

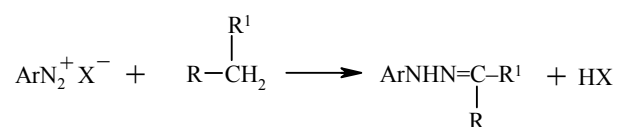
М.-Г. А. Швехгеймер, О. А. Ушакова, В. В. Нестеров<sup>а</sup>,  
М. Ю. Антипин<sup>а</sup>

**РЕАКЦИЯ 1-АРИЛ-3-МЕТИЛПИРАЗОЛ-5-ОНОВ  
С БИСУЛЬФАТАМИ 2-ЦИАНОАРИЛДИАЗОНИЕВ**

Бисульфаты 2-цианоарилдiazониев, полученные действием нитрозилсерной кислоты на 3-гидразоны изатина и его 5-бром- или 5-нитропроизводные, введены в сочетание с 1-арил-3-метилпиразол-5-онами и синтезированы 4-арилгидразоны 1-арил-3-метилпиразол-4,5-дионов. На основании данных спектров ИК, УФ и ЯМР <sup>1</sup>H, а также РСА установлено, что продукты сочетания существуют в гидразонной форме, стабилизированной ВМВС.

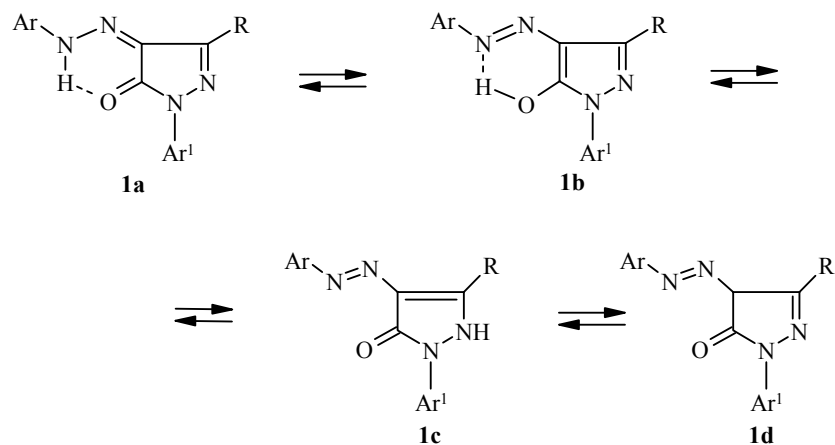
**Ключевые слова:** 4-арилгидразоны 1-арил-3-метилпиразол-4,5-дионов, 1-арил-3-метилпиразол-5-оны, бисульфаты 2-цианоарилдiazониев, реакция сочетания.

Соли арилдiazониев легко реагируют с соединениями, содержащими активированную метиленовую группу, с образованием арилгидrazонов.



Из гетероциклических соединений с активированной группой CH<sub>2</sub>, способных вступать в реакцию сочетания с солями арилдiazониев, одними из наиболее изученных являются 1-арил-3-R-пиразол-5-оны [1].

Продукты сочетания солей арилдiazониев с 1-арил-3-R-пиразол-5-онами могут существовать в виде четырех таутомерных форм **1a–d**. Из этих четырех структур предпочтение следует отдать структурам **1a** и **1b**, стабилизированным ВМВС.

