

О. Ю. Бакулина<sup>1</sup>, Е. М. Игумнова<sup>1</sup>, Д. В. Дарьин<sup>1</sup>, П. С. Лобанов<sup>1\*</sup>

**РЕАКЦИЯ ЭТИЛ-3,3-ДИАМИНОАКРИЛАТА  
С *o*-ХЛОРКЕТОНАМИ ПИРИМИДИНОВОГО РЯДА.  
СИНТЕЗ ПИРИДО[4,3-*d*]ПИРИМИДИНОВ  
И 6*H*-1,3,6,7-ТЕТРААЗАФЕНАЛЕНОВ**

Циклоконденсация этил-3,3-диаминоакрилата с 5-ацетил-4-хлорпиримидинами приводит к *орто*- и *пери*-конденсированным гетероциклам, образующимся замещением атома хлора  $\alpha$ -углеродным атомом ендиамина и конденсацией аминогруппы с карбонильной или присоединением аминогруппы по пиридиновому циклу.

**Ключевые слова:** 5-ацетил-4-хлорпиримидины, пиридо[4,3-*d*]пиримидины, 6*H*-1,3,6,7-тетраазафеналены, этил-3,3-диаминоакрилат, циклоконденсация.

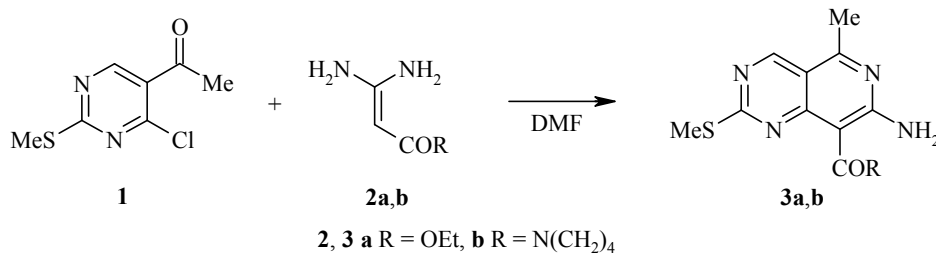
Циклоконденсация  $\alpha$ -карбонилацетиламинов, которые в виде свободных оснований существуют преимущественно в таутомерной форме ендиаминов, с ароматическими и гетероароматическими диэлектрофилами является удобным методом синтеза конденсированных азинов (изохинолинов, нафтиридинов, пиридопиримидинов). В качестве диэлектрофилов могут выступать ароматические альдегиды [1–3], сложные эфиры [4], нитрилы [5–8] и нитросоединения [9, 10], имеющие в *орто*-положении подвижный атом галогена. В этих реакциях  $\alpha$ -углеродный атом ендиамина (амидина) замещает ароматический галоген, а один из атомов азота связывается с карбонильным (или нитрильным) атомом углерода ароматического диэлектрофила или атомом азота нитрогруппы.

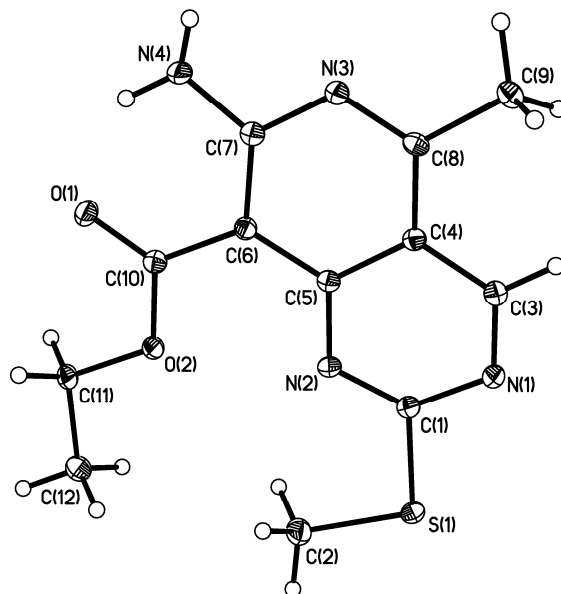
Описано всего два примера вовлечения *орто*-галогенкетонов в эту реакцию [5]. Причём, если 5-нитро-2-фторацетофенон с этил-3,3-диаминоакрилатом образует ожидаемый изохинолин, то 5-ацетил-4,6-дихлорпиримидин неожиданно даёт *пери*-конденсированный гетероцикл, аналогичный соединению **8**, описанному в настоящей работе.

