

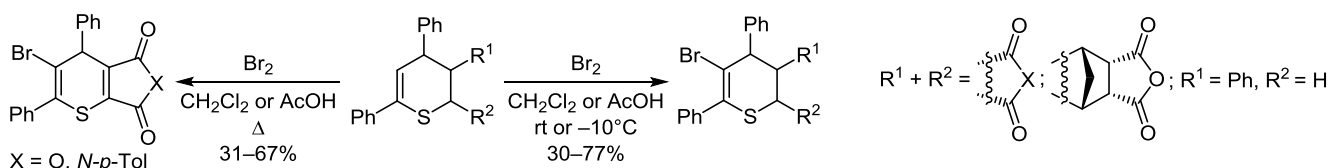
Бромирование производных 3,4-дигидро-2H-тиопирана

Екатерина А. Меркулова^{1*}, Алексей В. Колобов¹, Константин Л. Овчинников¹,
Ольга А. Беляева¹, Владимир В. Плахтинский¹, Валентин Г. Ненайденко²

¹ Ярославский государственный технический университет,
Московский пр., 88, Ярославль 150023, Россия; e-mail: merkulovaea@ystu.ru

² Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова,
Ленинские горы, д. 1, стр. 3, Москва 119991, Россия

Поступило 11.05.2021
Принято после доработки 12.07.2021



Бромирование производных 3,4-дигидро-2H-тиопирана приводит к получению бромзамещенных 3,4-дигидро-2H-тиопиранов или 4H-тиопиранов в зависимости от условий проведения реакции и структуры исходных гетероциклов.

Ключевые слова: 5-бром-3,4-дигидро-2H-тиопиран, 3-бром-4а,7а-дигидротиопирано[2,3-с]пиррол-5,7(4H,6H)-дион, 5-бром-4H-тиопиран, 3,4-дигидро-2H-тиопиран, бромирование.

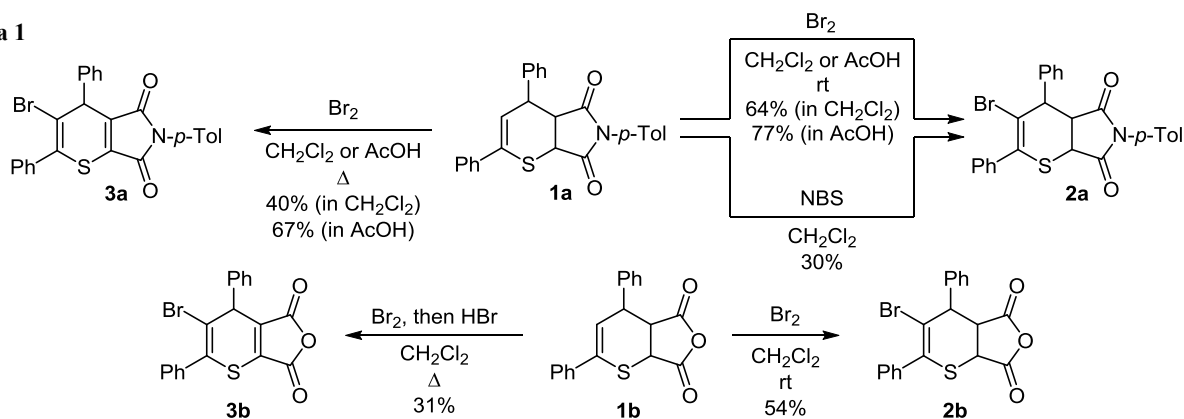
Тиопираны и дигидротиопираны сравнительно мало изучены, однако в последнее время наблюдается рост интереса к этим соединениям из-за их биологической активности.¹ В продолжение исследований по синтезу вицинальных дикарбоновых кислот и их превращений² нами был предложен способ, позволяющий легко получать замещенные 3,4-дигидро-2H-тиопираны,³ структура которых предполагает возможность функционализации по двойной связи гетероцикла. Исследованию реакции бромирования этих соединений и посвящена настоящая работа.