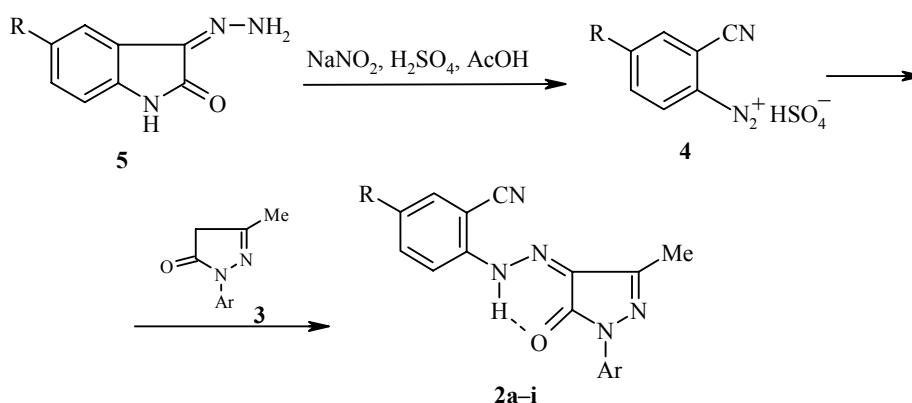


Использование физико-химических методов исследования для установления строения органических соединений позволило строго и однозначно определить, в какой таутомерной форме существуют продукты сочетания солей арилдiazониев с 1-арил-3-R-пиразол-5-онами.

Данными спектроскопии ЯМР  $^{15}\text{N}$  и  $^{13}\text{C}$  [2], а также PCA [3–8] установлено, что эти продукты сочетания, как правило, существуют в таутомерной форме **1a**.

До нашей работы в литературе отсутствовали сведения о синтезе и установлении строения соединений **1**, в которых радикалом Ar был бы фенил, содержащий в *орто*-положении к группировке  $-\text{NH}-\text{N}=\text{C}\equiv\text{N}$  сильную электроноакцепторную группу CN. В то же время, наличие такой группы в сопряжении с остальной частью молекулы могло повлиять на таутомерное равновесие.

В настоящей работе нами синтезированы 4-арилгидразоны 1-арил-3-метилпиразол-4,5-дионов **2** реакцией сочетания 1-арил-3-метилпиразол-5-онов **3** с бисульфатами 2-цианофенилдiazониев **4**. Последние были получены обработкой 3-гидразонов изатина и его 5-бром- или 5-нитро-производных **5** нитрозилсерной кислотой по разработанной нами методике [9].



**2 a** R = H, Ar = Ph; **b** R = H, Ar = 4-HO<sub>3</sub>SC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; **c** R = Br, Ar = Ph; **d** R = H, Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; **e** R = Br, Ar = 4-HO<sub>3</sub>SC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; **f** R = NO<sub>2</sub>, Ar = Ph; **g** R = NO<sub>2</sub>, Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; **h** R = NO<sub>2</sub>, Ar = 4-HO<sub>3</sub>SC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; **i** R = Br, Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>

Сочетание бисульфатов **4** с 1-арил-3-метилпиразол-5-онами **3** протекает легко, уже при обычной температуре в водно-спиртовой среде с выходами 43–94% образуются соответствующие гидразоны **2**. Анализ спектров ЯМР  $^1\text{H}$  соединений **2a,b** и **2c** дает основание утверждать, что эти соединения в растворе ДМСО находятся в гидразонной форме.

Для однозначного установления строения продуктов сочетания бисульфатов арилдiazониев **4** с 1-арил-3-метилпиразол-5-онами **3** было осуществлено рентгеноструктурное исследование гидразонов **2a** и **2b**. На (рис. 1 и 2). Длины связей и валентные углы для соединений **2a** и **2b** приведены в табл. 1, 2.

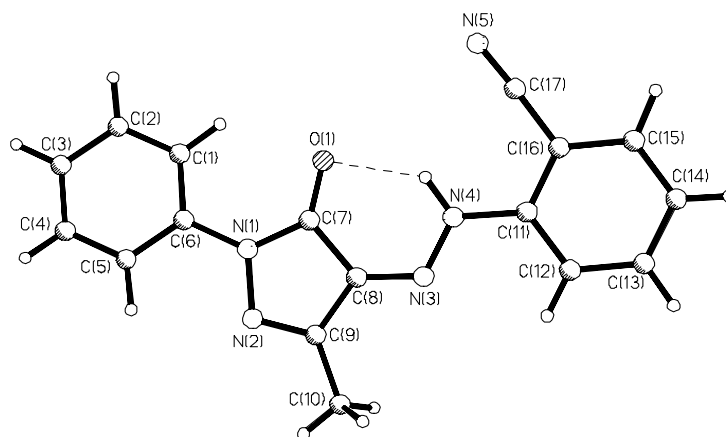


Рис. 1. Общий вид молекулы **2a** (пунктиром показана ВМВС)