В связи с этим мы более подробно исследовали поведение *o*-галогенкетонов в реакции с производными 3,3-диаминоакриловой кислоты.

Кетон **1**, имеющий один атом хлора в *орто*-положении к ацетильной группе, гладко реагирует с этиловым эфиром **2a** и пирролидидом **2b** 3,3-диаминоакриловой кислоты, образуя ожидаемые пиридопиримидины **3a,b**.

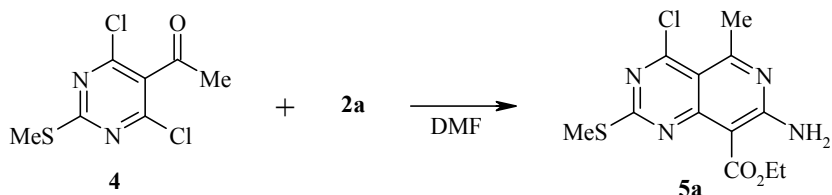
Строение соединения **3a** подтверждено рентгеноструктурным анализом (рисунок).



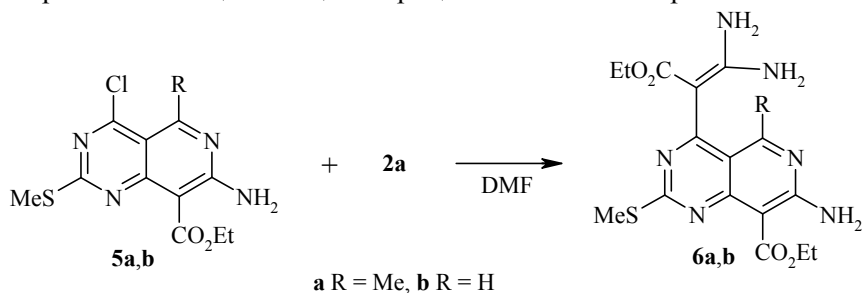


Молекулярная структура соединения **3a** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью

Кетон **4**, имеющий два атома хлора в *орто*-положении к ацетильной группе, реагирует с этил-3,3-диаминоакрилатом (**2a**), образуя пиридопириимидин **5a**. При этом его поведение в циклоконденсации резко отличается от поведения его аналога, не имеющего метилсульфанильного заместителя в положении 2. Последний образует только трициклический продукт реакции [5], аналогичный соединению **8**. Столь разный результат может объясняться тем, что соединение **5a** выпадает в осадок и тем самым выводится из среды реакции, а его аналог без метилсульфанильного заместителя остаётся в растворе и реагирует со вторым молем ендиамина **2a**.