В литературе имеются примеры галогенирования 3,6-дигидро-2H-тиопирана,^{4a,b} приводящего к присоединению галогена по двойной связи. Бромирование

3,4-дигидро-2H-тиопиранов может протекать как с присоединением к кратной связи,^{4c} так и с сохранением двойной связи в структуре образующегося продукта.^{4d} Основными объектами исследования выбраны *N*-(*n*-толил)имид **1a** и ангидрид 4,6-дифенил-3,4-дигидро-2H-тиопиран-2,3-дикарбоновой кислоты **1b**, в которых карбонильные группы непосредственно связаны с дигидротиопирановым фрагментом, а также 3,4-дигидро-2H-тиопираны **1c,d**, не содержащие акцепторных заместителей при гетероцикле.

Бромирование имида **1a** бромом при комнатной температуре привело к образованию монобромида **2a** с выходами 64% (при проведении реакции в CH_2Cl_2) и 77% (в AcOH , схема 1). В реакции *N*-бромсукцинимид

Схема 1



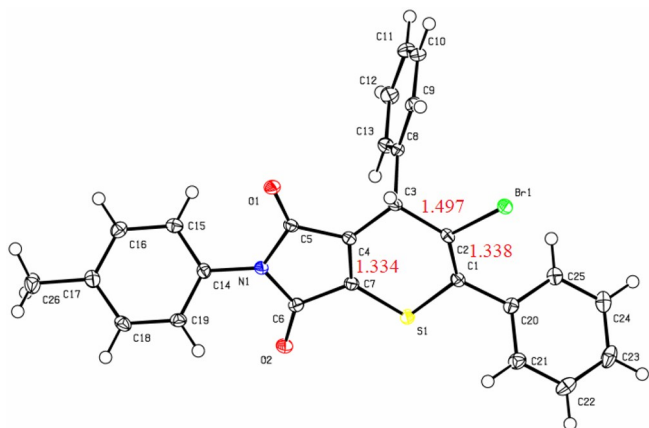


Рисунок 1. Молекулярная структура соединения **3a** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью; приведены длины отдельных связей C–C, Å.

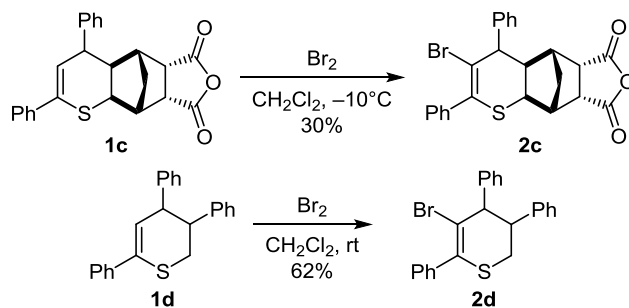
в CH_2Cl_2 с имидом **1a** при 0°C образуется более сложная смесь продуктов, из которой бромид **2a** удается выделить с выходом 30%. Структура соединения **2a** однозначно установлена на основе спектров ЯМР. В спектре ЯМР ^1H соединения **2a** сигнал протона в положении 4 дигидротиопирана проявляется в виде дублета при 4.46 м. д. ($J = 5.9$ Гц); в спектре также присутствуют дублет, соответствующий протону у атома C-7a, при 5.23 м. д. ($J = 8.7$ Гц) и дублет дублетов, соответствующий протону у атома C-4a, при 4.18 м. д. ($J = 8.7$, $J = 6.0$ Гц). Аналогично с образованием монобромпроизводного **2b** протекает бромирование ангидрида **1b** раствором Br_2 в CH_2Cl_2 при комнатной температуре. Оказалось, что реакция очень чувствительна к температуре. Повышение температуры бромирования до 40°C уже приводит к образованию **4H**-тиопиранов **3a,b**. Строение соединения **3a** однозначно подтверждено РСА (рис. 1).

