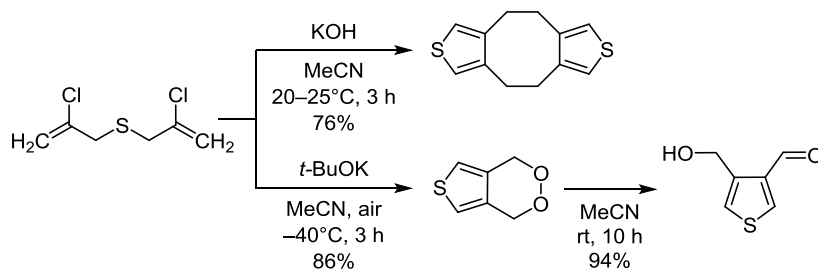


Эффективный синтез труднодоступных 3,4-дизамещенных производных тиофена на основе бис(2-хлорпропенил)сульфида

Валентина С. Никонова^{1*}, Николай А. Корчевин¹, Татьяна Н. Бородина¹, Владимир И. Смирнов¹, Александр И. Албанов¹, Игорь Б. Розенцвейг¹

¹ Иркутский институт химии им. А. Е. Фаворского СО РАН, ул. Фаворского, 1, Иркутск 664033, Россия; e-mail: valentina_serg@inbox.ru

Поступило 16.06.2020
Принято после доработки 23.07.2020

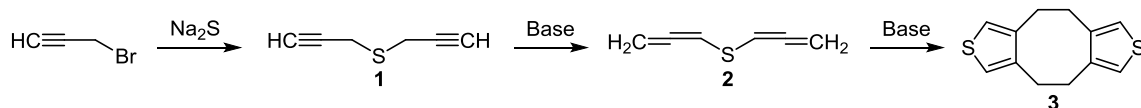
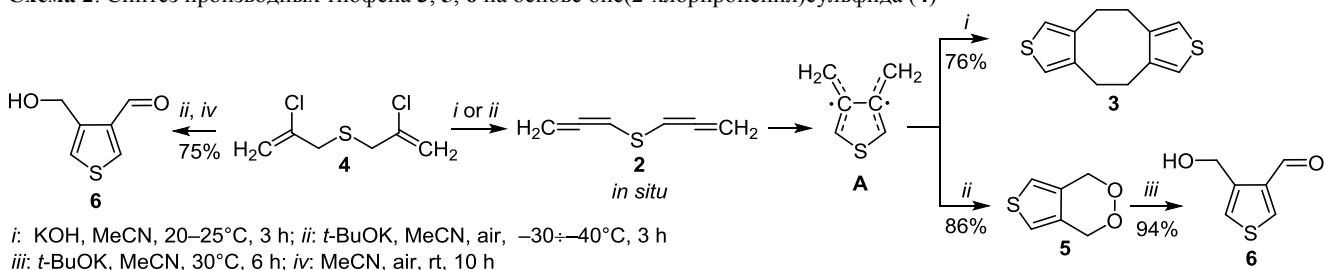


Найден эффективный подход к получению труднодоступных 3,4-дизамещенных производных тиофена: 4,5,9,10-тетрагидротieno[3',4;5,6]циклоокта[1,2-с]тиофена, 1*H*,4*H*-тиено[3,4-*d*][1,2]диоксина, 4-(гидрокси-метил)тиофен-3-карбальдегида, на основе последовательных превращений бис(2-хлорпропенил)сульфида, которые реализованы без выделения промежуточных соединений. На примере ацетилирования изучена реакционная способность 4,5,9,10-тетрагидротieno[3',4;5,6]циклоокта[1,2-с]-тиофена и показана возможность получения бифункциональных производных с участием обоих тиофеновых циклов. Строение ряда синтезированных соединений изучено методами РСА.

Ключевые слова: 4-(гидрокси-метил)тиофен-3-карбальдегид, 4,5,9,10-тетрагидротieno[3',4;5,6]циклоокта[1,2-с]тиофен, 1*H*,4*H*-тиено[3,4-*d*][1,2]диоксин, тиофены.