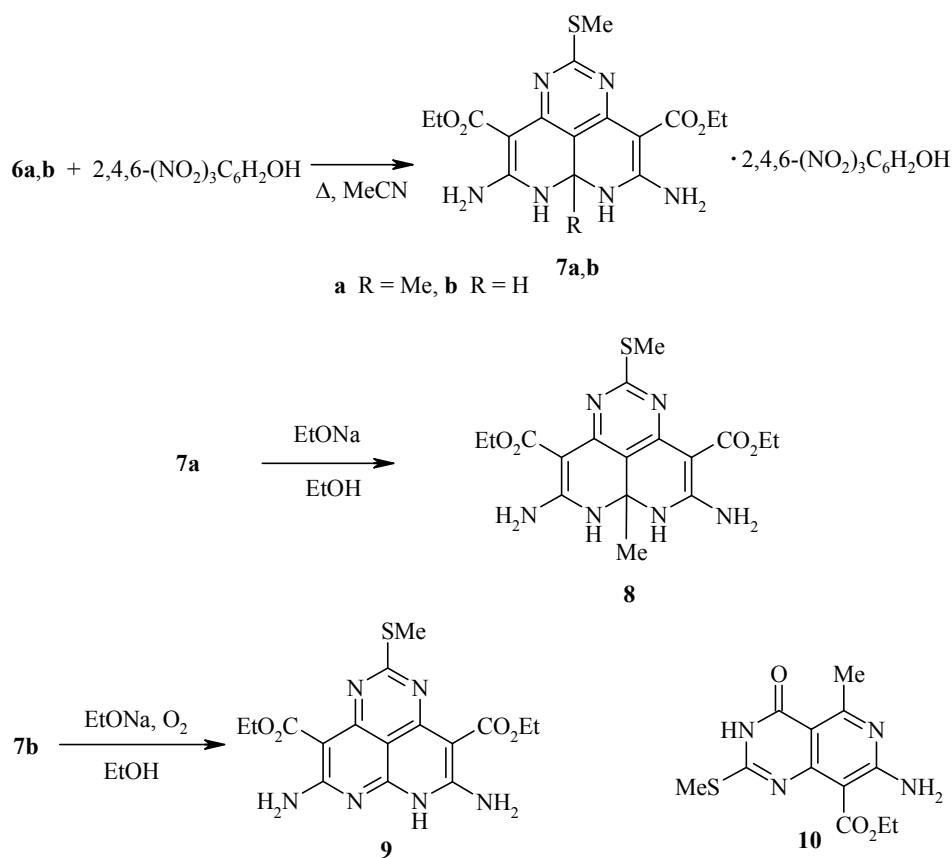


Для выяснения возможности получения 6*H*-1,3,6,7-тетраазафеналена **8** из кетона **4** мы провели реакцию пиридопириимидина **5a** со вторым молем ендиамина **2a** и получили продукт замещения атома хлора  $\alpha$ -углеродным атомом ендиамина **6a**. Соединение **6a** оказалось вполне устойчивым и не склонным к самопроизвольной циклизации в трициклический изомер **8**.



Циклизация происходит при обработке соединения **6a** пикриновой кислотой. Вероятно, кислота протонирует атом азота пиридинового кольца, что заметно повышает электрофильность соседнего атома углерода и облегчает циклизацию. Образуется пикрат **7a**, который при обработке NaOEt даёт желаемый трициклический продукт **8**, также стабильный и не склонный раскрываться в исходное соединение **6a**.

Аналогичная последовательность реакций была нами осуществлена, исходя из ранее описанного пиридопиримидина **5b** [2], не имеющего метильного заместителя в положении 5. Единственное отличие состоит в том, что при выделении свободного основания из пикрата **7b** происходит ароматизация, очевидно, под действием кислорода воздуха с образованием соединения **9**. Все сигналы в спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  пикратов **7a,b** заметно уширены, видимо, из-за быстрого переноса протона между несколькими основными центрами.



Попытка получить соединение **6a** или его трициклический изомер **8** прямо из кетона **4**, как в работе [5], не увенчалась успехом. Реакцию проводили в большом количестве растворителя (чтобы избежать выпадения соединения **5a** в осадок) и в течение длительного времени. В этих условиях образуется смесь, в которой, наряду с трициклическим соединением **8**, содержится соединение, спектр ЯМР  $^1\text{H}$  которого близок к спектру соединения **5a**, но имеет дополнительный сигнал подвижного протона ~12.7 м. д. Этому веществу может быть предположительно приписана структура продукта гидролиза пиридопиримидина **5a** – пиридопиримидона **10** (отметим, что вода образуется в ходе циклоконденсации).

Таким образом, оказалось, что образование *перу*-кондесированных 6*H*-1,3,6,7-тетраазафеналенов путём внутримолекулярного присоединения аминогруппы эндиамина к формально двойной связи C=N пиридинового кольца является достаточно общим и происходит во всех изученных реакциях.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  зарегистрированы на приборе Bruker DPX 300 (300 и 75 МГц соответственно) в  $\text{CDCl}_3$  (соединения **1** и **4**) или  $\text{DMSO-d}_6$  (остальные соединения), внутренний стандарт – остаточные сигналы  $\text{CDCl}_3$  (7.26 м. д. для ядер  $^1\text{H}$ ) или  $\text{DMSO}$  (2.50 м. д. для ядер  $^1\text{H}$  и 39.7 м. д. для ядер  $^{13}\text{C}$ ). Элементный анализ выполнен на CHN-анализаторе Hewlett-Packard HP-185B. Масс-спектры высокого разрешения зарегистрированы на приборе Bruker micrOTOF (ионизация электрораспылением). Температуры плавления определены на приборе Stuart SMP30 Melting Point Apparatus.