Тиопирановый цикл структуры **3a** имеет практически плоское строение с незначительным выходом атомов S(1) и C(3) из базальной плоскости C(1)–C(2)–C(4)–C(7) в сторону фенильного цикла (фрагмент C(8)–C(13)) на 0.121 и 0.164 Å соответственно. Вероятно, это связано со стерическим влиянием фрагмента C(8)–C(13). Валентные углы sp^3 -гибридизованного атома углерода C(3) составляют 108.02 – 112.17° , валентные углы sp^2 -гибридизованных атомов C(1) – 109.26 – 127.02° , C(2) – 112.32 – 129.69° , C(4) – 107.67 – 127.53° , C(7) – 110.26 – 128.43° ,

валентный угол атома серы S(1) равен 99.05° . Угол между базальными плоскостями тиопиранового и фенильного циклов составляет 46.56° в случае фрагмента C(14)–C(19) и 49.59° в случае фрагмента C(20)–C(25).

Бромирование ангидрида **1c** раствором Br_2 в CH_2Cl_2 как при нагревании, так и при комнатной температуре привело к образованию смеси неидентифицированных продуктов. Снижение температуры реакции до -10°C позволило получить 3-бромпроизводное **2c** с выходом 30% (схема 2). В результате бромирования соединения **1d** при комнатной температуре также был получен соответствующий монобромзамещенный дигидротиопиран **2d** с выходом 62%.

Схема 2

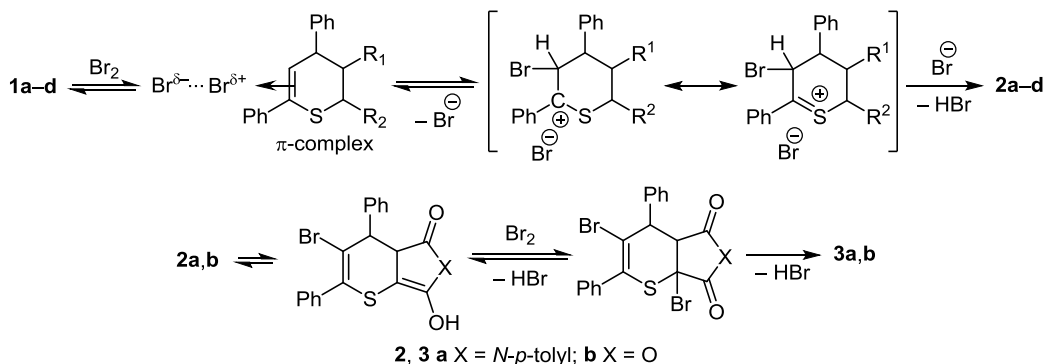


Попытка бромирования 4,6-дифенил-3,4-дигидро-2H-тиопиран-2,3-дикарбоновой кислоты (**1e**) в AcOH привела к образованию неразделимой смеси продуктов.

Вероятный механизм реакции 3,4-дигидро-2H-тиопиранов с Br_2 (схема 3) включает в себя образование π -комплекса, который может перегруппировываться в сравнительно стабильные катионы.⁵ Последующая реакция с бромид-анионом протекает с отщеплением HBr , в результате чего и образуются дигидротиопираны **2a–d**. Вероятно, присоединение Br^- к катиону затруднено по стерическим причинам. Образование производных **4H**-тиопиран-2,3-дикарбоновой кислоты **3a,b** можно объяснить бромированием енольной формы соответствующего карбонильного соединения (схема 3).

