

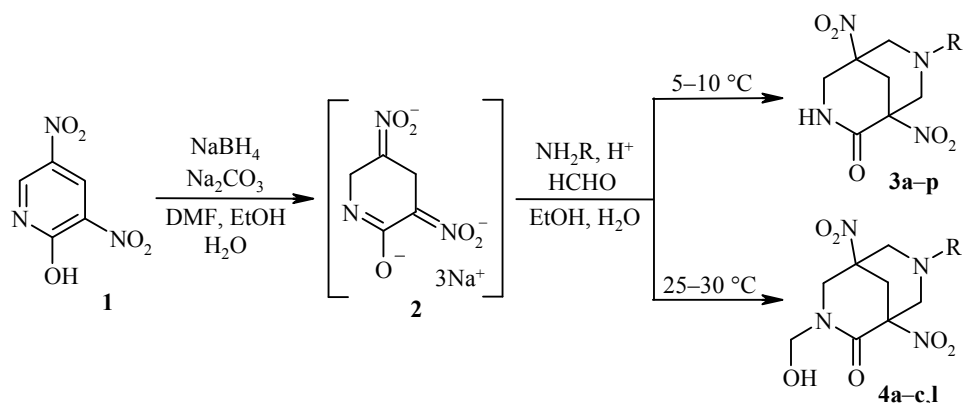
Е. В. Иванова¹, И. В. Федянин², И. И. Сурова¹,
И. В. Блохин³, Ю. М. Атрощенко^{1*}, И. В. Шахкельдян¹

АМИНО- И ГИДРОКСИМЕТИЛИРОВАНИЕ
ГИДРИДНЫХ АДДУКТОВ 2-ГИДРОКСИ-3,5-ДИНИТРОПИРИДИНА

Конденсацией Манниха гидридного аддукта 2-гидрокси-3,5-динитропиридина с формальдегидом и первичными аминами синтезирован ряд производных 1,5-динитро-3,7-дизабицикло[3.3.1]нонан-2-онов. Структура полученных соединений доказана методом спектроскопии ЯМР.

Ключевые слова: 3,7-дизабицикло[3.3.1]нонаны, 2-гидрокси-3,5-динитропиридин, реакция Манниха.

Большой интерес к изучению производных 3,7-дизабицикло[3.3.1]нонанов обусловлен их высокой физиологической активностью широкого спектра действия [1, 2]. Существуют различные способы получения соединений такого типа, например, путём взаимодействия 1,3-динитропропанов [3], алифатических кетонов [4], пиперидин-4-онов [4] с первичными аминами и формальдегидом в условиях реакции Манниха. Ранее нами был осуществлён синтез 3-азабицикло[3.3.1]нонанов реакцией Манниха с участием анионных аддуктов динитроаренов [5, 6]. В продолжение этих исследований предложено использовать в качестве субстрата для синтеза 3,7-дизабициклических систем 2-гидрокси-3,5-динитропиридин (**1**).



a R = Me, **b** R = Et, **c** R = аллил, **d** R = Bu, **e** R = *i*-Bu, **f** R = *s*-Bu, **g** R = (CH₂)₂OMe, **h** R = C₅H₁₁,
i R = *i*-C₅H₁₁, **j** R = (CH₂)₃OMe, **k** R = (CH₂)₃OEt, **l** R = Bn, **m** R = 3-метилбензил,
n R = CH(Me)Ph, **o** R = 2-(2-тиенил)этил, **p** R = 5-бром-2-метоксибензил

Синтез 7-замещённых 1,5-динитро-3,7-дизабицикло[3.3.1]нонан-2-онов **3a–p** осуществляли в две стадии. На первой стадии при действии NaBH₄ на раствор 2-гидрокси-3,5-динитропиридина (**1**) происходило восстановление связей C=C ароматического кольца с образованием гидридного аддукта **2**. Из литературных источников известно, что 3-цианопиридин и 3,5-дигидропиридин под действием таких восстановителей, как NaBH₄, образуют соответствующие 1,2- и 1,4-дигидропиридины [7]. Полученный диаддукт **2** без выделения из раствора при охлаждении до 5–10 °C вводили в реакцию конден-

сации по Манниху с формальдегидом и водно-этанольным раствором первичного амина. При подкислении реакционной смеси до pH 4 выпадали осадки целевых продуктов **3a-p** (выходы 52–82%).

Структура полученных соединений **3a-p** доказана ИК и ЯМР спектроскопией. В ИК спектрах анализируемых соединений наблюдаются широкие полосы валентных колебаний связи C=O (1690–1703 см⁻¹). Интенсивные полосы при 1552–1559 и 1345–1351 см⁻¹ относятся к асимметричным и симметричным колебаниям нитрогрупп.

Более убедительные доказательства структуры синтезированных соединений были получены спектроскопией ЯМР. Так, в спектре ЯМР ¹H 7-метил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-она (**3a**) в ДМСO-d₆ в наиболее слабом поле при 8.44 м. д. наблюдается широкий сигнал протона NH, далее следуют два дуплетных сигнала (²J = 12.1 Гц) экваториальных и аксиальных протонов при атоме C-4 с химическими сдвигами 3.88 и 3.60 м. д. соответственно. Протоны метиленовых групп пиперидинового цикла (6,8,9-CH₂) диастереотропны, поэтому их сигналы образуют группу дублетов (²J = 10.5–11.3 Гц) в области 2.52–3.41 м. д. Синглетный сигнал в сильном поле при 2.36 м. д. соответствует протонам NCH₃-группы.

