

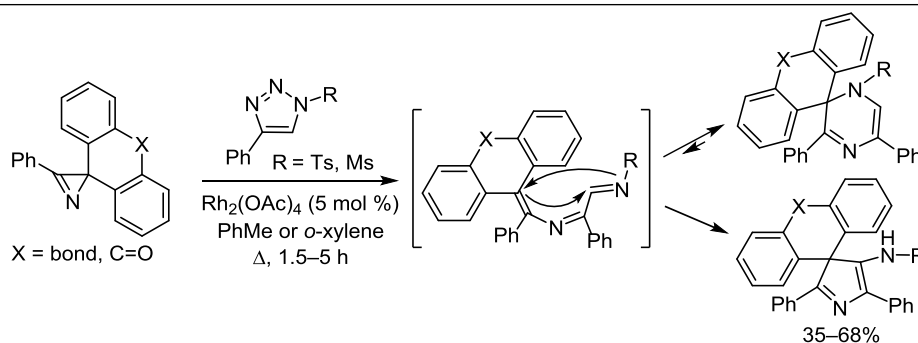
Синтез спироциклических 3*H*-пиррол-4-аминов из 2*H*-азиринов и 1-сульфонил-1,2,3-триазолов

Адель Р. Хайдаров¹, Николай В. Ростовский¹, Галина Л. Старова¹, Александр Ф. Хлебников¹, Михаил С. Новиков^{1*}

¹ Институт химии Санкт-Петербургского государственного университета, Университетская наб., 7/9, Санкт-Петербург 199034, Россия; e-mail: m.novikov@spbu.ru

Поступило 29.09.2018

Принято 19.10.2018



Катализируемой $Rh_2(OAc)_4$ реакцией 1-сульфонил-1,2,3-триазолов с 2*H*-азиринами синтезированы первые производные 3*H*-пиррол-4-аминов, спиросочлененные с флуореном или антроном. Реакция протекает через 1,4-диазагекса-1,3,5-триеновые интермедиаты, которые в используемых условиях циклизуются в стабильные при комнатной температуре 1,2-дигидропиазины. При повышенных температурах 1,2-дигидропиазины находятся в кольчато-цепном равновесии с 1,4-диазагекса-1,3,5-триенами, которые претерпевают необратимую 5-экзо-триг-циклизацию, приводящую к спироциклическим производным 3*H*-пиррол-4-амина.

Ключевые слова: 2*H*-азирины, диазосоединения, пиазины, пирролы, спиросоединения, 1,2,3-триазолы, катализ.

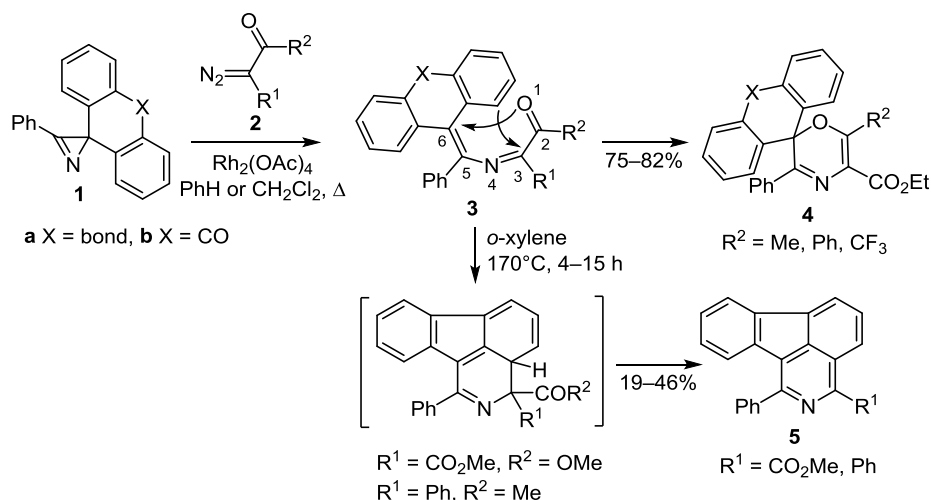
2*H*-Азирины находят широкое применение в синтезе разнообразных 4–6-членных азотсодержащих гетероциклов.¹ Последовательность, включающая раскрытие трехчленного цикла по одной из трех связей цикла и последующее аннелирование, позволяет использовать азирины в качестве блоков C–C–N и C–N–C, переносящих в целевой гетероцикл алифатические, ароматические и гетероароматические структурные фрагменты, а также разнообразные функциональные группы. Эта методология оказалась эффективной для построения моноциклических и орто-конденсированных азотистых гетероциклов, в первую очередь пирролоконденсированных систем.²

