

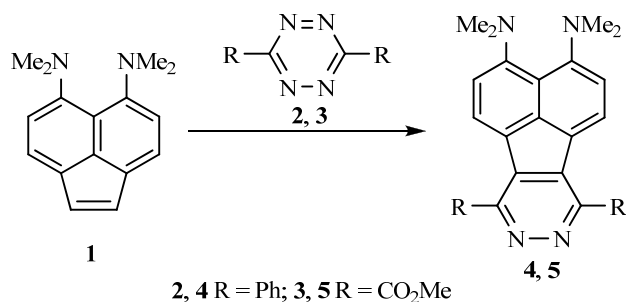
А. Ф. Пожарский<sup>1\*</sup>, М. А. Мех<sup>1</sup>, В. А. Озерянский<sup>1</sup>

**ПРОТОННЫЕ ГУБКИ, КОНДЕНСИРОВАННЫЕ  
С ПИРИДАЗИНОВЫМ И ПИРРОЛЬНЫМ ЯДРАМИ**

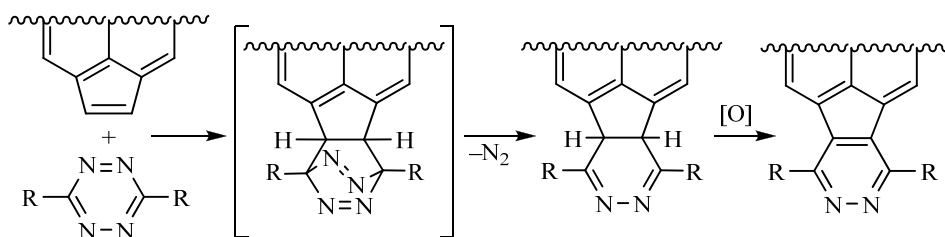
Синтезирован ряд производных 5,6-бис(диметиламино)аценафтилена с конденсированными пиридазиновыми и пиррольными кольцами в положениях 1 и 2. Последние представляют интерес для построения на их основе порфириносодержащих систем с высокоосновными фрагментами.

**Ключевые слова:** аценафтилен, 8,9-диазафлуорантен, пиридазин, пиррол, протонная губка, хлорирование, циклоприсоединение.

В 2000 году нами был впервые получен 5,6-бис(диметиламино)аценафтилен (аценафтиленовая протонная губка) (**1**) [1]. Было показано, что это соединение обладает чрезвычайно активной двойной связью, которая легко восстанавливается [1] и вступает в реакции электрофильного замещения [2] и [4+2]-циклоприсоединения с обращёнными электронными требованиями [3]. В частности, при действии на соединение **1** *сис*-тетразинов **2** и **3** с высокими выходами образуются диазафлуорантены **4** и **5** [3].

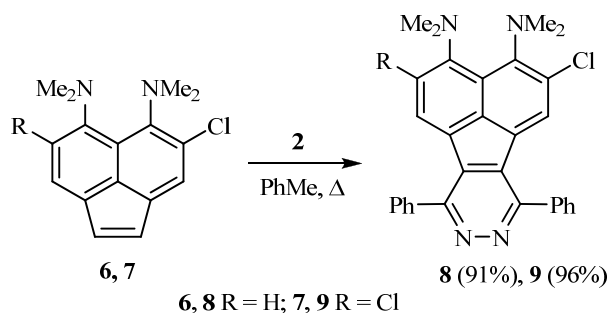


Механизм этого превращения, как известно, включает элиминирование молекулы азота от [4+2]-аддукта и последующее окисление образующегося при этом дигидропиридазина кислородом воздуха или исходным тетразином [3, 4].