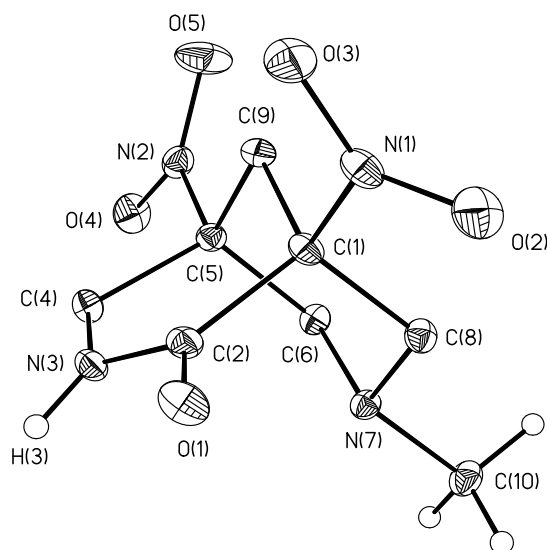
Для более надёжного отнесения сигналов в спектре ЯМР 7-метил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-она (**3a**) были использованы методы двумерной гомо- (COSY) и гетероядерной (HMBC, HSQC) корреляционной спектроскопии. Конформация данного соединения в растворе была установлена с помощью ядерного эффекта Оверхаузера (NOESY). По двумерному спектру HSQC (таблица) могут быть определены связанные с протонами пиперидинового цикла прямыми константами J_{CH} сигналы атомов C-4 (δ_C 47.4 м. д.), C-6 (δ_C 62.6 м. д.), C-8 (δ_C 57.1 м. д.) и C-9 (δ_C 34.2 м. д.). К четвертичным атомам углерода C-1 и C-5 относятся не имеющие корреляционных пиков в спектре HSQC сигналы при 86.5 и 81.6 м. д. соответственно. По соответствующим кросс-пикам с атомами углерода C-1,4,5 в спектре HMBC определены сигналы протонов 6,8,9-CH₂. В спектре COSY исследуемого соединения наиболее интенсивными являются кросс-пики, соответствующие геминальным KCCB (H-4a / H-4e, H-6a / H-6e, H-8a / H-8e, H-9a / H-9e). Отсутствие в спектре NOESY соединения **3a** корреляционных пиков, соответствующих взаимодействию мостикового протона с группами NH и NCH₃, указывает на то, что исследуемое соединение в растворе принимает конформацию двойного "кресла".

Дальнейшее подтверждение строения синтезированных 3,7-диазабицикло[3.3.1]нонанов было получено PCA кристалла 7-метил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-она (**3a**) (рисунок).

В кристалле бициклический фрагмент имеет конформацию, характерную для соединений подобного рода: шестичленный цикл, включающий замещённый атом азота N(7), имеет конформацию "кресла", а второй цикл, включающий кетоновый фрагмент, – искажённой "софы". Торсионные углы C(1)–C(2)–N(3)–C(4) и C(5)–C(4)–N(3)–C(2), показывающие степень уплощения пятичленного фрагмента, равны –6.3(1) и 13.1(1)° соответственно. Связи при атоме азота N(3) находятся в одной плоскости (сумма углов равна 359.6°) из-за сопряжения неподелённой электронной пары с π-системой карбонильного фрагмента. Геометрические параметры молекулы в кристалле значительно не отличаются от таковых для ранее исследованных аналогичных соединений.

Корреляционные пики в 2D спектрах ЯМР 3,7-дизабицикло[3.3.1]нонанов 3a и 4c

№ атома	δ_H , м. д.	δ_C , м. д.	HSQC	HMBC	COSY	NOESY
Соединение 3a						
1	–	86.5	–	H-8a,e / C-1, H-9a,e / C-1, NCH ₃ / C-1	–	–
2	–	163.9	–	–	–	–
4	3.88 д, 3.60 д	47.4	H-4 / C-4	H-9a,e / C-4, H-6a / C-4	H-4a / H-4e	H-4a / H-4e, H-4a,e / NH
5	–	81.6	–	H-4a,e / C-5, H-6a / C-5, H-9a,e / C-5, NCH ₃ / C-5	–	–
6	3.32 д, 2.52 д	62.6	H-6 / C-6	H-4a / C-6, H-8a / C-6, H-9a,e / C-6, NCH ₃ / C-6	H-6a / H-6e	H-6a / H-6e H-6a / NCH ₃ H-6e / H-9a
8	3.41 д, 2.61 д	57.1	H-8 / C-8	H-6e / C-8, H-9a / C-8, NCH ₃ / C-8	H-8a / H-8e	H-8a / H-8e
9	3.37 д, 2.84 д	34.2	H-9 / C-9	H-6e / C-9, H-8a,e / C-9	H-9a / H-9e	H-9a / H-9e, H-9a / H-6e
NH	8.44 уш. с	–	–	–	–	NH / H-4a,e
NCH ₃	2.36 с	44.4	NCH ₃ / NCH ₃	H-8a / NCH ₃	–	NCH ₃ / H-6a
Соединение 4c						
1	–	87.0	–	H-8a,e / C-1, H-9a,e / C-1	–	–
2	–	162.9	–	H- α / C-2, H-4a,e / C-2	–	–
4	4.07 д, 3.80 д	50.9	H-4 / C-4	H- α / C-4, H-9a / C-4, H-6a / C-4	H-4a / H-4e, H-6a / H-4a, H-9a / H-4e	H-4a / H-4e, H-9e / H-4a,e H- α / H-4a,e
5	–	81.3	–	H- α / C-5, H-4a,e / C-5, H-6a / C-5, H-9a,e / C-5	–	–
6	3.38 д, 2.65 д	60.4	H-6 / C-6	H-4a,e / C-6, H-8a,e / C-6, H-9a / C-6, H- α / C-6	H-4a / H-6a, H-6a / H-6e	H-6a / H-6e, H-8e / H-6a, H- α / H-6a, H-9a / H-6a, H- α / H-6a,e
8	3.48 д, 2.74 д	55.0	H-8 / C-8	H-6e / C-8	H-8a / H-8e, H-9a / H-8a	H-8a / H-8e, H-9a / H-8a, H-6a / H-8e
9	3.34 д, 2.95 д	34.5	H-9 / C-9	H-4e / C-9, H-6e / C-9, H-8a,e / C-9	H-9a / H-9e, H-4e / H-9a, H-8a / H-9a	H-9a / H-9e, H-4a,e / H-9e, H-6a / H-9a, H-8a / H-9a
α (CH ₂ OH)	4.84 д, 4.65 д	68.8	H- α / C- α	–	H- α / H- α	H- α / H- α , H-4a,e / H- α