Таким образом, бромирование 2,3-дизамещенных 4,6-дифенил-3,4-дигидро-2H-тиопиранов, не содержащих карбонильных групп в положениях 2 и 3 гетероцикла, приводит к образованию 5-бромпроизводных 3,4-дигидро-2H-тиопирана. В свою очередь, бромиро-

Схема 3



вание имида и ангидрида 4,6-дифенил-3,4-дигидро-2*H*-тиопиран-2,3-дикарбоновой кислоты приводит к образованию 5-бром-4*H*-тиопиранов.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C (400 и 101 МГц соответственно) зарегистрированы на приборе Bruker Avance III 400 в CDCl_3 или $\text{DMCO-}d_6$, внутренние стандарты – остаточные сигналы растворителей CHCl_3 (7.26 м. д. для ядер ^1H и 77.2 м. д. для ядер ^{13}C) и $\text{DMCO-}d_6$ (2.50 м. д. для ядер ^1H и 39.5 м. д. для ядер ^{13}C). Для отнесения сигналов атомов углерода дополнительно используют спектры DEPT. Масс-спектры высокого разрешения с ионизацией электрораспылением записаны на спектрометре SCIEX TripleTOF 5600+. Температуры плавления определены на приборе Electrothermal IA 9300 Series. Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений осуществлен методом ТСХ на пластинах Sulifol 201S, элюент петролейный эфир – EtOAc , 3:1.

Исходные тиопираны **1a,c**^{3b} и **1b,d**^{3a} синтезированы по литературным методикам.

Получение монобромзамещенных 3,4-дигидро-2*H*-тиопиранов 2a–d (общая методика). Метод I. К раствору 2.4 ммоль тиопирана **1a–d** в 20 мл AcOH при комнатной температуре и перемешивании добавляют по каплям примерно 3.6 ммоль 10% раствора Br_2 в AcOH . Выпавший на следующий день осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают.

Метод II. К раствору 3.0 ммоль тиопирана **1a–d** в 20 мл CH_2Cl_2 при комнатной температуре и перемешивании добавляют по каплям примерно 4.5 ммоль 10% раствора Br_2 в CH_2Cl_2 . По окончании реакции (контроль методом ТСХ) отгоняют растворитель при пониженном давлении, смолистый остаток растирают с Et_2O до кристаллизации. Выпавший осадок отфильтровывают и перекристаллизовывают.

Метод III (синтез тиопирана **2a**). В раствор 1.13 г (2.7 ммоль) тиопирана **1a** в 16 мл CH_2Cl_2 на ледяной бане добавляют порциями 0.37 г (6.5 ммоль) *N*-бромсукцинимид. Через 10 мин выливают раствор в H_2O , отделяют органический слой, сушат безводным MgSO_4 и отгоняют CH_2Cl_2 . Обработка остатка Et_2O приводит к выпадению продукта **2a** в осадок, который отфильтровывают и перекристаллизовывают.

3-Бром-6-(4-метилфенил)-2,4-дифенил-4a,7a-дигидро-тиопирано[2,3-с]пиррол-5,7(4*H*,6*H*)-дион (2a). Выход 0.90 г (77%, из AcOH , метод I), 0.75 г (64%, из CH_2Cl_2 , метод II), 0.40 г (30%, метод III), белый порошок, т. пл. 224–225°C (AcOH). Спектр ЯМР ^1H ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 2.27 (3*H*, с, CH_3); 4.18 (1*H*, д, д, *J* = 8.7, *J* = 6.0, 3- CH); 4.46 (1*H*, д, *J* = 5.9, 4- CH); 5.23 (1*H*, д, *J* = 8.7, 2- CH); 6.36–6.41 (2*H*, м, *H* Ar); 7.11–7.16 (2*H*, м, *H* Ar); 7.58–7.31 (10*H*, м, *H* Ar). Спектр ЯМР ^{13}C ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д.: 20.6 (CH_3); 42.4 (CH); 46.2 (CH); 51.3 (CH); 113.0 (C); 126.2 (CH); 128.1 (CH); 128.7 (CH); 128.9 (CH); 129.0 (CH); 129.2 (CH); 129.4 (CH); 130.6 (C); 136.6 (C); 138.0 (C); 138.2 (C); 173.8 (C=O); 173.9 (C=O). Найдено, *m/z*: 490.0462 [$\text{M}+\text{H}$]⁺. $\text{C}_{26}\text{H}_{20}\text{BrNO}_2\text{S}$. Вычислено, *m/z*: 490.0470.