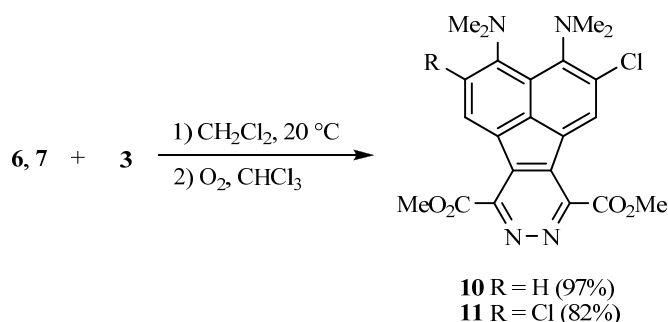
В настоящей работе мы ещё раз хотели бы продемонстрировать синтетический потенциал соединения **1**. В частности, аннелирование к соединению **1** пиридазинового цикла с дальнейшей трансформацией последнего в пиррольный делает возможным последующий синтез порфириновых протонных губок (ср. с аналогичным подходом, описанным в [5]).

Прежде всего мы ввели в реакцию [4+2]-циклоприсоединения недавно синтезированные хлорпроизводные аценафтилена **6** и **7** [6]. Предполагалось, что введение атомов хлора в положения 2 и 7 аценафтиленовой системы может привести к повороту NMe<sub>2</sub>-групп относительно плоскости цикла, снижению их +M-эффекта и тем самым к уменьшению активности двойной связи. При действии на соединения **6** и **7** эквивалентного количества тетразина **2** в кипящем толуоле за 15 ч с высокими выходами образуются пиридазины **8**, **9**. Действительно, реакции в этом случае идут несколько труднее, чем с соединением **1**, которое взаимодействует с дифенилтетразином (**2**) в кипящем бензоле за 10 ч [3].

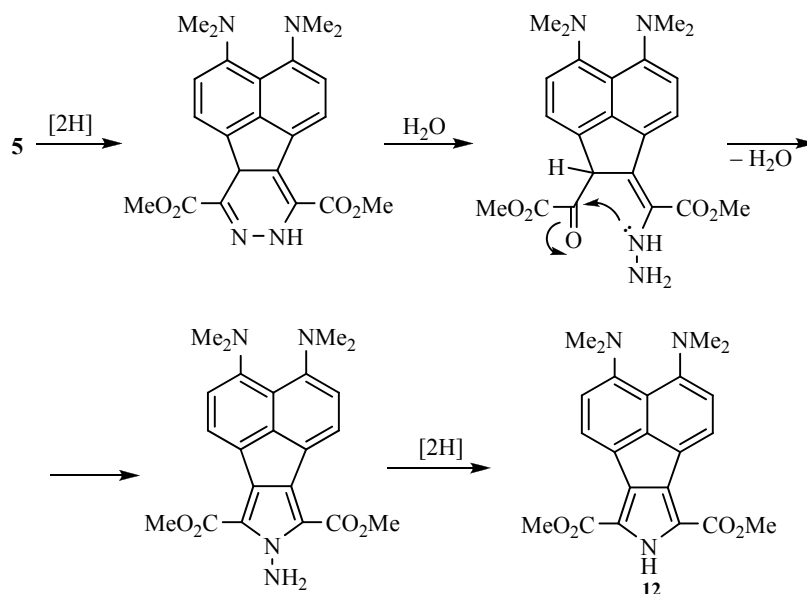


Примечательно, что дихлорид **9** можно также получить, обрабатывая пиридазин **4** *N*-хлорсукцинимидом (NCS), однако, по сравнению с хлорированием субстрата **1**, реакция в этом случае также протекает труднее (кипячение в хлороформе в течение 8 ч, выход 39%) и сопровождается смолообразованием. При этом остановить превращение на стадии образования монохлорида **8** не удаётся, в отличие от реакции хлорирования соединения **1**, когда монохлорид получается с выходом 80% [6].

