

Реакции *N*-сульфонил-1,2,3-тиадиазол-4-карбимидамидов с сульфонилахлоридами: региоспецифичный синтез и строение 2-сульфонил-1,2,3-триазолов

Татьяна В. Березкина¹, Валерий О. Филимонов¹,
Лидия Н. Дианова¹, Павел А. Слепухин^{2,3}, Дмитрий М. Мазур⁴,
Татьяна А. Поспелова¹, Василий А. Бакулев^{1,3*}

¹ Кафедра технологии органического синтеза,
Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина,
ул. Мира, 19, Екатеринбург 620002, Россия; e-mail: v.a.bakulev@urfu.ru

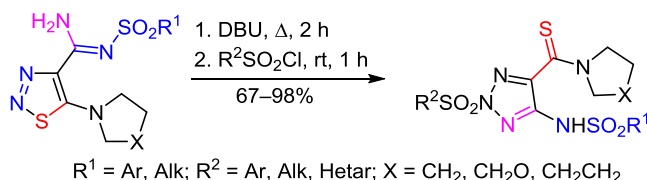
² Кафедра органической и биомолекулярной химии,
Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина,
ул. Мира, 19, Екатеринбург 620002, Россия; e-mail: slepukhin@ios.uran.ru

³ Институт органического синтеза им. И. Я. Постовского УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 22 / Академическая, 20, Екатеринбург 620990, Россия

⁴ Кафедра органической химии,
Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова,
Ленинские горы, д. 1, стр. 3, Москва 119992, Россия; e-mail: neodmitrii@gmail.com

Поступило 15.02.2019

Принято после доработки 30.04.2019



Обнаружено, что сульфонирование амидинов 1,2,3-тиадиазолкарбоновой кислоты в присутствии основания сопровождается перегруппировкой Корнфорта 1,2,3-тиадиазольного цикла в 1,2,3-триазольный и приводит к образованию 2-замещенных 1,2,3-триазолов с высокими выходами.

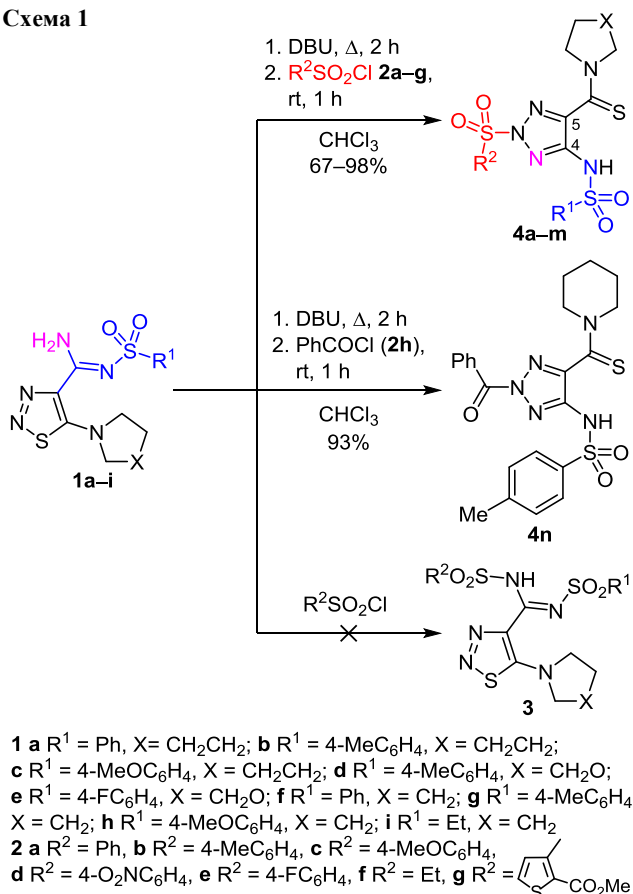
Ключевые слова: *N*-сульфониламидины, 2-сульфонил-1,2,3-триазолы, сульфонилахлориды, 1,2,3-тиадиазолы, перегруппировка.

В продолжение наших исследований,¹ направленных на синтез *N*-сульфониламидинов с заданной биологической активностью, с целью получения *N,N'*-дизамещенных амидинов 1,2,3-тиадиазолкарбоновой кислоты **3** мы исследовали реакцию амидинов **1a–i** с бензоил- и сульфонилахлоридами **2a–h**. Оказалось, что амидины **1a–i** инертны по отношению к соединениям **2a–h** при проведении реакции в CHCl₃ при разных температурах. По данным ТСХ, реакционная смесь состоит из исходных соединений. При проведении реакции тиадиазола **1a** с сульфонилахлоридом **2c** в присутствии DBU при комнатной температуре методом ТСХ было обнаружено образование нового соединения, но реакция протекала медленно. Повышение температуры до 30 и 61 °C привело к образованию смеси нескольких соединений с близкой хроматографической подвижностью.

Мы обнаружили, что предварительный нагрев тиадиазола **1a** в CHCl₃ в присутствии DBU в течение 2 ч с последующим добавлением сульфонилахлорида **2c** (при комнатной температуре) позволяет полностью осуществить превращение за 1 ч (по данным ТСХ) с образованием нового соединения. Эти условия были использованы для всех реакций тиадиазолов **1a–i** с сульфонилахлоридами **2a–h** (схема 1).

Данные масс-спектров (ионизация ЭУ) и спектров ЯМР ¹H согласуются с предполагаемой структурой дизамещенных амидинов **3**. Однако наличие в спектрах ЯМР ¹³C этих соединений сигналов в области 178.8–182.5 м. д., характерных для группы C=S,^{1f} противоречит предполагаемой структуре **3**. Кроме того, ранее нами было показано, что основным направлением фрагментации соединений **1** в масс-спектрах второго

Схема 1

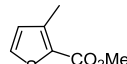


порядка (MC/MC) является отщепление молекулы N₂ от 1,2,3-гиадиазольного цикла.² Тем не менее в спектрах соединений с предполагаемой структурой **3** ион [M+H–N₂]⁺ отсутствует, что также опровергает образование данного продукта.