**1-(2-Метилсульфанил-4-хлорпиримидин-5-ил)этанон (1).** К раствору 5.0 г (29.4 ммоль) 5-ацетилтиоурацила [11] в 30 мл 10% водного раствора NaOH прибавляют 2.25 мл (33.7 ммоль) MeI и перемешивают в течение 24 ч при комнатной температуре. Затем реакционную смесь подкисляют HCl, охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают и сушат. Получают 5.4 г (100%) *S*-метильного производного, которое без дополнительной очистки используют в следующей стадии. Смешивают 2.0 г *S*-метильного производного и 4 мл (43 ммоль)  $\text{POCl}_3$ . Смесь перемешивают в течение 2 ч при 80 °С, избыток  $\text{POCl}_3$  отгоняют в вакууме, не нагревая выше 60 °С, выливают остаток в 50 г льда и тщательно перемешивают. Добавляют 25 мл  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , органический слой отделяют и фильтруют через слой силикагеля,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  упаривают в вакууме и получают кетон **1**. Выход 1.58 г (72%). Т. пл. 50–52 °С. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 2.58 (3H, с,  $\text{COCH}_3$ ); 2.66 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 8.73 (1H, с, H-6). Найдено,  $m/z$ : 203.0046  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .  $\text{C}_7\text{H}_8\text{ClN}_2\text{OS}$ . Вычислено,  $m/z$ : 203.0046.

**1-(2-Метилсульфанил-4,6-дихлорпиримидин-5-ил)этанон (4)** получают из 2-метилсульфанил-4,6-дихлорпиримидин-5-карбальдегида [2] по методике [12]. Выход 55%. Т. пл. 92–94 °С. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 2.57 (3H, с,  $\text{COCH}_3$ ); 2.59 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ). Найдено,  $m/z$ : 236.9651  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .  $\text{C}_7\text{H}_7\text{Cl}_2\text{N}_2\text{OS}$ . Вычислено,  $m/z$ : 236.9656.

**Этиловый эфир 7-амино-5-метил-2-метилсульфанилпиридо[4,3-*d*]пиримидин-8-карбоновой кислоты (3a).** Раствор 500 мг (2.47 ммоль) кетона **1** и 706 мг (5.42 ммоль) акрилата **2a** в 5 мл абсолютного ДМФА выдерживают при комнатной температуре в течение 1 сут. Затем выливают в воду, выпавший осадок отфильтровывают и высушивают. Выход 580 мг (84%), белые кристаллы. Т. пл. 234–236 °С (MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 1.33 (3H, т, *J* = 7.0,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.57 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 2.72 (3H, с, 5- $\text{CH}_3$ ); 4.33 (2H, к, *J* = 7.0,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 7.80 (2H, уш. с,  $\text{NH}_2$ ); 9.14 (1H, с, H-4). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 14.5 ( $\text{SCH}_3$ ); 15.2 ( $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 21.8 (5- $\text{CH}_3$ ); 61.3 ( $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 94.6 (C-8); 111.3 (C-4a); 154.5 (C-8a); 159.1 (C-4); 161.7 (C-7); 166.6 (C-5); 168.3 (CO); 173.4 (C-2). Найдено, %: C 51.77; H 4.86; N 20.22.  $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$ . Вычислено, %: C 51.78; H 5.07; N 20.13.

**Пирролидид 7-амино-5-метил-2-метилсульфанилпиридо[4,3-*d*]пиримидин-8-карбоновой кислоты (3b)** получают аналогично. Выход 69%, белые кристаллы. Т. пл. 281–282 °С (MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 1.70–2.00 (4H, м,  $\text{CH}_2\text{CH}_2$ ); 2.49 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 2.72 (3H, с, 5- $\text{CH}_3$ ); 3.00–3.25 (2H, м,  $\text{NCH}_2$ ); 3.45–3.65 (2H, м,  $\text{NCH}_2$ ); 6.75 (2H, уш. с,  $\text{NH}_2$ ); 9.15 (1H, с, H-4). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 14.3 ( $\text{SCH}_3$ ); 21.4 (5- $\text{CH}_3$ ); 25.1, 26.3, 46.2, 47.4 (пирролидин); 102.7 (C-8); 110.9 (C-4a); 151.7 (C-8a); 158.4 (C-4); 159.1 (C-7); 163.3 (C-5); 165.3 (CO); 172.6 (C-2). Найдено, %: C 55.53; H 5.63; N 22.93.  $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{OS}$ . Вычислено, %: C 55.42; H 5.65; N 23.08.

