

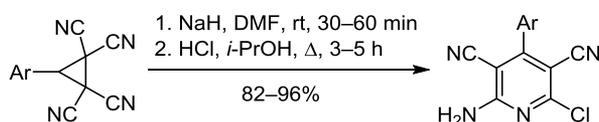
Однореакторные превращения тетрацианоциклопропанов в высокофункционализированные пиридины

Анастасия И. Ершова¹, Олег Е. Насакин¹, Олег В. Ершов^{1*}

¹ Чувашский государственный университет им. И. Н. Ульянова,
Московский пр., 15, Чебоксары 428015, Россия; e-mail: oleg.ershov@mail.ru

Поступило 10.05.2023

Принято 1.06.2023



Разработан эффективный метод синтеза 2-амино-4-арил-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрилов из 3-арилциклопропан-1,1,2,2-тетракарбонитрилов при обработке их гидридом натрия в абсолютном ДМФА, а затем HCl в изопропиловом спирте.

Ключевые слова: нитрилы, пиридин, полицианосоединения, циклопропан, однореакторный синтез, рециклизация.

Производные пиридина являются ключевыми строительными блоками для получения многих органических соединений и широко используются в качестве реагентов в синтезе лекарственных препаратов и красителей, в аналитической химии, при создании новых материалов и т. д.^{1,2} Несмотря на богатую историю химии пиридина, методы синтеза его производных постоянно развиваются. Это необходимо для получения целевых молекул в уникальном функциональном окружении, например содержащих легко модифицируемые группы, которые далее могут использоваться для направленного синтеза практически важных соединений.¹ В связи с этим много усилий направляется на поиск эффективных подходов к построению высокофункционализированных производных пиридина с использованием различных методов, среди которых однореакторные синтезы наиболее перспективны.³

2-Амино-6-галогенпиридин-3,5-дикарбонитрилы содержат в своем составе уникальные легко модифицируемые фрагменты и группы, поэтому часто используются в качестве прекурсоров. Например, на их основе получают ингибиторы тирозинкиназы FER с противоопухолевой активностью,⁴ ингибиторы дигидрофолатредуктазы,^{5,6} соединения с антифолатной,⁷ противодиабетической,⁸ антиаллергической активностью.⁹ Кроме того, для некоторых представителей характерна твердотельная флуоресценция от синего до красного цвета, в том числе с эмиссией, индуцированной агрегацией (AIEgens).¹⁰

Известны четыре основных метода синтеза производных 2-амино-6-галогенпиридин-3,5-дикарбонитрилов. Наиболее распространенный подход заключается в

циклизации тетрацианопропенидов под действием галогеноводородов.^{10–13} Второй метод основан на реакции триметилортобензоата с малонитрилом в пиридине и последующей обработкой водным раствором хлороводорода.^{6,14,15} Также используется подход, заключающийся в обработке соответствующего пиридона смесью пентахлорида фосфора и хлорокиси фосфора.¹⁶ И наконец описан метод, основанный на реакции малонитрила с альдегидами, тетрахлорсиланом и хлоридом цинка.¹⁷ Выходы 6-арилпроизводных при использовании этих методов составляют от 33 до 88%.

Нами предложен новый общий однореакторный метод, основанный на рециклизации 3-арилциклопропан-1,1,2,2-тетракарбонитрилов **1a–j** в 2-амино-4-арил-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрилы **2a–j** (схема 1).

Использование NaH в абсолютном ДМФА обеспечивает максимальные выходы продуктов **2a–j**. В качестве основания также были использованы третичные амины (Et₃N, DIPEA, DBU), алкоголяты (NaOMe, KO^t-Bu), NaOAc и Cs₂CO₃. Однако во всех случаях реакция либо не проходила, либо приводила к низким выходам.

Исходные циклопропаны **1a–j** были получены с высокими выходами из соответствующих бензальдегидов и малонитрила^{18–20} или по реакции Видеквиста.^{21,22} Как показано на схема 2, при взаимодействии с основанием циклопропаны **1a–j** подвергались электроциклическому раскрытию, образуя промежуточные тетрацианопропениды **A**, которые без выделения обрабатывали HCl, что приводило к замыканию пиридинового цикла. Можно использовать как 15% раствор HCl в *i*-PrOH, так и смесь ацетилхлорида с *i*-PrOH, в которой HCl образуется *in situ*.