Замещенные производные тиофена находят широкое применение в различных сферах науки и техники, начиная от лабораторного синтеза и заканчивая получением лекарственных препаратов и современных материалов.^{1–14} Большое значение имеют β-замещенные тиофены, прежде всего такие, у которых оба α-положения свободны. Подобные тиофеновые системы обладают многими ценными свойствами и могут легко вовлекаться в дальнейшие превращения.^{1–10} Однако, как известно, в силу специфики распределения электронной плотности в тиофеновом цикле прямая функционализация незамещенного тиофена преимущественно протекает по α-положению, соответственно синтез β-замещенных и особенно β,β'-дизамещенных производных тиофена со свободными α-положениями, как правило, является многостадийным и трудоемким процессом,^{10,15} поэтому разработка методов их получения относится к актуальным задачам современной органической химии.

В рамках решения этой задачи интерес представляют методы получения β,β'-дизамещенных тиофенов, основанные на циклизации бис(кумулен)сульфидов.^{10,16–23} Эти сульфиды можно рассматривать как серосодержащие аналоги ендикумуленов, в молекулах которых в сопряжении в интернальном положении вместо этиленового фрагмента находится атом серы. Как известно, ендикумулены, а также их ацетилен-алленовые таутомеры (ендиины, ениккумулены) способны подвергаться циклизации с образованием ароматических или циклопентадиеновых производных (циклизация Бергмана, Майерса–Саито, Шмиттла).^{24–29} В случае серосодержащих аналогов – бис(кумулен)сульфидов, циклизация приводит к 3,4-диалкилтиофеновым дирадикальным интермедиатам, которые способны превращаться в β,β'-дизамещенные тиофены.^{10,16–23} При этом весь процесс реализуется в три отдельные стадии, изображенные на схеме 1 на примере пропаргил-бромида: синтез бис(пропаргил)сульфида (1), его изомер-

Схема 1. Описанный в литературе синтез соединения **3**^{17,19,21,22}Схема 2. Синтез производных тиофена **3**, **5**, **6** на основе бис(2-хлорпропенил)сульфида (**4**)

i: KOH, MeCN, 20–25 °C, 3 h; *ii*: *t*-BuOK, MeCN, air, –30:–40 °C, 3 h
iii: *t*-BuOK, MeCN, 30 °C, 6 h; *iv*: MeCN, air, rt, 10 h

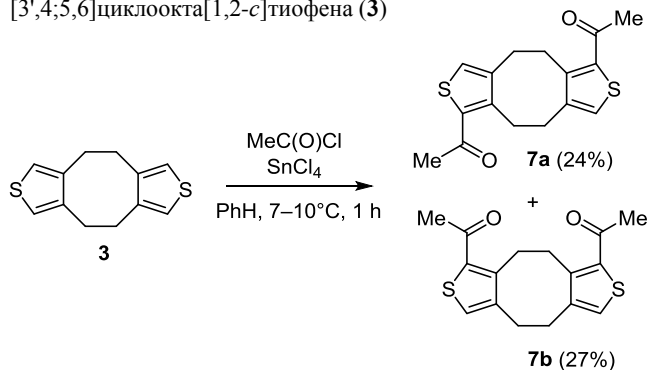
ризация в бис(алленил)сульфид (**2**) и циклизация последнего в 4,5,9,10-тетрагидротиено[3',4;5,6]циклоокта[1,2-*c*]-тиофен (**3**) (схема 1). Выходы соединения **3** на последней стадии, в зависимости от методики, варьируются от 12% до количественных.^{17,19,21,22}

Нами разработан менее трудоемкий подход к синтезу соединения **3**, основанный на использовании доступного бис(2-хлорпропенил)сульфида (**4**), который, в свою очередь, может быть легко получен из 2,3-дихлорпропена и элементарной серы или тиомочевины.^{30,31} В процессе варьирования растворителей, оснований и температурных режимов (данные приведены в файле сопроводительных материалов) найдено, что оптимальным является использование KOH в MeCN (25 °C, 5 ч). В этом случае тетрагидроциклооктадителиофен **3** образуется с выходом 76% в пересчете на исходный бис(2-хлорпропенил)сульфид (**4**). Можно предположить, что в условиях реакции протекает дегидрохлорирование сульфида **4** с селективным образованием бис(алленил)сульфида (**2**), который *in situ* подвергается дальнейшим превращениям, приводящим к дителиофеновому производному **3** (схема 2).