**Этиловый эфир 7-амино-5-метил-2-метилсульфанил-4-хлорпиридо[4,3-*d*]пиримидин-8-карбоновой кислоты (5a).** Раствор 600 мг (2.53 ммоль) кетона **4** и 750 мг (5.76 ммоль) акрилата **2a** в 4.5 мл абсолютного ДМФА выдерживают при

комнатной температуре в течение 2 сут. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают. Выход 560 мг (71%), жёлтые кристаллы. Т. пл. 162–163 °С (MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.40 (3H, т,  $J = 7.0$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.60 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 2.94 (3H, с, 5- $\text{CH}_3$ ); 4.41 (2H, к,  $J = 7.0$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 6.90 (2H, уш. с,  $\text{NH}_2$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 14.8, 14.9 ( $\text{SCH}_3$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 29.6 (5- $\text{CH}_3$ ); 61.6 ( $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 96.1 (C-8); 110.7 (C-4a); 157.5; 160.5; 160.7; 165.3; 168.5 (CO); 172.2 (C-2). Найдено, %: C 46.11; H 3.98; N 17.69.  $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4\text{O}_2\text{S}$ . Вычислено, %: C 46.08; H 4.19; N 17.91.

**Этиловый эфир 7-амино-4-(2,2-диамино-1-этоксикарбонилвинил)-5-метил-2-метилсульфанилпиридо[4,3- $d$ ]пиримидин-8-карбоновой кислоты (6a).** Раствор 500 мг (1.6 ммоль) пиридопиримидина **5a** и 454 мг (3.5 ммоль) ендиамина **2a** в 3 мл абсолютного ДМФА выдерживают в течение 5 сут при комнатной температуре, затем выливают в воду, отфильтровывают выпавший осадок, промывают его водой и высушивают. Выход 500 мг (77%), жёлтые кристаллы. Т. пл. 216–218 °С (MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 0.80 (3H, т,  $J = 7.0$ ,  $(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{CCO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 1.32 (3H, т,  $J = 7.5$ , 8- $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.45 (3H, с, 5- $\text{CH}_3$ ); 2.53 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 3.70–3.85 (2H, м,  $(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{CCO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 4.31 (2H, к,  $J = 7.5$ , 8- $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 7.25 (2H, с, 7- $\text{NH}_2$ ); 7.30 (4H, уш. с,  $\text{C}(\text{NH}_2)_2$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 14.3, 15.0, 15.1 ( $\text{SCH}_3$ ,  $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 25.6 (5- $\text{CH}_3$ ); 58.7, 61.1 ( $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 81.7 ( $\text{C}=\text{C}(\text{NH}_2)_2$ ); 95.6 (C-8); 113.2 (C-4a); 156.2; 159.0; 161.7; 165.1; 166.9; 168.5; 169.0; 169.3. Найдено, %: C 50.11; H 5.50; N 20.44.  $\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_4\text{S}$ . Вычислено, %: C 50.24; H 5.46; N 20.68.

**Этиловый эфир 7-амино-4-(2,2-диамино-1-этоксикарбонилвинил)-2-метилсульфанилпиридо[4,3- $d$ ]пиримидин-8-карбоновой кислоты (6b)** получают аналогично соединению **6a**. Выход 79%, жёлтые кристаллы. Т. пл. 192–195 °С (с разл., MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 0.89 (3H, т,  $J = 7.0$ ,  $(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{CCO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 1.33 (3H, т,  $J = 7.5$ , 8- $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.53 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 3.87 (2H, к,  $J = 7.0$ ,  $(\text{NH}_2)_2\text{C}=\text{CCO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 4.33 (2H, к,  $J = 7.5$ , 8- $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 7.34 (2H, с, 7- $\text{NH}_2$ ); 7.30–7.65 (4H, уш. с,  $\text{C}(\text{NH}_2)_2$ ); 8.54 (1H, с, H-5). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 14.4, 15.1 ( $\text{SCH}_3$ ,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 58.8, 61.3 ( $\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 76.4 ( $\text{C}=\text{C}(\text{NH}_2)_2$ ); 97.3 (C-8); 111.7 (C-4a); 154.5; 156.8; 160.8; 162.7; 167.7; 168.3; 169.6; 171.2. Найдено, %: C 49.09; H 5.21; N 21.47.  $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_4\text{S}$ . Вычислено, %: C 48.97; H 5.14; N 21.41.