Схема 1

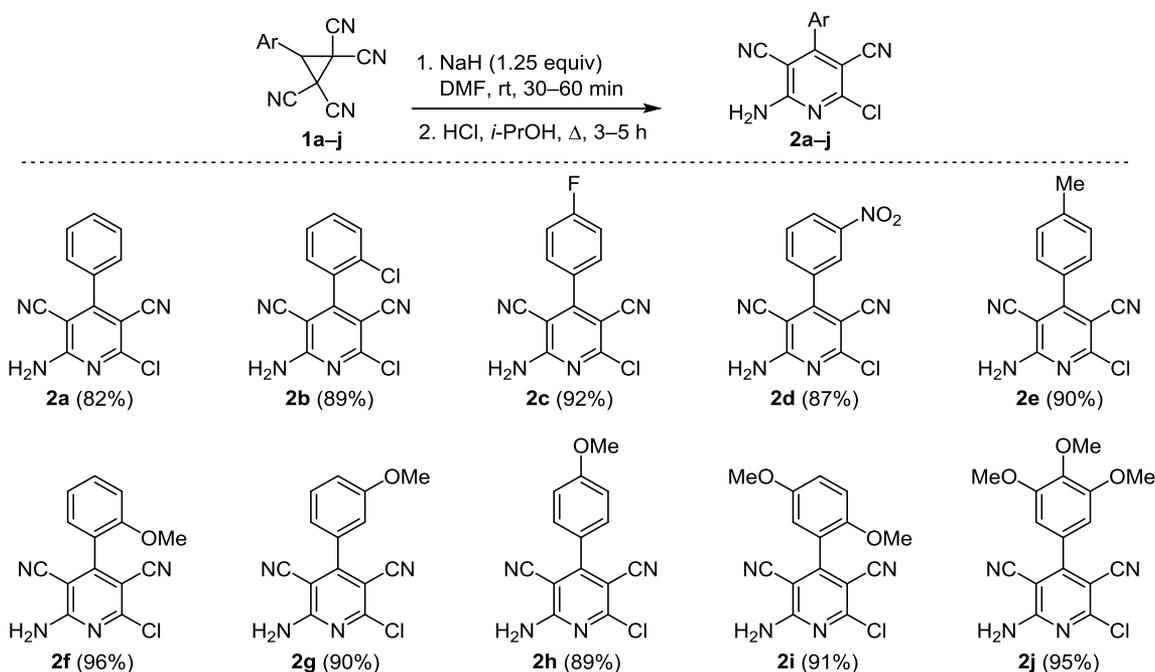
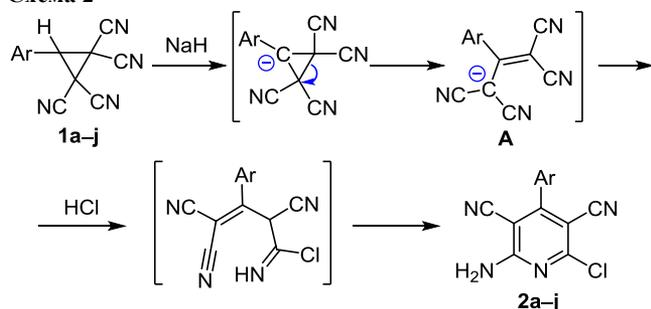
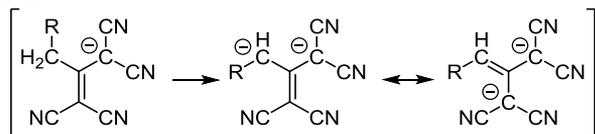


Схема 2



По сравнению с ранее известными методами,^{10–17} достоинствами нового метода синтеза пиридинов **2a–j** являются доступность прекурсоров, высокие выходы, применимость к разнообразным циклопропанам **1a–j**, содержащим в арильном фрагменте как электронодонорные, так и электроноакцепторные заместители. Использование аналогов циклопропанов **1a–j**, в которых ароматический фрагмент заменен алифатическим, в разработанных условиях приводит к неразделимым смесям множества продуктов. Это, по-видимому, обусловлено депротонированием активированного аллильного положения илиденмалононитрильного интермедиата (схема 3), участвующего в различных реакциях.