Между тем синтезы гетероциклических спиранов, которые могут быть осуществлены из спиросочлененных азиринов, представлены в литературе лишь несколькими примерами. Так, описаны синтезы спиро[пиазин-2,1'-циклогексана],³ спиро[оксазол-2,1'-циклопентана]⁴ и спиро[пиррол-2,1'-циклопентана],⁵ в которых в качестве исходных соединений использовались производные спиро[азирин-2,1'-циклогексана] и спиро[азирин-2,1'-циклопентана].

Известны лишь два типа гетероциклов, которые удалось ввести в спиросочленение с флуореновой и антроновой системами путем расширения азиринового цикла.⁶ Так, в наших работах спироциклические пирролиноны, содержащие флуореновую систему, были синтезированы путем расширения азиринового цикла в спиро[азирин-2,9'-флуорене] под действием замещенных кетенов.^{6a,b}

В другой работе было показано, что спиро-2*H*-1,4-оксазины **4** могут быть получены с высокими выходами реакцией спиро[азирин-2,9'-флуорена] **1a** или спиро[азирин-2,9'-антрацен]-10'-она **1b** с родиевыми α -оксокарбеноидами, генерируемыми из диазокетоэфиров **2** (схема 1).^{6c} Конечные продукты в этой реакции образуются в результате псевдоперициклической циклизации 1-окса-4-азагексатриенов **3**. Позднее выяснилось, что в флуоренсодержащих оксазаполиенах **3**, полученных из диметилдиазомалоната или 1-диазо-1-фенилацетона, реализуется другой тип 1,6-циклизации, а именно 1,6- π -циклизация с участием флуореновой системы, приводящая в итоге к флуорантам **5**.^{7,8}

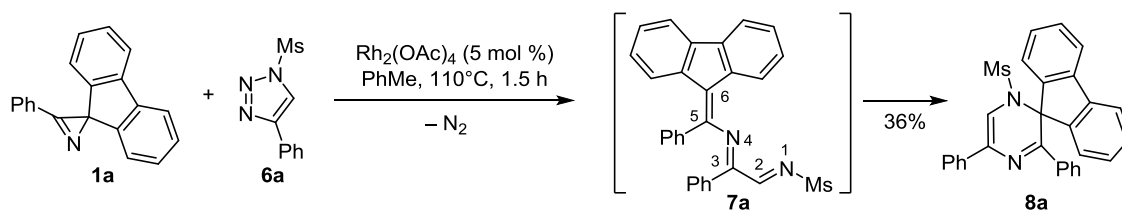
Схема 1



Необычная реакционная способность флуорен-содержащих азаполиенов побудила нас исследовать реакции азирина **1a** с α -иминокарбеноидами в качестве возможного пути к флуоренсодержащим 1,4-диазагекса-1,3,5-триенам, потенциальным предшественникам структур с новыми гетероциклическими каркасами спиро[пирозин-2,9'-флуорена] и спиро[пиррол-3,9'-флуорена]. Это предположение основывалось на результатах недавних работ по реакциям моноциклических 3-моно- и 2,3-дизамещенных азиринов с α -иминокарбеноидами, генерированными из 1-сульфонил-1,2,3-триазолов при катализе карбоксилатами родия(II).⁹ Было показано, что эти реакции протекают через промежуточное образование 1,4-диазагекса-1,3,5-триенов, которые в условиях реакции могут претерпевать две конкурентные циклизации, приводящие либо к 1,2-дигидропиразинам, либо к 3-амино-1*H*-пирролам. Мы предположили, что спиросочленение при атоме С-2 азирина **1a** позволит зафиксировать в реакции с иминокарбеноидом образование замещенных 3*H*-пиррол-4-аминов, которые до сих пор относятся к неизвестному классу соединений.¹⁰