Возможность образования бирадикального интермедиата **A**, постулированного в ранее опубликованных работах,^{16–23} касающихся синтеза дителиофена **3**, подтверждается экспериментально при проведении процесса в MeCN в токе воздуха при охлаждении в присутствии *t*-BuOK в качестве основания. В этом случае за 3 ч в качестве основного продукта реакции образуется пероксидное соединение – соответствующий тиенодиоксин **5**, который был выделен с выходом 86% (схема 2) и впервые охарактеризован спектральными методами. Проведение реакции в тех же условиях (MeCN, *t*-BuOK, –40 °C) без выделения пероксида **5**, но с дополнительным выдерживанием реакционной смеси в токе воздуха в течение 10 ч при комнатной температуре приводит к образованию другого труднодоступного β,β'-дизамещенного производного тиофена – 4-гидроксиметилтиофен-3-карбальдегида (**6**) с выходом 75% в пересчете на исходный бис(2-хлорпропенил)сульфид (**4**) (схема 2). Тот же самый гидроксиметилтиофенкарбальдегид **6** был получен из пероксидного соединения **5** при выдерживании последнего в растворе

t-BuOK в MeCN в течение 6 ч (схема 2, выход указан в пересчете на пероксид **5**).

Химия дителиофенового производного **3** до сих пор практически не исследована, очевидно, вследствие трудностей его получения. С целью изучения возможностей функционализации дителиофена **3** нами в качестве примера изучено его ацетилирование, которое, как показано, легко протекает под действием ацетилхлорида в PhH в присутствии SnCl₄ в качестве катализатора. При проведении реакции при небольшом охлаждении (7–10 °C) в течение 1 ч происходит образование смеси ацетилированных изомеров **7a,b** (схема 3). Изомеры **7a,b** были выделены в индивидуальном виде методом колоночной хроматографии с препаративными выходами 24 и 27% соответственно. Производные тиофена **6** и **7a,b** синтезированы в настоящей работе впервые. Образование пероксидного производного тиофена **5** было отмечено ранее.^{17,19}

Схема 3. Ацетилирование 4,5,9,10-тетрагидротиено[3',4;5,6]циклоокта[1,2-*c*]тиофена (**3**)

Строение синтезированных соединений **1**, **3–6** было доказано спектральными методами и подтверждается данными элементного анализа. Кроме того, молекулярные структуры тетрагидроциклооктадителиофена **3** и его ацетилированных производных **7a,b** доказаны методом РСА (рис. 1–3).

В спектрах ЯМР ¹H и ¹³C дителиофена **3** и тиенодиоксина **5** присутствуют сигналы протонов (два синглета) и атомов углерода (три сигнала), соответствующие метиленовым группам и 3,4-дизамещенному

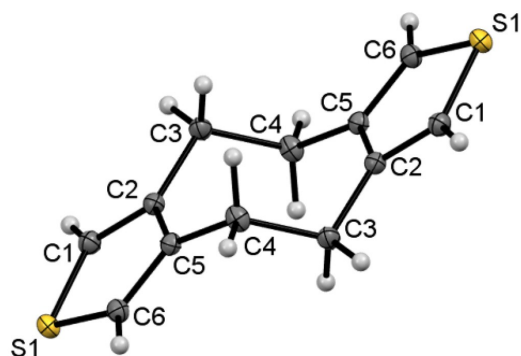


Рисунок 1. Молекулярное строение соединения **3** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.

тиофеновому фрагменту. В спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C соединения **6** кроме сигналов атомов тиофенового цикла присутствуют сигналы, соответствующие гидроксиметильной и формильной группам.

Согласно данным РСА, в соединениях **3**, **7a,b**, независимо от присутствия и местоположения заместителей в тиофеновом цикле, восьмичленный цикл находится в конформации "кресло" (рис. 1–3). Значения торсионных углов, определяющих конформацию "кресло", в изомерах **7a,b** зависят от местоположения заместителя в тиофеновом цикле. Кроме того, атомы кислорода карбонильных фрагментов в изомерах **7a,b** образуют внутримолекулярные водородные связи с одним из протонов групп CH_2 .