На основании данных РСА для двух соединений этого ряда (рис. 1, 2) был сделан вывод об образовании продуктов другого типа – изомерных 2-сульфонил-1,2,3-триазолов **4a–n** (схема 1, табл. 1), строение которых также согласуется со спектрами ЯМР и масс-спектрами. Характеристичными сигналами в спектрах ЯМР ¹H соединений **4a–n** являются сигналы протонов группы NH при 9.20–10.61 м. д. Сигналы атомов C-4 и C-5 триазольного цикла при 135.5–147.4 и 146.6–148.1 м. д. соответственно отнесены на основании данных двумерных экспериментов ЯМР ¹H–¹³C HMBC и ¹H–¹³C HSQC триазолов **4i–k**. К сожалению, масс-спектры отрицательных ионов, которые использовались ранее для исследования трансформаций в газовой фазе разнообразных диазосоединений и 1,2,3-триазолов,³ оказались недостаточно информативными и не позволили выявить характеристических структурных особенностей данных соединений.

Реакция имеет общий характер: все исследуемые амидины **1a–i**, содержащие разнообразные заместители, взаимодействуют с различными алкил- и арил-сульфонилхлоридами **2a–g** региоселективно с образованием 2-сульфонил-1,2,3-триазолов **4a–m** с выходами 67–98%.

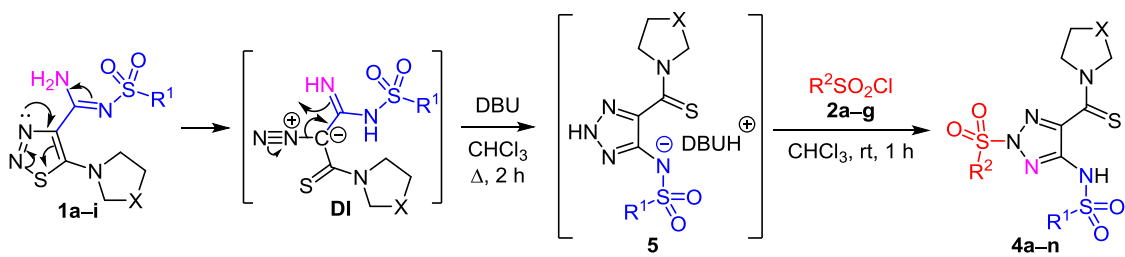
Таблица 1. Выходы 2-сульфонил-1,2,3-триазолов **4a–m**

Соединение	R ¹	X	R ²	Выход, %
4a	Ph	CH ₂ CH ₂	4-MeOC ₆ H ₄	86
4b	4-MeC ₆ H ₄	CH ₂ CH ₂	4-MeC ₆ H ₄	80
4c	4-MeOC ₆ H ₄	CH ₂ CH ₂	4-MeC ₆ H ₄	81
4d	4-MeOC ₆ H ₄	CH ₂ CH ₂	4-O ₂ NC ₆ H ₄	90
4e	4-MeOC ₆ H ₄	CH ₂ CH ₂		80
4f	4-MeC ₆ H ₄	CH ₂ O	4-FC ₆ H ₄	81
4g	4-FC ₆ H ₄	CH ₂ O	4-MeOC ₆ H ₄	83
4h	4-MeOC ₆ H ₄	CH ₂	4-MeOC ₆ H ₄	70
4i	Et	CH ₂	4-MeC ₆ H ₄	98
4j	4-MeOC ₆ H ₄	CH ₂	Ph	82
4k	Ph	CH ₂	Et	67
4l	4-MeC ₆ H ₄	CH ₂	4-MeOC ₆ H ₄	81
4m	Ph	CH ₂	4-MeOC ₆ H ₄	87

В отличие от реакции амидинов **1a–i** с сульфонилахлоридами **2a–g**, при взаимодействии амидинов **1a–i** с хлорангидридами карбоновых кислот (*n*-нитро-, хлоро-, метил- и метоксизамещенными бензоилхлоридами) образуются смеси нескольких соединений, разделить которые не удалось. Интересно отметить, что реакция амидина **1c** с бензоилхлоридом (**2h**) протекает гладко с образованием 2-бензоил-1,2,3-триазола **4n**.

Существующие методы синтеза 2-сульфонил-1,2,3-триазолов включают перегруппировку 1-сульфонил-1,2,3-триазолов,⁴ катализируемые иодом реакции 1,2,3-триазолов с толуолсульфинатом⁵ и прямое сульфонилирование 1,2,3-триазолов сульфонилахлоридами в органических растворителях.⁶ Региоселективное образование 2-сульфонил-1,2,3-триазолов зафиксировано нами при взаимодействии 4-азолил-1,2,3-триазолов с 2,4-диметилбензолсульфонилазидом.^{6a} Все существующие методы синтеза 2-сульфонил-1,2,3-триазолов имеют определенные недостатки. Метод Мураками⁴ приводит к смеси 1- и 2-сульфонил-1,2,3-триазолов и выделение чистого 2-сульфонил-1,2,3-триазола требует проведения селективного гидролиза 1-сульфонил-1,2,3-триазола с последующим разделением триазола и 2-замещенного 1,2,3-триазола. Катализируемая иодом реакция незамещенных 1,2,3-триазолов с сульфинатами описана только на примере реакции толуолсульфината.⁵ Прямое сульфонилирование 1,2,3-триазолов в реакции с сульфонилахлоридами, как правило, приводит к смеси 1- и 2-замещенных 1,2,3-триазолов, которые необходимо разделять с помощью кристаллизации.^{6a} Обнаруженное нами региоспецифичное образование 2-сульфонил-1,2,3-триазолов **4a–m** происходит, вероятно, из-за стерических препятствий для атаки сульфонилахлоридами атомов азота в положении 1 и 3 1,2,3-триазольного цикла. Расположение заместителя у атома N(2) триазольного цикла однозначно доказано рентгеноструктурным анализом соединений **4g,i** (рис. 1, 2).