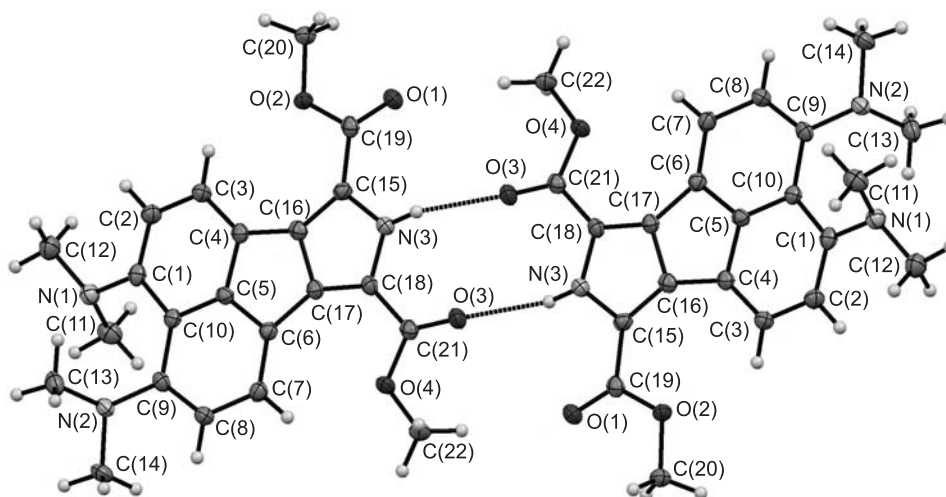
Мы нашли далее, что аценафтилены **6** и **7** реагируют с тетразином **3**, образуя диазафлуорантены **10**, **11** с высокими выходами. Реакции проводились в дихлорметане при комнатной температуре с участием эквимольных количеств исходных веществ. Процесс циклоприсоединения был быстрым (<1 мин) и сопровождался интенсивным выделением азота, что было использовано для качественной оценки активности взятых субстратов: **1** > **6** > **7**. Однако последующая ароматизация на воздухе образующегося (дигидро)-пиридазина в среде хлороформа занимала около 1 сут.



Далее мы установили, что восстановление пиридазина **5** цинком в уксусной кислоте (20 °С, 48 ч) даёт пиррол **12** с выходом 57% (о механизме подобных реакций см. [5]).



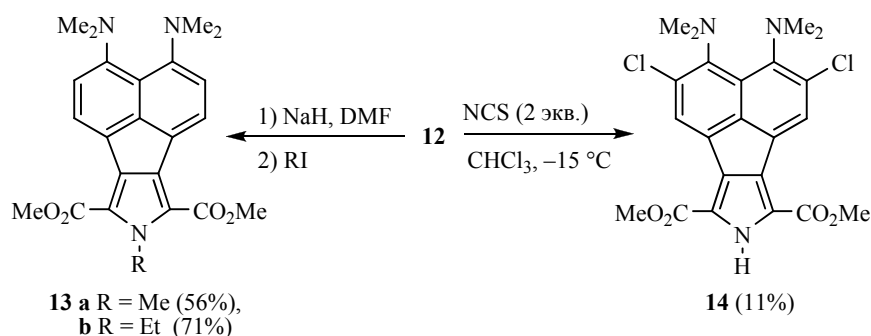
Соединение **12** представляет собой жёлтые кристаллы, хорошо растворимые в органических растворителях. В его спектре ЯМР  $^1\text{H}$  протон NH проявляется в виде синглета при 9.31 м. д. Столь малое значение химического сдвига позволяет полностью исключить образование в растворе биполярного иона с хелатированным протоном (ср. со спектрами протонных солей аценафтиленовых губок, где значение  $\delta_{\text{NH}}$  хелатированного протона обычно составляет 15.5–18.5 м. д. [6]). Константа кислотности ( $pK_a$ ) пиррола **12** в ДМСО, определённая методом конкурентного транспротонирования, равна 12.5 (22 °С, относительно 1,8-бис-(диметиламино)-2,7-диметоксинафталина,  $pK_a$  11.5 в ДМСО [7]). Рентгеноструктурное исследование соединения **12** выявило связывание двух молекул в кристаллической решётке за счёт межмолекулярных водородных связей между пиррольной NH-группой и карбонильным кислородом заместителя, основные геометрические параметры которых приведены на рисунке.