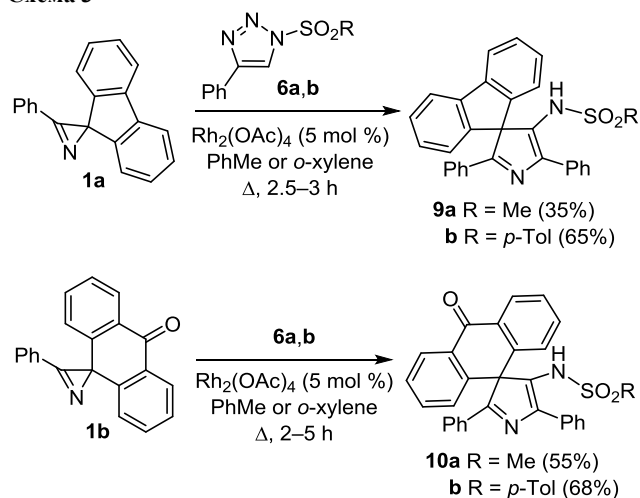
Для генерирования 1,4-диазагекса-1,3,5-триена **7a**, в структуре которого присутствует флуореновая система, была использована реакция азирина **1a** с 1-метил-4-фенил-1,2,3-триазолом (**6a**), катализируемая тетраацетатом диродия ($\text{Rh}_2(\text{OAc})_4$). При кипячении реакционной смеси в PhMe образовался продукт, который удалось выделить методом колоночной хроматографии с удовлетворительным выходом. Им оказался спиросочлененный дигидропиразин **8a** – продукт 1,6-циклизации диазатриена **7a** (схема 2). При комнатной температуре дигидропиразин **8a** является устойчивым соединением.

Схема 2



Низкий выход дигидропиразина **8a** объясняется его трансформацией в условиях реакции в продукт с более низким значением R_f , которая начинается еще до полного исчезновения исходных соединений. В результате проведения этой же реакции с более продолжительным кипячением реакционной смеси (3.5 ч) до полного исчезновения соединения **8a** и последующей хроматографической очистки был выделен 3*H*-пиррол **9a** (схема 3). Структура этого соединения была установлена методами спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C , элементный состав подтвержден данными масс-спектрометрии высокого разрешения. В спектре ЯМР ^1H 3*H*-пиррола **9a** присутствует уширенный синглетный сигнал протона NH при 5.15 м. д., а в спектре ЯМР ^{13}C наблюдаются сигналы при 75.2 и 175.5 м. д., соответствующие атомам углерода С-3 и С-2 пиррольного