Кристаллы молекулы изученных соединений **2** существуют в гидразонной таутомерной форме. Пиразольный цикл плоский (плоскость выполняется с точностью  $\pm 0.003 \text{ \AA}$  для соединений **2a** и **2b**), заместители практически копланарны этой плоскости. Двугранные углы между плоскостью пиразолонной и плоскостями бензольных колец: C(1)–C(2)–C(3)–C(5)–C(6)–C(7) и C(12)–C(13)–C(14)–C(15)–C(16)–C(17) соединения **2a** равны, соответственно,  $167.3$  и  $173.9^\circ$ ; соединения **2b** –  $162.0$  и  $168.5^\circ$ .

В молекулах изученных соединений обнаружены ВМВС O(1)...N(4), с параметрами: O(1)...N(4)  $2.768(2)$ , O(1)...HN(4)  $2.02(2)$ , N(4)–H  $0.96(2) \text{ \AA}$ , угол N(4)–H...O(1)  $134(1)^\circ$  для соединения **2a**; O(1)...N(4)  $2.757(2)$ , O(1)...HN(4)  $2.03(2)$ , N(4)–H  $0.93(2) \text{ \AA}$ , угол N(4)–H...O(1)  $133(1)^\circ$  для соединения **2b**. Отметим, что эти водородные связи замыкают в молекулах практически плоские шестичленные циклы. Остальные геометрические параметры в исследованных молекулах имеют обычные значения [10].

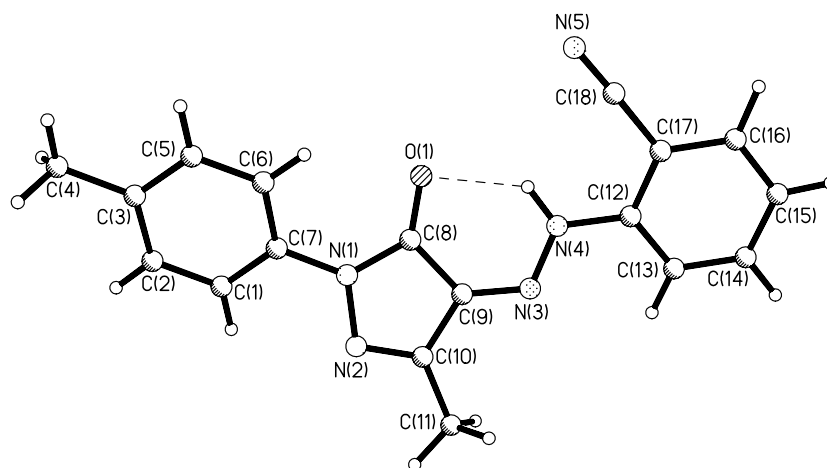


Рис. 2. Общий вид молекулы **2b** (пунктиром показана ВМВС)

