

В. В. Соколов^{1*}, А. Ю. Иванов¹, М. С. Авдонцева¹, А. А. Золотарев¹

СТЕРЕОХИМИЯ И СПЕКТРЫ ЯМР НЕКОТОРЫХ
ТРИЦИКЛИЧЕСКИХ КОНДЕНСИРОВАННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ
ТИАЗОЛИДИНА С УЗЛОВЫМ АТОМОМ АЗОТА

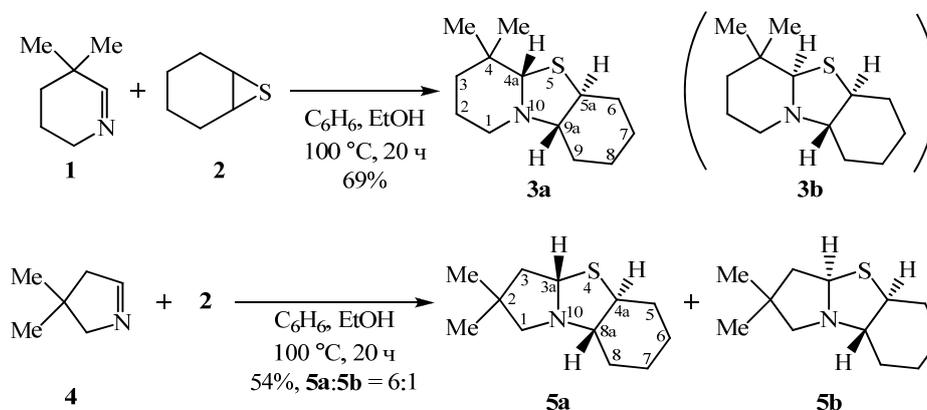
Методами рентгеноструктурного анализа и спектроскопии ЯМР определена конфигурация ряда трициклических конденсированных тиазолидинов с узловым атомом азота, для которых ранее в литературе были приведены ошибочные данные.

Ключевые слова: декагидро-1*H*-пиридо[2,1-*b*]бензотиазолы, декагидропирроло[2,1-*b*]бензотиазолы, декагидротиазоло[2,3-*j*]хинолин, октагидротиазоло[3,2-*a*]циклопента[*b*]пиридин, рентгеноструктурный анализ, спектроскопия ЯМР.

Присоединение тиранов по двойной связи C=N азометинов – удобный способ получения тиазолидинов [1, 2]. Механизм данной реакции включает стадию нуклеофильного раскрытия тирана имином или α-этоксимином (в случае присутствия этанола в реакционной смеси) и сопровождается обращением конфигурации атакующего атома углерода тирана [2]. Этот метод синтеза тиазолидинов особенно эффективен в случае использования циклических иминов, поскольку открывает простую возможность синтеза бициклических конденсированных производных с атомом азота в узловом положении или аналогов с большим числом циклов [1, 3, 4].

При участии в реакции иминов и/или тиранов с диастереотопными сторонами возможно образование диастереомеров, причём именно для циклических иминов часто наблюдается высокая диастереоселективность, во многих случаях значения *de* приближаются к 100%, однако определение конфигурации основного или единственного диастереомера представляет собой сложную задачу [3, 5], которую в ряде случаев вообще не удалось решить [1].

Так, ещё около 30 лет тому назад мы установили, что при взаимодействии иминов **1** и **4** с циклогексенсульфидом (**2**) образуются трициклические производные тиазолидина **3** и **5** с удовлетворительными выходами [3].



В ходе этих реакций возникают сразу три асимметрических атома углерода, однако с учётом механизма взаимодействия, предполагающего обращение конфигурации одного из атомов углерода тириана **2**, углеродные атомы водорода циклогексанового фрагмента по необходимости должны иметь *транс*-ориентацию, что ограничивает пространственное строение продуктов **3** и **5** всего двумя представленными на схеме диастереомерами.