3-Бром-2,4-дифенил-4a,7a-дигидро-4*H*-тиопирано[2,3-с]фуран-5,7-дион (2b). Выход 0.65 г (54%, метод II), светло-желтый порошок, т. пл. 145–146°C ($\text{AcOH-}d_6$, 10:1). Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м. д. (*J*, Гц): 4.04 (1*H*, д, д, *J* = 9.3, *J* = 5.6, 3- CH); 4.48 (1*H*, д, *J* = 5.5, 4- CH); 4.65 (1*H*, д, *J* = 9.3, 2- CH); 7.35–7.55 (10*H*, м, *H* Ph). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3), δ , м. д.: 41.9 (CH); 47.2 (CH); 50.7 (CH); 111.6 (C); 128.2 (CH); 128.7 (CH); 128.9 (CH); 129.0 (CH); 130.9 (C); 133.7 (C); 136.7 (C); 167.8 (C=O); 168.0 (C=O). Найдено, *m/z*: 400.9837 [$\text{M}+\text{H}$]⁺. $\text{C}_{19}\text{H}_{13}\text{BrO}_3\text{S}$. Вычислено, *m/z*: 400.9842.

3-Бром-2,4-дифенил-4a,5,5a,8a,9,9a-гексагидро-4*H*-5,9-метантиохромено[6,7-с]фуран-6,8-дион (2c). Выход 0.42 г (30%, метод II, реакцию проводят при –10°C), белый порошок, т. пл. 175–176°C ($\text{AcOH-}d_6$, 10:1). Спектр ЯМР ^1H ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.58 (1*H*, д, *J* = 10.8, 10- CH_2); 2.31 (1*H*, д, *J* = 5.5, 9- CH); 2.47–2.59 (2*H*, м, 4a- CH , 10- CH_2); 2.75 (1*H*, д, *J* = 5.5, 5- CH); 3.50–3.56 (2*H*, м, 8a- CH , 9a- CH); 3.65 (1*H*, д, д, *J* = 10.1, *J* = 5.5, 5a- CH); 3.98 (1*H*, д, *J* = 10.4, 4- CH); 7.23–7.43 (10*H*, м, *H* Ph). Спектр ЯМР ^{13}C ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д.: 37.4 (10- CH_2); 45.5 (5,9- CH); 47.7 (9a- CH); 49.5 (5a- CH); 49.7 (8a- CH); 52.2 (4a- CH); 54.0 (4- CH); 121.2 (C); 127.4 (CH Ar); 128.2 (CH Ar); 129.2 (CH Ar); 129.8 (CH Ar); 134.8 (C); 139.4 (C Ar); 140.4 (C Ar); 171.9 (C=O); 172.2 (C=O). Найдено, *m/z*: 467.0303 [$\text{M}+\text{H}$]⁺. $\text{C}_{24}\text{H}_{19}\text{BrO}_3\text{S}$. Вычислено, *m/z*: 467.0311.