Схема 3



Таким образом, нами предложен новый метод синтеза 2-амино-4-арил-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрилов, основанный на рециклизации 3-арилциклопропан-1,1,2,2-тетракарбонитрилов.

Экспериментальная часть

ИК спектры записаны на фурье-спектрометре ФСМ-2201 в тонком слое (суспензия в вазелиновом масле). Спектры ЯМР ¹H и ¹³C (500 и 126 МГц соответственно) зарегистрированы на спектрометре Bruker DRX-500 в ДМСО-*d*₆, внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры записаны на приборе Shimadzu GCMS-QP2020 (энергия ионизирующих электронов 70 эВ). Элементный анализ выполнен на СНN-анализаторе FlashEA 1112 СНN. Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений осуществлен методом ТСХ на пластинах Sorbfil ПТСХ-АФ-А-УФ (проявление в УФ свете, в парах иода, термическим разложением). Температуры плавления определены на приборе OptiMelt MPA100.

Получение 2-амино-4-арил-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрилов 2a–j (общая методика). К раствору 2 ммоль соответствующего циклопропана **1a–j** в 5 мл абсолютного ДМФА порциями добавляют 0.1 г (2.5 ммоль) NaH (60% дисперсия в минеральном масле). Раствор перемешивают в течение 30–60 мин до завершения реакции и образования пропенида **A** (контроль методом ТСХ в сравнении с исходным циклопропаном **1a–j**). Затем сразу добавляют 10 мл 15% раствора HCl в *i*-PrOH. Реакционную смесь нагревают в колбе с обратным холодильником в течение 3–5 ч (контроль методом ТСХ). По окончании реакции растворитель выпаривают при пониженном давлении до 3–5 мл. Осадок отфильтровывают, промывают *i*-PrOH, затем H₂O и снова *i*-PrOH. Перекристаллизовывают из *i*-PrOH, сушат над безводным CaCl₂.

2-Амино-4-фенил-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2a). Выход 418 мг (82%), бесцветные кристаллы, т. пл. 290–291°C (с разл.) (т. пл. 296°C¹⁷). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 7.56–7.61 (5H, м, H Ph); 8.19 (1H, уш. с, NH₂); 8.67 (1H, уш. с, NH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 89.8

(C β -Py); 96.3 (C β -Py); 114.4 (C \equiv N); 115.0 (C \equiv N); 128.5 (C Ph); 128.8 (C Ph); 130.7 (C Ph); 133.6 (C Ph); 155.3 (C Py); 160.3 (C Py); 160.5 (C Py). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 254 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 256 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (33). Найдено, %: C 61.42; H 2.74; N 21.96. $\text{C}_{13}\text{H}_7\text{ClN}_4$. Вычислено, %: C 61.31; H 2.77; N 22.00.

2-Амино-6-хлор-4-(2-хлорфенил)пиридин-3,5-дикарбонитрил (2b). Выход 514 мг (89%), бесцветные кристаллы, т. пл. 278–279°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 7.56–7.65 (3H, м, H Ar); 7.72 (1H, д, $J = 7.9$, H Ar); 8.35 (1H, уш. с, NH_2); 8.84 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 90.6 (C β -Py); 96.7 (C β -Py); 113.6 (C \equiv N); 114.3 (C \equiv N); 128.0 (C Ar); 129.9 (C Ar); 130.3 (C Ar); 130.8 (C Ar); 132.4 (C Ar); 132.6 (C Ar); 155.0 (C Py); 158.2 (C Py); 160.1 (C Py). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 288 [$M(^{35}\text{Cl}_2)$] $^+$ (100), 290 [$M(^{35}\text{Cl})(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (65). Найдено, %: C 53.92; H 2.11; N 19.42. $\text{C}_{13}\text{H}_6\text{Cl}_2\text{N}_4$. Вычислено, %: C 54.01; H 2.09; N 19.38.

