

А. Н. Хрусталева^{1*}, К. А. Фролов¹, В. В. Доценко¹,
А. О. Дмитриенко², И. С. Бушаринов², С. Г. Кривоколыско¹

**СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ ПИРИДО[1,2-*a*][1,3,5]ТРИАЗИНА
АМИНОМЕТИЛИРОВАНИЕМ 6-АМИНО-4-АРИЛ-2-ОКСО-
1,2-ДИГИДРОПИРИДИН-3,5-ДИКАРБОНИТРИЛОВ**

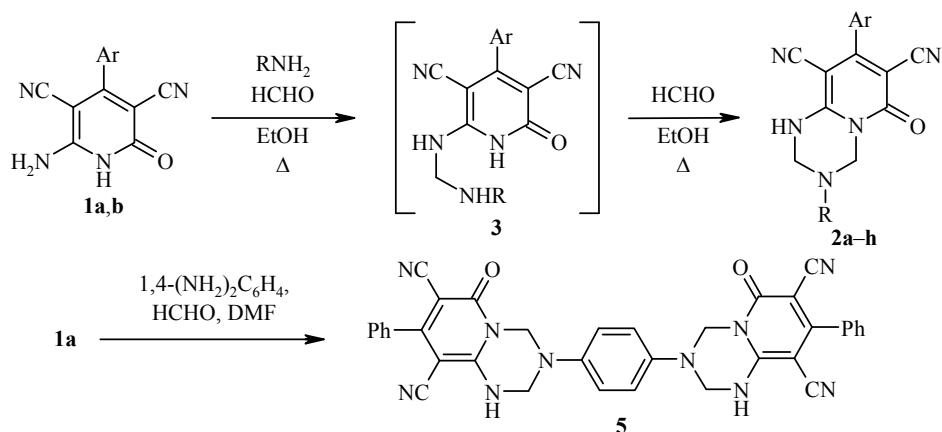
Аминометилирование 6-амино-4-арил-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрилов под действием первичных аминов и избытка формальдегида приводит к образованию производных 3-*R*-8-арил-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2*H*-пиридо[1,2-*a*]-[1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрилов. Строение 6-оксо-3,8-дифенил-1,3,4,6-тетрагидро-2*H*-пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрила было изучено с помощью метода РСА.

Ключевые слова: 6-амино-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрилы, пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазины, многокомпонентная циклоконденсация, реакция Манниха, РСА.

3-Цианопиридин-2(1*H*)-халькогеноны являются важными исходными реагентами для получения различных гетероциклических систем, многие из которых проявляют биологическую активность [1–7]. В настоящее время в нашей лаборатории интенсивно изучаются реакции аминометилирования производных 3-цианопиридин-2(1*H*)-тиона и -селенона [8–29]. В то же время в литературе имеются лишь отрывочные данные о реакциях с участием их кислородсодержащих аналогов [1, 3]. В продолжение цикла наших работ мы решили изучить реакционную способность 6-амино-4-арил-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрилов **1a,b** в условиях реакции Манниха.

Установлено, что исходные пиридоны **1a,b** легко реагируют с первичными аминами и избытком формальдегида с образованием 3-*R*-8-арил-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2*H*-пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрилов **2a–h** с выходами 23–77% (схема 1).

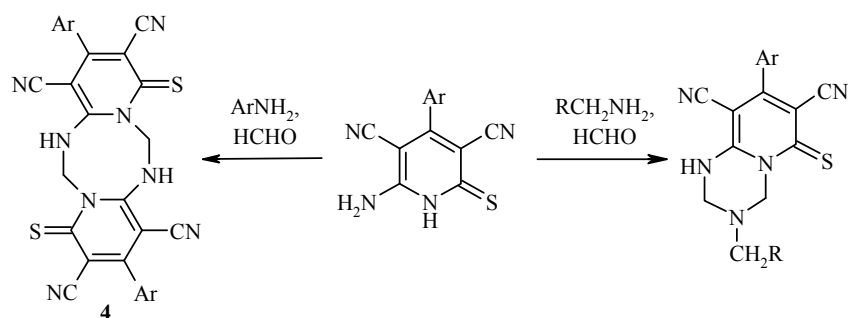
Схема 1



1a, 2a–e Ar = Ph; **1b, 2f–h** Ar = 4-MeOC₆H₄;
2a,f R = Me, **b,g** R = CH₂Ph, **c** R = Ph, **d,h** R = 4-MeC₆H₄, **e** R = 4-FC₆H₄

