>H₃); 24.5 и 26.1 (3,4-CH₂ пирролидин); 32.2 (H₃<u>C</u>CO); 35.9 (CH₂); 46.2 и 47.4 (N(CH₂)₂); 100.9 (H<u>C</u>=C); 153.2 (HC=<u>C</u>CH₃); 166.2 и 169.8 (NCN, NCO); 198.0 (<u>C</u>OCH₃). Найдено, %: C 56.79; H 7.56; N 16.32. C₁₂H₁₉N₃O₃. Вычислено, %: C 56.90; H 7.56; N 16.59.

N-(1-Метил-3-оксобут-1-енилокси)-3-(морфолин-4-ил)-3-оксопропионамидин (3d). Суспензию 2.32 г (12.4 ммоль) 1-(морфолин-4-илкарбонил)ацетамидоксима (1b), 1.02 г (12.4 ммоль) ацетилметилацетилена (2b) и 0.18 мл (1.3 ммоль) Et₃N в 60 мл 2-PrOH выдерживают 6 сут при 40 °C. Растворитель отгоняют, остаток хроматографируют на силикагеле, элюируя смесью CH₂Cl₂–MeOH, 50:3. Собирают фракции с R_f 0.34. Полученную маслянистую массу кипятят 2 мин в смеси EtOAc–гексан, 1:1, и охлаждают. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, сушат на воздухе. Выход 0.48 г (15%); бежевые кристаллы; т. пл. 144–145 °C. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д.: 2.13 (3H, c, СН₃СО); 2.30 (3H, с, HC=CC<u>H</u>₃,); 3.28 (2H, с, COCH₂); 3.50–3.75 (8H, м, 4CH₂ морфолин); 5.38 (2H, уш. с, NH₂); 6.17 (1H, с, CH=C). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 17.7 (CH₃); 32.2 (H₃<u>C</u>CO); 35.3 (CH₂); 42.4 и 46.8 (N(CH₂)₂); 66.7 (O(CH₂)₂); 100.9 (H<u>C</u>=C); 152.6 (H₃C<u>C</u>=CH); 166.3 и 169.7 (NCN, NCO); 197.9 (<u>C</u>OCH₃). Найдено, %: С 53.63; H 7.25; N 15.46. C₁₂H₁₉N₃O₄. Вычислено, %: С 53.52; H 7.11; N 15.60.

Пирролидид 2-(*N***-ацетиламино**)-5-метилпиррол-3-карбоновой кислоты (7с). Суспензию 0.4 г (1.58 ммоль) аддукта **3с** кипятят 4 ч в 15 мл толуола в колбе с насадкой Дина–Старка (контроль TCX, элюент CH₂Cl₂–MeOH, 25:1). Растворитель отгоняют в вакууме, остаток растворяют в CH₂Cl₂ и перемешивают с активированным углём. Уголь отфильтровывают и фильтрат упаривают. Остаток хроматографируют на силикагеле, элюируя смесью CH₂Cl₂–MeOH, 25:1 (R_f 0.52). Выход 0.2 г (54%); бесцветные кристаллы; т. пл. 161–163 °C. Спектр ЯМР ¹Н, δ , м. д. (*J*, Гц): 1.87–1.97 (4H, м, 3,4-CH₂ пирролидин); 2.16 (3H, с) и 2.19 (3H, с, CH₃CO, 5-CH₃); 3.58–3.71 (4H, м, N(CH₂)₂); 5.97 (1H, д, *J* = 2.2, ¹*J*_{C-H} = 172, H-4); 10.48 (1H, уш. с, H-1); 11.24 (1H, уш. с, NHCO). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 13.0 (5-CH₃); 24.2 (H₃<u>C</u>CO); 24.0 и 26.8 (3,4-CH₂ пирролидин); 46.8 и 48.1 (N(CH₂)₂) (сигналы уширены вследствие заторможенного вращения вокруг амидной связи); 99.3 (C-4); 103.5 (C-3); 121.2 (C-5); 136.0 (C-2); 166.0, 168.7 (CO). Найдено, %: C 61.39; H 7.42; N 17.72. C₁₂H₁₇N₃O₂. Вычислено, %: C 61.26; H 7.28; N 17.86.