Длины связей ( $d$ ) в структурах соединений 2а и 2б

Связь	$d, \text{Å}$		Связь	$d, \text{Å}$	
	2а	2б		2а	2б
O(1)–C(8)	1.239(2)	1.232(2)	C(3)–C(4)	–	1.499(2)
N(1)–C(8)	1.379(2)	1.370(2)	C(5)–C(6)	1.393(3)	1.386(2)
N(1)–C(7)	1.421(2)	1.418(2)	C(6)–C(7)	1.394(3)	1.389(2)
N(1)–N(2)	1.431(2)	1.411(2)	C(8)–C(9)	1.470(3)	1.464(2)
N(2)–C(10)	1.305(2)	1.296(2)	C(9)–C(10)	1.443(2)	1.439(2)
N(3)–C(9)	1.312(2)	1.303(2)	C(10)–C(11)	1.485(3)	1.483(2)
N(3)–N(4)	1.321(2)	1.315(2)	C(12)–C(13)	1.402(3)	1.394(2)
N(4)–C(12)	1.405(2)	1.396(2)	C(12)–C(17)	1.404(2)	1.395(2)
N(5)–C(18)	1.154(2)	1.146(2)	C(13)–C(14)	1.380(3)	1.377(2)
C(1)–C(2)	1.387(3)	1.383(2)	C(14)–C(15)	1.393(3)	1.387(2)
C(1)–C(7)	1.393(3)	1.389(2)	C(15)–C(16)	1.381(3)	1.384(2)
C(2)–C(3)	1.388(3)	1.394(2)	C(16)–C(17)	1.404(3)	1.395(2)
C(3)–C(5)	1.398(3)	1.389(2)	C(17)–C(18)	1.438(3)	1.442(2)

Валентные углы ( $\omega$ ) в структурах соединений 2а и 2б

Угол	$\omega, \text{град.}$		Угол	$\omega, \text{град.}$	
	2а	2б		2а	2б
C(8)–N(1)–C(7)	130.4(2)	28.9(1)	N(1)–C(8)–C(9)	104.0(2)	103.8(1)
C(8)–N(1)–N(2)	111.5(1)	112.2(1)	N(3)–C(9)–C(10)	125.9(2)	126.0(2)
C(7)–N(1)–N(2)	118.1(1)	118.9(1)	N(3)–C(9)–C(8)	127.9(2)	128.2(1)
C(10)–N(2)–N(1)	107.5(1)	107.4(1)	C(10)–C(9)–C(8)	106.3(2)	105.8(1)
C(9)–N(3)–N(4)	117.1(2)	116.6(1)	N(2)–C(10)–C(9)	110.7(2)	110.9(1)
N(3)–N(4)–C(12)	119.8(2)	120.2(1)	N(2)–C(10)–C(11)	122.3(2)	122.5(1)
C(2)–C(1)–C(7)	119.1(2)	119.5(2)	C(9)–C(10)–C(11)	127.0(2)	126.6(2)
C(1)–C(2)–C(3)	121.2(2)	121.6(2)	C(13)–C(12)–C(17)	119.1(2)	119.5(2)
C(2)–C(3)–C(5)	119.3(2)	117.6(2)	C(13)–C(12)–N(4)	121.6(2)	121.5(2)
C(5)–C(3)–C(4)	–	120.8(2)	C(17)–C(12)–N(4)	119.3(2)	119.0(2)
C(2)–C(3)–C(4)	–	121.7(2)	C(14)–C(13)–C(12)	119.7(2)	119.5(1)
C(6)–C(5)–C(3)	120.3(2)	121.9(2)	C(13)–C(14)–C(15)	121.2(2)	121.2(2)
C(5)–C(6)–C(7)	119.5(2)	119.3(2)	C(16)–C(15)–C(14)	119.9(2)	119.9(2)
C(1)–C(7)–C(6)	120.7(2)	120.1(2)	C(15)–C(16)–C(17)	19.6(2)	119.3(2)
C(1)–C(7)–N(1)	119.4(2)	119.5(1)	C(12)–C(17)–C(16)	120.4(2)	120.5(2)
C(6)–C(7)–N(1)	119.9(2)	120.4(2)	C(12)–C(17)–C(18)	119.0(2)	119.4(1)
O(1)–C(8)–N(1)	128.6(2)	128.6(2)	C(16)–C(17)–C(18)	120.5(2)	120.0(1)
O(1)–C(8)–C(9)	127.4(2)	127.7(1)	N(5)–C(18)–C(17)	177.0(2)	178.2(2)

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры регистрировали на спектрометре Specord M-80 (табл. KBr), УФ спектры – на спектрофотометре Uvidek-610 в спиртовых растворах. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  получали на приборе Bruker AM-300 (300 МГц) в растворах  $\text{DMCO-d}_6\text{-CCl}_4$  в качестве внутреннего стандарта.