Существенная разница в выходах связана, вероятно, с различной растворимостью продуктов реакции. Предположительно, реакция протекает с образованием неизоллируемого интермедиата **3**, который при взаимодействии со второй молекулой формальдегида подвергается внутримолекулярной циклоконденсации, приводящей к соединениям **2a–h**. Примечателен тот факт, что направление реакции Манниха аналогичных серосодержащих пиридинов зависит от природы действующего амина. Так, при использовании высоко-нуклеофильных алифатических аминов образуются производные пиридо[1,2-*a*]-[1,3,5]триазины, тогда как в случае ароматических аминов образуются либо дипириротетразоцины **4**, либо смеси последних с пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триази-нами [28] (схема 2).

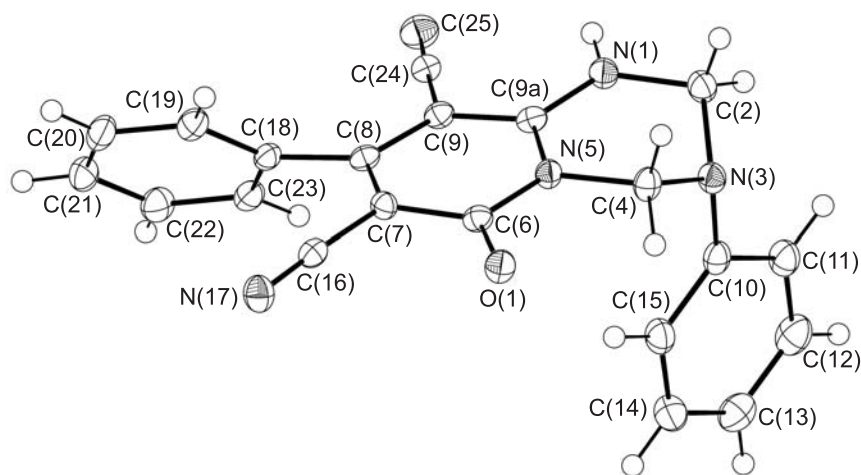
Схема 2



Было установлено, что аминотетрагидропиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазинов кислородсодержащих субстратов **1a,b** приводит к образованию пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазинов независимо от природы аминного компонента. Попытки осуществить реакцию соединений **1a,b** со вторичными аминами (морфолин) и HCHO в тех же условиях не привели к успеху – с выходами 51 и 70 % соответственно были выделены исходные пиридоны. При взаимодействии пиридоны **1a** с *n*-фенилендиамин в соотношении 2:1 в присутствии избытка HCHO был получен 3,3'-(1,4-фенилен)бис(6-оксо-8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2*H*-пиридо[1,2-*a*][1,3,5]-триазин-7,9-дикарбонитрил) (**5**) с выходом 65% (схема 1).

Полученные соединения **2a–h** представляют собой мелкокристаллические порошки, плохо растворимые в EtOH и эфире и умеренно растворимые в ацетоне и ДМСО. Соединение **5** нерастворимо в EtOH и ацетоне, плохо растворимо в ДМФА и ДМСО. Данные спектральных исследований подтверждают строение соединений **2a–h** и **5**. В ИК спектрах присутствуют полосы валентных колебаний группы C=O в области 1710–1725, сопряжённых нитрильных групп при 2200–2232 и связей N–H при 3167–3480 см⁻¹. В спектрах ЯМР ¹H данных соединений обнаруживаются сигналы протонов двух метиленовых групп 2-CH₂ и 4-CH₂ (разрешаются как уширенные синглеты в области 4.33–5.07 и 4.89–5.63 м. д. соответственно) и сигналы протонов NH в виде уширенных синглетов при 8.91–9.31 м. д.

Строение 6-оксо-3,8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2*H*-пиридо[1,2-*a*][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрила (**2c**) было подтверждено методом РСА (рисунок). Центральный бицикл в молекуле **2c** практически плоский (среднеквадратичное отклонение атомов от плоскости 0.05 Å), за исключением атома N(3), который выходит из плоскости на 0.726(2) Å. Этот атом сильно пирамидализован (выход из плоскости заместителей составляет 0.353(2) Å) и его неподелённая электронная пара (*lp*) не участвует в сопряжении с фенильным кольцом, так как псевдоторсионный угол *lp*-N(3)-C(10)-C(11) составляет 60°.