Схема 2



По аналогии с трансформацией соединений **1** при обработке EtONa в EtOH в натриевые соли 5-сульфоиламидо-1,2,3-тиадиазол-4-карботиоамидов^{1f} мы предполагаем, что соединения **1** под действием DBU претерпевают перегруппировку в соли DBU и 5-сульфоиламидо-1,2,3-триазол-4-карботиоамидов **5**. Эта перегруппировка включает гетероэлектрциклические реакции⁷ раскрытия 1,2,3-тиадиазольного цикла и циклизации диазоиминов **DI** с образованием соединений **5**.⁸ Реакция солей **5** с бензоилхлоридом (**2h**) и сульфонилхлоридами **2a–g** завершает процесс образования соединений **4** (схема 2).

Соединение **4g** кристаллизуется в centrosymmetric пространственной группе триклинной системы. Общий вид молекулы и принятая в структурном эксперименте нумерация атомов показаны на рис. 1. В молекуле тиоамидный фрагмент развернут относительно плоскости триазольного цикла на 37° и формирует внутримолекулярную водородную связь с группой SO₂N(5)H (табл. 2).

Торсионный угол N(3)–C(4)–N(5)–S(2) составляет 49.4(4)° и группа N(5)SO₂ не имеет существенного сопряжения с триазольным циклом. Интересно, что, в отличие от родственного соединения **4i**, атом N(5) в соединении **4g** имеет неплоскую геометрию и выходит из плоскости смежных атомов H(5)–S(1)–C(4) на 0.325 Å. Очевидно, в данном случае конфигурация определяется геометрией водородной связи, а не электронными эффектами смежной группы SO₂Ar и триазольного цикла. Атом азота морфолинового цикла плоский, заместитель морфолинилтиоамидного фрагмента имеет традиционную конформацию "кресло" с (псевдо)-аксиальным расположением группы C=S и не демонстрирует конформационной разупорядоченности. Фторфенильный заместитель характеризуется мощными либрациями в плоскости цикла. В кристалле наблюдаются слабые межмолекулярные водородные связи O(3)···HC(1) (–x, –y, –z) с расстоянием O···H 2.36 Å (на 0.36 Å меньше суммы радиусов Ван-дер-Ваальса) и сильный контакт между атомом кислорода O(2) и фрагментом C(10)H₂ (–x, 1 – y, –z) морфолиновой группы.

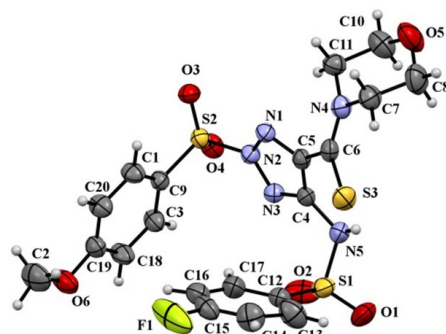
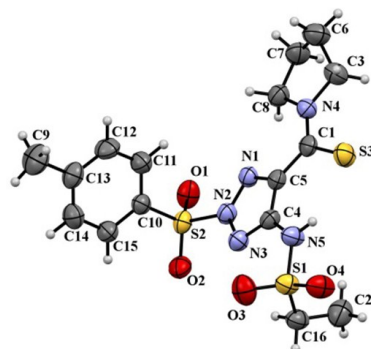
Таблица 2. Водородные связи в кристаллах соединений **4g,i***

Соединение	D–H	<i>d</i> (D···H), Å	<i>d</i> (H···A), Å	Угол DHA, град.	<i>d</i> (D···A), Å	A
4g	N(5)–H(5)	0.84(3)	2.51(3)	136(2)	3.169(2)	S(3)
4i	N(5)–H(5)	0.82(5)	2.35(5)	140(3)	3.027(3)	S(3)

* H···A < r(A) + 2.000 Å, угол DHA > 110°.

Прочие наблюдаемые отклонения от стандартных значений межмолекулярных контактов незначительны.

Согласно данным PCA соединение **4i** самопроизвольно кристаллизуется в виде агломерата хиральных ромбических кристаллов. Молекула **4i** демонстрирует существенные конформационные отличия в сравнении с соединением **4g**. 1,2,3-Триазольный фрагмент имеет обычную для 2-замещенных триазолов геометрию. В среднем длины связей N–N и условно двойных связей C=N 2-замещенных 1,2,3-триазолов лежат в пределах 1.33–1.34 Å, в то время как длина связи C–C составляет около 1.41 Å. Валентный угол N–N–N близок к 115°, в то время как значения остальных валентных углов не превышают 110°. Такая геометрия является обычной для неконденсированных 2-замещенных 1,2,3-триазолов и неплохо воспроизводится не только для 2-сульфонил-, но и для различных производных 2-алкил- и 2-арил-1,2,3-триазолов.⁹ Несколько anomalно в рассматриваемой структуре выглядит пара связей C(4)–N(3) 1.315 Å (меньше среднего значения), N(2)–N(3) 1.374 Å (больше среднего значения) и связан-

Рисунок 1. Молекулярная структура соединения **4g** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.Рисунок 2. Молекулярная структура соединения **4i** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.

ный с ними валентный угол C(5)–C(4)–N(3), равный 110.97°. Отклонения могут быть объяснены +*M*-эффектом сопряжения с атомом азота сульфоаминогруппы. Это подтверждается укорочением связи N(H)–C(*sp*²) на 0.03 Å (с 1.404 до 1.377 Å) в соединении **4i** по сравнению с молекулой **4g**, в которой серьезных искажений геометрии триазольного фрагмента не наблюдается, а атом азота находится в *sp*³-гибридизованном состоянии без сопряжения связей с триазольным фрагментом. Можно предположить, что на степень сопряжения атома азота сульфоаминогруппы с триазольным циклом влияет природа заместителя R группы RSO₂NH, и электронодонорная этильная группа увеличивает сопряжение с гетероциклом. Тиаомидный фрагмент располагается приблизительно в плоскости триазольного цикла, его конформация закреплена внутримолекулярной водородной связью NH⋯S с участием атома азота сульфоаминогруппы. У атома азота N(5) плоская треугольная конфигурация. Пирролидиновый цикл имеет конформацию "конверт" без заметной разупорядоченности атомов. Помимо этого, атом O(4) в группе N(5)SO₂ располагается в плоскости триазольного цикла, формируя хелатный центр S(3)–N(5)–O(4). Каких-либо существенно укороченных межмолекулярных контактов в кристалле не наблюдается.