Схема 3



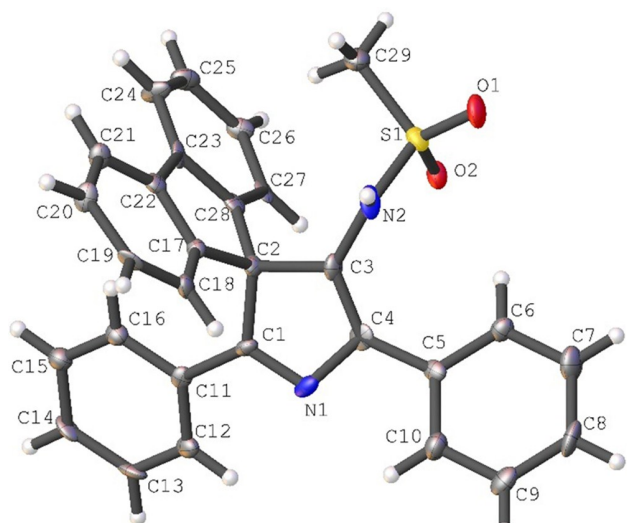


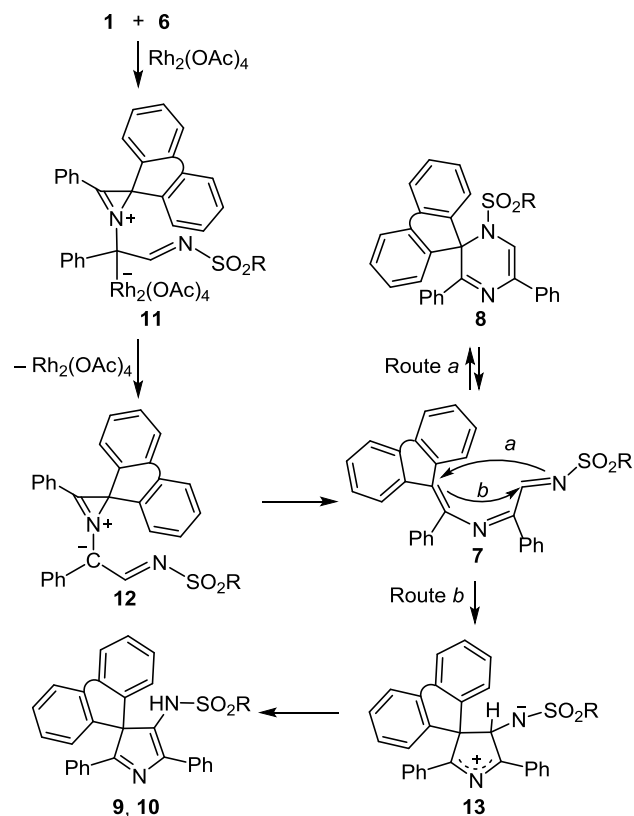
Рисунок 1. Молекулярная структура соединения **9a** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.

цикла. Дополнительно структура соединения **9a** подтверждена с помощью рентгеноструктурного анализа. В кристаллической ячейке соединения **9a** – четыре независимые молекулы, незначительно различающиеся длинами связей и валентными углами. На рис. 1 показана одна из молекул, находящихся в кристаллической ячейке.

Аналогичным образом протекала реакция азирина **1a** с тозилзамещенным триазолом **6b**, в результате которой с хорошим выходом был получен *3H*-пиррол **9b** (схема 3). Было показано, что эта реакция может быть реализована и для азирина, спиросочлененного с антроновой системой. Так, по аналогичной методике из азирина **1b** были синтезированы первые производные спиро[антрацен-3,9'-пиррол]она **10a,b** (схема 3). Во всех проведенных реакциях было зафиксировано промежуточное образование кинетически контролируемых продуктов, 1,2-дигидропиразин **8**. Синтез *3H*-пирролов **9, 10 a** осуществляли в кипящем PhMe, а пирролов **9, 10 b** – в кипящем *o*-ксилоле, так как образование последних при температуре кипения PhMe происходило крайне медленно. Такая смена условий позволила снизить время реакции почти в пять раз.

С учетом результатов наших предыдущих исследований реакционной способности 1,4-диазагекса-1,3,5-триенов¹¹ можно предположить, что механизм реакции азиринов **1a,b** с триазиолами **6a,b** включает последовательное образование илидного комплекса **11**, азиринииевого илida **12** и 1,4-диазагекса-1,3,5-триена **7**, который быстро циклизуется в 1,2-дигидропиразин **8** (схема 4, путь *a*). При повышенной температуре пиразин **8** находится в кольчато-цепном равновесии с диазатриеном **7**, который в этих условиях претерпевает медленную 5-экзо-триг-циклизацию в цвиттер-ионный интермедиат **13**. Последующая прототропная изомеризация приводит к конечному пирролу **9, 10** (путь *b*). Очевидно, что способность 1,4-диазагекса-1,3,5-триенов вступать в необратимую 5-экзо-триг-циклизацию

Схема 4



делает невозможной более энергозатратную циклизацию в производные флуорантена **5**, характерную для 1-окса-4-азагекса-1,3,5-триенов.