Морфолид 2-(*N*-ацетиламино)-5-метилпиррол-3-карбоновой кислоты (7d). Суспензию 0.405 г (1.50 ммоль) аддукта 3d кипятят 3 ч в 15 мл толуола в колбе с насадкой Дина–Старка (контроль TCX, элюент CH₂Cl₂–MeOH, 25:1). Растворитель отгоняют, остаток хроматографируют на силикагеле, элюируя смесью CH₂Cl₂– MeOH, 25:1 (R_f 0.51). Выход 0.169 г (45%); бесцветные кристаллы; т. пл. 116–118 °C. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Гц): 2.17 (3H, с) и 2.19 (3H, с, CH₃CO, 5-CH₃); 3.66–3.81 (8H, м, 4CH₂ морфолин); 5.78 (1H, д, J = 2.2, H-4) (${}^{1}J_{C-H}$ = 173); 10.39–10.43 (2H, м, H-1, NHCO). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 12.9 (5-CH₃); 24.2 (H₃<u>C</u>CO); 45.4 (N(CH₂)₂); 67.1 (O(CH₂)₂); 98.1 (C-4); 103.3 (C-3); 121.5 (C-5); 136.1 (C-2); 167.2, 168.7 (CO). Найдено, %: C 57.25; H 6.82; N 16.78. C₁₂H₁₇N₃O₃. Вычислено, %: C 57.36; H 6.82; N 16.72.

Пирролидид 2-(N-бензоиламино)-5-метилпиррол-3-карбоновой кислоты (7е) и 2-(N-ацетиламино)-5-фенилпиррол-3-карбоновой пирролидид кислоты (7f). Суспензию 0.890 г (5.2 ммоль) 1-(пирролидин-1-илкарбонил)ацетамидоксима (1а), 0.750 г (5.2 ммоль) ацетилфенилацетилена (2c) и 0.75 мл (0.52 ммоль) Еt₃N в 15 мл 2-PrOH выдерживают 65 сут при 40-45 °C. Растворитель отгоняют, смесь растворяют в CH₂Cl₂, перемешивают с активированным углём, фильтруют, фильтрат упаривают, остаток хроматографируют на силикагеле, элюируя смесью CH₂Cl₂-MeOH, 50:1. Выделяют фракции с пирролом 7e ($R_f 0.59$) и со смесью двух пирролов ($R_f 0.59$ и 0.42). Фракцию, содержащую оба пиррола, дополнительно хроматографируют на силикагеле, элюируя смесью петролейный эфир – ацетон, 5:1, что позволяет полностью разделить пирролы 7е ($R_{\rm f}$ 0.1) и 7f ($R_{\rm f}$ 0.05) и отделить их от примесей. Суммарный выход пиррола 7е 0.374 г (24%); жёлтые кристаллы; т. пл. 161–162 °С. Спектр ЯМР ¹Н, б, м. д. (*J*, Гц): 1.94-1.97 (4H, м, 3,4-CH₂ пирролидин); 3.67-3.75 (4H, м, N(CH₂)₂); 2.26 (3H, с, CH₃); 6.06 (1H, д, *J* = 2.2, H-4) (¹*J*_{C-H} = 169); 7.45–7.56 (3H, м, H Ph); 7.99 (2H, д, *J* = 7.3, H Ph); 10.72 (1H, уш. с, H-1); 12.38 (1H, уш. с, NHCO). Спектр ЯМР ¹³С, б, м. д.: 13.1 (CH₃); 23.9 и 26.7 (3,4-CH₂ пирролидин); 47.1 и 48.4 (N(CH₂)₂) (сигналы уширены вследствие замедленного вращения вокруг амидной связи); 100.1 (С-4); 103.9 (С-3); 121.6; 127.4; 128.9; 132.2; 133.2; 136.3; 164.9; 166.3 (CO). Найдено, %: С 68.75; Н 6.44; N 14.10. C₁₇H₁₉N₃O₂. Вычислено, %: С 68.67; Н 6.44; N 14.13.

Суммарный выход пиррола **7f** 0.184 г (12%); бежевые кристаллы; т. пл. 177–179 °С. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Гц): 1.92–2.02 (4H, м, 3,4-CH₂ пирролидин); 3.63–3.84 (4H, м, N(CH₂)₂); 2.23 (3H, с, CH₃); 6.62 (1H, д, *J* = 2.9, H-4) (${}^{1}J_{C-H}$ = 172); 7.21 (1H, т, *J* = 7.3), 7.36 (2H, т, *J* = 7.3) и 7.47 (2H, д, *J* = 7.3, H Ph); 11.15 (1H, уш. с) и 11.32 (1H, уш. с, NHCO, H-1). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 24.3 (CH₃); 24.0 и 26.9 (3,4-CH₂ пирролидин); 47.0 и 48.3 (NCH₂)₂) (сигналы уширены вследствие замедленного вращения вокруг амидной связи); 101.2 (C-4); 103.1 (C-3); 123.6; 125.4; 126.5; 129.0; 131.8; 137.8; 165.8; 169.2 (CO). Найдено, %: C 68.50; H 6.38; N 14.07. C₁₇H₁₉N₃O₂. Вычислено, %: C 68.67; H 6.44; N 14.13.