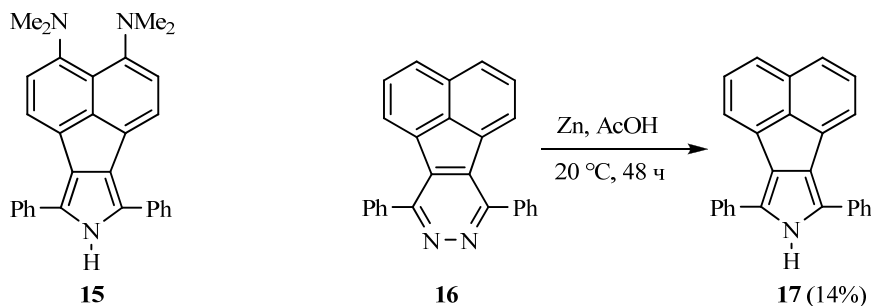
Молекулярная структура протонной губки **12** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью с указанием межмолекулярного Н-связывания в кристаллах.

Некоторые ключевые расстояния (Å) и углы (град.): N(1)···N(2) 2.918, N(3)–H 0.89, O(3)···H(N(3)) 2.10, N(3)–H···O(3) 153

Соединение **12** легко образует анион при обработке эквивалентным количеством гидрида натрия в ДМФА; его последующее алкилирование (были взяты MeI или EtI) даёт с хорошим выходом соответствующее *N*-алкилпроизводное **13**. Пиррол **12** хлорируется *N*-хлорсукцинимидом (NCS) в хлороформе с образованием дихлорида **14**. Реакция даже при  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  сопровождается сильным смолообразованием, выход соединения **14** не превышает 11%.



Попытка осуществить синтез пиррола **15** из пиридазина **4** действием на последний цинка в уксусной кислоте не привела к положительному результату. Образующееся в ходе реакции жёлтое флуоресцирующее вещество даёт очень сложный спектр ЯМР  $^1\text{H}$  и разлагается на адсорбентах ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ) за несколько минут (элюенты – хлороформ или толуол). Такое поведение, по-видимому, является результатом высокой  $\pi$ -избыточности соединения **15**. В пользу этого говорит то обстоятельство, что не содержащий  $\pi$ -донорных  $\text{NMe}_2$ -групп и полученный нами из ранее описанного диазафлуорантена **16** пиррол **17** (бледно-жёлтое флуоресцирующее вещество, выход 14%) относительно стабилен [4, 8].



В заключение следует отметить, что полученные нами 3,4-бис(диметиламино)-8*H*-аценафто[1,2-*c*]пиррол-7,9-дикарбоксилаты могут служить исходными веществами для получения до сих пор неизвестных порфиринов, содержащих в качестве заместителей остатки протонных губок. Высокая основность таких молекулярных ансамблей может оказать большое влияние на процессы комплексообразования, протонную динамику, их сенсорные и многие другие свойства.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на приборе Specord IR-71. УФ спектры – на приборе Varian Cary 100 ( $c = 5 \cdot 10^{-5}$  М). Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  зарегистрированы на приборе Bruker DPX-250 (250 МГц) при температуре  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , внутренний стандарт – ТМС. Масс-спектры

записаны на приборе Finnigan MAT Incos 50 с прямым вводом образца и ускоряющим напряжением 70 эВ. Элементный анализ выполнен на анализаторе Perkin-Elmer 2400. Температуры плавления определены капиллярным методом на приборе ПТП.

Аценафтилены **1**, **6**, **7** получены по методикам [1, 6]. Синтез тетразинов **2**, **3** [9, 10] и пиридазинов **4**, **5** [3] проведён по указанным методикам.