Таким образом, катализируемой $Rh_2(OAc)_4$ реакцией 1-сульфонил-1,2,3-триазолов с *2H*-азиринами, спиросочлененными с флуореном или антроном, впервые синтезированы производные *3H*-пиррол-4-амина. Реакция протекает через 1,4-диазагекса-1,3,5-триеновые интермедиаты, которые в условиях реакции циклизуются в устойчивые при комнатной температуре 1,2-дигидропиразины. При повышенных температурах 1,2-дигидропиразины находятся в кольчато-цепном равновесии с 1,4-диазагекса-1,3,5-триенами, которые претерпевают необратимую 5-экзо-триг-циклизацию, приводящую в итоге к спирициклическим производным *3H*-пиррол-4-амина.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР 1H и ^{13}C зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 400 (400 и 100 МГц соответственно) в $CDCl_3$, внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры высокого разрешения с ионизацией электро-распылением зарегистрированы на приборе Bruker maXis в режиме регистрации положительных ионов. Температуры плавления определены на приборе SMP30 и не исправлены. Для разделения реакционных смесей методом колоночной хроматографии использован силикагель Macherey-Nagel 60 M (0.040–0.063 мм). Контроль за ходом реакций осуществлен методом ТСХ на пластинах Alugram Sil G/UV 254.

Азирины **1a**,¹² **1b**¹³ и триазолы **6a**,**6b**¹⁴ получены по известным методикам.

Получение соединений 8a, 9, 10 a,b (общая методика). В колбу Шленка объемом 10 мл, снабженную обратным холодильником, помещают 1 экв. 2*H*-азирина **1a,b**, 1.1–1.4 экв. 1-сульфонил-1,2,3-триазола **6a,b**, 5 моль. % (в расчете на триазол) Rh₂(OAc)₄ и 1.5 мл абсолютного PhMe или *o*-ксилола. Полученную смесь продувают аргоном, нагревают до кипения и перемешивают при кипении до полного расходования 2*H*-азирина (контроль методом ТСХ, элюент гексан–EtOAc, 5:1). После этого к реакционной смеси приливают 2.0 мл абсолютного PhMe или *o*-ксилола и смесь кипятят до полного исчезновения 1,2-дигидропиразина, образовавшегося на первой стадии (контроль методом ТСХ, элюент PhH–EtOAc, 100:1). По окончании реакции растворитель удаляют при пониженном давлении, а продукт очищают методом колоночной хроматографии на силикагеле.

1-(Метилсульфонил)-3,5-дифенил-1*H*-спиро[пиразин-2,9'-флуорен] (8a) получают из 28 мг (0.104 ммоль) азирина **1a** и 28.8 мг (0.129 ммоль) триазола **6a** в PhMe (без дополнительного кипячения). Для хроматографической очистки использован элюент PhH–EtOAc, 100:1. Выход 17 мг (36%), оранжевая пенообразная масса. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 7.94–7.88 (2H, м, H Ar); 7.74–7.68 (4H, м, H Ar); 7.50–7.42 (5H, м, H Ar); 7.37–7.33 (1H, м, H Ar); 7.30–7.27 (2H, м, H Ar); 7.11–7.07 (1H, м, H Ar); 6.97–6.93 (2H, м, H Ar); 6.82–6.79 (2H, м, H Ar); 2.66 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 159.5 (C-3); 145.6; 140.7; 137.6; 136.3; 130.2; 128.8; 128.7; 128.3; 127.7; 127.3 (2C); 127.1; 126.1; 124.2; 120.6; 113.7; 69.5 (C-2); 42.9 (CH₃). Найдено, *m/z*: 485.1293 [M+Na]⁺. C₂₉H₂₂N₂NaO₂S. Вычислено, *m/z*: 485.1294.