- 1. Е. Е. Пивнева, Д. В. Дарьин, А. В. Галенко, П. С. Лобанов, *XГС*, 1893 (2010). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **46**, 1531 (2010).]
- B. A. Trofimov, A. I. Mikhaleva, E. Yu. Schmidt, L. N. Sobenina, Adv. Heterocycl. Chem., 99, 209 (2010).
- E. Yu. Schmidt, N. V. Zorina, M. Yu. Dvorko, N. I. Protsuk, K. V. Belyaeva, G. Clavier, R. Meallet-Renault, T. T. Vu, A. I. Mikhaleva, B. A. Trofimov, *Chem.– Eur. J.*, 17, 3069 (2011).
- H.-Y. Wang, D. S. Mueller, R. M. Sachwani, R. Kapadia, H. N. Londino, L. L. Anderson, J. Org. Chem., 76, 3203 (2011).
- H.-Y. Wang, D. S. Mueller, R. M. Sachwani, H. N. Londino, L. L. Anderson, Org. Lett., 12, 2290 (2010).
- 6. S. Ngwerume, J. E. Camp, J. Org. Chem., 75, 6271 (2010).
- B. A. Trofimov, T. E. Glotova, M. Yu. Dvorko, I. A. Ushakov, E. Yu. Schmidt, A. I. Mikhaleva, *Tetrahedron*, 66, 7527 (2010).
- T. E. Glotova, E. Yu. Schmidt, M. Yu. Dvorko, I. A. Ushakov, A. I. Mikhaleva, B. A. Trofimov, *Tetrahedron Lett.*, 51, 6189 (2010).
- M. Yokoyama, Y. Menjo, M. Ubukata, M. Irie, M. Watanabe, H. Togo, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 67, 2219 (1994).
- 10. D. H. Boschelli, D. T. Connor, Heterocycles, 35, 121 (1993).
- 11. P. S. Branco, S. Prabhokar, A. M. Lobo, D. J. Williams, Tetrahedron, 48, 6335 (1992).
- J.-M. Stutzmann, G. A. Bohme, A. Boireau, D. Damour, M. W. Debono, A. Genevois-Borella, P. Jimonet, J. Pratt, J. C. R. Randle, Y. Ribeil, M. Vuilhorgne, S. Mignani, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 10, 1133 (2000).
- 13. M. Vuilhorgne, J. Malpart, S. Mutti, S. Mignani, J. Heterocycl. Chem., 40, 159 (2003).
- J. A. Tucker, T. L. Clayton, C. G. Chidester, M. W. Schulz, L. E. Harrington, S. J. Conrad, Y. Yagi, N. L. Oien, D. Yurek, M. S. Kuo, *Bioorg. Med. Chem.*, 8, 601 (2000).
- L. V. Frolova, N. M. Evdokimov, K. Hayden, I. Malik, S. Rogelj, A. Kornienko, I. V. Magedov, Org. Lett., 13, 1118 (2011).
- M. B. Wallace, M. E. Adams, T. Kanouni, C. D. Mol, D. R. Dougan, V. A. Feher, S. M. O'Connell, L. Shi, P. Halkowycz, Q. Dong, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 20, 4156 (2010).
- 17. А. В. Галенко, С. И. Селиванов, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *XГС*, 1328 (2007). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **43**, 1124 (2007).]
- А. В. Галенко, С. И. Селиванов, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, Вестн. СПбГУ, сер. 4, № 3, 120 (2007).
- 19. Э. Преч, Ф. Бюльманн, К. Аффольтер, Определение строения органических соединений, Мир, Москва, 2006.
- Von H.-O. Kalinowsky, S. Berger, S. Braun, ¹³C–NMR–Spektroskopie, Georg Thieme Verlag, Stuttgart–New York, 1984, S. 455.
- 21. E. Toja, A. DePaoli, G. Tuan, J. Kettenring, Synthesis, 272 (1987).
- V. Pittala, G. Romeo, L. Salerno, M. A. Siracusa, M. Modica, L. Materia, I. Mereghetti, A. Cagnotto, T. Mennini, G. Marucci, P. Angeli, F. Russo, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 16, 150 (2006).
- 23. С. Г. Рязанов, С. И. Селиванов, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *Журн. орган. химии*, **44**, 292 (2008).

Санкт-Петербургский государственный университет, Университетская наб., 26, Санкт-Петербург 198504, Россия e-mail: pslob@mail.ru Поступило 14.09.2011