**3,4-Бис(диметиламино)-7,10-дифенил-2-хлор-8,9-диазафлуорантен (8)**. Смесь, состоящую из 0.109 г (0.4 ммоль) хлораценафтилена **6**, 0.096 г (0.4 ммоль) дифенилтетразина (**2**) в 10 мл абсолютного толуола, кипятят в течение 15 ч. Растворитель удаляют, остаток хроматографируют на  $Al_2O_3$  (элюент – хлороформ), собирая основную красную фракцию с  $R_f$  0.25. Выход 0.173 г (91%). Красные кристаллы. Т. пл. 255–256 °С ( $C_6H_6$ ). УФ спектр (MeCN),  $\lambda_{max}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 285 (4.41), 500 (4.23), концевая абсорбция до 600 нм. Спектр ЯМР  $^1H$  ( $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 2.92 (6H, с, 4-N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 3.09 (6H, с, 3-N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 6.90 (1H, д,  $J_{5,6} = 8.4$ , H-5); 7.55–7.64 (7H, м, H-6, H Ph); 7.72 (1H, с, H-1); 7.89–7.94 (4H, м, H Ph). Найдено, %: C 75.58; H 5.20; Cl 7.12.  $C_{30}H_{25}ClN_4$ . Вычислено, %: C 75.55; H 5.25; Cl 7.45.

**3,4-Бис(диметиламино)-7,10-дифенил-2,5-дихлор-8,9-диазафлуорантен (9)** получают аналогично из 0.120 г (0.4 ммоль) субстрата **7** и 0.096 г (0.4 ммоль) тетразина **2**. Красная фракция с  $R_f$  0.25. Выход 0.196 г (96%). Красные кристаллы. Т. пл. 304–305 °С (с разл., из бензола). УФ спектр (EtOH),  $\lambda_{max}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 271 (4.49), 342 (3.79), 459 (4.05), концевая абсорбция до 650 нм. Спектр ЯМР  $^1H$  ( $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 3.05 (12H, с, 2N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 7.61–7.64 (8H, м, H-1,6, H Ph); 7.88–7.91 (4H, м, H Ph). Найдено, %: C 70.02; H 4.71; Cl 13.50.  $C_{30}H_{24}Cl_2N_4$ . Вычислено, %: C 70.45; H 4.73; Cl 13.86.