5-Бром-3,4,6-трифенил-3,4-дигидро-2*H*-тиопиран (2d). Выход 0.76 г (62%, метод II), белый порошок, т. пл. 179–180°C (EtOH). Спектр ЯМР ^1H ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 2.93–3.08 (1*H*, м, 2- CH_2); 3.51 (1*H*, т, *J* = 12.8, 2- CH_2); 3.83–3.98 (1*H*, м, 3- CH); 4.12 (1*H*, д, *J* = 4.2, 4- CH); 6.71–6.80 (2*H*, м, *H* Ph); 6.80–6.90 (2*H*, м, *H* Ph); 7.12–7.26 (6*H*, м, *H* Ph); 7.37–7.51 (5*H*, м, *H* Ph). Спектр ЯМР ^{13}C ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д.: 26.3 (CH_2); 44.7 (CH); 56.1 (CH); 110.4 (C); 126.7 (CH); 127.1 (CH); 127.6 (CH); 127.8 (CH); 128.5 (CH); 128.9 (CH); 129.4 (CH); 131.2 (C); 137.9 (C); 139.2 (C); 141.0 (C). Найдено, *m/z*: 407.0460 [$\text{M}+\text{H}$]⁺. $\text{C}_{23}\text{H}_{19}\text{BrS}$. Вычислено, *m/z*: 407.0464.

3-Бром-6-(4-метилфенил)-2,4-дифенилтиопирано[2,3-с]пиррол-5,7(4*H*,6*H*)-дион (3a). К раствору 1.0 г (3.1 ммоль) имида **1a** в 20 мл CH_2Cl_2 (или AcOH) при кипячении и перемешивании добавляют по каплям примерно 3.5 ммоль 10% раствора Br_2 в CH_2Cl_2 (или AcOH). По окончании реакции (контроль методом ТСХ) отгоняют растворитель при пониженном давлении, смолистый остаток растирают с Et_2O до кристаллизации. Выпавший осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают. Выход 0.46 г (40%, из CH_2Cl_2), 0.78 г (67%, из AcOH), желтый порошок, т. пл. 205–206°C (EtOH). Спектр ЯМР ^1H ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 2.32 (1*H*, с, CH_3); 5.15 (1*H*, с, 4- CH); 7.16–7.21 (2*H*, м, *H* Ar); 7.23–7.29 (2*H*, м, *H* Ar); 7.33–7.59 (10*H*, м, *H* Ar). Спектр ЯМР ^{13}C ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д.: 20.6 (CH_3); 48.5 (CH); 115.4 (C); 126.2 (C); 126.6 (CH); 128.2 (CH); 128.4 (CH); 128.6 (C); 128.8 (CH); 129.1 (2 CH); 129.4 (CH); 129.6 (CH); 130.2 (C); 134.9 (C); 137.1 (C); 137.6 (C); 140.1 (C); 164.8 (C=O); 166.2 (C=O). Найдено, *m/z*: 488.0314 [$\text{M}+\text{H}$]⁺. $\text{C}_{26}\text{H}_{18}\text{BrNO}_2\text{S}$. Вычислено, *m/z*: 488.0315.

3-Бром-2,4-дифенил-4*H*-тиопирано[2,3-*c*]фуран-5,7-дион (3b). К раствору 1.0 г (3.1 ммоль) ангидрида **1b** в 20 мл CH₂Cl₂ при кипячении и перемешивании добавляют по каплям примерно 3.5 ммоль 10% раствора Br₂ в CH₂Cl₂. Через 1 ч добавляют примерно 1 ммоль раствора HBr в CH₂Cl₂. По окончании реакции (контроль методом ТСХ) отгоняют растворитель при пониженном давлении, смолистый остаток растирают с Et₂O до кристаллизации и отфильтровывают выпавший осадок. Выход 0.38 г (31%), ярко-желтый порошок, т. пл. 154–155°C (AcOH–Ac₂O, 10:1). Спектр ЯМР ¹H (DMCO-*d*₆), δ, м. д. (*J*, Гц): 5.06 (1H, с, 4-CH); 7.25–7.59 (10H, м, H Ph). Спектр ЯМР ¹³C (DMCO-*d*₆), δ, м. д.: 53.4 (CH); 112.3 (C); 126.8 (C); 127.7 (CH); 128.2 (CH, C); 129.0 (CH); 129.1 (CH, C); 129.5 (CH); 136.3 (C); 139.9 (C); 164.7 (C=O); 165.4 (C=O). Найдено, *m/z*: 398.9682 [M+H]⁺. C₁₉H₁₁BrO₃S. Вычислено, *m/z*: 398.9685.