Располагая в то время лишь спектрометром ЯМР с рабочей частотой 100 МГц на ядрах ^1H , мы заключили, что продукты **3** и **5** образуются в виде только одного из двух возможных диастереомеров. Однако экспериментально определить относительную конфигурацию стереогенных центров этих соединений путём измерений ядерного эффекта Оверхаузера (ЯЭО) для соединения **3** нам тогда не удалось. Поэтому, опираясь на представления о механизме присоединения тирианов по двойной связи $\text{C}=\text{N}$, предполагающем согласованное действие термодинамических и кинетических факторов, в частности присоединение на заключительной стадии тиольной функции к менее затруднённой стороне иммониевого фрагмента [2], на основании анализа моделей Драйдинга мы предположили для продуктов конфигурации **3b** и **5b** соответственно.

В настоящее время, получив в распоряжение более мощный арсенал инструментов, мы вернулись к проблеме установления пространственного строения продуктов этих реакций. Прежде всего, из спектров ЯМР, полученных на приборе с рабочей частотой 400 МГц на ядрах ^1H , следует, что соединение **3** действительно представляет собой единственный изомер, но продукт **5** получается в виде смеси эпимеров в соотношении примерно 6:1 с довольно близкими химическими сдвигами характеристичных протонов (что и послужило ранее причиной "потери" минорного изомера).

Помимо рутинных спектров ЯМР ^1H и ^{13}C , соединения **3** и **5** охарактеризованы спектрами 1D TOCSY, 1D NOESY и 2D HSQC (сопроводительные материалы), что позволило надёжно идентифицировать наиболее информативные сигналы. По спектру 2D HSQC 4,4-диметилдекагидро-1*H*-пиридо[2,1-*b*]бензотиазола (**3**) видно, что в его спектре ЯМР ^1H самым слабопольным мультиплетным сигналом является сигнал экваториального протона 1- CH_α (3.05 м. д.), а не аксиального протона 9а- CH , как ошибочно предполагалось ранее. Как известно, для насыщенных шестичленных азотистых гетероциклов при сильном преобладании одного конформера с аксиальной ориентацией неподелённой электронной пары азота характерно большое (порядка 1 м. д.) различие химических сдвигов протонов соседней с этим атомом метиленовой группы в эндо- или экзоциклическом положении, причём вследствие $n\sigma^*$ -взаимодействий более сильнопольным оказывается сигнал аксиального протона [6]. По этой причине протон 9а- CH оказывается аномально экранированным (1.97 м. д.), в то время как аксиальный протон 5а- CH (2.86 м. д.), наоборот, весьма сильно дезэкранирован. В противоположность этой крайне неочевидной последовательности сигналов в спектре ЯМР ^1H , в спектре ЯМР ^{13}C соединения **3** сигналы атомов С-1, С-5а и С-9а со сдвигами 49.2, 49.4 и 73.3 м. д. находятся на своих "нормальных" местах. Именно на большом различии химических сдвигов последних двух сигналов и базируется надёжное отнесение сигналов соответствующих протонов в спектре ЯМР ^1H . Эксперименты 1D NOESY и 2D HSQC-NOESY [7] (последний дал возможность наблюдать ЯЭО на синглетном сигнале протона 4а- CH (3.52 м. д.) от протона 9а- CH , чего нельзя увидеть непосредственно, поскольку мультиплет последнего перекрывается с другими, см. сопроводительные

материалы) позволили однозначно определить, что данное соединение представляет собой (4 α ,5 β ,9 α)-изомер **3a**, а не постулированный ранее (4 α ,5 α ,9 β)-изомер **3b**. Сигналы атомов углерода метильных групп, а также некоторых атомов углерода пиперидинового цикла заметно уширены, что свидетельствует о довольно медленной инверсии атома азота. В спектре ЯМР ^1H уширение линий наблюдается только на синглетном сигнале 4a-CH.

Конфигурация соединения **3a** дополнительно подтверждена результатами рентгеноструктурного анализа (РСА). Поскольку это соединение хотя и твёрдое, но низкоплавкое (т. пл. 37–38 °С) и хорошо растворимое во всех обычных органических растворителях, РСА был выполнен для его пикрата (рис. 1, таблица). Видно, что катион **3a** существует в кристалле в (4 α ,5 β ,9 α ,10 β)-конфигурации с *транс*-сочленением пиперидинового и тиазолидинового колец. Судя по большой разнице химических сдвигов протонов 1-CH α и 1-CH β в спектре ^1H ЯМР, аналогичный конформер доминирует и в растворе основания в CDCl_3 .