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

При проведении реакции аминотетирования диаддукта **2** при температуре 25–30 °С вместо соединений **3a–c,1** из реакционной смеси экстракцией толуолом были выделены соединения **4a–c,1**, являющиеся продуктами не только аминотетирования, но и гидроксиметилирования по атому азота пиридинового цикла (выходы 60–65%). Дальнейшее повышение температуры приводило к снижению выходов продуктов, вероятно, вследствие нестабильности диаддукта **2** при повышенной температуре.

Структура полученных соединений **4a–c,1** также доказана ИК и ЯМР спектроскопией. В отличие от соединений **3a–p** в ИК спектрах соединений **4a–c,1** проявляются характеристические сигналы группы ОН, координированной внутримолекулярной водородной связью с карбонильной группой, при 3395 см⁻¹, а сигнал амидного протона отсутствует.

По двумерному спектру HSQC 7-аллил-3-гидроксиметил-1,5-динитро-3,7-дизабицикло[3.3.1]нонан-2-она (**4c**) могут быть определены связанные с протонами пиперидинового цикла прямыми константами J_{CH} сигналы атомов С-4 (δ_C 50.9 м. д.), С-6 (δ_C 60.4 м. д.), С-8 (δ_C 55.0 м. д.) и С-9 (δ_C 34.5 м. д.) (таблица). К четвертичным атомам углерода С-1,5 относятся не имеющие корреляционных пиков в спектре HSQC сигналы при 87.0 и 81.3 м. д. соответственно. По соответствующим кросс-пикам с атомами углерода С-1,4,5 и С- α в спектре HMBC определены сигналы протонов 4,6,8,9-CH₂.

В спектре COSY исследуемого соединения наиболее интенсивными являются кросс-пики, соответствующие геминальным (Н-4a/Н-4e, Н-6a/Н-6e, Н-8a/Н-8e, Н-9a/Н-9e) и аллильным (Н-6a/Н-4a, Н-9a/Н-4e, Н-9a/Н-8a) КССВ.

Наличие в спектре NOESY соединения **4c** корреляционных пиков, соответствующих взаимодействию пространственно сближенных аксиальных атомов Н-6a, Н-8a и Н-9a, а также отсутствие в спектре контакта мостикового протона с протонами NCH₂ОН (Н- α) и NCH₃-группы, указывает на то, что исследуемое соединение в растворе принимает конформацию двойного "кресла".

Таким образом, предложен простой одnoreакторный метод синтеза производных 7-R-1,5-динитро-3,7-дизабицикло[3.3.1]нонан-2-онов на основе 2-гидрокси-3,5-динитропиридина.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на фурье-спектрометре ФСМ 1201 в таблетках с КВг. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C зарегистрированы на спектрометре Bruker DRX-400 (400 и 75 МГц соответственно) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт ГМДС (0.05 м. д.). Время смешивания в экспериментах NOESY 120 мсек. Элементный анализ выполнен на СНН-анализаторе Carlo Erba 1100. Температуры плавления определены на столике Кофлера фирмы Voetius. Чистоту полученных соединений контролировали методом ТСХ на пластинах Sorbfil UV-254, элюент PhMe–ацетон–гептан, 4:1:1, детектирование УФ светом или парами иода.

2-Гидрокси-3,5-динитропиридин (**1**) синтезирован нитрованием 2-гидрокси-пиридина [8], т. пл. 176–178 °С.