Таким образом, в результате изучения реакции *N*-сульфонил-1,2,3-тиадиазол-4-карбимидамидов с сульфонилахлоридами разработан эффективный и региоспецифичный метод синтеза 2-сульфонил-триазолов, основанный на перегруппировке Корнфорта 1,2,3-тиадиазолов в 1,2,3-триазолы и последующем сульфонилировании 1,2,3-триазола. Исследовано строение 2-сульфонил-1,2,3-триазолов.

Экспериментальная часть

ИК спектры записаны на фурье-спектрометре Bruker Alpha (НПВО, ZnSe). Спектры ЯМР ¹H и ¹³C зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance II 400 (400 и 100 МГц соответственно) в ДМСО-*d*₆ (соединение **1i**) и CDCl₃ (соединения **4a–n**), внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры записаны на хромато-масс-спектрометре Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra (ионизация ЭУ, 70 эВ). Масс-спектры высокого разрешения записаны на приборе Orbitrap Elite (Thermo Fisher Scientific, США) с ионизацией электрораспылением в режимах регистрации положительных и/или отрицательных ионов. Разрешающая способность орбитальной ионной ловушки 480000. Элементный анализ выполнен на автоматическом анализаторе PerkinElmer 2400 II. Температуры плавления определены на приборе Stuart SMP3. Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений проведен методом ТСХ на пластинах Sorbfil UV-254 в системе EtOAc – петролейный эфир (40–70), 2:1.

Исходные тиадиазолы **1a–i** получены по описанной нами методике.^{1f} Сульфонилхлориды **2a–g** и бензоилхлорид (**2h**) приобретены из коммерческих источников.

N-(Этилсульфонил)-5-(пирролидин-1-ил)-1,2,3-тиадиазол-4-карбоксимидамид (**1i**).^{1f} Смесь 700 мг

(5.18 ммоль) этилсульфоаминоазида и 800 мг (5.18 ммоль) 3-(пирролидин-1-ил)-3-тиоксопропанонитрила в 4 мл безводного Py перемешивают при комнатной температуре в течение 1 ч. Затем реакционную смесь выливают на лед, образующийся осадок отфильтровывают, сушат на воздухе, кристаллизуют из смеси EtOH–Et₂O и получают 663 мг (71%) 5-(пирролидин-1-ил)-1,2,3-тиадиазол-4-карбонитрила. Фильтрат упаривают при пониженном давлении и остаток очищают методом колоночной хроматографии (элюент EtOAc – петролейный эфир, 1:1). Из первых фракций получают дополнительное количество 5-(пирролидин-1-ил)-1,2,3-тиадиазол-4-карбонитрила (*R*_f 0.56, выход 84 мг (9%)), из последних – соединение **1i** (*R*_f 0.3). Выход 60 мг (4%), бесцветный порошок, т. пл. 133–136 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3428, 3319, 2974, 2944, 2885, 2826, 1623, 1556, 1520, 1456, 1239, 1144, 1114, 795. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.30 (3H, т, *J* = 7.4, CH₃CH₂); 2.01–2.13 (4H, м, 2CH₂); 3.01 (2H, к, *J* = 7.3, CH₃CH₂); 3.41–3.54 (4H, м, 2CH₂); 7.93 (1H, уш. с, NH₂); 8.72 (1H, уш. с, NH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 7.8; 25.9; 30.6 (2C); 47.8; 55.6; 134.3; 157.3; 165.0. Найдено, *m/z*: 290.0741 [M+H]⁺. C₉H₁₆N₅O₂S₂. Вычислено, *m/z*: 290.0740.

Получение 1,2,3-триазолов 4a–n (общая методика). Раствор 1.0 ммоль 1,2,3-тиадиазола **1a–i** и 1.2 ммоль DBU в 4 мл CHCl₃ кипятят в течение 2 ч, затем охлаждают до комнатной температуры и добавляют 1.2 ммоль сульфонилхлорида **2a–g** или бензоилхлорида (**2h**). Реакционную смесь перемешивают при комнатной температуре в течение 1 ч. Растворитель упаривают при пониженном давлении, остаток кристаллизуют из EtOH (соединения **4a–g, i–n**) или EtOAc (соединение **4h**), выпавший осадок отфильтровывают и сушат в эксикаторе над P₂O₅.

N-{2-[(4-Метоксифенил)сульфонил]-5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил}бензолсульфонамид (**4a**). Выход 449 мг (86%), желтые кристаллы, т. пл. 137–138 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3182, 3101, 3016, 2939, 2842, 1589, 1572, 1473, 1149, 1086, 1016, 880, 727, 640, 572, 548. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.66–1.71 (2H, м, CH₂); 1.76–1.81 (4H, м, 2CH₂); 3.83–3.87 (2H, м, CH₂); 3.88 (3H, с, OCH₃); 4.19–4.27 (2H, м, CH₂); 6.94 (2H, д, *J* = 9.0, H Ar); 7.48–7.52 (2H, м, H Ar); 7.59–7.63 (1H, м, H Ar); 7.86 (2H, д, *J* = 9.0, H Ar); 8.06–8.08 (2H, м, H Ar); 9.30 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 24.1; 25.7; 27.2; 51.4; 54.4; 56.1; 115.0; 126.3; 128.5; 128.9; 131.4; 133.5; 136.5; 138.9; 146.7; 165.3; 181.2. Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 350 [M–SO₂C₆H₄(4-OMe)]⁺ (30), 181 (14), 180 (13), 171 (14), 155 (16), 123 (13), 107 (19), 92 (12), 84 [C₅H₁₀N]⁺ (100). Найдено, *m/z*: 522.0934 [M+H]⁺. C₂₁H₂₄N₅O₅S₃. Вычислено, *m/z*: 522.0938.