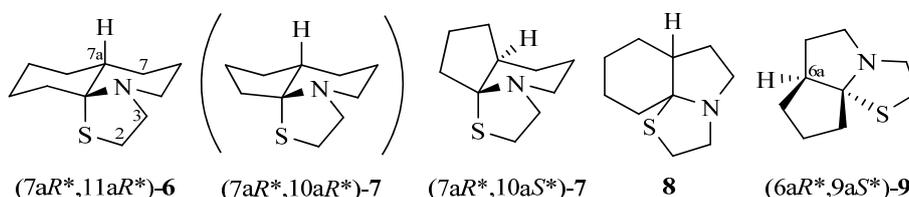
Следует отметить, что данные РСА конденсированных производных тиазолидина с узловым атомом азота "аминного" типа в литературе отсутствуют. Аналогами в определённой степени можно считать производные пенама с уплощённо-пирамидальным атомом азота "амидного" типа [8].

Основные кристаллографические данные
и параметры уточнения пикратов соединений **3a**, **5a/b** и **7**

| Параметр | 3a | 5a/b | 7 |
|--|--|--|--|
| Брутто-формула | $\text{C}_{13}\text{H}_{23}\text{NS}\cdot\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ | $\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{NS}\cdot\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ | $\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{NS}\cdot\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ |
| <i>M</i> | 454.50 | 440.47 | 412.43 |
| Тип кристалла | Моноклинный | Триклинный | Триклинный |
| Пространственная группа | $P2_1$ | $P\bar{1}$ | $P\bar{1}$ |
| Размеры кристалла, мм | 0.15×0.12×0.09 | 0.23×0.16×0.09 | 0.18×0.15×0.13 |
| <i>T</i> , К | 100(2) | 293(2) | 100(2) |
| <i>a</i> , Å | 10.4579(2) | 13.2483(6) | 8.0525(2) |
| <i>b</i> , Å | 13.3052(3) | 13.6459(5) | 12.3752(3) |
| <i>c</i> , Å | 22.9118(5) | 14.3066(6) | 17.8263(5) |
| α , град. | 90 | 99.064(3) | 90.339(2) |
| β , град. | 98.5131(19) | 98.5131(19) | 90.519(2) |
| γ , град. | 90 | 116.977(4) | 96.988(2) |
| <i>V</i> , Å ³ | 3152.93(11) | 2006.23(15) | 1763.10(8) |
| ρ , г/см ³ | 1.436 | 1.458 | 1.554 |
| <i>Z</i> | 6 | 4 | 4 |
| <i>F</i> (000) | 1440 | 928 | 864 |
| μ , мм ⁻¹ | 1.811 | 1.879 | 2.097 |
| Всего отражений | 36443 | 19839 | 22230 |
| 2 θ , град. | 7.7–145 | 7.1–140 | 7.2–135 |
| Независимых отражений | 12297 | 7522 | 5899 |
| <i>R</i> _{int} | 0.0426 | 0.0247 | 0.0167 |
| <i>R</i> ₁ (<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)) | 0.0532 | 0.0603 | 0.0504 |
| <i>wR</i> ₂ (все данные) | 0.1437 | 0.1655 | 0.1285 |
| Уточнённых параметров | 844 | 545 | 505 |
| <i>GOOF</i> | 1.031 | 1.046 | 1.019 |
| Максимум и минимум остаточной электронной плотности, е·Å ⁻³ | 1.177 и -0.624 | 2.57 и -0.50 | 1.30 и -0.59 |

Хотя данные РСА оказались бесполезными для отнесения конфигурации основного и минорного диастереомеров **5**, однако они позволили получить данные о геометрии катионов обоих эпимеров одновременно – подобное, по-видимому, представляет собой большую редкость. Видно, что для обоих катионов реализуется конфигурация с *цис*-сочленением пирролидинового и тиазолидинового колец, которое гораздо выгоднее в системе бицикло-[3.3.0]октана и его гетероаналогов из-за значительно большего углового напряжения в случае *транс*-сочленения.