**Пикрат диэтилового эфира 5,8-диамино-6a-метил-2-метилсульфанил-6a,7-дигидро-6H-1,3,6,7-тетраазафенален-4,9-дикарбоновой кислоты (7a).** Растворяют 50 мг (0.12 ммоль) соединения **6a** в 30 мл кипящего MeCN и добавляют 30 мг (0.13 ммоль) пикриновой кислоты. Образуется осадок. Смесь кипятят ещё в течение 30 мин, охлаждают и отфильтровывают осадок. Выход 63 мг (82%), оранжевые кристаллы. Т. пл. 256–262 °С (с разл., MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 1.23–1.35 (6H, м,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 1.37 (3H, с, 6a- $\text{CH}_3$ ); 2.66 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 4.15–4.32 (4H, м,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 7.2–8.3 (6H, уш. с,  $2\text{NH}_2$ ,  $2\text{NH}$ ); 8.58 (2H, с), 12.55 (1H, уш. с, пикриновая кислота). Найдено, %: C 43.60; H 3.89; N 19.86.  $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_9\text{O}_{11}\text{S}$ . Вычислено, %: C 43.46; H 3.96; N 19.83.

**Пикрат диэтилового эфира 5,8-диамино-2-метилсульфанил-6a,7-дигидро-6H-1,3,6,7-тетраазафенален-4,9-дикарбоновой кислоты (7b)** получают аналогично соединению **7a**. Выход 90%, жёлтые кристаллы. Т. пл. 201–205 °С (с разл., MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 1.22–1.35 (6H, м,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 2.64 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 4.12–4.32 (4H, м,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 5.55 (3H, с, H-6a); 7.4–8.8 (6H, уш. с,  $2\text{NH}_2$ ,  $2\text{NH}$ ); 8.58 (2H, с), 12.51 (1H, уш. с) (пикриновая кислота). Найдено, %: C 42.84; H 3.73; N 20.24.  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_9\text{O}_{11}\text{S}$ . Вычислено, %: C 42.51; H 3.73; N 20.28.

**Диэтиловый эфир 5,8-диамино-6a-метил-2-метилсульфанил-6a,7-дигидро-6H-1,3,6,7-тетраазафенален-4,9-дикарбоновой кислоты (8).** К раствору 0.22 ммоль NaOEt (полученного из 5 мг Na и 40 мл абсолютного EtOH) добавляют 130 мг (0.205 ммоль) пикрата **7a**. Образовавшуюся суспензию перемешивают при комнатной температуре до образования раствора (1 ч). EtOH удаляют в вакууме, остаток промывают водой и высушивают. Выход 62 мг (74%), жёлтые кристаллы. Т. пл. 175–180 °С (с разл., MeCN). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.23 (6H, т,  $J = 7.5$ ,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ ); 1.29 (3H, с, 6a- $\text{CH}_3$ ); 2.43 (3H, с,  $\text{SCH}_3$ ); 4.09 (4H, м,  $2\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ );

6.80–8.50 (4H, уш. с, 2NH<sub>2</sub>); 7.21 (2H, с, 2NH). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C, δ, м. д.: 14.0; 15.4; 27.1; 59.2; 66.5; 79.1; 103.8; 154.2; 159.1; 168.2; 169.3. Найдено, *m/z*: 407.1468 [M+H]<sup>+</sup>. C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>N<sub>6</sub>O<sub>4</sub>S. Вычислено, *m/z*: 407.1496.