Синтез 7-замещённых 1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-онов 3а–р (общая методика). К раствору 1.00 г (5 ммоль) 2-гидрокси-3,5-динитропиридина (**1**) в 10 мл смеси ДМФА и EtOH, 1:1, добавляют 0.53 г (5 ммоль) Na_2CO_3 в 10 мл H_2O . При перемешивании и охлаждении льдом порциями добавляют 0.76 г (20 ммоль) NaNH_4 в течение 5 мин, затем перемешивают ещё в течение нескольких минут. После окончания восстановления, о чём судят по уменьшению интенсивности окраски, приливают охлажденный раствор 2.5 мл (30 ммоль) 32% формальдегида и 15 ммоль соответствующего гидрохлорида амина (для соединения **3а**) или свободного амина (для остальных соединений) в 8 мл смеси EtOH– H_2O , 1:1. Температуру реакционной смеси поддерживают в пределах 5–10 °С. С помощью 20% раствора H_3PO_4 pH реакционной смеси доводят до 4, выпавший осадок отфильтровывают, промывают H_2O . Соединения **3а–р** перекристаллизовывают из 2-PrOH. Полученные соединения представляют собой кристаллические осадки светло-жёлтого цвета.

7-Метил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3а). Выход 1.00 г (82%), т. пл. 195–196 °С, R_f 0.27. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.36 (3H, с, NCH_3); 2.52 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.61 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.84 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.32 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.37 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.41 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.60 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.88 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 8.44 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 34.2 (C-9); 44.4 (NCH_3); 47.4 (C-4); 57.1 (C-8); 62.6 (C-6); 81.6 (C-5); 86.5 (C-1); 163.9 (C-2). Найдено, %: C 39.41; H 4.94; N 22.98. $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: C 39.35; H 4.95; N 22.94.

1,5-Динитро-7-этил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3б). Выход 0.99 г (77%), т. пл. 183–184 °С, R_f 0.35. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3398 (N–H), 2981, 2950, 2908 (C–H алиф.), 1690 (C=O), 1552 (NO_2 асимм.), 1460 ($\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$), 1349 (NO_2 симм.), 935, 909, 846, 830 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.00 (3H, т, $^3J = 7.0$, NCH_2CH_3); 2.57–2.62 (2H, м, NCH_2CH_3); 2.61 (1H, д, $^2J = 10.2$, H-6a); 2.68 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.88 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.35 (1H, д, $^2J = 10.2$, H-6e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.45 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.57 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.90 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 8.46 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: C 41.80; H 5.47; N 21.63. $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: C 41.86; H 5.46; N 21.70.

7-Аллил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3с). Выход 1.05 г (78%), т. пл. 124–125 °С, R_f 0.24. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3395 (N–H), 2913 (C–H алиф.), 1703 (C=O), 1646 (C=C), 1562 (NO_2 асимм.), 1462 ($\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$), 1348 (NO_2 симм.), 933 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.62 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.67 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.89 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.21 (2H, д, $^3J = 7.3$, $\text{NCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$); 3.33 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.47 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.57 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.91 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 5.21 (1H, д, $^3J = 9.1$) и 5.25 (1H, д, $^3J = 17.2$, $\text{NCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$); 5.77 (1H, д. д. т, $^3J = 17.2$, $^3J = 9.1$, $^3J = 7.3$, $\text{NCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$); 8.49 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: C 44.60; H 5.27; N 20.71. $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: C 44.45; H 5.22; N 20.73.

7-Бутил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3д). Выход 1.00 г (70%), т. пл. 151–152 °С, R_f 0.46. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3401 (N–H), 2961, 2935 (C–H алиф.), 1701 (C=O), 1558 (NO_2 асимм.), 1457 ($\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$), 1348 (NO_2 симм.), 933, 903, 885 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.86 (3H, т, $^3J = 7.0$, $\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$); 1.21–1.30 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 1.37–1.44 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 2.51–2.54 (2H, м,

$\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 2.59 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-6a); 2.66 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.88 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.33 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-6e); 3.37 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.44 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.54 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.89 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 8.48 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 46.12; Н 6.31; N 19.54. $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: С 46.15; Н 6.34; N 19.57.

7-Изобутил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3e). Выход 0.97 г (68%), т. пл. 126–127 °С, R_f 0.52. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3361 (N–H), 2962 (C–H алиф.), 1693 (C=O), 1559 (NO_2 асимм.), 1465, 1391 $\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$, 1345 (NO_2 симм.), 905, 880 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.82 (6H, т, $^3J = 7.0$, $\text{NCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.72–1.82 (1H, м, $\text{NCH}_2\text{CHMe}_2$); 2.22–2.32 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CHMe}_2$); 2.62 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.67 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.89 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.32 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.42 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.54 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4e); 3.92 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4a); 8.52 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 46.16; Н 6.31; N 19.53. $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: С 46.15; Н 6.34; N 19.57.