Молекулярная структура соединения **2c** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью

В то же время псевдоторсионные углы $lp-N(3)-C(2)-N(1)$ и $lp-N(3)-C(4)-N(5)$ отвечают оптимальным для стереоэлектронных взаимодействий $n_N \rightarrow \sigma_{C-N}^*$ значениям 167.7 и 171.9° соответственно. Действительно, связь $N(5)-C(4)$ (1.493(2) Å) удлинена на 0.059(4) Å по сравнению со связью $C(4)-N(3)$ (1.434(2) Å), а связь $N(1)-C(2)$ (1.478(2) Å) длиннее на 0.035(4) Å по сравнению со связью $N(3)-C(2)$ (1.443(2) Å). Это означает, что в кристалле наблюдаются оба стереоэлектронных взаимодействия $lp-N(3)-C(2)-N(1)$ и $lp-N(3)-C(4)-N(5)$, причём амидный атом $N(5)$, как и следовало ожидать, оказывается более сильным акцептором электронов, чем енаминный атом $N(1)$.

Фенильное кольцо $C(18)-C(23)$ развёрнуто относительно центрального бицикла на 61.78(5)° и не участвует в сопряжении с системой двойных связей. Диеновый фрагмент $C(7)-C(8)-C(9)-C(9a)$ сильно сопряжён: формально одинарная связь $C(8)-C(9)$ (1.405(2) Å) короче формально двойной $C(9)-C(9a)$ (1.415(2) Å). В рамках теории резонанса это может быть объяснено существенным вкладом канонических структур с переносом заряда с атомов $N(1)$ и $N(5)$ на атомы $C(7)$ или $C(9)$, отрицательный заряд на которых может быть стабилизирован цианогруппами.

В кристалле молекулы **2c** образуют цепочки вдоль оси a , связанные водородными связями $N(1)-H(1)\cdots O(11)$ ($N\cdots O$ 2.931(3) Å, $N-H\cdots O$ 155(2)°). В свою очередь, друг с другом эти цепочки связаны слабыми взаимодействиями $C-H\cdots\pi$.

Таким образом, реакция аминотетирования 6-амино-4-арил-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрилов может быть успешно использована для получения новых производных пиридо[1,2- a][1,3,5]триазина.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на спектрометре ИКС-29 в вазелиновом масле. Спектры ЯМР 1H зарегистрированы на приборах Bruker DRX-500 (500 МГц) и Varian Unity Plus (400 МГц) в $DMCO-d_6$, спектры ЯМР ^{13}C – на приборе Bruker DRX-500 (125 МГц) в $DMCO-d_6$, внутренний стандарт TMS. ВЭЖХ/МС анализ проведён на жидкостном хроматографе Agilent 1100 с детекторами DAD, ELSD Sedex 75, совмещённом с масс-спектрометром Agilent LC/MSD VL, ионизация электрораспылением при атмосферном давлении. Элементный анализ выполнен на приборе Carlo-

Erba 1106 Elemental Analyzer. Температуры плавления определены на столике Кофлера и не исправлены. Контроль за чистотой полученных соединений осуществлён методом ТСХ на пластинах Silufol UV-254, элюент ацетон–гексан, 1:1, проявитель – пары иода или УФ свет.

Получение 6-амино-4-арил-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрилов 1a,b (общая методика). Соединения **1a,b** получают по модифицированной методике [30]. К раствору 0.69 г (0.03 моль) металлического натрия в 30 мл абсолютного EtOH добавляют смесь 0.02 моль соответствующего арилметиленмалононитрила и 1.68 г (0.02 моль) цианоацетамида. Реакционную смесь кипятят в течение 2 ч (наблюдается образование осадка) и оставляют на ночь при 20 °С, затем подкисляют конц. HCl до pH 4–5. Смесь выдерживают в течение 48 ч при 4 °С. Осадок отфильтровывают, промывают охлаждённым EtOH. Из фильтрата при выдерживании в холодильнике в течение 72 ч получают дополнительные количества продукта. Соединения **1a,b** используют в дальнейших превращениях без дополнительной очистки.