**Рентгеноструктурные исследования соединений 2а и 2б.** Эксперименты проведены при  $-163\text{ }^\circ\text{C}$  на дифрактометре SMART 1000 CCD ( $\lambda$  ( $\text{MoK}_\alpha$ ) =  $0.71073\text{ \AA}$ , графитовый монохроматор,  $\omega$ -сканирование с шагом  $0.3^\circ$ , время экспозиции 15 с). Структуры расшифрованы прямым методом, выявившим все неводородные атомы, и уточнены полно-матричным МНК в анизотропном приближении для неводородных атомов. Атомы водорода объективно выявлены разностными Фурье-синтезами и уточнены изотропно. Все расчеты проведены по программам SAINT [11] и SHELXTL-97 [12] (версия PC).

Кристаллы соединения **2а** триклинные, при  $-163\text{ }^\circ\text{C}$ :  $a = 7.372(3)$ ,  $b = 9.720(4)$ ,  $c = 11.193(4)\text{ \AA}$ ,  $\alpha = 108.44(1)$ ,  $\beta = 104.73(1)$ ,  $\gamma = 99.91(1)^\circ$ ,  $V = 708(1)\text{ \AA}^3$ ,  $d_{\text{выч}} = 1.424\text{ г/см}^3$ ,  $Z = 2$ , пространственная группа  $P1$ . Окончательные значения факторов расходимости  $R_1 = 0.059$  по 2236 отражениям с  $I > 2\sigma$  и  $R_w = 0.1692$  по 4110 отражениям.

Кристаллы соединения **2б** триклинные, при  $-163\text{ }^\circ\text{C}$ :  $a = 7.490(2)$ ,  $b = 10.574(3)$ ,  $c = 10.657(3)\text{ \AA}$ ,  $\alpha = 109.04(1)$ ,  $\beta = 102.97(1)$ ,  $\gamma = 101.46(1)^\circ$ ,  $V = 743(1)\text{ \AA}^3$ ,  $d_{\text{выч}} = 1.419\text{ г/см}^3$ ,  $Z = 2$ , пространственная группа  $P1$ . Окончательные значения факторов расходимости  $R_1 = 0.058$  по 2455 отражениям с  $I > 2\sigma$  и  $R_w = 0.2203$  по 4326 отражениям.

**4-(2-Цианофенил)гидразон 3-метил-1-фенилпиразол-4,5-диона (2а).** К 2.5 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  охлажденной до  $0\text{--}5\text{ }^\circ\text{C}$  постепенно при перемешивании прибавляют 1.4 г (0.02 моль) мелкоизмельченного нитрита натрия в течение 30 мин. Затем постепенно в течение 15 мин к образовавшейся нитрилизсерной кислоте прибавляют 1 г (0.0062 моль) 3-гидразона изатина **5** ( $R = \text{H}$ ), периодически добавляя 8 мл ледяной уксусной кислоты. Образовавшуюся смесь перемешивают 30 мин при температуре  $5\text{--}10\text{ }^\circ\text{C}$  и выливают в смесь 50 мл воды и 50 г льда. К полученной суспензии при перемешивании и комнатной температуре постепенно прибавляют охлажденный до  $5\text{ }^\circ\text{C}$  раствор 1.1 г (0.0063 моль) 1-фенил-3-метилпиразол-5-она в 10 мл спирта. Реакционную массу перемешивают 1 ч при  $20\text{ }^\circ\text{C}$ . Выпавший осадок отфильтровывают, трижды промывают на фильтре водой и перекристаллизовывают из смеси спирт–ДМФА. Получают 0.8 г (42.6%) арилгидразона **2а** с т. пл.  $225\text{--}226\text{ }^\circ\text{C}$ . ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 2220 (CN), 1610 (N=N=C), 1720 (CO). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 205.6 (1.92), 247.6 (1.94), 380.8 (1.91). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д.: 2.35 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 7.18–7.46 (5H, м,  $\text{C}_6\text{H}_5$ ); 7.72–7.85 (4H, м,  $\text{C}_6\text{H}_4$ ); 13.58 (1H, с, NH). Найдено, %: C 67.14; H 4.21; N 22.71.  $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}$ . Вычислено, %: C 67.31; H 4.32; N 23.09.