7-втор-Бутил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3f). Выход 0.86 г (60%), т. пл. 169–170 °С, R_f 0.41. ИК спектр, ν , см^{-1} : 2971, 2935 (C–H алиф.), 1703 (C=O), 1558 (NO_2 асимм.), 1445 $\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$, 1349 (NO_2 симм.), 854, 903 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.80 (1.5H, т, $^3J = 7.0$) и 0.83 (1.5H, т, $^3J = 7.0$, $\text{NCH}(\text{Me})\text{CH}_2\text{CH}_3$); 0.91 (1.5H, д, $^3J = 7.0$) и 0.93 (1.5H, д, $^3J = 7.0$, $\text{NCH}(\text{Et})\text{CH}_3$); 1.22–1.33 (1H, м) и 1.35–1.53 (1H, м, $\text{NCH}(\text{Me})\text{CH}_2\text{CH}_3$); 2.66–2.73 (1H, м, $\text{NCH}(\text{Me})\text{Et}$); 2.73 (0.5H, д, $^2J = 10.7$) и 2.76 (0.5H, д, $^2J = 10.7$, H-6a); 2.87 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-8a); 2.94 (0.5H, д, $^2J = 10.7$) и 3.01 (0.5H, д, $^2J = 10.7$, H-9a); 3.21 (0.5H, д, $^2J = 10.7$) и 3.24 (0.5H, д, $^2J = 10.7$, H-6e); 3.32 (0.5H, д, $^2J = 10.7$) и 3.35 (0.5H, д, $^2J = 10.7$, H-9e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-8e); 3.49 (0.5H, д, $^2J = 12.4$) и 3.56 (0.5H, д, $^2J = 12.4$, H-4e); 3.88 (0.5H, д, $^2J = 12.4$) и 3.91 (0.5H, д, $^2J = 12.4$, H-4a); 8.46 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 46.17; Н 6.38; N 19.58. $\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: С 46.15; Н 6.34; N 19.57.

7-(2-Метоксиэтил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3g). Выход 0.91 г (63%), т. пл. 160–161 °С, R_f 0.36. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3380 (N–H), 2949, 2909 (C–H алиф.), 1697 (C=O), 1559 (NO_2 асимм.), 1473, 1376 $\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$, 1351 (NO_2 симм.), 1110, 1071 (C–O–C), 904, 872, 843, 831 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.71 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.74 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8a); 2.77–2.81 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OMe}$); 2.86 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.23 (3H, уш. с, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$); 3.37 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.41 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.44 (2H, т, $^3J = 5.4$, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OMe}$); 3.51 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8e); 3.58 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.89 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 8.45 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 41.67; Н 5.44; N 19.46. $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_6$. Вычислено, %: С 41.67; Н 5.59; N 19.44.

1,5-Динитро-7-пентил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3h). Выход 0.98 г (65%), т. пл. 90–91 °С, R_f 0.47. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.86 (3H, т, $^3J = 7.3$, $\text{N}(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$); 1.19–1.30 (4H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 1.38–1.45 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 2.52–2.54 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 2.59 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.67 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.88 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.35 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.44 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.54 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4e); 3.90 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4a); 8.48 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 46.92; Н 6.68; N 18.68. $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: С 47.99; Н 6.71; N 18.66.

1,5-Динитро-7-изо-пентил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3i). Выход 1.01 г (67%), т. пл. 117–119 °С, R_f 0.58. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3395 (N–H), 2957 (C–H алиф.), 1696 (C=O), 1553 (NO_2 асимм.), 1468 $\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$, 1348 (NO_2 симм.), 846 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.86 (6H, т, $^3J = 6.4$, $\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.29–1.34 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CHMe}_2$); 1.49–1.59 (1H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CHMe}_2$); 2.51–2.56 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CHMe}_2$); 2.59 (1H, д, $^2J = 10.2$, H-6a); 2.66 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.88 (1H, д, $^2J = 11.8$, H-9a); 3.36 (1H, д, $^2J = 10.2$, H-6e); 3.38 (1H, д, $^2J = 11.8$, H-9e); 3.45 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.55 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 3.90 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 8.47 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 46.86; Н 6.55; N 18.68. $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_5$. Вычислено, %: С 47.99; Н 6.71; N 18.66.

7-(3-Метоксипропил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3j). Выход 1.06 г (70%), т. пл. 95–97 °С, R_f 0.47. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3399 (N–H), 2953 (C–H алиф.), 1639 (C=O), 1559 (NO_2 асимм.), 1456 $\delta(\text{CH}_2/\text{CH}_3)$, 1350 (NO_2 симм.), 1131, 1109 (C–O–C), 936, 908, 879 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.61–1.68 (2H, м, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OMe}$);

2.55–2.59 (2H, м, NCH₂CH₂CH₂OMe); 2.62 (1H, д, ²J = 10.2, H-6a); 2.70 (1H, д, ²J = 10.5, H-8a); 2.88 (1H, д, ²J = 11.3, H-9a); 3.21 (3H, уш. с, NCH₂CH₂CH₂OCH₃); 3.30 (2H, т, ³J = 6.4, NCH₂CH₂CH₂OMe); 3.33 (1H, д, ²J = 10.2, H-6e); 3.38 (1H, д, ²J = 11.3, H-9e); 3.43 (1H, д, ²J = 10.5, H-8e); 3.56 (1H, д, ²J = 12.4, H-4e); 3.90 (1H, д, ²J = 12.4, H-4a); 8.49 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 43.75; Н 6.06; N 18.53. С₁₁H₁₈N₄O₆. Вычислено, %: С 43.71; Н 6.00; N 18.53.