4-Метил-N-[5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2-тозил-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил]бензолсульфонамид (**4b**). Выход 416 мг (80%), желтый порошок, т. пл. 131–132 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3258, 3001, 2938, 2860, 1593, 1512, 1445, 1405, 1360, 1134, 1088, 857, 795, 665, 577. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.64–1.72 (2H, м, CH₂); 1.73–1.81 (4H, м, 2CH₂); 2.44 (6H, с, 2CH₃); 3.83–3.85 (2H, м, CH₂); 4.17–4.27 (2H, м, CH₂); 7.28–7.30 (4H, м, H Ar);

7.82 (2H, д, $J = 8.4$, H Ar); 7.95 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 9.23 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.8; 21.9; 24.1; 25.7; 27.1; 51.4; 54.3; 128.6; 129.0; 129.5; 130.3; 132.7; 136.1; 137.0; 144.4, 147.0; 147.1; 181.4. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 364 $[\text{M}-\text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4(4\text{-Me})]^+$ (33), 181 (17), 180 (14), 155 (18), 139 (27), 91 (89), 84 $[\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}]^+$ (100). Найдено, m/z : 520.1147 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 520.1141.

4-Метокси-*N*-[5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2-тозил-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил]бензолсульфонамид (4с). Выход 434 мг (81%), желтые кристаллы, т. пл. 146–147 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3239, 3003, 2941, 2865, 1592, 1493, 1399, 1360, 1087, 1018, 741, 597. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.65–1.71 (2H, м, CH_2); 1.73–1.77 (4H, м, 2CH_2); 2.43 (3H, с, CH_3); 3.84–3.87 (2H, м, CH_2); 3.89 (3H, с, OCH_3); 4.19–4.26 (2H, м, CH_2); 6.95 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 7.29 (2H, д, $J = 8.1$, H Ar); 7.81 (2H, д, $J = 8.2$, H Ar); 8.01 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 9.20 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.9; 24.1; 25.7; 27.2; 51.4; 54.3; 55.8; 114.1; 128.9; 130.3; 130.5; 130.9; 132.7; 136.9; 147.1; 163.7; 181.4. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 380 $[\text{M}-\text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4(4\text{-Me})]^+$ (26), 210 (11), 180 (11), 171 (14), 155 (30), 139 (25), 123 (18), 107 (23), 91 (59), 84 $[\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}]^+$ (100). Найдено, m/z : 536.1099 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 536.1091.

4-Метокси-*N*-{2-[(4-нитрофенил)сульфонил]-5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил}-бензолсульфонамид (4d). Выход 510 мг (90%), светло-желтый порошок, т. пл. 169–170 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3294, 3103, 3062, 2951, 2920, 2861, 1594, 1575, 1530, 1494, 1461, 1358, 1330, 1192, 1108, 1087, 1021, 717, 672, 576. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.69–1.73 (2H, м, CH_2); 1.78–1.84 (4H, м, CH_2); 3.85–3.88 (2H, м, CH_2); 3.91 (3H, с, OCH_3); 4.19–4.27 (2H, м, CH_2); 6.99 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 8.02 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 8.05 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 8.29 (2H, д, $J = 8.9$, H Ar); 9.21 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 24.1; 25.7; 27.2; 51.4; 54.4; 55.9; 114.2; 124.8; 130.2; 130.3; 131.0; 138.0; 141.0; 147.9; 151.6; 163.9; 180.7. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 381 $[\text{M}-\text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4(4\text{-NO}_2)+\text{H}]^+$ (4), 210 (21), 194 (15), 171 (32), 155 (15), 139 (20), 138 (14), 123 (22), 111 (14), 107 (30), 92 (24), 84 $[\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}]^+$ (100). Найдено, m/z : 567.0784 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 567.0785.

Метил-3-({4-[(4-метоксифенил)сульфонамид]-5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2*H*-1,2,3-триазол-2-ил}-сульфонил)глюкофен-2-карбоксилат (4е). Выход 469 мг (80%), бесцветные кристаллы, т. пл. 144–145 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3133, 3106, 3011, 2937, 2897, 1728, 1592, 1574, 1536, 1487, 1381, 1305, 1262, 1180, 1159, 1105, 1011, 960, 773, 683, 562. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.67–1.74 (2H, м, CH_2); 1.78–1.84 (4H, м, 2CH_2); 3.82 (3H, с, OCH_3); 3.86 (3H, с, OCH_3); 3.95–3.98 (2H, м, CH_2); 4.24–4.29 (2H, м, CH_2); 6.89 (2H, д, $J = 8.9$, H Ar); 7.52 (1H, д, $J = 5.3$, H Ar); 7.60 (1H, д, $J = 5.3$, H Ar); 7.91 (2H, д, $J = 8.9$, H Ar); 9.25 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 24.2; 25.8; 27.2; 51.4; 53.5; 54.4; 55.8; 114.1; 130.0; 130.4; 130.7; 131.3; 136.3; 136.8; 138.0; 146.6; 159.1; 163.7; 181.3. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 380 $[\text{M}-\text{SO}_2\text{C}_4\text{H}_2\text{SCO}_2\text{CH}_3]^+$ (9), 210 (15), 205 (20), 189

(10), 171 (32), 155 (24), 142 (11), 126 (26), 123 (31), 111 (40), 107 (58), 92 (61), 84 $[\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}]^+$ (100). Найдено, m/z : 586.0548 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{21}\text{H}_{24}\text{N}_5\text{O}_7\text{S}_4$. Вычислено, m/z : 586.0553.

4-Метил-*N*-{5-(морфолино-4-карбонотиоил)-2-[(4-фторфенил)сульфонил]-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил}бензолсульфонамид (4f). Выход 426 мг (81%), желтые кристаллы, т. пл. 171–172 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3099, 3074, 2974, 2927, 2866, 1588, 1523, 1490, 1404, 1116, 1033, 950, 847, 667, 573, 539. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.46 (3H, с, CH_3); 3.74–3.76 (2H, м, CH_2); 3.84–3.86 (2H, м, CH_2); 4.05–4.07 (2H, м, CH_2); 4.31–4.34 (2H, м, CH_2); 7.17–7.21 (2H, м, H Ar); 7.31 (2H, д, $J = 8.1$, H Ar); 7.95–7.99 (4H, м, H Ar); 9.28 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д. (J , Гц): 21.8; 50.0; 53.6; 66.5; 66.9; 117.3 (д, $J = 23.0$); 128.6; 129.6; 131.3 (д, $J = 3.0$); 132.1 (д, $J = 10.0$); 135.8; 136.1; 144.7; 147.4; 166.9 (д, $J = 260.0$); 182.4. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 525 $[\text{M}]^+$ (2), 366 (36), 338 (14), 183 (23), 182 (19), 167 (10), 159 (23), 155 (21), 143 (22), 139 (34), 130 (16), 127 (24), 98 (18), 95 (80), 91 (100), 86 (84). Найдено, m/z : 526.0689 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{FN}_5\text{O}_5\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 526.0683.