6-Амино-2-оксо-4-фенил-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрил (1a). Выход 2.2 г (46%), жёлтый мелкокристаллический порошок, т. пл. 267–269 °С (т. пл. 270 °С [30], 315–320 °С [31]). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3320 (N–H), 2220 (C≡N), 1695 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д.: 7.42–7.52 (5H, м, H Ph); 8.36 (2H, уш. с, NH₂); 12.52 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 237 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 235 [M–H][–], 471 [2M–H][–].

6-Амино-4-(4-метоксифенил)-2-оксо-1,2-дигидропиридин-3,5-дикарбонитрил (1b). Выход 2.5 г (46%), зелёно-жёлтый мелкокристаллический порошок, т. пл. > 250 °С (т. пл. 205–207 °С [32], 290 °С (с разл.) [33]). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3330, 3180 (N–H), 2235, 2220 (C≡N), 1665 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 3.82 (3H, с, OCH₃); 7.07 (2H, д, $^3J = 8.1$, H Ar); 7.43 (2H, д, $^3J = 8.1$, H Ar); 8.27 (2H, уш. с, NH₂); 12.32 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 267 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 265 [M–H][–], 531 [2M–H][–].

Получение 3-R-8-арил-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-a][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрилов 2a–h (общая методика). Смесь 1.7 ммоль пиридона **1a,b** и 3.7 ммоль соответствующего первичного амина перемешивают в 30 мл EtOH при 60 °С до растворения исходных реагентов, затем добавляют 2.0 мл (26.6 ммоль) 37% формалина, свободного от примеси параформа. Полученный раствор кипятят в течение 2–3 мин и быстро фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Реакционную смесь оставляют на 48–72 ч при 20 °С. Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают EtOH. Соединения **2c,d,e,g** дополнительно очищают перекристаллизацией из смеси EtOH–ацетон, 1:1.

3-Метил-6-оксо-8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-a][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрил (2a). Выход 150 мг (30%), светло-жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 236–238 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3390, 3300 (N–H), 2220, 2200 (C≡N), 1723 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д.: 2.48 (3H, с, CH₃); 4.34 (2H, уш. с, 2-CH₂); 4.90 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.45–7.56 (5H, м, H Ph); 8.98 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 292 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 290 [M–H][–]. Найдено, %: C 65.81; H 4.60; N 24.13. C₁₆H₁₃N₅O. Вычислено, %: C 65.97; H 4.50; N 24.04.

3-Бензил-6-оксо-8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-a][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрил (2b). Выход 480 мг (77%), жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 232–234 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3480, 3302 (N–H), 2220 (C≡N), 1710 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д.: 3.88 (2H, уш. с, CH₂Ph); 4.40 (2H, уш. с, 2-CH₂); 4.97 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.30–7.39 (5H, м, H Ph); 7.46–7.51 (2H, м, H Ph); 7.53–7.59 (3H, м, H Ph); 8.98 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 54.3 (CH₂Ph); 59.5, 61.5 (C-2,4); 75.1 (C-9); 86.8 (C-7); 115.2 (C≡N); 116.3 (C≡N); 127.6 (C Ar); 127.9 (C Ar); 128.3 (C Ar); 128.6 (C Ar); 128.9 (C Ar); 130.2 (C Ar); 134.5 (C Ar); 136.9 (C Ar); 153.7 (C-8); 158.8 (C-9a); 160.2 (C-6). Масс-спектр, m/z : 368 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 366 [M–H][–]. Найдено, %: C 71.83; H 4.78; N 18.88. C₂₂H₁₇N₅O. Вычислено, %: C 71.92; H 4.66; N 19.06.