4,6-Дифенил-3,4-дигидро-2*H*-тиопиран-2,3-дикарбоновая кислота (1e). Раствор 1.0 г (3.0 ммоль) ангидрида **1b** в 10 мл ДМФА при перемешивании выливают в 30 мл насыщенного раствора NaHCO₃. Затем подкисляют 5% раствором HCl до слабокислого pH, выпавший осадок отфильтровывают, промывают H₂O несколько раз. Выход 0.90 г (85%), светло-желтый порошок, т. пл. 129–130°C (AcOH). Спектр ЯМР ¹H (DMCO-*d*₆), δ, м. д. (*J*, Гц): 3.66 (1H, д, *J* = 5.4, *J* = 3.0, 3-CH); 4.22 (1H, д, *J* = 5.4, *J* = 2.6, 4-CH); 4.88 (1H, д, *J* = 3.0, 2-CH); 6.23 (1H, д, *J* = 2.5, 5-CH); 7.18–7.26 (1H, м, H Ph); 7.28–7.44 (7H, м, H Ph); 7.52–7.59 (2H, м, H Ph). Спектр ЯМР ¹³C (DMCO-*d*₆), δ, м. д.: 43.8 (CH); 45.1 (CH); 47.8 (CH); 120.4 (CH); 125.9 (CH); 126.5 (CH); 128.0 (CH); 128.3 (CH); 128.7 (CH); 133.4 (CH); 139.2 (C); 141.8 (C); 169.6 (C=O); 170.3 (C=O). Найдено, *m/z*: 341.0840 [M+H]⁺. C₁₉H₁₆O₄S. Вычислено, *m/z*: 341.0842.

Бромирование 4,6-дифенил-3,4-дигидро-2*H*-тиопиран-2,3-дикарбоновой кислоты (1e). К раствору 1.0 г (2.9 ммоль) дикислоты **1e** в 20 мл AcOH при комнатной температуре и перемешивании добавляют по каплям примерно 4.3 ммоль 10% раствора Br₂ в AcOH. На следующий день раствор при перемешивании выливают в H₂O, выпавший осадок отфильтровывают. Выход смеси 0.81 г (55%), желтый порошок.

Рентгеноструктурное исследование соединения 3a проведено при температуре 100K на дифрактометре Agilent Technologies SuperNova с монохроматизированным излучением CuKα по стандартной методике. Кристаллы, пригодные для PCA, получены медленным упариванием раствора соединения **3a** в CH₂Cl₂. Структура соединения **3a** расшифрована прямым методом с использованием комплекса программ SHELXS⁶ и Superflip.⁷ Уточнение структуры проведено с помощью программы SHELXL,⁸ входящей в пакет программ OLEX.⁹ Полный набор рентгеноструктурных данных для соединения **3a** депонирован в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 1840208).