1,5-Динитро-7-(3-этоксипропил)-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3к). Выход 1.06 г (67%), т. пл. 123–124 °С, R_f 0.31. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3418 (N–H), 2991, 2972 (C–H алиф.), 1697 (C=O), 1559 (NO₂ асимм.), 1453, 1381 δ(CH₂/CH₃), 1346 (NO₂ симм.), 1140 (C–O–C), 836 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 1.09 (3H, т, ³J = 7.0, N(CH₂)₃OCH₂CH₃); 1.61–1.67 (2H, м, NCH₂CH₂CH₂OEt); 2.57 (1H, д, ²J = 10.7, H-6a); 2.55–2.60 (2H, м, NCH₂CH₂CH₂OEt); 2.70 (1H, д, ²J = 10.7, H-8a); 2.88 (1H, д, ²J = 11.6, H-9a); 3.33 (1H, д, ²J = 10.7, H-6e); 3.34–3.37 (2H, м, NCH₂CH₂CH₂OEt); 3.38 (1H, д, ²J = 11.6, H-9e); 3.39–3.41 (2H, м, ³J = 6.4, N(CH₂)₃OCH₂CH₃); 3.43 (1H, д, ²J = 10.7, H-8e); 3.56 (1H, д, ²J = 12.1, H-4e); 3.90 (1H, д, ²J = 12.1, H-4a); 8.49 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 45.83; Н 6.46; N 17.64. С₁₂H₂₀N₄O₆. Вычислено, %: С 45.57; Н 6.37; N 17.71.

7-Бензил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3л). Выход 0.86 г (54%), т. пл. 152–153 °С, R_f 0.24. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 2.65 (1H, д, ²J = 10.2, H-6a); 2.68 (1H, д, ²J = 10.5, H-8a); 2.90 (1H, д, ²J = 11.6, H-9a); 3.34 (1H, д, ²J = 10.2, H-6e); 3.39 (1H, д, ²J = 11.6, H-9e); 3.45 (1H, д, ²J = 10.5, H-8e); 3.57 (1H, д, ²J = 12.1, H-4e); 3.73 (1H, д, ²J = 13.7) и 3.80 (1H, д, ²J = 13.7, NCH₂Ph); 3.92 (1H, д, ²J = 12.1, H-4a); 7.33 (2H, д, ³J = 7.0, H-2,6 Ph); 7.36 (1H, т, ³J = 7.0, H-4 Ph); 7.39 (2H, т, ³J = 7.0, H-3,5 Ph); 8.40 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 52.53; Н 5.08; N 17.44. С₁₄H₁₆N₄O₅. Вычислено, %: С 52.50; Н 5.04; N 17.49.

7-(3-Метилбензил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3м). Выход 1.07 г (64%), т. пл. 165–167 °С, R_f 0.45. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3425 (N–H), 2915 (C–H алиф.), 1693 (C=O), 1609 (C–H Ar), 1553 (NO₂ асимм.), 1458 δ(CH₂/CH₃), 1347 (NO₂ симм.), 838 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 2.30 (3H, уш. с, CH₃); 2.65 (1H, д, ²J = 10.7, H-6a); 2.68 (1H, д, ²J = 10.5, H-8a); 2.90 (1H, д, ²J = 11.3, H-9a); 3.35 (1H, д, ²J = 10.7, H-6e); 3.39 (1H, д, ²J = 11.3, H-9e); 3.45 (1H, д, ²J = 10.5, H-8e); 3.56 (1H, д, ²J = 12.1, H-4e); 3.69 (1H, д, ²J = 14.0) и 3.75 (1H, д, ²J = 14.0, NCH₂Ar); 3.92 (1H, д, ²J = 12.1, H-4a); 7.05–7.11 (3H, м, H-2,4,6 Ar); 7.23 (1H, т, ³J = 7.5, H-5 Ar); 8.60 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 53.81; Н 5.47; N 16.78. С₁₅H₁₈N₄O₅. Вычислено, %: С 53.89; Н 5.43; N 16.76.

1,5-Динитро-7-(1-фенилэтил)-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3н). Выход 1.00 г (60%), т. пл. 79–81 °С, R_f 0.40. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3382 (N–H), 3086, 2972 (C–H алиф.), 1700 (C=O), 1602 ν(C–H алиф.), 1554 (NO₂ асимм.), 1454 δ(CH₂/CH₃), 1347 (NO₂ симм.), 934, 904 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 1.33 (1.5H, д, ³J = 7.0) и 1.35 (1.5H, д, ³J = 7.0, NCH(CH₃)Ph); 2.58 (1H, д, ²J = 10.5, H-6a); 2.64 (0.5H, д, ²J = 10.5) и 2.67 (0.5H, д, ²J = 10.5, H-8a); 2.86 (1H, д, ²J = 11.3, H-9a); 3.35 (1H, д, ²J = 10.5, H-6e); 3.38 (1H, д, ²J = 11.3, H-9e); 3.44 (0.5H, д, ²J = 10.5) и 3.48 (0.5H, д, ²J = 10.5, H-8e); 3.55 (1H, д, ²J = 12.1, H-4e); 3.87–3.93 (1H, м, NCH(Me)Ph); 3.95 (1H, д, ²J = 12.1, H-4a); 7.27–7.36 (5H, м, H Ph); 8.55 (0.5H, уш. с) и 8.58 (0.5H, уш. с, NH). Найдено, %: С 53.83; Н 5.44; N 16.72. С₁₅H₁₈N₄O₅. Вычислено, %: С 53.89; Н 5.43; N 16.76.