***N*-(2,5-Дифенилспиро[пиррол-3,9'-флуорен]-4-ил)-метансульфонамид (9a)** получают из 56 мг (0.209 ммоль) азирина **1a** и 53 мг (0.238 ммоль) триазола **6a** в PhMe (общее время реакции 3.5 ч). Для хроматографической очистки использован элюент гексан–EtOAc, 2:1. Выход 32 мг (35%), желтые кристаллы, т. пл. 176–178 °С. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 8.37–8.30 (2H, м, H Ar); 7.93 (2H, д, *J* = 7.6, H Ar); 7.57–7.39 (8H, м, H Ar); 7.33–7.30 (1H, м, H Ar); 7.25 (1H, т, *J* = 7.4, H Ar); 7.21 (2H, д, *J* = 7.6, H Ar); 7.13 (2H, т, *J* = 7.7, H Ar); 5.15 (1H, с, NH); 2.01 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 175.5 (C-2); 151.4; 142.2; 141.3; 132.8; 132.1; 130.7; 129.3; 129.2 (2C); 128.7; 128.6; 128.5; 128.3; 127.4; 124.9; 121.1; 75.2 (C-3); 42.4 (CH₃). Найдено, *m/z*: 485.1294 [M+Na]⁺. C₂₉H₂₂N₂NaO₂S. Вычислено, *m/z*: 485.1294.

***N*-(2,5-Дифенилспиро[пиррол-3,9'-флуорен]-4-ил)-4-метилбензолсульфонамид (9b)** получают из 58 мг (0.217 ммоль) азирина **1a** и 71 мг (0.235 ммоль) триазола **6b** в *o*-ксилоле (общее время реакции 2 ч). Для хроматографической очистки использован элюент гексан–EtOAc, 2:1. Выход 75 мг (65%), бесцветные кристаллы, т. пл. 206–208 °С. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 8.07–8.03 (1H, м, H Ar); 7.89–7.84 (2H, м, H Ar); 7.77–7.72 (2H, м, H Ar); 7.49–7.30 (8H, м, H Ar); 7.22–

7.16 (1H, м, H Ar); 7.15–7.06 (4H, м, H Ar); 7.01–6.97 (2H, м, H Ar); 6.67 (2H, д, *J* = 8.1, H Ar); 6.44 (1H, с, NH); 2.25 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 171.5 (C-2); 162.9; 143.4; 138.6; 138.0; 134.8; 134.6; 133.8; 133.6; 130.0 (2C); 129.2; 128.6 (2C); 128.3 (3C); 128.2 (2C); 128.1; 127.3; 127.0; 126.4 (2C); 125.3; 125.0; 123.8; 83.2 (C-3); 21.4 (CH₃). Найдено, *m/z*: 539.1788 [M+H]⁺. C₃₅H₂₇N₂O₂S. Вычислено, *m/z*: 539.1788.

***N*-(10-Оксо-2',5'-дифенил-9*H*-спиро[антрацен-9,3'-пиррол]-4'-ил)метансульфонамид (10a)** получают из 64 мг (0.21 ммоль) азирина **1b** и 59 мг (0.29 ммоль) триазола **6a** в PhMe (общее время реакции 5 ч). Для хроматографической очистки использован элюент PhH–EtOAc, 10:1. Выход 55 мг (35%), оранжевые кристаллы, т. пл. 233–235 °С (с разл.). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 8.50–8.46 (2H, м, H Ar); 8.25 (2H, д, *J* = 7.2, H Ar); 7.60–7.50 (8H, м, H Ar); 7.47–7.42 (1H, м, H Ar); 7.29 (1H, т, *J* = 7.4, H Ar); 7.21–7.13 (4H, м, H Ar); 5.54 (1H, с, NH); 2.03 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 182.9 (C=O); 179.3 (C-2); 149.6; 136.5; 135.8; 134.7; 132.6; 131.4; 131.2; 131.1; 129.5; 129.1; 128.6 (4C); 128.0; 127.2; 67.3 (C-3); 42.4 (CH₃). Найдено, *m/z*: 513.1243 [M+Na]⁺. C₃₀H₂₂N₂NaO₃S. Вычислено, *m/z*: 513.1243.