Таким образом, разработан препаративно эффективный подход к получению труднодоступных β,β' -дизамещенных производных тиофена, перспективных в качестве ценных реагентов, на основе доступных соединений. Следует отметить, что используемые для получения ключевого реагента – бис(2-хлорпропенил)сульфида, 2,3-дихлорпропен и элементная сера

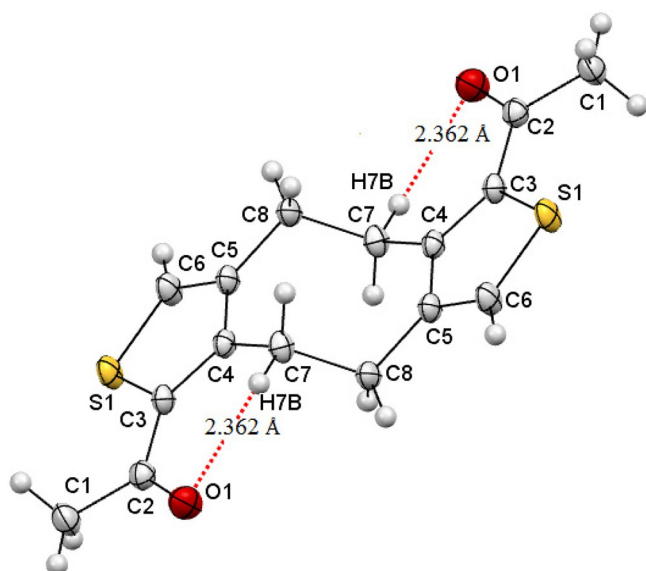


Рисунок 2. Молекулярное строение соединения **7a** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 25% вероятностью. Пунктиром показаны внутримолекулярные водородные связи.

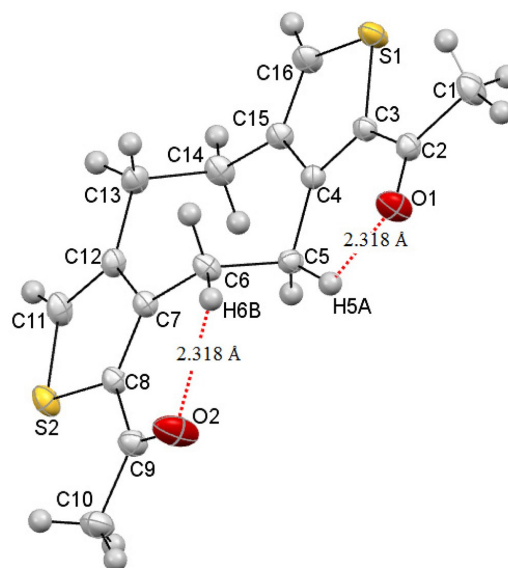


Рисунок 3. Молекулярное строение соединения **7b** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 25% вероятностью. Пунктиром показаны внутримолекулярные водородные связи.

являются техногенным сырьем, отходами хлорорганических (дихлорпропен) или нефтехимических и металлургических (сера) производств.

Экспериментальная часть

ИК спектры записаны на спектрометре Varian 3100 FT-IR в таблетках KBr или тонком слое. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C зарегистрированы на приборе Bruker DPX-400 (400 и 100 МГц соответственно) в растворах CDCl_3 , внутренний стандарт TMS. Масс-спектры записаны на хромато-масс-спектрометре Shimadzu GCMS-QP5050A (ионизация ЭУ, 70 эВ). Элементный анализ выполнен на анализаторе Thermo Finnigan Flash серии 1112. Для колоночной хроматографии использован силикагель 215–400 меш.

Бис(2-хлорпропенил)сульфид (**4**) синтезирован по литературному методу³⁰ из 2,3-дихлорпропена и элементной серы в основно-восстановительной системе гидразингидрат–KOH.

4,5,9,10-Тетрагидротиено[3',4;5,6]циклоокта[1,2-с]-тиофен (3). К раствору 0.631 г (3.44 ммоль) бис(2-хлорпропенил)сульфида (**4**) в 15 мл MeCN добавляют 0.77 г (13.8 ммоль) измельченного KOH. Реакционную смесь перемешивают в течение 3 ч при 20–25 °С. Далее реакционную смесь отфильтровывают. Фильтрат упаривают, остаток полученного при этом сырого продукта очищают методом колоночной хроматографии, элюент CH_2Cl_2 –гексан, 1:9. Для получения кристалла, пригодного для изучения методом РСА, раствор соединения **3** в PhH оставляют на открытом воздухе до полного испарения. Выход 0.288 г (76%), т. пл. 138–140 °С (т. пл. 138–140 °С²¹). ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 1439, 2863, 2923. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 2.99 (8H, с, 4 CH_2); 6.86 (4H, с, H тиофен). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 29.9 (CH_2); 121.9 (C-1,3,6,8 тиофен); 142.1 (C-3a,5a,8a,10a тиофен). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 220 [M]⁺ (100).