6-Оксо-3,8-дифенил-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-a][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрил (2c). Выход 140 мг (23%), светло-жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 202–

204 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3292 (N–H), 2222 (C≡N), 1720 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д.: 5.07 (2H, уш. с, 2-CH₂); 5.63 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.00–7.05 (1H, м, H Ph); 7.12–7.18 (2H, м, H Ph); 7.32–7.39 (2H, м, H Ph); 7.44–7.55 (5H, м, H Ph); 9.31 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 58.9, 59.9 (C-2,4); 75.2 (C-9); 87.0 (C-7); 114.9 (C≡N); 116.0 (C≡N); 117.8 (C Ar); 122.6 (C Ar); 127.9 (C Ar); 128.6 (C Ar); 129.7 (C Ar); 130.3 (C Ar); 134.2 (C Ar); 145.6 (C Ar); 153.8 (C-8); 158.5 (C-9a); 160.4 (C-6). Масс-спектр, m/z : 352.0 [M–H][–]. Найдено, %: C 71.41; H 4.39; N 19.77. C₂₁H₁₅N₅O. Вычислено, %: C 71.38; H 4.28; N 19.82.

3-(4-Метилфенил)-6-оксо-8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]-триазин-7,9-дикарбонитрил (2d). Выход 450 мг (72%), жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 183–185 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3342 (N–H), 2232, 2210 (C≡N), 1712 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 2.22 (3H, с, 4-CH₃); 5.02 (2H, уш. с, 2-CH₂); 5.59 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.03 (2H, д, $^3J = 8.2$, H Ar); 7.14 (2H, д, $^3J = 8.2$, H Ar); 7.45–7.55 (5H, м, H Ph); 9.29 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 20.1 (CH₃); 59.1, 60.2 (C-2,4); 75.1 (C-9); 87.0 (C-7); 114.9 (C≡N); 116.0 (C≡N); 117.8 (C Ar); 127.9 (C Ar); 128.6 (C Ar); 130.1 (C Ar); 130.3 (C Ar); 131.6 (C Ar); 134.2 (C Ar); 143.2 (C Ar); 153.8 (C-8); 158.5 (C-9a); 160.4 (C-6). Масс-спектр, m/z : 366.1 [M–H][–]. Найдено, %: C 71.84; H 4.75; N 18.97. C₂₂H₁₇N₅O. Вычислено, %: C 71.92; H 4.66; N 19.06.

6-Оксо-8-фенил-3-(4-фторфенил)-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]-триазин-7,9-дикарбонитрил (2e). Выход 190 мг (30%), светло-жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 172–174 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3241 (N–H), 2222, 2200 (C≡N), 1711 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д.: 5.01 (2H, уш. с, 2-CH₂); 5.58 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.18–7.22 (4H, м, H Ar); 7.47–7.58 (5H, м, H Ar); 9.27 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 370.0 [M–H][–]. Найдено, %: C 67.88; H 3.88; N 18.79. C₂₁H₁₄FN₅O. Вычислено, %: C 67.92; H 3.80; N 18.86.

3-Метил-8-(4-метоксифенил)-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]-триазин-7,9-дикарбонитрил (2f). Выход 169 мг (31%), горчично-жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 252–254 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3308 (N–H), 2206 (C≡N), 1710 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 2.47 (3H, с, CH₃); 3.83 (3H, с, OCH₃); 4.33 (2H, уш. с, 2-CH₂); 4.89 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.08 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 7.45 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 8.91 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 322.0 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 320.1 [M–H][–]. Найдено, %: C 63.49; H 4.79; N 21.69. C₁₇H₁₅N₅O₂. Вычислено, %: C 63.54; H 4.71; N 21.79.

3-Бензил-8-(4-метоксифенил)-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]-триазин-7,9-дикарбонитрил (2g). Выход 189 мг (28%), жёлто-зелёные мелкие кристаллы, т. пл. 204–206 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3451, 3272 (N–H), 2219, 2205 (C≡N), 1725 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 3.83 (3H, с, OCH₃); 3.87 (2H, уш. с, CH₂Ph); 4.39 (2H, уш. с, 2-CH₂); 4.95 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.10 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 7.28–7.37 (5H, м, H Ph); 7.45 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 8.92 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 398.1 [M+H]⁺. Масс-спектр, m/z : 396.1 [M–H][–]. Найдено, %: C 69.39; H 4.90; N 17.58. Вычислено, %: C 69.51; H 4.82; N 17.62.