4-Метил-*N*-(10-оксо-2',5'-дифенил-9*H*-спиро[антрацен-9,3'-пиррол]-4'-ил)бензолсульфонамид (10b) получают из 64 мг (0.21 ммоль) азирина **1b** и 73 мг (0.24 ммоль) триазола **6b** в *o*-ксилоле (общее время реакции 2 ч). Для хроматографической очистки использован элюент гексан–EtOAc, 2:1. Выход 80 мг (68%), желтые кристаллы, т. пл. 200–202 °С (с разл.). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 8.32–8.26 (2H, м, H Ar); 8.11 (2H, д, *J* = 7.5, H Ar); 7.51–7.41 (9H, м, H Ar); 7.24–7.19 (1H, м, H Ar); 7.13–7.02 (4H, м, H Ar); 6.94 (4H, с, H Ar); 6.04 (1H, с, NH); 2.40 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 182.4 (C=O); 179.3 (C-2); 149.3; 143.3; 137.6; 136.3; 136.1; 134.0; 132.4; 131.4; 131.3; 130.9; 129.5; 129.3; 128.7; 128.6; 128.5 (2C); 128.4; 127.9; 126.9; 126.3; 67.3 (C-3); 21.5 (CH₃). Найдено, *m/z*: 567.1737 [M+H]⁺. C₃₆H₂₇N₂O₃S. Вычислено, *m/z*: 567.1737.

Рентгеноструктурное исследование соединения 9a проведено на дифрактометре SuperNova Dual (CuKα-излучение, детектор Atlas) при 100(2) К. Кристаллы соединения **9a**, пригодные для PCA, получены медленным испарением его раствора в CH₂Cl₂–гексан. Структура соединения **9a** расшифрована прямым методом и уточнена полноматричным МНК в анизотропном приближении всех неводородных атомов с использованием программ Superflip¹⁵ и SHELXTL¹⁶ в комплексе Olex2.¹⁷ Положения атомов водорода рассчитаны геометрически. Полный набор кристаллографических данных соединения **9a** депонирован в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 1854291).

Файл сопроводительных материалов, содержащий спектры ЯМР ¹H и ¹³C всех синтезированных соединений, доступен на сайте журнала <http://hgs.osi.lv>.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проекты 16-03-00596, 16-33-60130) и Санкт-Петербургского государственного университета (проект 12.40.1427.2017).

Анализ синтезированных соединений выполнен с использованием ресурсных центров СПбГУ "Магнитно-резонансные методы исследования", "Рентгенодифракционные методы исследования", "Ресурсный образовательный центр" и "Методы анализа состава вещества".