2-Амино-4-(4-фторфенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2c). Выход 501 мг (92%), бесцветные кристаллы, т. пл. 283–284°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 7.45 (2H, т, $J = 8.7$, H Ar); 7.46 (2H, д, $J = 5.4$, $J = 8.6$, H Ar); 8.21 (1H, уш. с, NH_2); 8.69 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д. (J , Гц): 89.9 (C β -Py); 96.4 (C β -Py); 114.4 (C \equiv N); 115.0 (C \equiv N); 116.0 (д, $J_{\text{CF}} = 22.0$, o -C FC_6H_4); 130.0 (д, $J_{\text{CF}} = 3.0$, p -C FC_6H_4); 131.2 (д, $J_{\text{CF}} = 9.0$, m -C FC_6H_4); 155.2 (C Py); 159.5 (C Py); 160.3 (C Py); 164.3 (д, $J_{\text{CF}} = 249.0$, CF). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 272 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 274 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (33). Найдено, %: C 57.38; H 2.25; N 20.50. $\text{C}_{13}\text{H}_6\text{ClFN}_4$. Вычислено, %: C 57.27; H 2.22; N 20.55.

2-Амино-4-(3-нитрофенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2d). Выход 522 мг (87%), бесцветные кристаллы, т. пл. 245–246°C (с разл.) (т. пл. 236°C 17). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 7.92 (1H, т, $J = 8.0$, H Ar); 8.06–8.09 (1H, м, H Ar); 8.30 (1H, уш. с, NH_2); 8.46 (1H, д, $J = 8.2$, $J = 2.4$, $J = 1.0$, H Ar); 8.54 (1H, т, $J = 2.0$, H Ar); 8.78 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 90.1 (C β -Py); 96.4 (C β -Py); 114.2 (C \equiv N); 114.8 (C \equiv N); 123.7 (C Ar); 125.5 (C Ar); 130.8 (C Ar); 135.1 (C Ar); 135.2 (C Ar); 147.7 (C Ar); 155.2 (C Py); 158.1 (C Py); 160.2 (C Py). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 299 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 301 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (34). Найдено, %: C 51.95; H 1.99; N 23.44. $\text{C}_{13}\text{H}_6\text{ClN}_5\text{O}_2$. Вычислено, %: C 52.10; H 2.02; N 23.37.

2-Амино-4-(*n*-толил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2e). Выход 483 мг (90%), бесцветные кристаллы, т. пл. 282–283°C (с разл.) (т. пл. 340°C 17). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.41 (3H, с, CH_3 Ar); 7.39 (2H, д, $J = 8.1$, H Ar); 7.46 (2H, д, $J = 8.1$, H Ar); 8.13 (1H, уш. с, NH_2); 8.61 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 20.9 (CH_3); 89.6 (C β -Py); 96.2 (C β -Py); 114.4 (C \equiv N); 115.0 (C \equiv N); 128.3 (C Ar); 129.2 (C Ar); 130.6 (C Ar); 140.6 (C Ar); 155.2 (C Py); 160.2 (C Py); 160.4 (C Py). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 268 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 270 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (34). Найдено, %: C 62.70; H 3.42; N 20.79. $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{ClN}_4$. Вычислено, %: C 62.58; H 3.38; N 20.85.

2-Амино-4-(2-метоксифенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2f). Выход 546 мг (96%), бесцветные

кристаллы, т. пл. 278–279°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.82 (3H, с, CH_3O Ar); 7.13 (1H, т, д, $J = 7.5$, $J = 0.6$, H Ar); 7.25 (1H, д, $J = 8.3$, H Ar); 7.46 (1H, д, $J = 7.5$, $J = 1.7$, H Ar); 7.54–7.58 (1H, м, H Ar); 8.20 (1H, уш. с, NH_2); 8.61 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 56.1 (CH_3O); 91.2 (C β -Py); 97.8 (C β -Py); 112.6 (C Ar); 113.9 (C \equiv N); 114.4 (C \equiv N); 120.9 (C Ar); 122.7 (C Ar); 129.7 (C Ar); 132.3 (C Ar); 154.8 (C Ar); 156.1 (C Py); 158.4 (C Py); 160.3 (C Py). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 284 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 286 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (34). Найдено, %: C 58.89; H 3.22; N 19.74. $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}$. Вычислено, %: C 59.06; H 3.19; N 19.68.