7-[2-(2-Тиенил)этил]-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3о). Выход 0.88 г (52%), т. пл. 144–146 °С, R_f 0.41. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3402 (N–H), 3091 (C–H тиоф.), 2924 (C–H алиф.), 1698 (C=O), 1553 (NO₂ асимм.), 1461 δ(CH₂/CH₃), 1346 (NO₂ симм.), 841 (C–N), 706 (тиофен). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 2.69 (1H, д, ²J = 10.2, H-6a); 2.80 (1H, д, ²J = 10.5, H-8a); 2.90 (1H, д, ²J = 11.3, H-9a); 2.94–3.00 (4H, м, NCH₂CH₂Ar); 3.33 (1H, д, ²J = 10.2, H-6e); 3.39 (1H, д, ²J = 11.3, H-9e); 3.44 (1H, д, ²J = 10.5, H-8e); 3.56 (1H, д, ²J = 12.1, H-4e); 3.90 (1H, д, ²J = 12.1, H-4a); 6.89 (1H, д, ³J = 3.2, H-3 тиофен); 6.92–6.94 (1H, м, H-4 тиофен); 7.30 (1H, д, ³J = 5.1, H-5 тиофен); 8.48 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 45.90; Н 4.83; N 16.39. С₁₃H₁₆N₄O₅S. Вычислено, %: С 45.88; Н 4.74; N 16.46.

7-(5-Бром-2-метоксibenзил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (3р). Выход 1.33 г (62%), т. пл. 83–85 °С, R_f 0.37. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3407 (N–H), 2942 (C–H алиф.), 1697 (C=O), 1593 (C–H Ar), 1553 (NO₂ асимм.), 1489 δ(CH₂/CH₃), 1347 (NO₂ симм.), 1116 (C–O–C), 1077, 1026 (C–Br), 820 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц):

2.68 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.70 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8a); 2.87 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.18 (3H, уш. с, OCH₃); 3.36 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.39 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.45 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8e); 3.56 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4e); 3.77 (2H, д, $^2J = 5.6$, NCH₂Ar); 3.91 (1H, д, $^2J = 12.4$, H-4a); 7.00 (1H, д, $^3J = 8.6$, H-3 Ar); 7.40 (1H, д, $^4J = 2.4$, H-6 Ar); 7.44 (1H, д, д, $^3J = 8.6$, $^4J = 2.4$, H-4 Ar); 8.57 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: C 41.93; H 3.95; N 13.08. C₁₅H₁₇BrN₄O₆. Вычислено, %: C 41.97; H 3.99; N 13.05.

7-R-3-(гидроксиметил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-оны 4a–c,1 получают по методике, описанной для соединений **3a–p**, с той лишь разницей, что температуру реакционной смеси поддерживают в пределах 25–30 °С. Продукты **4a–c,1** экстрагируют толуолом, экстракт сушат безводным хлоридом кальция, затем растворитель отгоняют в вакууме, остаток перекристаллизовывают из 2-PrOH. Полученные соединения представляют собой кристаллические осадки светло-жёлтого цвета.

3-(Гидроксиметил)-7-метил-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (4a). Выход 0.89 г (65%), т. пл. 197–198 °С, R_f 0.33. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3424 (O–H), 2958, 2894 (C–H алиф.), 1687 (C=O), 1559 (NO₂ асимм.), 1400, 1385 δ (CH₂/CH₃), 1351 (NO₂ симм.), 929, 839 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 2.34 (3H, с, NCH₃); 2.55 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.65 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8a); 2.90 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.34 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.37 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.41 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-8e); 3.80 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 4.08 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 4.72 (1H, д, $^2J = 10.2$) и 4.77 (1H, д, $^2J = 10.2$, NCH₂OH); 6.31 (1H, уш. с, NCH₂OH). Найдено, %: C 39.47; H 5.18; N 20.39. C₉H₁₄N₄O₆. Вычислено, %: C 39.42; H 5.15; N 20.43.

3-(Гидроксиметил)-1,5-динитро-7-этил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (4b). Выход 0.86 г (60%), т. пл. 150–151 °С, R_f 0.47. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3395 ν (O–H), 2989, 2958, 2921, 2850 (C–H алиф.), 1697 (C=O), 1559 (NO₂ асимм.), 1460, 1451 δ (CH₂/CH₃), 1349 (NO₂ симм.), 928, 898, 863 (C–N). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 0.99 (3H, т, $^3J = 7.0$, NCH₂CH₃); 2.59 (2H, м, NCH₂CH₃); 2.62 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-6a); 2.74 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.93 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.36 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.38 (1H, д, $^2J = 10.7$, H-6e); 3.45 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.77 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 4.07 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 4.67 (1H, д, $^2J = 10.2$) и 4.80 (1H, д, $^2J = 10.2$, NCH₂OH); 6.26 (1H, уш. с, NCH₂OH). Найдено, %: C 41.61; H 5.63; N 19.45. C₁₀H₁₆N₄O₆. Вычислено, %: C 41.67; H 5.59; N 19.44.