Найдено, %: С 65.83; Н 5.40; S 28.75. C₁₂H₁₂S₂. Вычислено, %: С 65.41; Н 5.49; S 29.10.

1Н,4Н-Тиено[3,4-*d*][1,2]диоксин (5). К раствору 0.940 г (5.10 ммоль) бис(2-хлорпропенил)сульфида (4) в 50 мл MeCN добавляют 1.44 г (13 ммоль) *t*-BuOK. Реакционную смесь перемешивают в течение 3 ч при –30÷–40 °С и отфильтровывают. Фильтрат упаривают, остаток полученного при этом сырого продукта очищают методом колоночной хроматографии, элюент СНCl₃. Выход 0.631 г (86%), т. пл. 56–58 °С (т. пл. 56–58 °С¹⁹). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 5.23 (4Н, с, 2CH₂); 7.02 (2Н, с, Н тиофен). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 71.9 (CH₂); 117.7 (С-5,7 тиофен); 133.4 (С-4а,7а тиофен). Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 142 [M]⁺ (17). Найдено, %: С 50.73; Н 4.20; S 22.70. C₆H₆O₂S. Вычислено, %: С 50.69; Н 4.25; S 22.55.

4-(Гидроксиметил)тиофен-3-карбальдегид (6). Метод I. К раствору 1.029 г (5.60 ммоль) бис(2-хлорпропенил)сульфида (4) в 50 мл MeCN добавляют 1.58 г (14 ммоль) *t*-BuOK. Реакционную смесь перемешивают в течение 3 ч при –30÷–40 °С, затем оставляют на ночь при комнатной температуре. Далее реакционную смесь отфильтровывают, фильтрат упаривают, остаток полученного при этом сырого продукта очищают методом колоночной хроматографии, элюент СНCl₃–MeOH, 97:3.

Метод II. Раствор 0.711 г (5.00 ммоль) пероксида 5 в 5 мл MeCN перемешивают при 30 °С в течение 6 ч в присутствии 0.561 г (5.00 ммоль) *t*-BuOK. Далее реакционную смесь обрабатывают по методу I. Выход 0.560 г (70%, метод I), 0.668 г (94%, метод II), бесцветное масло. ИК спектр (тонкий слой), ν, см^{–1}: 875, 1045, 1543, 1770, 3450. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 4.71 (2Н, с, CH₂); 7.22 (1Н, д, *J* = 3.0, Н тиофен) 8.18 (1Н, д, *J* = 3.0, Н тиофен); 9.90 (1Н, с, CH=O). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 59.7 (CH₂); 124.9 (С-5 тиофен); 140.7 (С-2 тиофен); 141.6 (С-4 тиофен); 142.6 (С-3 тиофен); 187.1 (СНО). Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 142 [M]⁺ (27), 124 (100). Найдено, %: С 50.97; Н 4.30; S 22.32. C₆H₆O₂S. Вычислено, %: С 50.69; Н 4.25; S 22.55.

Ацетилрование 4,5,9,10-тетрагидротиено[3',4':5,6]-циклоокта[1,2-*c*]тиофена (3). К раствору 0.55 г (7 ммоль) ацетилхлорида и 1.84 г (7 ммоль) SnCl₄ в 40 мл PhH добавляют 0.52 г (2.35 моль) соединения 3 в 20 мл PhH в течение 20 мин при температуре 7–10 °С. Затем реакционную смесь перемешивают при данной температуре в течение 1 ч, далее смешивают с 50 мл H₂O. Продукт выделяют экстракцией PhH (3 × 20 мл), экстракт сушат над MgSO₄ и упаривают. Полученную при упаривании фильтрата смесь продуктов 7а,б разделяют методом колоночной хроматографии, элюент гексан–Et₂O, 4 : 1.