2-Амино-4-(3-метоксифенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2g). Выход 512 мг (90%), бесцветные кристаллы, т. пл. 265–266°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.82 (3H, с, CH_3O Ar); 7.10–7.13 (1H, м, H Ar); 7.14–7.17 (2H, м, H Ar); 7.48–7.52 (1H, м, H Ar); 8.20 (1H, уш. с, NH_2); 8.68 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 55.4 (CH_3O); 89.8 (C β -Py); 96.3 (C β -Py); 114.1; 114.4; 115.0; 116.2; 120.5 (C Ar); 130.1 (C Ar); 134.8 (C Ar); 155.3; 159.1; 160.2; 160.3. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 284 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 286 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (33). Найдено, %: C 58.90; H 3.17; N 19.69. $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}$. Вычислено, %: C 59.06; H 3.19; N 19.68.

2-Амино-4-(4-метоксифенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2h). Выход 507 мг (89%), бесцветные кристаллы, т. пл. 265–267°C (с разл.) (т. пл. 320°C 17). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.85 (3H, с, CH_3O Ar); 7.14 (2H, д, $J = 8.7$, H Ar); 7.54 (2H, д, $J = 8.7$, H Ar); 8.15 (1H, уш. с, NH_2); 8.60 (1H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 55.8 (CH_3O); 89.9 (C β -Py); 96.6 (C β -Py); 114.5 (C Ar); 115.0 (C \equiv N); 115.6 (C \equiv N); 125.8 (C Ar); 130.7 (C Ar); 155.7; 160.5; 160.8; 161.5. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 284 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 286 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (34). Найдено, %: C 59.21; H 3.21; N 19.60. $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}$. Вычислено, %: C 59.06; H 3.19; N 19.68.

2-Амино-4-(2,5-диметоксифенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2i). Выход 573 мг (91%), бесцветные кристаллы, т. пл. 269–271°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.82 (3H, с, CH_3O Ar); 3.86 (3H, с, CH_3O Ar); 6.71 (1H, д, $J = 8.5$, $J = 2.3$, H Ar); 6.77 (1H, д, $J = 2.3$, H Ar); 7.32 (1H, д, $J = 8.5$, H Ar); 8.15 (2H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 55.6 (CH_3O); 55.9 (CH_3O); 90.9 (C β -Py); 97.5 (C β -Py); 99.0 (C Ar); 105.8 (C Ar); 114.4; 114.6; 115.0; 131.0 (C Ar); 154.8; 157.2; 158.2; 160.3; 162.8. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 314 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 316 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (35). Найдено, %: C 57.45; H 3.57; N 17.69. $\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{ClN}_4\text{O}_2$. Вычислено, %: C 57.24; H 3.52; N 17.80.

2-Амино-4-(3,4,5-триметоксифенил)-6-хлорпиридин-3,5-дикарбонитрил (2j). Выход 655 мг (95%), бесцветные кристаллы, т. пл. 270–271°C (с разл.). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 3.76 (3H, с, CH_3O Ar); 3.82 (6H, с, 2 CH_3O Ar); 6.96 (2H, с, H Ar); 8.40 (2H, уш. с, NH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 56.2 (CH_3O); 6.3 (CH_3O); 60.2 (CH_3O); 89.8 (C β -Py); 96.3 (C β -Py); 106.5 (C Ar); 114.6 (C \equiv N); 115.2 (C \equiv N); 128.6 (C Ar); 139.1 (C Ar); 152.9 (C Ar); 155.3; 160.1; 160.3. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 344 [$M(^{35}\text{Cl})$] $^+$ (100), 346 [$M(^{37}\text{Cl})$] $^+$ (35). Найдено, %: C 55.91; H 3.76; N 16.18. $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_4\text{O}_3$. Вычислено, %: C 55.74; H 3.80; N 16.25.

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

Исследование выполнено в рамках государственного задания Минобрнауки России (проект № FEGR-2023-0004).