7-Аллил-3-(гидроксиметил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (4c). Выход 0.95 г (63%), т. пл. 129–131 °С, R_f 0.50. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 2.65 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.74 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.95 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.18 (2H, д, $^3J = 6.7$, NCH₂CH=CH₂); 3.34 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.38 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.48 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.80 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 4.07 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 4.65 (1H, д, $^2J = 10.2$) и 4.84 (1H, д, $^2J = 10.2$, NCH₂OH); 5.19 (1H, д, $^3J = 10.5$) и 5.24 (1H, д, $^3J = 17.2$, NCH₂CH=CH₂); 5.75 (1H, д, д, т, $^3J = 17.2$, $^3J = 10.5$, $^3J = 6.7$, NCH₂CH=CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 34.5 (C-9); 50.9 (C-4); 55.0 (C-8); 58.6 (NCH₂CH=CH₂); 60.4 (C-6); 68.8 (NCH₂OH); 81.3 (C-5); 87.0 (C-1); 118.7 (NCH₂CH=CH₂); 133.8 (NCH₂CH=CH₂); 162.9 (C-2). Найдено, %: C 44.06; H 5.34; N 18.68. C₁₁H₁₆N₄O₆. Вычислено, %: C 44.00; H 5.37; N 18.66.

7-Бензил-3-(гидроксиметил)-1,5-динитро-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-2-он (4l). Выход 1.07 г (61%), т. пл. 154–155 °С, R_f 0.44. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 2.67 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6a); 2.77 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8a); 2.97 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9a); 3.33 (1H, д, $^2J = 11.3$, H-9e); 3.38 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-6e); 3.47 (1H, д, $^2J = 10.5$, H-8e); 3.71 (1H, д, $^2J = 13.7$) и 3.76 (1H, д, $^2J = 13.7$, NCH₂Ph); 3.79 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4e); 4.07 (1H, д, $^2J = 12.1$, H-4a); 4.63 (1H, д, $^2J = 10.2$) и 4.98 (1H, д, $^2J = 10.2$, NCH₂OH); 7.26–7.35 (5H, м, H Ph). Найдено, %: C 51.41; H 5.21; N 15.92. C₁₅H₁₈N₄O₆. Вычислено, %: C 51.43; H 5.18; N 15.99.

Рентгеноструктурное исследование соединения 3a проведено на автоматическом дифрактометре Bruker Apex II (графитовый монохроматор, $\lambda(\text{MoK}\alpha)$ 0.71073 Å, ω -сканирование). Для проведения исследования был отобран хорошо огранённый кристалл, имеющий форму тригональной пирамиды. Бесцветные кристаллы (C₈H₁₂N₄O₅, M 244.22); при 100 К моноклинные, пространственная группа $P2_1/n$; a 7.6100(4), b 9.7784(6), c 13.8124(9) Å; β 92.540(1)°; V 1026.8(1) Å³; Z 4 (Z' 1);

$d_{\text{выч}}$ 1.580 г/см³. В серии из трёх сканирований было собрано 13179 отражений. Эмпирический учёт поглощения и коррекция систематических ошибок выполнены по программе SADABS. Структура расшифрована прямым методом и уточнена полноматричным МНК по F^2_{hkl} с анизотропными тепловыми параметрами для всех неводородных атомов. Положение атома водорода аминогруппы найдено из разностного фурье-синтеза, положение атомов водорода при атомах углерода рассчитано. Все атомы водорода уточнены по модели "наездник". Окончательные параметры расходимости: R_1 0.0311, wR_2 0.0698, $GOOF$ 1.005 для 2769 независимых отражений с $I > 2\sigma(I)$ и $5.1 < 2\theta < 60^\circ$. Расшифровка и уточнение проводилось с использованием пакета программ SHELX версии 2009-9.13 [9]. Полная кристаллографическая информация по соединению **3a** депонирована в Кембриджском банке структурных данных (депонент 903890).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 12-03-31655).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Н. С. Зефилов, С. В. Рогозина, *Успехи химии*, **42**, 423 (1973).
2. V. Kogel, T. Christoph, E. Friderichs, N.-N. Hennies, T. Matthiesen, J. Schneider, U. Holzgrabe, *CNS Drug Rev.*, **4**, 54 (1998).
3. Н. Н. Ярмухамедов, Н. З. Байбулатова, В. А. Докичев, Ю. В. Томилов, М. С. Юнусов, *Изв. АН, Сер. хим.*, **4**, 721 (2001).
4. R. Jejaraman, S. Avila, *Chem. Rev.*, **81**, 149 (1981).
5. И. Е. Якунина, И. В. Шахкельдян, Ю. М. Атрощенко, А. С. Рыбакова, Н. А. Троицкий, Е. В. Шувалова, *Журн. орган. химии*, **41**, 1259 (2005).
6. И. Е. Якунина, И. В. Шахкельдян, Ю. М. Атрощенко, О. Я. Борбулевич, В. В. Нестеров, М. В. Копышев, Н. А. Троицкий, Ю. М. Ефремов, Е. Н. Алифанова, В. А. Субботин, *Журн. орган. химии*, **40**, 266 (2004).
7. U. Eisner, J. Kuthan, *Chem. Rev.*, **72**, 5 (1972).
8. *Методы получения химических реактивов и препаратов*, под ред. Р. П. Ластовского, НИИТЭХИМ, Москва, 1971, вып. 23, с. 150.
9. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.*, **A64**, 112 (2007).

¹ Тульский государственный педагогический университет им. Л. Н. Толстого, пр. Ленина, 125, Тула 300026, Россия
e-mail: reaktiv@tspu.tula.ru

Поступило 13.12.2012

² Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН, ул. Вавилова, 28, Москва 119991, Россия
e-mail: otyu@xrlab.ineos.ac.ru

³ Тульский государственный университет, пр. Ленина, 92, Тула 300012, Россия
e-mail: blokhiniv@mail.ru