Список литературы

- (a) Khlebnikov, A. F.; Novikov, M. S. *Tetrahedron* **2013**, 69, 3363. (b) Huang, C.-Y.; Doyle, A. G. *Chem. Rev.* **2014**, 114, 8153. (c) Khlebnikov, A. F.; Novikov, M. S. In *Topics in Heterocyclic Chemistry*; D'hooghe, M., Ha, H.-J., Eds.; Springer, 2016, vol. 41, p. 143. (d) Zhou, H.; Shen, M.-H.; Xu, H.-D. *Synlett* **2016**, 2171. (e) Zhao, M.-N.; Ren, Z.-H.; Yang, D.-S.; Guan, Z.-H. *Org. Lett.* **2018**, 20, 1287.
- (a) Sakharov, P. A.; Rostovskii, N. V.; Khlebnikov, A. F.; Novikov, M. S. *Tetrahedron* **2017**, 73, 4663. (b) Li, T.; Xu, F.; Li, X.; Wang, C.; Wan, B. *Angew. Chem., Int. Ed.* **2016**, 55, 2861. (c) Rostovskii, N. V.; Sakharov, P. A.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F.; Starova, G. L. *Org. Lett.* **2015**, 17, 4148. (d) Jana, S.; Clements, M. D.; Sharp, B. K.; Zheng, N. *Org. Lett.* **2010**, 12, 3736. (e) Li, X.; Du, Y.; Liang, Z.; Li, X.; Pan, Y.; Zhao, K. *Org. Lett.* **2009**, 11, 2643. (f) Chiba, S.; Hattori, G.; Narasaka, K. *Chem. Lett.* **2007**, 36, 52. (g) Bodunov, V. A.; Galenko, E. E.; Galenko, A. V.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F. *Synthesis* **2018**, 2784. (h) Galenko, E. E.; Bodunov, V. A.; Galenko, A. V.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F. *J. Org. Chem.* **2017**, 82, 8568.
- (a) Hugener, M.; Heimgartner, H. *Helv. Chim. Acta* **1989**, 72, 172. (b) Hugener, M.; Heimgartner, H. *Helv. Chim. Acta* **1995**, 78, 1823.
- Pfoertner, K.-H.; Montavon, F.; Bernauer, K. *Helv. Chim. Acta* **1985**, 68, 600.
- Aeppli, L.; Bernauer, K.; Schneider, F.; Strub, K.; Oberhänsli, W. E.; Pfoertner, K.-H. *Helv. Chim. Acta* **1980**, 63, 630.
- (a) Khlebnikov, A. F.; Novikov, M. S.; Pakalnis, V. V.; Yufit, D. S. *J. Org. Chem.* **2011**, 76, 9344. (b) Rostovskii, N. V.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F.; Yufit, D. S. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2017**, 53, 985. [*Химия гетероцикл. соединений* **2017**, 53, 985.] (c) Rostovskii, N. V.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F.; Khlebnikov, V. A.; Komeev, S. M. *Tetrahedron* **2013**, 69, 4292.
- Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F.; Rostovskii, N. V.; Tsyrunnikov, S.; Suhanova, A. A.; Zavyalov, K. V.; Yufit, D. S. *J. Org. Chem.* **2015**, 80, 18.
- (a) Demoulin, A.; Gorissen, H.; Hesbain-Frisque, A.-M.; Ghosez, L. *J. Am. Chem. Soc.* **1975**, 97, 4409. (b) Ning, Y.; Otani, Y.; Ohwada, T. *J. Org. Chem.* **2017**, 82, 6313. (c) Mekhael, M. K. G.; Bienz, S.; Linden, A.; Heimgartner, H. *Helv. Chim. Acta* **2004**, 87, 2385.
- (a) Ryu, T.; Baek, Y.; Lee, P. H. *J. Org. Chem.* **2015**, 80, 2376. (b) Wang, Y.; Lei, X.; Tang, Y. *Chem. Commun.* **2015**, 51, 4507. (c) Zhao, Y.-Z.; Yang, H.-B.; Tang, X.-Y.; Shi, M. *Chem.–Eur. J.* **2015**, 21, 3562. (d) Ding, H.; Hong, S.; Zhang, N. *Tetrahedron Lett.* **2015**, 56, 507.
- (a) Shabalin, D. A.; Schmidt, E. Yu.; Trofimov, B. A. In *Targets in Heterocyclic Chemistry*; Attanasi, O. A.; Spinelli, D., Eds.; Italian Society of Chemistry: Roma, 2017, vol. 21, p. 54. (b) Belikov, M. Yu.; Ershov, O. V. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2016**, 52, 279. [*Химия гетероцикл. соединений* **2016**, 52, 279.]
- Rostovskii, N. V.; Ruvinskaya, J. O.; Novikov, M. S.; Khlebnikov, A. F.; Smetanin, I. A.; Agafonova, A. V. *J. Org. Chem.* **2017**, 82, 256.
- Schulthess, A. H.; Hansen, H.-J. *Helv. Chim. Acta* **1981**, 64, 1322.
- Hirakawa, K.; Ogiue, E.; Motoyoshiya, J.; Kakurai, T. *J. Org. Chem.* **1986**, 51, 1083.
- Shi, Y.; Yu, X.; Li, C.-Y. *Eur. J. Org. Chem.* **2015**, 6429.
- (a) Palatinus, L.; Chapuis, G. *J. Appl. Crystallogr.* **2007**, 40, 786. (b) Palatinus, L.; van der Lee, A. *J. Appl. Crystallogr.* **2008**, 41, 975. (c) Palatinus, L.; Prathapa, S. J.; van Smaalen, S. *J. Appl. Crystallogr.* **2012**, 45, 575.
- Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem.* **2015**, C71, 3.
- Dolomanov, O. V.; Bourhis, L. J.; Gildea, R. J.; Howard, J. A. K.; Puschmann, H. *J. Appl. Crystallogr.* **2009**, 42, 339.