Список литературы

- (a) Lozynskiy, A.; Zimenkovskiy, B.; Lesyk, R. *Sci. Pharm.* **2014**, *82*, 723. (b) Wang, S.; Zhang, Y.; Dong, G.; Wu, S.; Zhu, S.; Miao, Z.; Yao, J.; Li, H.; Li, J.; Zhang, W.; Sheng, C.; Wang, W. *Org. Lett.* **2013**, *15*, 5570. (c) Wilde, R. G.; Billheimer, J. T.; Germain, S. J.; Hausner, E. A.; Meunier, P. C.; Munzer, D. A.; Stoltenborg, J. K.; Gillies, P. J.; Burcham, D. L.; Huang, S.-M.; Klaczkiewicz, J. D.; Ko, S. S.; Wexler, R. R. *Bioorg. Med. Chem.* **1996**, *4*, 1493.
- Kononov, A. I.; Antipin, I. S.; Buriylov, V. A.; Madzhidov, T. I.; Kurbangalieva, A. R.; Nemtarev, A. V.; Solovieva, S. E.; Stoikov, I. I.; Mamedov, V. A.; Zakharova, L. Ya.; Gavrilova, S. L.; Sinyashin, O. G.; Balova, I. A.; Vasilyev, A. V.; Zenkevich, I. G.; Krasavin, M. Yu.; Kuznetsov, M. A.; Molchanov, A. P.; Novikov, M. S.; Nikolaev, V. A.; Rodina, L. L.; Khlebnikov, A. F.; Beletskaya, I. P.; Vatsadze, S. Z.; Gromov, S. P.; Zyk, N. V.; Lebedev, A. T.; Lemenovskii, D. A.; Petrosyan, V. S.; Nenaïdenko, V. G.; Negrebetskii, V. V.; Baukov, Yu. I.; Shmigol', T. A.; Korlyukov, A. A.; Tikhomirov, A. S.; Shchekotikhin, A. E.; Traven', V. F.; Voskresenskii, L. G.; Zubkov, F. I.; Golubchikov, O. A.; Semeikin, A. S.; Berezin, D. B.; Stuzhin, P. A.; Filimonov, V. D.; Krasnokutskaya, E. A.; Fedorov, A. Yu.; Nyuchev, A. V.; Orlov, V. Yu.; Begunov, R. S.; Rusakov, A. I.; Kolobov, A. V.; Kofanov, E. R.; Fedotova, O. V.; Egorova, A. Yu.; Charushin, V. N.; Chupakhin, O. N.; Klimochkin, Yu. N.; Osyanin, V. A.; Reznikov, A. N.; Fisuyk, A. S.; Sagitullina, G. P.; Aksenov, A. V.; Aksenov, N. A.; Grachev, M. K.; Maslennikova, V. I.; Koroteev, M. P.; Brel', A. K.; Lisina, S. V.; Medvedeva, S. M.; Shikhaliev, Kh. S.; Suboch, G. A.; Tovbis, M. S.; Mironovich, L. M.; Ivanov, S. M.; Kurbatov, S. V.; Kletskii, M. E.; Burov, O. N.; Kobrakov, K. I.; Kuznetsov, D. N. *Russ. J. Org. Chem.* **2018**, *54*, 157. [*Журн. орган. химии* **2018**, *54*, 161.]
- (a) Меркулова, Е. А.; Колобов, А. В.; Овчинников, К. Л. Патент RU 2670977; *Бюл. изобрет.* **2018**, (30). (b) Merkulova, E. A.; Kolobov, A. V.; Ovchinnikov, K. L. *Russ. Chem. Bull., Int. Ed.* **2019**, *68*, 606. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2019**, 606.] (c) Merkulova, E. A.; Kolobov, A. V.; Ovchinnikov, K. L.; Khrustalev, V. N.; Nenaïdenko, V. G. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2021**, *57*, 245. [*Химия гетероцикл. соединений* **2021**, *57*, 245.]
- (a) Šebek, P.; Kroulík, J.; Sedmera, P.; Havlíček, V.; Kuthan, J. *Collect. Czech. Chem. Commun.* **1994**, *59*, 2269. (b) Kroulík, J.; Čejka, J.; Sedmera, P.; Jegorov, A.; Kratochvíl, B.; Kuthan, J. *Collect. Czech. Chem. Commun.* **2004**, *69*, 1631. (c) Crombie, L.; Wyvill, R. D. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1* **1985**, 1971. (d) Hashimoto, K.; Sumitomo, H.; Suzuki, M. *Chem. Lett.* **1986**, *15*, 767.
- Lemieux, R. U.; Fraser-Reid, B. *Can. J. Chem.* **1965**, *43*, 1460.
- Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.* **2008**, *A64*, 112.
- (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.