3-(4-Метилфенил)-8-(4-метоксифенил)-6-оксо-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрил (2h). Выход 182 мг (27%), жёлто-зелёные мелкие кристаллы, т. пл. 158–160 °С (с разл.). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 2.22 (3H, с, CH₃); 3.81 (3H, с, OCH₃); 5.01 (2H, уш. с, 2-CH₂); 5.57 (2H, уш. с, 4-CH₂); 7.01 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 7.06 (2H, д, $^3J = 8.3$, H Ar); 7.14 (2H, д, $^3J = 8.8$, H Ar); 7.43 (2H, д, $^3J = 8.8$, H Ar); 9.20 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр, m/z : 396.1 [M–H][–]. Найдено, %: C 69.37; H 4.84; N 17.55. C₂₃H₁₉N₅O₂. Вычислено, %: C 69.51; H 4.82; N 17.62.

3,3'-(1,4-Фенилен)бис(6-оксо-8-фенил-1,3,4,6-тетрагидро-2H-пиридо[1,2-а][1,3,5]триазин-7,9-дикарбонитрил (5). Смесь 600 мг (2.5 ммоль) пиридона **1a** и 140 мг (1.3 ммоль) *n*-фенилендиамина перемешивают в 10 мл ДМФА при 60 °С до растворения исходных реагентов, затем добавляют 2.5 мл (33.3 ммоль) 37% формалина, свободного от примеси параформа. Полученный раствор кипятят в течение 5 мин и быстро фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Реакционную смесь

оставляют на 24 ч при 20 °С. Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают EtOH. Выход 510 мг (65%), светло-жёлтые мелкие кристаллы, т. пл. 237–239 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3342, 3167 (N–H), 2220 (C≡N), 1710 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д.: 5.01 (4H, уш. с, 2,2'-CH₂); 5.57 (4H, уш. с, 4,4'-CH₂); 7.14 (4H, уш. с, H Ar); 7.40–7.57 (10H, м, H Ph); 9.01 (2H, уш. с, 2NH). Соединение **5** не удалось охарактеризовать с помощью ВЭЖХ/МС в связи с низкой растворимостью. Найдено, %: С 68.69; Н 3.97; N 22.22. Вычислено, %: С 68.78; Н 3.85; N 22.28.

Рентгеноструктурное исследование соединения 2с. Монокристаллы соединения **2с** (C₂₁H₁₅N₅O, *M* 353.38), выращенные из смеси EtOH–ацетон, 1:1, ромбические, пространственная группа *Pbca* (no. 61). Параметры элементарной ячейки при 100 К: *a* 14.496(10), *b* 10.013(7), *c* 23.526(16) Å, *V* 3415(4) Å³, *Z* 8, $\rho(\text{MoK}\alpha)$ 0.089 мм^{-1} , $d_{\text{выч}}$ 1.375 г/мм^3 . В интервале углов $3.462 \leq 2\theta \leq 66.454^\circ$ измерено 32742 отражений, из них 6343 независимых (R_{int} 0.1490, R_{sigma} 0.1255). Итоговые факторы расходимости: R_1 0.0610 (отражения с $I > 2\sigma(I)$), wR_2 0.1344 (все отражения). Кристалл подходящего качества был выбран и помещён на стеклянной игле в дифрактометр Bruker APEX II DUO. Измерения проведены с использованием комплекса программ Olex2 [34], структура расшифрована программой olex2.solve методом "charge flipping" и уточнена МНК, используя программу ShelXLMP-2012 [35]. Полный набор рентгеноструктурных данных для соединения **2с** депонирован в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 976616).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. А. Родиновская, В. К. Промоненков, Ю. А. Шаранин, В. П. Литвинов, А. М. Шестопалов, в кн. *Итоги науки и техники. Органическая химия*, под ред. М. И. Кабачника, ВИНТИ, Москва, 1989, т. 17, с. 3.
2. В. П. Литвинов, В. К. Промоненков, Ю. А. Шаранин, А. М. Шестопалов, в кн. *Итоги науки и техники. Органическая химия*, под ред. М. И. Кабачника, ВИНТИ, Москва, 1989, т. 17, с. 72.
3. V. P. Litvinov, L. A. Rodinovskaya, Yu. A. Sharanin, A. M. Shestopalov, A. Senning, *Sulfur Rep.*, **13**, 1 (1992).
4. В. П. Литвинов, *Успехи химии*, **75**, 645 (2006). [*Russ. Chem. Rev.*, **75**, 577 (2006).]
5. В. П. Литвинов, С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, *XTC*, 579 (1999). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **35**, 509 (1999).]
6. V. P. Litvinov, *Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem.*, **74**, 139 (1993).
7. В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 2123 (1998). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **47**, 2053 (1998)].
8. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, А. Н. Чернега, В. П. Литвинов, *Докл. АН*, **389**, 763 (2003).
9. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *XTC*, 1695 (2005). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **41**, 1428 (2005).]
10. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 2605 (2005). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **54**, 2692 (2005).]
11. V. V. Dotsenko, S. G. Krivokolysko, A. N. Chernega, V. P. Litvinov, *Monatsh. Chem.*, **138**, 35 (2007).
12. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, Э. Б. Русанов, *Докл. АН*, **413**, 345 (2007). [*Dokl. Chem.*, **413**, 68 (2007).]
13. V. V. Dotsenko, S. G. Krivokolysko, V. P. Litvinov, *Monatsh. Chem.*, **138**, 489 (2007).
14. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *XTC*, 1709 (2007). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **43**, 1455 (2007).]
15. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 1014 (2007). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **56**, 1053 (2007).]
16. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 2397 (2007). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **56**, 2482 (2007).]
17. V. V. Dotsenko, S. G. Krivokolysko, V. P. Litvinov, *Monatsh. Chem.*, **139**, 271 (2008).