***N*-{2-[(4-Метоксифенил)сульфонил]-5-(морфолино-4-карбонотиоил)-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил}-4-фторбензолсульфонамид (4g).** Выход 448 мг (83%), желтый порошок, т. пл. 155–145 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3102, 3073, 2979, 2923, 1647, 1591, 1400, 1365, 1268, 1158, 866, 831, 780, 667, 546. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.79 (2H, т, $J = 4.0$, CH_2); 3.88 (2H, т, $J = 4.0$, CH_2); 3.92 (3H, с, OCH_3); 4.13 (2H, т, $J = 4.0$, CH_2); 4.36 (2H, т, $J = 4.0$, CH_2); 7.00 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 7.20 (2H, т, $J = 8.0$, H Ar); 7.90 (2H, д, $J = 12.0$, H Ar); 8.12–8.15 (2H, м, H Ar); 9.45 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д. (J , Гц): 50.1; 53.6; 56.1; 66.5; 66.9; 115.1; 116.3 (д, $J = 23.0$); 126.0; 131.5; 131.6 (д, $J = 10.0$); 134.8 (д, $J = 3.0$); 135.4; 146.9; 156.6, 165.7 (д, $J = 254.0$); 182.5. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 541 $[\text{M}]^+$ (2), 370 (34), 342 (19), 212 (23), 171 (60), 155 (28), 139 (33), 123 (33), 107 (43), 95 (55), 86 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{NO}]^+$ (100). Найдено, %: C 44.13; H 3.88; N 13.04. $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{FN}_5\text{O}_6\text{S}_3$. Вычислено, %: C 44.35; H 3.72; N 12.93.

4-Метокси-*N*-{2-[(4-метоксифенил)сульфонил]-5-(пирролидин-1-карбонотиоил)-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил}-бензолсульфонамид (4h). Выход 375 мг (70%), ярко-желтый порошок, т. пл. 152–154 °С. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3027, 2969, 2946, 1591, 1533, 1494, 1359, 1260, 1154, 864, 834, 801, 671, 546. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.99–2.10 (4H, м, 2CH_2); 3.67 (6H, с, $2\text{CH}_3\text{O}$); 3.88–3.90 (2H, м, CH_2); 3.99–4.03 (2H, м, CH_2); 6.93–6.96 (4H, м, H Ar); 7.88 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 8.00 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 10.38 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 23.9; 26.8; 54.9; 55.2; 55.8; 56.0; 114.0; 115.0; 126.3; 130.4; 130.9; 131.4; 135.5; 147.6; 163.6; 165.3; 179.1. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 537 $[\text{M}]^+$ (2), 366 (39), 196 (51), 189 (17), 171 (65), 155 (54), 139 (27), 123 (53), 107 (60), 92 (40), 77 (61), 70 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{N}]^+$ (100), 55 (27). Найдено, %: C 47.21; H 4.53; N 12.84. $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_3$. Вычислено, %: C 46.92; H 4.31; N 13.03.

***N*-[5-(Пирролидин-1-карбонотиоил)-2-тозил-2*H*-1,2,3-триазол-4-ил]этансульфонамид (4i)** получают из

0.17 ммоль триадиазола **1i**, 0.2 ммоль сульфонила хлорида **2b** и 0.2 ммоль DBU в 1.5 мл CHCl_3 . Выход 74 мг (98%), бесцветные кристаллы, т. пл. 161–162 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2973, 2944, 2873, 1593, 1549, 1508, 1390, 1348, 1285, 1086, 923, 667, 581. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.42 (3H, т, $J = 7.4$, CH_2CH_3); 2.01–2.13 (4H, м, 2CH_2); 2.44 (3H, с, CH_3); 3.51 (2H, к, $J = 7.4$, CH_2CH_3); 3.89–3.93 (2H, м, CH_2); 4.03–4.06 (2H, м, CH_2); 7.35 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 7.92 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 9.99 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 8.2; 22.0; 23.9; 26.9; 47.8; 54.9; 55.2; 128.9; 130.5; 132.4; 136.3; 147.4; 148.1; 179.0. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 443 $[\text{M}]^+$ (2), 288 (15), 166 (12), 155 (15), 139 (17), 91 (65), 70 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{N}]^+$ (100), 65 (16), 55 (13). Найдено, m/z : 444.0828 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 444.0828.

4-Метокси-N-[5-(пирролидино-1-карбонотиоил)-2-(фенилсульфонил)-2H-1,2,3-триазол-4-ил]бензолсульфонамид (4j). Выход 416 мг (82%), оранжевый порошок, т. пл. 163–166 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2981, 1593, 1575, 1545, 1499, 1402, 1382, 1258, 1157, 862, 756, 721, 663, 578, 523. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.99–2.10 (4H, м, 2CH_2); 3.88 (3H, с, CH_3O); 3.89–3.90 (2H, м, CH_2); 3.98–4.02 (2H, м, CH_2); 6.94 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 7.52 (2H, т, $J = 8.0$, H Ar); 7.69 (1H, т, $J = 8.0$, H Ar); 7.95 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 8.02 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 10.36 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 23.9; 26.8; 54.9; 55.2; 55.8; 114.0; 128.8; 130.0; 130.3; 130.9; 135.5; 135.6; 136.0; 147.8; 163.7; 178.9. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 507 $[\text{M}]^+$ (2), 366 (21), 196 (35), 171 (29), 155 (17), 141 (40), 139 (21), 125 (24), 107 (26), 77 $[\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (100), 70 (81), 51 (23). Найдено, %: C 47.10; H 4.39; N 13.93. $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_3$. Вычислено, %: C 47.32; H 4.17; N 13.80.