Аналогично получают другие арилгидразоны **2** из соответствующих солей **4** и 1-арил-3-метилпиразол-5-онов **3**.

**4-(2-Цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-сульфофенил)пиразол-4,5-диона (2б).** Выход 63%, т. пл.  $331\text{ }^\circ\text{C}$  (из воды). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 2230 (CN), 1605 (N=N=C), 1665 (CO), 1345, 1120 ( $\text{SO}_2\text{OH}$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 205.2 (1.84), 250.0 (1.55), 385.6 (1.62). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д.: 2.35 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 7.30–7.53 (4H,  $\text{C}_6\text{H}_4\text{-o}$ ); 7.72–7.92 (4H,  $\text{C}_6\text{H}_4\text{-p}$ ); 8.22 (1H, с,  $\text{SO}_3\text{H}$ ); 13.60 (1H, с, NH). Найдено, %: C 53.12; H 3.16; N 18.32.  $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}$ . Вычислено, %: C 53.25; H 3.42; N 18.36.

**4-(4-Бром-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-фенилпиразол-4,5-диона (2с).** Выход 51%, т. пл.  $232\text{ }^\circ\text{C}$  (из смеси спирт–ДМФА). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 2224 (CN), 1625 (N=N=C), 1720 (CO). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 206 (1.78), 246.8 (1.72), 385.6 (1.73). Найдено, %: C 53.12; H 3.16; N 18.32.  $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{BrN}_5\text{O}$ . Вычислено, %: C 53.42; H 3.16; N 18.32.

**4-(2-Цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-толил)пиразол-4,5-диона (2д).** Выход 86%, т. пл.  $234\text{ }^\circ\text{C}$  (из смеси спирт–ДМФА). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 2230 (CN), 1605 (N=N=C), 1670 (CO). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 205.6 (1.84), 246.8 (1.76), 381.2 (1.69). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д.: 2.33 и 2.34 (3H, с,  $\text{CH}_3$  и 3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 7.20–7.88 (8H, м,  $\text{C}_6\text{H}_4\text{-}$  и  $\text{C}_6\text{H}_4\text{-o}$ ); 13.64 (1H, с, NH). Найдено, %: C 69.38; H 4.48; N 22.34.  $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}$ . Вычислено, %: C 68.12; H 4.76; N 22.07.

**4-(4-Бром-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-сульфофенил)пиразол-4,5-диона (2е).** Выход 74%, т. пл.  $341\text{ }^\circ\text{C}$  (из смеси спирт–вода). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 2240 (CN), 1615 (N=N=C), 1665 (CO), 1335, 1115 ( $\text{SO}_2\text{OH}$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 206.8 (1.67), 250.4 (1.28), 394.0 (1.39). Найдено, %: C 44.37; H 2.42; N 15.48.  $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{BrN}_5\text{O}_4\text{S}$ . Вычислено,

%; С 44.16; Н 2.61; N 15.15.

**4-(4-Нитро-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-фенилпиразол-4,5-диона (2f).**

Выход 69%, т. пл. 275 °С (из смеси спирт–ДМФА). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2228 (CN), 1615 (N=N=C), 1735 (CO), 1365, 1540 ( $\text{NO}_2$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 204.4 (1.59), 246.4 (1.58), 393.6 (1.59). Найдено, %: С 59.03; Н 3.15; N 23.78.  $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{N}_6\text{O}_3$ . Вычислено, %: С 58.62; Н 3.47; N 24.13.