1,1'-(4,5,9,10-Тетрагидротиено[3',4':5,6]циклоокта[1,2-*c*]тиен-1,6-дил)диэтанон (7а). Выход 0.173 г (24%), бесцветные кристаллы, т. разл. > 320 °С. ИК спектр (KBr), ν, см^{–1}: 1659 (C=O). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 2.42 (6Н, с, 2CH₃); 3.11 (4Н, т, *J* = 7.2, 2CH₂); 3.50 (4Н, т, *J* = 7.2, 2CH₂); 6.80 (2Н, с, Н тиофен). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 26.1 (CH₃); 28.3 (CH₂); 29.4 (CH₂); 126.7 (С-3,8 тиофен); 135.7 (С-3а,8а тиофен);

143.8 (С-5а,10а тиофен); 147.2 (С-1,6 тиофен); 191.3 (C=O). Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 304 [M]⁺ (100). Найдено, %: С 63.07; Н 5.38; S 20.20. C₁₆H₁₆O₂S₂. Вычислено, %: С 63.13; Н 5.30; S 21.06.

1,1'-(4,5,9,10-Тетрагидротиено[3',4':5,6]циклоокта[1,2-*c*]тиен-1,8-дил)диэтанон (7б). Выход 0.193 г (27%), бесцветные кристаллы, т. разл. > 320 °С. ИК спектр (KBr), ν, см^{–1}: 1658 (C=O). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 2.45 (6Н, с, 2CH₃); 3.05 (4Н, с, 2CH₂); 3.52 (4Н, с, 2CH₂); 6.93 (2Н, с, Н тиофен). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 26.3 (CH₃); 28.9 (CH₂); 29.7 (CH₂); 126.8 (С-3,6 тиофен); 137.4 (С-3а,5а тиофен); 143.5 (С-8а,10а тиофен); 146.9 (С-1,8 тиофен); 191.3 (C=O). Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 304 [M]⁺ (100). Найдено, %: С 63.02; Н 5.43; S 20.19. C₁₆H₁₆O₂S₂. Вычислено, %: С 63.13; Н 5.30; S 21.06.

Рентгенструктурный анализ соединений 3, 7а,б выполнен на дифрактометре Bruker D8 Venture Photon 100 CMOS, излучение MoKα (λ 0.71073 Å). Структуры расшифрованы прямыми методами с использованием пакета программ SHELX.³² Положения атомов водорода рассчитаны геометрически. Полные кристаллографические данные соединений 3, 7а,б депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депоненты CCDC 2009264, CCDC 2009263 и CCDC 2009265 соответственно).

Файл сопроводительных материалов, содержащий спектры ЯМР ¹H и ¹³C всех синтезированных соединений и рентгеноструктурные данные соединений 3, 7а,б, а также данные оптимизации условий реакции получения соединения 3 из соединения 4, доступен на сайте журнала <http://hgs.osi.lv>.

Спектральные и аналитические данные были получены с использованием оборудования Байкальского аналитического центра коллективного пользования на базе Иркутского института химии им. А. Е. Фаворского СО РАН.

Список литературы

- Gronowitz, S.; Hörmfeldt, A.-B. *Thiophenes*; Katritzky, A.; Meth-Cohn, O.; Rees, C. W., Eds.; Elsevier: Oxford, 2004.
- Topics in Heterocyclic Chemistry*; Joule, J. A., Ed.; Springer: Cham, 2015, vol. 39.
- Rajappa, S.; Gumaste, V. K. In *Advances in Heterocyclic Chemistry*; Katritzky, A. R., Ed.; Elsevier: New York, 2013, vol. 108, p. 1.
- Roncali, J. *Chem. Rev.* **1992**, 92, 711.
- Lednicer, D. *The Organic Chemistry of Drug Synthesis*; Wiley-Interscience: New York, 1998, vol. 6, p.70.
- Turkoglu, G.; Cinar, M. E.; Ozturk, T. *Top. Curr. Chem. (Z)* **2017**, 375, 84. <https://doi.org/10.1007/s41061-017-0174-z>
- Bumagin, N. A.; Petkevich, S. K.; Kletskov, A. V.; Alekseyev, R. S.; Potkin, V. I. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2019**, 55, 508. [Химия гетероцикл. соединений **2019**, 508.]
- Kulhánek, J.; Ludwig, M.; Bureš, F.; Tydlitát J. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2017**, 53, 46. [Химия гетероцикл. соединений **2017**, 42.]
- Lvov, A. G.; Milevsky, N. A.; Shirinian, V. Z.; Krayushkin M. M. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2015**, 51, 933. [Химия гетероцикл. соединений **2015**, 933.]