**Диэтиловый эфир 5,8-диамино-2-метилсульфанил-6H-1,3,6,7-тетраазафенален-4,9-дикарбоновой кислоты (9)** получают аналогично. Выход 90%, белые кристаллы. Т. пл. 266–273 °С (с разл.). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.30 (6H, т, *J* = 7.5, 2CO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.52 (3H, с, SCH<sub>3</sub>); 4.24 (4H, к, *J* = 7.5, 2CO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 6.80–8.20 (5H, уш. с, 2NH<sub>2</sub>, NH). Найдено, %: С 49.17; Н 4.67; N 21.11. C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>6</sub>O<sub>4</sub>S. Вычислено, %: С 49.22; Н 4.65; N 21.53. Найдено, *m/z*: 391.1194 [M+H]<sup>+</sup>. C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>6</sub>O<sub>4</sub>S. Вычислено, *m/z*: 391.1183.

**Рентгеноструктурное исследование соединения 3a.** Кристалл выращен из ДМФА, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>S, кристаллы моноклинные, пространственная группа C 2/c, *a* 22.907(2), *b* 9.4779(9), *c* 14.0696(13) Å; β 125.942(2)°; *V* 2473.1(4) Å<sup>3</sup>; *F*(000) 1168, μ 0.266 мм<sup>-1</sup>; *Z* 8; *d*<sub>расч</sub> 1.495 г/см<sup>3</sup>. Параметры ячейки и набор экспериментальных отражений измерены на автоматическом дифрактометре Bruker AXS Smart 1000 CCD (монохроматизированное излучение MoKα (λ 0.71073 Å), ω/2θ-сканирование в интервале углов 2.20 < θ < 29.00°). Всего измерено отражений 9585, из них 3259 независимых (R<sub>int</sub> 0.0358), 2699 с *I* > 2σ(*I*). Завершённость эксперимента для угла θ 29.00° 99.1%. Структура расшифрована прямым статистическим методом и уточнена полноматричным МНК по *F*<sup>2</sup> в анизотропном приближении для всех неводородных атомов. Атомы водорода помещены в геометрически рассчитанные положения и уточнены в изотропном приближении. Все расчёты проведены по комплексу программ SHELXTL [13]. Окончательные результаты уточнения *R*<sub>1</sub> 0.0386, *wR*<sub>2</sub> 0.0953 для отражений с *I* > 2σ(*I*), *R*<sub>1</sub> 0.0428, *wR*<sub>2</sub> 0.1024 для всех отражений. Результаты PCA депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 920033).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Д. В. Дарьин, С. И. Селиванов, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *ХГС*, 1036 (2004). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **40**, 888 (2004).]
2. С. Г. Рязанов, С. И. Селиванов, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *Журн. орган. химии*, **44**, 292 (2008).
3. И. И. Елисеев (мл.), Д. В. Дарьин, С. И. Селиванов, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *ХГС*, 567 (2008). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **44**, 442 (2008).]
4. Д. В. Дарьин, С. Г. Рязанов, С. И. Селиванов, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *ХГС*, 589 (2008). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **44**, 461 (2008).]
5. С. Ф. Ян, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *ХГС*, 585 (2008). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **44**, 457 (2008).]
6. С. Huang, S. J. Yan, X. H. Zeng, X. Y. Dai, Y. Zhang, C. Qing, J. Lin, *Eur. J. Med. Chem.*, **46**, 1172 (2011).
7. S. J. Yan, C. Huang, C. X. Su, Y. F. Ni, J. Lin, *J. Comb. Chem.*, **12**, 91 (2010).
8. Е. М. Игумнова, С. И. Селиванов, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, *ХГС*, 465 (2012). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **48**, 435 (2012).]
9. А. В. Выползов, С. Ф. Ян, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, *ХГС*, 791 (2010). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **46**, 634 (2010).]
10. А. В. Выползов, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, *Изв. АН, Сер. хим.*, 873 (2012).
11. Е. С. Щербинина, Д. В. Дарьин, П. С. Лобанов, *ХГС*, 1376 (2010). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **46**, 1109 (2010).]
12. J. Clark, V. Parvizi, R. Colman, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 1004 (1976).
13. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.*, **A64**, 112 (2008).

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский государственный университет,  
Университетский пр., 26, Санкт-Петербург 198504, Россия  
e-mail: pslob@mail.ru

Поступило 13.08.2012  
После доработки 17.01.2013