N-[5-(Пирролидин-1-карбонотиоил)-2-(этилсульфонил)-2H-1,2,3-триазол-4-ил]бензолсульфонамид (4k). Выход 287 мг (67%), светло-желтый порошок, т. пл. 98–100 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2987, 2947, 2878, 2836, 1623, 1533, 1505, 1444, 1295, 1183, 1161, 866, 839, 683, 529. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.24 (3H, т, $J = 8.0$, CH_2CH_3); 2.03–2.10 (4H, м, 2CH_2); 3.48 (2H, к, $J = 8.0$, CH_2CH_3); 3.92–3.95 (2H, м, CH_2); 4.05–4.08 (2H, м, CH_2); 7.50–7.53 (2H, м, H Ph); 7.59 (1H, т, $J = 8.0$, H Ph); 8.13 (2H, д, $J = 8.0$, H Ph); 10.61 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 7.7; 23.9; 26.2; 49.3; 55.0; 55.3; 128.5; 128.9; 133.7; 135.4; 139.8; 147.5; 178.8. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 429 $[\text{M}]^+$ (2), 337 (10), 196 (22), 180 (11), 141 (21), 125 (19), 77 (45), 70 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{N}]^+$ (100), 55 (25). Найдено, %: C 42.26; H 4.30; N 16.50. $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}_3$. Вычислено, %: C 41.94; H 4.46; N 16.31.

4-Метил-N-{2-[(4-метоксифенил)сульфонил]-5-(пирролидин-1-карбонотиоил)-2H-1,2,3-триазол-4-ил}бензолсульфонамид (4l). Выход 423 мг (81%), бесцветные кристаллы, т. пл. 148–150 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2968, 2843, 1591, 1573, 1535, 1492, 1377, 1269, 1160, 1084, 801, 668, 547. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.98–2.10 (4H, м, 2CH_2); 2.43 (3H, с, CH_3); 3.87–3.90 (2H, м, CH_2); 3.88 (3H, с, OCH_3); 3.99–4.02 (2H, м, CH_2); 6.96 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 7.27 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 7.89 (2H, д, $J = 9.0$, H Ar); 7.96 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 10.41 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.8; 23.9; 26.9;

54.9; 55.2; 56.0; 115.0; 126.6; 128.7; 129.4; 131.5; 135.7; 136.2; 144.3; 147.6; 165.4; 179.3. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 350 $[\text{M}-\text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(4\text{-Me})]^+$ (11), 173 (15), 171 (47), 168 (15), 155 (36), 139 (35), 123 (27), 107 (27), 97 (17), 91 (58), 77 (30), 70 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{N}]^+$ (100). Найдено, m/z : 520.0787 $[\text{M}-\text{H}]^-$. $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_3$. Вычислено, m/z : 520.0789.

N-{2-[(4-Метоксифенил)сульфонил]-5-(пирролидин-1-карбонотиоил)-2H-1,2,3-триазол-4-ил}бензолсульфонамид (4m). Выход 441 мг (87%), желтый порошок, т. пл. 160–161 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2958, 1642, 1538, 1495, 1443, 1396, 1268, 1159, 1086, 801, 642, 570. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.99–2.10 (4H, м, 2CH_2); 3.87 (3H, с, CH_3O); 3.88–3.91 (2H, м, CH_2); 4.00–4.03 (2H, м, CH_2); 6.95 (2H, д, $J = 8.0$, H Ph); 7.49 (2H, т, $J = 8.0$, H Ph); 7.59 (1H, т, $J = 8.0$, H Ph); 7.88 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 8.08 (2H, д, $J = 8.0$, H Ar); 10.47 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 23.9; 26.8; 54.9; 55.2; 56.1; 115.0; 126.2; 128.5; 128.8; 131.4; 133.4; 135.5; 138.9; 147.4; 165.4; 179.0. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 507 $[\text{M}]^+$ (3), 336 (31), 196 (22), 171 (29), 155 (18), 123 (23), 107 (26), 77 (58), 70 $[\text{C}_4\text{H}_8\text{N}]^+$ (100), 55 (19). Найдено, %: C 47.65; H 4.29; N 14.01. $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_3$. Вычислено, %: C 47.32; H 4.17; N 13.80.

N-[2-Бензил-5-(пиперидин-1-карбонотиоил)-2H-1,2,3-триазол-4-ил]-4-метилбензолсульфонамид (4n). Выход 437 мг (93%), желтый порошок, т. пл. 174–175 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3263, 2974, 2947, 2861, 1736, 1596, 1527, 1286, 1235, 1132, 904, 851, 812, 645, 544. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.68–1.74 (6H, м, 3CH_2); 2.34 (3H, с, CH_3); 3.95–3.98 (2H, м, CH_2); 4.22–4.24 (2H, м, CH_2); 7.17 (2H, д, $J = 8.2$, H Ar); 7.45–7.48 (2H, м, H Ar); 7.61–7.65 (1H, м, H Ar); 7.88 (2H, д, $J = 8.3$, H Ar); 7.96–7.98 (2H, м, H Ar); 9.25 (1H, с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.8; 24.1; 25.8; 27.2; 51.3; 54.4; 128.3; 128.6; 129.5; 130.2; 131.8; 133.9; 136.0; 137.4; 144.6; 146.5; 162.9; 181.4. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 469 $[\text{M}]^+$ (2), 105 $[\text{COC}_6\text{H}_5]^+$ (100), 91 (15), 84 (30). Найдено, m/z : 470.1319 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_5\text{O}_3\text{S}_2$. Вычислено, m/z : 470.1315.