10. Mancuso, R.; Gabriele, B. *Molecules* **2014**, 19, 15687.
11. Tokarev, S. D.; Sotnikova, Y. A.; Anisimov, A. V.; Fedorov, Y. V.; Jonusauskas, G.; Lypenko, D. A.; Malov, V. V.; Tameev, A. R.; Mal'tsev, E. I.; Fedorova, O. A. *Mendeleev Commun.* **2019**, 29, 567.
12. Malov, V. V.; Ghosh, T.; Nair, V. C.; Maslov, M. M.; Katin, K. P.; Unni, K. N. N.; Tameev, A. R. *Mendeleev Commun.* **2019**, 29, 218.
13. Lukovskaya, E. V.; Dyachenko, N. V.; Khoroshutin, A. V.; Bobyleva, A. A.; Anisimov, A. V.; Karnoukhova, V. A.; Jonusauskas, G.; Fedorov, Y. V.; Fedorova, O. A. *Mendeleev Commun.* **2018**, 28, 543.
14. Steparuk, A. S.; Irgashev, R. A.; Rusinov, G. L.; Krivogina, E. V.; Lazarenko, P. I.; Kozyukhin, S. A. *Russ. Chem. Bull., Int. Ed.* **2019**, 68, 1208. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2019**, 1208.]
15. Rodlovskaya, E. N.; Vasnev, V. A. *Russ. Chem. Bull., Int. Ed.* **2020**, 69, 1148. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2020**, 1148.]
16. Takeshita, M.; Koike, M.; Tsuzuki, H.; Tashiro, M. *J. Org. Chem.* **1992**, 57, 4654.
17. Cheng, Y. S. P.; Garratt, P. J.; Neoh, S. B.; Rumanjek, V. M. *Isr. J. Chem.* **1985**, 26, 101.
18. Stone, K. J.; Greenberg, M. M.; Blackstock, S. C.; Berson, J. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, 111, 3659.
19. Cheng, Y. S. P.; Domingues, E.; Garratt, P. J.; Neoh, S. B. *Tetrahedron Lett.* **1978**, 19, 691.
20. Braverman, S.; Duar, Y.; Segev, D. *Tetrahedron Lett.* **1976**, 17, 3181.
21. Garratt, P. J.; Neoh, S. B. *J. Am. Chem. Soc.* **1975**, 97, 3255.
22. Garratt, P. J.; Neoh, S. B. *J. Org. Chem.* **1979**, 44, 2667.
23. Stone, K. J.; Greenberg, M. M.; Blackstock, S. C.; Berson, J. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, 111, 3659.
24. Danilkina, N. A.; Kulyashova, A. E.; Khlebnikov, A. F.; Bräse, S.; Balova, I. A. *J. Org. Chem.* **2014**, 79, 9018.
25. Gulevskaya, A. V.; Lazarevich, R. Yu. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2013**, 49, 116. [*Химия гетероцикл. соединений* **2013**, 129.]
26. Bui, B. H.; Schreiner, P. R. *Eur. J. Org. Chem.* **2006**, 4187.
27. Schreiner, P. R.; Prall, M. *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, 121, 8615.
28. Vavilala, C.; Byrne, N.; Kraml, C. M.; Ho, D. M.; Pascal, R. A., Jr. *J. Am. Chem. Soc.* **2008**, 130, 13549.
29. Banfi, L.; Basso, A.; Guanti, G.; Riva, R. *ARKIVOC* **2006**, (vii), 261.
30. Levanova, E. P.; Grabel'nykh, V. A.; Russavskaya, N. V.; Klyba, L. V.; Zhanchipova, E. R.; Albanov, A. I.; Tarasova, O. A.; Korchevin, N. A. *Russ. J. Gen. Chem.* **2009**, 79, 1097. [*Журн. общ. химии* **2009**, 79, 925.]
31. Levanova, E. P.; Vakhrina, V. S.; Grabel'nykh, V. A.; Rozentsveig, I. B.; Russavskaya, N. V.; Albanov, A. I.; Sanzhееva, E. R.; Korchevin, N. A. *Russ. J. Org. Chem.* **2015**, 51, 161. [*Журн. орган. химии* **2015**, 51, 175.]
32. Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.* **2008**, A64, 112.