18. V. V. Dotsenko, S. G. Krivokolysko, V. P. Litvinov, *Monatsh. Chem.*, **139**, 657 (2008).
19. В. В. Доценко, К. А. Фролов, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 1436 (2009). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **58**, 1479 (2009).]
20. К. А. Фролов, В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *ХГС*, 1413 (2010). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **46**, 1142 (2010).]
21. Е. А. Чигорина, В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, *ХГС*, 1108 (2011). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **47**, 913 (2011).]
22. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 129 (2012). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **61**, 131 (2012).]
23. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 134 (2012). [*Russ. Chem. Bull., Int. Ed.*, **61**, 136 (2012).]
24. В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, *ХГС*, 721 (2012). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **48**, 672 (2012).]
25. К. А. Фролов, В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, В. П. Литвинов, *ХГС*, 1197 (2012). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **48**, 1117 (2012).]
26. Е. А. Чигорина, В. В. Доценко, *ХГС*, 1838 (2012). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **48**, 1722 (2013).]
27. К. А. Фролов, В. В. Доценко, С. Г. Кривоколыско, Р. И. Зубатюк, О. В. Шишкин, *ХГС*, 507 (2013). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **49**, 472 (2013).]
28. В. В. Доценко, С. Ю. Суйков, Т. М. Пехтерева, С. Г. Кривоколыско, 1082 (2013). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **49**, 1009 (2013).]
29. D. I. Osolodkin, L. I. Kozlovskaya, E. V. Dueva, V. V. Dotsenko, Y. V. Rogova, K. A. Frolov, S. G. Krivokolysko, E. G. Romanova, A. S. Morozov, G. G. Karganova, V. A. Palyulin, V. M. Pentkovski, N. S. Zefirov, *ACS Med. Chem. Lett.*, **4**, 869 (2013).
30. N. H. Metwally, F. M. Abdelrazek, *J. Prakt. Chem.*, **340**, 676 (1998).
31. S. Kambe, K. Saito, A. Sakurai, H. Midorikawa, *Synthesis*, 531 (1981).
32. W. S. Hamama, H. G. El-Gohary, M. Soliman, H. H. Zoorob, *J. Heterocycl. Chem.*, **49**, 543 (2012).
33. J. L. Soto, C. Seoane, P. Zamorano, F. J. Cuadrado, *Synthesis*, 529 (1981).
34. O. V. Dolomanov, L. J. Bourhis, R. J. Gildea, J. A. K. Howard, H. Puschmann, *J. Appl. Cryst.*, **42**, 339 (2009).
35. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.*, **A64**, 112 (2008).

¹ Лаборатория "ХимЭкс",
 Восточноукраинский национальный
 университет им. Владимира Даля,
 кв. Молодежный, 20-А, Луганск 91034, Украина
 e-mail: khrustaleva.anastasia@yandex.ru

Поступило 18.12.2013

² Институт элементоорганических соединений
 им. А. Н. Несмеянова РАН,
 ул. Вавилова, 28, Москва 117813, Россия
 e-mail: dmitrienka@gmail.com