**Хлорирование 3,4-бис(диметиламино)-7,10-дифенил-8,9-диазафлуорантена (4)**. Раствор 0.030 г (0.06 ммоль) соединения **4** и 0.017 г (0.12 ммоль) NCS в 10 мл хлороформа кипятят в течение 8 ч. Смесь обрабатывают 20 мл воды, органическую фазу упаривают, остаток хроматографируют на  $Al_2O_3$  (элюент – хлороформ). Красная фракция с  $R_f$  0.25 даёт 0.020 г (39%) соединения **9**, физико-химические характеристики которого совпадают с приведёнными выше.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-2-хлор-8,9-диазафлуорантен-7,10-дикарбоксилат (10)**. К раствору 0.055 г (0.2 ммоль) соединения **6** в 4 мл дихлорметана добавляют порциями раствор 0.039 г (0.2 ммоль) тетразина **3** в 4 мл дихлорметана (выделение газа). Через 5 мин растворитель упаривают, остаток растворяют в 5 мл хлороформа и полученный раствор выдерживают при медленном испарении растворителя на воздухе для завершения ароматизации. Остаток перекристаллизовывают из толуола. Выход 0.085 г (97%). Красные кристаллы. Т. пл. 212–213 °С (с разл.). УФ спектр ( $CHCl_3$ ),  $\lambda_{max}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 245 (4.95), 285 (пл., 4.56), 400 (4.30), 540 (4.51). Спектр ЯМР  $^1H$  ( $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 3.02 (6H, с, 4-N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 3.19 (6H, с, 3-N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 4.17 (3H, с) и 4.19 (3H, с, 2CO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 7.11 (1H, д,  $J_{5,6} = 8.2$ , H-5); 8.72 (1H, д,  $J_{5,6} = 8.2$ , H-6); 8.91 (1H, с, H-1). Найдено, %: C 60.00; H 4.70; Cl 8.12.  $C_{22}H_{21}ClN_4O_4$ . Вычислено, %: C 59.93; H 4.80; Cl 8.04.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-2,5-дихлор-8,9-диазафлуорантен-7,10-дикарбоксилат (11)** получают аналогично из 0.061 г (0.2 ммоль) субстрата **7** и 0.039 г (0.2 ммоль) тетразина **3**, перекристаллизовывают из толуола. Выход 0.078 г (82%). Тёмно-красные кристаллы. Т. пл. 235–236 °С (с разл.). ИК спектр (вазелиновое масло),  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 1710 (CO). УФ спектр ( $CHCl_3$ ),  $\lambda_{max}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 247 (4.68), 280 (пл., 4.56), 400 (4.08), 535 (4.30). Спектр ЯМР  $^1H$  ( $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 3.15 (12H, с, 2N( $CH_3$ )<sub>2</sub>); 4.19 (6H, с, 2CO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 8.83 (2H, с, H-1,6). Найдено, %: C 55.48; H 4.20; Cl 14.88.  $C_{22}H_{20}Cl_2N_4O_4$ . Вычислено, %: C 55.59; H 4.21; Cl 14.95.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-8H-аценафто[1,2-с]пиррол-7,9-дикарбоксилат (12)**. Суспензию, состоящую из 0.150 г (0.37 ммоль) диазафлуорантена **5**, 0.100 г (1.54 ммоль) цинковой пыли и 4 мл уксусной кислоты, перемешивают при комнатной температуре в течение 48 ч. Отфильтровывают непрореагировавший цинк. Остаток, разбавив его 5 мл воды, нейтрализуют концентрированным водным аммиаком до pH 7–8.