**4-(4-Нитро-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-толил)пиразол-4,5-диона (2g).**

Выход 83%, т. пл. 280 °С (из смеси спирт–ДМФА). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2234 (CN), 1620 (N=N=C), 1705 (CO), 1340, 1515 ( $\text{NO}_2$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 206.0 (1.73), 244.4 (1.68), 394.2 (1.28). Найдено, %: С 59.54; Н 4.25; N 23.47.  $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_6\text{O}_3$ . Вычислено, %: С 59.66; Н 3.89; N 23.19.

**4-(4-Нитро-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-сульфофенил)пиразол-4,5-диона (2h).**

Выход 72%, т. пл. 369 °С (из смеси спирт–вода). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2235 (CN), 1625 (N=N=C), 1660 (CO), 1330, 1125 ( $\text{SO}_2\text{OH}$ ), 1370, 1520 ( $\text{NO}_2$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 205.2 (1.76), 301.2 (1.41), 400.0 (0.91). Найдено, %: С 47.28; Н 2.98; N 19.09.  $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{N}_6\text{O}_6\text{S}$ . Вычислено, %: С 47.66; Н 2.82; N 19.61.

**4-(4-Бром-2-цианофенил)гидразон 3-метил-1-(*n*-толил)пиразол-4,5-диона (2i).**

Выход 94%, т. пл. 243 °С (из смеси спирт–ДМФА). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 2232 (CN), 1620 (N=N=C), 1660 (CO). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 208.8 (1.84), 247.2 (1.78), 385.2 (1.64). Найдено, %: С 54.18; Н 3.42; N 17.18.  $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{O}$ . Вычислено, %: С 54.56; Н 3.56; N 17.67.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 00-15-97359 и № 99-07-90133).*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С. М. Пармертер, в кн. *Органические реакции*, Изд-во иностр. лит., Москва, 1963, **10**, 7.
2. A. Luska, H. Mustroth, *J. Prakt. Chem.*, **331**, 11 (1989).
3. J. R. Jones, A. J. Ruan, S. Sternhell, S. E. Wright, *Tetrahedron*, **19**, 1497 (1960).
4. W. Pelz, W. Pushel, H. Schellenberger, K. Loffer, *Angew. Chem.*, **72**, 967 (1960).
5. J. Ilgnero, R. Jacgner, G. Farrago, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 2990 (1966).
6. F. A. Snavely, C. H. Joder, *J. Org. Chem.*, **33**, 513 (1968).
7. Б. Е. Зайцев, В. А. Зайцева, А. К. Молодкин, Е. С. Образцова, *Журн. неорган. химии*, **24**, 127 (1979).
8. Л. Т. Кузьмина, Л. П. Григорьева, Ю. Т. Стручков, З. И. Ежкова, Б. Е. Зайцев, В. А. Зайцева, П. П. Пронькин, *ХТС*, 816 (1985).
9. М.-Г. А. Швехгеймер, О. А. Морева, Т. И. Яковенко, *ДАН*, **360**, 206 (1999).
10. F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, L. Brammer, A. G. Orpen, R. J. Taylor, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, 1987, S1.
11. SMART V5.051 and SAINT V5.00, Area detector control and integration software, 1998, Bruker AXS Inc., Madison, WI-53719, USA.
12. G. M. Sheldrick, *SHELXTL-97 V5.10*, 1997, Bruker AXS Inc., Madison, WI-53719, USA.

Московский государственный текстильный  
университет им. А. Н. Косыгина,  
Москва 117918, Россия  
e-mail: office@msta.ac.ru

Поступило в редакцию 13.09.2001.  
После доработки 03.02.2004

<sup>a</sup>Институт элементоорганических  
соединений им. А. Н. Несмеянова РАН,  
Москва 117813  
e-mail: xray@xray.ineos.ac.ru