Аналогичные стереохимические проблемы возникли для соединений **6–9** с общим для всех трёх циклов атомом углерода, синтезированных ранее из соответствующих бициклических иминов со связью C=N в узловом положении (или их эквивалентов – аминодиоксоланов, в три стадии) и тирана [5]. Эти соединения охарактеризованы ранее спектрами ЯМР ^1H , которые весьма сложны, и ЯМР ^{13}C .



Независимо от варианта синтеза, соединения **6**, **7** и **9** получаются в виде единственных диастереомеров, а соединение **8** – в виде смеси эпимеров в соотношении 4:1, где определить конфигурацию основного эпимера не удалось. Конфигурации соединений **6** и **9** были установлены методом ЯМР из значений вицинальных констант спин-спинового взаимодействия (КССВ) углового протона 7a-CH (соединение **6**: $\delta = 1.73$ м. д. (т. т, $J = 12.3$ и $J = 3.0$ Гц)) и 6a-CH (соединение **9**: $\delta = 2.86$ м. д. (уш. к, $J = 8.7$ Гц)); химические сдвиги этих протонов определены предварительно из спектров 2D CH-корреляции [5]. Для соединения **9** нужный сигнал наблюдался изолированно ([5], рис.), в то время как для аналога **6** он в значительной степени перекрыт, поэтому вывод о структуре этого мультиплета пришлось делать по его части. В настоящей работе сигнал протона 7a-CH соединения **6** удалось наблюдать при помощи эксперимента 1D HSQC (см. сопроводительные материалы). Из значений констант спин-спинового взаимодействия следует аксиальная ориентация углового атома водорода в обоих шестичленных циклах, соответствующая их энталпийно предпочтительному *транс*-сочленению и $(7aR^*, 11aR^*)$ -конфигурации **6**. В случае соединения **9**, где явно выгоднее *цис*-сочленение пирролидинового кольца с каждым из остальных, ситуация иная, и оно имеет $(6aR^*, 9aS^*)$ -конфигурацию [5].

Для соединения **7** определить конфигурацию на основании значений КССВ углового протона не удалось из-за перекрытия мультиплетного сигнала протона 7a-CH [5]. В настоящей работе нам удалось наблюдать этот сигнал (м, $\delta = 2.30$ м. д.) изолированно при помощи той же техники эксперимента, что и для аналога **6** (см. сопроводительные материалы). Учитывая тот факт, что стереоизомерные гидринданы энергетически почти эквивалентны, мы посчитали, что при переходе от соединения **6** к соединению **7** нет причин для резкой смены стереохимической ситуации, и приписали соединению **7** $(7aR^*, 10aR^*)$ -конфигурацию, аналогичную той, что у соединения **6** [5].

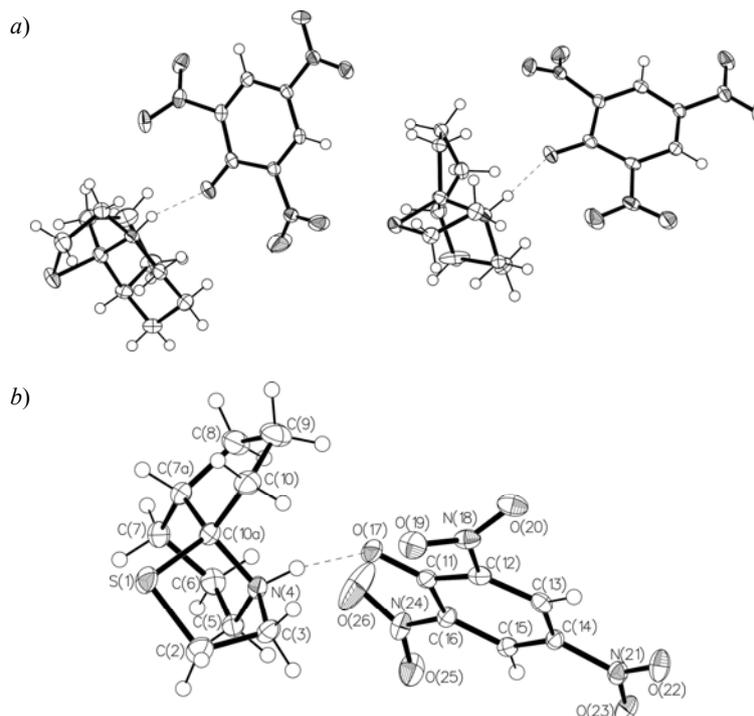


Рис. 3. Элементарная ячейка (а) и структура (б) пикрата (7aR*,10aS*)-октагидротиазоло[3,2-а]циклопента[б]пиридина (7) в кристалле по данным РСА в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью

Однако, к нашему удивлению, РСА пикрата **7** показал, что это соединение имеет (7aR*,10aS*)-конфигурацию (рис. 3, таблица). Рационального объяснения этому у нас нет, тем более, что в этом стереоизомере возникает дополнительный аксиальный углеродный заместитель в пиперидиновом цикле.

Из приведённых результатов следует, что с точки зрения стереохимии реакция присоединения тиранов по двойной связи C=N гораздо сложнее, чем предполагалось ранее, что требует дальнейших исследований конденсированных тиазолидинов, аннелированных в составе полициклических систем с циклами различного размера и типа замещения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исследования ЯМР проведены с использованием оборудования ресурсного центра СПбГУ "Магнитно-резонансные методы исследования". Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C записаны на приборах Bruker Avance III 400 и Bruker Avance III 500 (400 МГц и 500 МГц для ядер ^1H , 100 МГц и 125 МГц для ядер ^{13}C) в CDCl_3 с использованием в качестве внутреннего стандарта в спектрах ЯМР ^1H сигнала остаточных протонов (7.26 м. д.), а в спектрах ЯМР ^{13}C – сигнала атома углерода растворителя (77.0 м. д.). Время смешения NOESY – 700 мс

Синтез и свойства соединений **3a** и **5a/b** [3], а также **7–9** [5] и их пикратов описаны ранее.

(4a α ,5a β ,9a α)-4,4-Диметилдекагидро-1H-пиридо[2,1-b]бензотиазол (3a). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (J , Гц): 0.92 (3H, с, α -CH₃); 1.05 (3H, с, β -CH₃); 1.20 (1H, т. д., $J = 12.6$, $J = 3.3$, 3-CH α H β); 1.25–1.45 (4H, м); 1.50–1.75 (3H, м); 1.78–1.86 (2H, м); 1.95 (1H, т. д., $J = 10.4$, $J = 3.2$, 1-CH α H β); 1.97 (1H, м, 9a-CH); 1.99 (1H, м), 2.09 (1H,

м), 2.86 (1H, м, 5a-CH); 3.05 (1H, м, 1-CH α H β); 3.52 (1H, уш. с, 4a-CH). Спектр ЯМР ^{13}C (100 МГц), δ , м. д.: 20.2 (уш, β -CH $_3$); 21.8 (2-C); 24.1 (CH $_2$); 26.2 (CH $_2$); 29.3 (уш, α -CH $_3$); 29.4 (CH $_2$); 31.2 (CH $_2$); 33.9 (C-4); 38.4 (уш, C-3); 49.2 (уш, C-1); 49.4 (C-5a); 73.3 (C-9a); 80.8 (C-4a).

(3a α ,4a β ,8a α)-2,2-Диметилдекагидропирроло[2,1-*b*]бензотиазол (5a). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.12 (3H, с, β -CH $_3$); 1.15 (3H, с, α -CH $_3$); 1.25–1.45 (4H, м); 1.75–1.90 (3H, м); 1.96 (1H, д, д, *J* = 13.6, *J* = 3.2, 3-CH α H β); 2.19 (1H, д, д, *J* = 13.6, *J* = 7.2, 3-CH α H β); 2.40 (1H, м); 2.54 (1H, д, *J* = 8.5, 1-CH α H β); 2.62 (1H, д, *J* = 8.5, 1-CH α H β); 2.62 (1H, т, д, *J* = 10.0, *J* = 3.0, 8a-CH); 3.21 (1H, т, д, *J* = 10.2, *J* = 3.0, 4a-CH); 5.04 (1H, д, д, *J* = 7.2, *J* = 3.2, 3a-CH). Спектр ЯМР ^{13}C (125 МГц), δ , м. д.: 25.4 (CH $_2$); 26.3 (CH $_2$); 28.2 (β -CH $_3$); 29.4 (α -CH $_3$); 29.6 (CH $_2$); 31.5 (CH $_2$); 39.5 (C-2); 48.5 (C-3); 49.1 (C-4a); 59.4 (C-1); 73.1 (C-8a); 74.0 (C-3a).