Продукты реакции экстрагируют  $\text{CHCl}_3$  ( $3 \times 4$  мл), экстракт упаривают до минимального объёма и хроматографируют на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (элюент –  $\text{CHCl}_3$ ). Основная жёлтая фракция с  $R_f$  0.35. Выход 0.082 г (57%). Жёлтые кристаллы. Т. пл. 202–203 °С (MeOH– $\text{CHCl}_3$ , 16:1). ИК спектр (вазелиновое масло),  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3285 (NH), 1720 (C=O), 1565 (кольцо), 1260 (C–O–C). УФ спектр (EtOH),  $\lambda_{\text{макс}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 255 (4.52), 278 (пл., 4.16), 352 (4.21), 404 (пл., 4.10), концевая абсорбция до 500 нм. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.91 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 4.03 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 6.99 (2H, д,  $J = 7.7$ , H-2,5); 8.03 (2H, д,  $J = 7.7$ , H-1,6); 9.31 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{DMCO-d}_6$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.84 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 3.92 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 7.01 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-2,5); 7.97 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-1,6); 12.1 (1H, уш. с, NH). Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 393  $[\text{M}]^+$  (76), 379 (24), 349 (39), 347 (33), 331 (74), 315 (18), 244 (45), 230 (25), 216 (28), 189 (30), 181 (22), 164 (37), 150 (52), 143 (41), 136 (90), 129 (57), 122 (84), 115 (32), 109 (23), 101 (26), 95 (18), 88 (21), 58 (100), 44 (94), 42 (68). Найдено, %: C 67.10; H 6.00.  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 67.17; H 5.89.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-8-метил-8H-аценафто[1,2-с]пиррол-7,9-дикарбоксилат (13a)**. К раствору 0.039 г (0.1 ммоль) пиррола **12** в 4 мл сухого ДМФА добавляют 0.003 г (0.1 ммоль NaH) 60% суспензии гидрида натрия в минеральном масле. Полученную смесь перемешивают при 20 °С в течение 20 мин, после чего добавляют 6 мкл (0.1 ммоль) иодметана. Смесь перемешивают ещё в течение 20 мин, добавляют 4 мл воды и экстрагируют продукты реакции толуолом ( $1 \times 4$  мл). Удаляют из экстракта толуол, остаток хроматографируют на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (элюент – хлороформ). Основная жёлтая фракция с  $R_f$  0.90. Выход 0.023 г (56%). Жёлтые кристаллы. Т. пл. 115–116 °С (MeOH). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.90 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 4.04 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 4.34 (3H, с,  $\text{NCH}_3$ ); 6.98 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-2,5); 7.99 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-1,6). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{DMCO-d}_6$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.84 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 3.98 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 4.22 (3H, с,  $\text{NCH}_3$ ); 7.01 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-2,5); 7.97 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-1,6). Найдено, %: C 67.80; H 6.00.  $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 67.81; H 6.14.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-8-этил-8H-аценафто[1,2-с]пиррол-7,9-дикарбоксилат (13b)** получают аналогично из 0.039 г (0.1 ммоль) субстрата **12**, 0.003 г (0.1 ммоль NaH) 60% суспензии гидрида натрия в минеральном масле и 9.3 мкл (0.1 ммоль) EtI. Жёлтая фракция с  $R_f$  0.93. Выход 0.034 г (71%). Жёлтые кристаллы. Т. пл. 181–182 °С (MeOH–PhMe, 3:1). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.43 (3H, т,  $J = 6.9$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.90 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 4.05 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 4.95 (2H, к,  $J = 6.9$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 6.98 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-2,5); 7.99 (2H, д,  $J = 7.9$ , H-1,6). Найдено, %: C 68.50; H 6.50.  $\text{C}_{24}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 68.39; H 6.46.

**Диметил-3,4-бис(диметиламино)-2,5-дихлор-8H-аценафто[1,2-с]пиррол-7,9-дикарбоксилат (14)**. К раствору 0.100 г (0.25 ммоль) соединения **12** в 10 мл  $\text{CHCl}_3$  добавляют при –15 °С и интенсивном перемешивании в течение 15 мин раствор 0.068 г (0.50 ммоль) *N*-хлорсукцинимиды в 10 мл  $\text{CHCl}_3$ . Реакционную смесь промывают водой (20 мл), органическую фазу упаривают досуха, а остаток хроматографируют на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (элюент – этилацетат). Жёлтая фракция с  $R_f$  0.85. Выход 0.013 г (11%). Жёлтые кристаллы. Т. пл. 267–270 °С ( $\text{CHCl}_3$ ). ИК спектр (вазелиновое масло),  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3290 (NH), 1700 (C=O), 1450 (кольцо), 1250 (C–O–C). УФ спектр ( $\text{CHCl}_3$ ),  $\lambda_{\text{макс}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 240 (4.82), 265 (пл., 4.80), 380 (4.30), концевая абсорбция до 500 нм. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{DMCO-d}_6$ ),  $\delta$ , м. д.: 2.99 (12H, с,  $2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ); 3.96 (6H, с,  $2\text{CO}_2\text{CH}_3$ ); 7.89 (2H, с, H-1,6); 12.71 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: C 57.10; H 4.50.  $\text{C}_{22}\text{H}_{21}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 57.14; H 4.58.