Список литературы

1. *Recent Developments in the Synthesis and Applications of Pyridines*; Singh, P., Eds.; Elsevier: Science, 2022.
2. Altaf, A. A.; Shahzad, A.; Gul, Z.; Rasool, N.; Badshah, A.; Lal, B.; Khan, E. *J. Drug Des. Med. Chem.* **2015**, 1, 1.
3. Litvinov, V. P. *Russ. Chem. Rev.* **2003**, 72, 69.
4. Taniguchi, T.; Inagaki, H.; Baba, D.; Yasumatsu, I.; Toyota, A.; Kaneta, Y.; Kiga, M.; Iimura, S.; Odagiri, T.; Shibata, Y.; Ueda, K.; Seo, M.; Shimizu, H.; Imaoka, T.; Nakayama, K. *ACS Med. Chem. Lett.* **2019**, 10, 737.
5. Gangjee, A.; Adair, O.; Queener, S. F. *Bioorg. Med. Chem.* **2001**, 9, 2929.
6. Graffner-Nordberg, M.; Kolmodin, K.; Åqvist, J.; Queener, S. F.; Hallberg, A. *J. Med. Chem.* **2001**, 44, 2391.
7. Piper, J. R.; McCaleb, G. S.; Montgomery, J. A.; Kisliuk, R. L.; Gaumont, Y.; Sirotnak, F. M. *J. Med. Chem.* **1986**, 29, 1080.
8. Catarzi, D.; Varano, F.; Varani, K.; Vincenzi, F.; Pasquini, S.; Ben, D. D.; Volpini, R.; Colotta, V. *Pharmaceuticals* **2019**, 12(4), 159.
9. Quintela, J. M.; Peinador, C.; Veiga, C.; González, L.; Botana, L. M.; Alfonso, A.; Riguera, R. *Bioorg. Med. Chem.* **1998**, 6, 1911.
10. Bardasov, I. N.; Alekseeva, A. U.; Ershova, A. I.; Ershov, O. V. *Tetrahedron Lett.* **2021**, 76, 153232.
11. Kayukov, Ya. S.; Karpov, S. V.; Kayukova, O. V.; Ershov, O. V.; Nasakin, O. E. *Russ. J. Org. Chem.* **2014**, 50, 1097.
12. Grigor'ev, A. A.; Kayukov, Ya. S.; Nikiforova, A. L.; Karpov, S. V.; Shchegravina, E. S.; Kayukova, O. V.; Tafeenko, V. A. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2019**, 55, 167.
13. Kayukov, Ya. S.; Karpov, S. V.; Grigor'ev, A. A.; Nikiforova, A. L.; Nasakin, O. E.; Shchegravina, E. S.; Kayukova, O. V.; Tafeenko, V. A. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2017**, 53, 568.
14. Chioua, M.; Soriano, E.; Samadi, A.; Marco-Contelles, J. *J. Heterocycl. Chem.* **2010**, 47, 861.
15. Murray, T. J.; Zimmerman, S. C.; Kolotuchin, S. V. *Tetrahedron* **1995**, 51, 635.
16. Peinador, C.; Veiga, C.; Vilar, J.; Quintela, J. *Heterocycles* **1994**, 38, 1299.
17. Elmorsy, S. S.; Sheta, A. M.; Mashaly, M. M. A.; Said, S. B. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2017**, 53, 540.
18. Elinson, M. N.; Feducovich, S. K.; Stepanov, N. O.; Vereshchagin, A. N.; Nikishin, G. I. *Tetrahedron* **2008**, 64, 708.
19. Vereshchagin, A. N.; Dorofeeva, E. O.; Elinson, M. N.; Korolev, V. A.; Egorov, M. P. *Mendeleev Commun.* **2019**, 29, 391.
20. Vereshchagin, A. N.; Elinson, M. N.; Stepanov, N. O.; Nikishin, G. I. *Mendeleev Commun.* **2009**, 19, 324.
21. Wideqvist, S. *Arkiv. Kemi* **1945**, 20B, 12.
22. Bardasov, I. N.; Kayukova, O. V.; Kayukov, Ya. S.; Ershov, O. V.; Nasakin, O. E. *Russ. J. Appl. Chem.* **2009**, 82, 1431.