Рентгеноструктурное исследование соединений 4g,i выполнено на автоматическом рентгеновском дифрактометре Xcalibur 3 по стандартной процедуре (MoK α -излучение, графитовый монохроматор, ω -сканирование с шагом 1° при 295(2) К). Введена эмпирическая поправка на поглощение. Структуры расшифрованы и уточнены с использованием программы Olex2.¹⁰ Расшифровка проведена прямым методом по программе ShelXS, уточнение проведено полноматричным МНК по F^2 по программе ShelXL. Положения всех неводородных атомов уточнены в анизотропном приближении, атомы водорода связей C–H помещены в рассчитанные положения и уточнены по модели "наездник" с зависимыми изотропными тепловыми параметрами. Положения атомов H групп NH уточнены независимо в изотропном приближении.

Соединение **4g**: $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{FN}_5\text{O}_6\text{S}_3$, M 541.59; кристаллы триклинные, пространственная группа $P1$; a 9.8188(8), b 10.2813(7), c 13.8780(9) Å; α 103.644(6), β 95.202(6), γ 117.661(7)°; V 1172.79(14) Å³; Z 2; $\mu(\text{MoK}\alpha)$ 0.372 мм^{-1} ;

на углах рассеяния $3.46 < \theta < 28.28^\circ$ собрано 10827 отражений, из них 5736 независимых (R_{int} 0.0384). Окончательные параметры уточнения: R_1 0.0863, wR_2 0.1598 (все отражения) и R_1 0.0528, wR_2 0.1271 (отражения с $I > 2\sigma(I)$); GOOF 1.005; $\Delta\rho_{\text{max}}/\Delta\rho_{\text{min}}$ 0.527/–0.540 $\text{e}\text{\AA}^{-3}$.

Соединение **4i**: $\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}_3$, M 443.56; кристаллы ромбические, пространственная группа $P2_12_12_1$; a 5.7369(4), b 18.1655(13), c 19.5658(14) \AA ; V 2039.0(3) \AA^3 ; Z 4; $\mu(\text{MoK}\alpha)$ 0.396 mm^{-1} ; на углах $3.70 < \theta < 30.99^\circ$ собрано 12861 отражение, из них 5537 независимых (R_{int} 0.0474). Окончательные параметры уточнения: R_1 0.0981, wR_2 0.1620 (все отражения) и R_1 0.0490, wR_2 0.1142 (отражения с $I > 2\sigma(I)$); GOOF 1.005; $\Delta\rho_{\text{max}}/\Delta\rho_{\text{min}}$ 0.300/–0.441 $\text{e}\text{\AA}^{-3}$.

Полный набор рентгеноструктурных данных для соединений **4g,i** депонирован в Кембриджском банке структурных данных (депоненты CCDC 1894773 и CCDC 1894772 соответственно).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-03-00715).

Список литературы

- (a) Dianova, L.; Berseneva, V.; Beryozkina, T.; Efimov, I.; Kosterina, M.; Eltsov, O.; Dehaen, W.; Bakulev, V. *Eur. J. Org. Chem.* **2015**, 6917. (b) Rupakova, N. A.; Bakulev, V. A.; Knippschild, U.; Garcia-Reyes, B.; Eltsov, O. S.; Slesarev, G. P.; Beliaev, N.; Slepukhin, P. A.; Witt, L.; Peifer, C.; Beryozkina, T. V. *ARKIVOC* **2017**, (iii), 225. (c) Efimov, I.; Beliaev, N.; Beryozkina, T.; Slepukhin, P.; Bakulev, V. *Tetrahedron Lett.* **2016**, 57, 1949. (d) Beryozkina, T.; Bakulev, V.; Dianova, L.; Berseneva, V.; Slepukhin, P.; Leban, J.; Kalaba, P.; Aher, N. Y.; Ilic, M.; Sitte, H. H.; Lubec, G. *Synthesis* **2016**, 1046. (e) Dianova, L. N.; Berseneva, V. S.; El'tsov, O. S.; Fan, Z. J.; Bakulev, V. A. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2014**, 50, 972. [Химия гетероцикл. соединений **2014**, 1055.] (f) Filimonov, V. O.; Dianova, L. N.; Galata, K. A.; Beryozkina, T. V.; Novikov, M. S.; Berseneva, V. S.; Eltsov, O. S.; Lebedev, A. T.; Slepukhin, P. A.; Bakulev, V. A. *J. Org. Chem.* **2017**, 82, 4056.
- Mazur, D. M.; Zimens, M. E.; Bakulev, V. A.; Lebedev A. T. *J. Pharm. Biomed. Anal.* **2017**, 145, 315.
- (a) Lebedev, A. T. *Mass Spectrom. Rev.* **1991**, 10, 91. (b) Lebedev, A. T.; Bakulev, V. A.; Hayes, R. N.; Bowie, J. H. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* **1991**, 5, 234.
- Yamauchi, M.; Miura, T.; Murakami, M. *Heterocycles* **2010**, 80, 177.
- Reddy, R. J.; Shankar, A.; Waheed, Md.; Nanubolu, J. B. *Tetrahedron Lett.* **2018**, 59, 2014.
- (a) Beryozkina, T. V.; Efimov, I. V.; Fabian, W. M. F.; Beliaev, N. A.; Slepukhin, P. A.; Isenov, M. L.; Dehaen, W.; Lubec, G.; Eltsov, O. S.; Fan, Z.; Thomas, J.; Bakulev, V. A. *Tetrahedron* **2015**, 71, 6189. (b) Bakulev, V. A.; Beryozkina, T. V. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2016**, 52, 4. [Химия гетероцикл. соединений **2016**, 52, 4.] (c) L'abbe, G.; Mahy, M.; Bollyn, M.; Germain, G.; Scheefer, G. *Bull. Soc. Chim. Belg.* **1983**, 92, 881.
- Bakulev, V. A. *Russ. Chem. Rev.* **1995**, 64, 107. [*Ученые химии* **1995**, 64, 107.]
- Fabian, W. M. F.; Bakulev, V. A.; Kappe, C. O. *J. Org. Chem.* **1998**, 63, 5801.
- Cambridge Structural Database, Version 5.40*; 2018.
- Dolomanov, O. V.; Bourhis, L. J.; Gildea, R. J.; Howard, J. A. K.; Puschman, H. *J. Appl. Crystallogr.* **2009**, 42, 339.