**7,9-Дифенил-8H-аценафто[1,2-с]пиррол (17)** получают аналогично соединению **12** из 0.132 г (0.37 ммоль) диазафлуорантена **16** и 0.100 г (1.54 ммоль) цинка. Основная жёлтая фракция с  $R_f$  0.92. Выход 0.018 г (14%). Светло-жёлтые кристаллы. Т. пл. 193–194 °С (MeOH) (т. пл. 223–224 °С,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ –гексан [8]; спектры ИК и ЯМР не опубликованы). ИК спектр (вазелиновое масло),  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3410 (NH). УФ спектр

(MeCN),  $\lambda_{\text{макс}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 249 (4.30), 270 (пл., 4.23), 340 (4.06), 405 (3.91), концевая абсорбция до 440 нм. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 7.40 (2H, т,  $J = 7.6$ , H-2,5); 7.52–7.63 (6H, м, H Ph); 7.72 (2H, д,  $J = 8.1$ , H-1,6); 7.07 (2H, д,  $J = 7.1$ , H-3,4); 7.94–7.98 (4H, м, H Ph); 11.43 (1H, уш. с, NH).

**Рентгеноструктурное исследование монокристалла аценафтопиррола 12** (жёлтая пластинка из MeCN) проведено при 100 К на дифрактометре Bruker APEX II ( $\lambda$  0.71073 Å,  $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $\omega$ -сканирование). Кристаллы соединения **12**,  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_4$ ,  $M$  393.43, моноклинные, пространственная группа  $C2/c$ ,  $a$  40.151(9),  $b$  6.3252(13),  $c$  15.390(3) Å,  $\beta$  102.972(7)°,  $V$  3808.8(14) Å<sup>3</sup>,  $Z$  8,  $D_c$  1.372 г см<sup>-3</sup>,  $\mu$  0.096 мм<sup>-1</sup>,  $F(000)$  1664. Структура расшифрована прямым методом и уточнена МНК в полноматричном анизотропном приближении с использованием комплекса программ Bruker SHELXTL. Атом водорода H(N) в структуре **12** выявлен разностным Фурье-синтезом и уточнён изотропно. Результаты исследования депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 907661).

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 11-03-00073).*

*Авторы благодарят З. А. Старикову (Москва, ИНЭОС РАН) за проведение рентгеноструктурного исследования.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. V. A. Ozeryanskii, A. F. Pozharskii, G. R. Milgizina, S. T. Howard, *J. Org. Chem.*, **65**, 7707 (2000).
2. M. A. Mekh, A. F. Pozharskii, V. A. Ozeryanskii, *Polish J. Chem.*, **83**, 1609 (2009).
3. А. Ф. Пожарский, В. А. Озерянский, Н. В. Висторобский, *Изв. АН, Сер. хим.*, 206 (2003). [*Russ. Chem. Bull.*, **52**, 218 (2003).]
4. T. Sasaki, K. Kanematsu, T. Hiramatsu, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 1213 (1974).
5. D. L. Boger, R. S. Coleman, J. S. Panek, D. Yohannes, *J. Org. Chem.*, **49**, 4405 (1984).
6. M. A. Mekh, V. A. Ozeryanskii, A. F. Pozharskii, *Tetrahedron*, **62**, 12288 (2006).
7. A. Kirsch, C. Krieger, H. A. Staab, F. A. Neugebauer, *Tetrahedron Lett.*, **35**, 8365 (1994).
8. N. Ono, T. Yamamoto, N. Shimada, K. Kuroki, M. Wada, R. Utsunomiya, T. Yano, H. Uno, T. Murashima, *Heterocycles*, **61**, 433 (2003).
9. А. Ф. Пожарский, В. А. Анисимова, Е. Б. Цупак, *Практические работы по химии гетероциклов*, Изд-во Рост. ун-та, Ростов на/Д, 1988, с. 44.
10. J. Sauer, A. Mielert, D. Lang, D. Peter, *Chem. Ber.*, **98**, 1435 (1965).

<sup>1</sup> Южный федеральный университет,  
ул. Зорге, 7, Ростов-на-Дону 344090, Россия  
e-mail: apozharskii@sfedu.ru

Поступило 26.10.2012