(3a α ,4a α ,8a β)-Диметил-2,2-декагидропирроло[2,1-*b*]бензотиазол (5b). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.14 (3H, с, CH $_3$); 1.15 (3H, с, CH $_3$); 1.20–1.45 (4H, м); 1.51 (1H, к, д, *J* = 12.2, *J* = 3.3); 1.77 (1H, д, д, *J* = 12.2, *J* = 8.8, 3-CH α H β); 1.82 (1H, м), 1.90 (1H, м) и 1.98 (1H, д, д, *J* = 12.0, *J* = 6.1, 3-CH α H β); 2.11 (1H, м); 2.43 (1H, д, *J* = 9.0, 1-CH α H β); 2.46 (1H, м, 8a-CH); 2.94 (1H, д, *J* = 9.0, 1-CH α H β); 3.26 (1H, м, 4a-CH); 5.01 (1H, д, д, *J* = 8.8, *J* = 6.1, 3a-CH). Спектр ЯМР ^{13}C (100 МГц), δ , м. д.: 24.6 (CH $_2$); 25.7 (CH $_2$); 27.3 (CH $_3$); 27.4 (CH $_3$); 30.3 (CH $_2$); 32.0 (CH $_2$); 37.5 (C-2); 43.5 (C-3); 55.6 (C-4a); 67.2 (C-1); 73.1 (C-8a); 77.5 (C-3a).

(7aR*,11aR*)-Декагидро[1,3]тиазоло[2,3-*j*]хинолин (6). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.11 (1H, к, д, *J* = 12.8, *J* = 3.5, 7(8)-CH α CH ϵ); 1.25–1.79 (10H, м) и 1.85–1.97 (2H, м, 6,9,8(7),10,11-CH $_2$, 7a-CH, 7(8)-CH α CH ϵ); 2.48–2.57 (1H, м, 5-CH α CH ϵ); 2.57–2.65 (1H, м, 5-CH α CH ϵ); 2.77–2.84 (1H, м, 2-CH α H β); 3.04–3.16 (2H, м, 2-CH α H β , 3-CH α H β); 3.31–3.43 (1H, м, 3-CH α H β). Спектр ^{13}C ЯМР (100 МГц), δ , м. д.: 23.3 (CH $_2$); 25.3 (CH $_2$); 25.6 (CH $_2$); 27.1 (CH $_2$); 27.8 (C-3); 32.5 (C-7(8)); 40.4 (CH $_2$); 43.8 (C-7a); 49.5 (C-5); 54.8 (C-3); 89.4 (C-11a).

(7aR*,10aS*)-Октагидро-5H-[1,3]тиазоло[3,2-*a*]циклопента[*b*]пиридин (7). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.47–1.72 (8H, м, 6,7,9,10-CH $_2$); 1.87–1.95 (1H, м) и 2.05–2.15 (1H, м, 8-CH $_2$); 2.30–2.40 (2H, м, 5-CH α H β , 7a-CH); 2.48–2.56 (1H, м, 5-CH α H β); 2.84–2.93 (1H, м, 2-CH α H β); 3.07–3.28 (3H, м, 2-CH α H β , 3-CH $_2$). Спектр ^{13}C ЯМР (100 МГц), δ , м. д.: 19.8 (CH $_2$); 21.8 (CH $_2$); 22.4 (CH $_2$); 28.2 (CH $_2$); 30.1 (C-2); 40.0 (C-7a); 45.7 (C-8); 48.1 (C-5); 56.8 (C-3); 86.6 (C-10a).

(6aR*,9aS*)-Октагидроциклопента[2,3]пирроло[2,1-*b*]тиазол (9). Спектр ЯМР ^1H (500 МГц), δ , м. д. [5]: 1.48–1.78 (6H, м, 6-CH α H β ,7,8-CH $_2$, 9-CH α H β); 1.87–1.97 (1H, м, 6-CH α H β); 2.06–2.14 (1H, м, 9-CH α H β); 2.56–2.63 (1H, м) и 2.82 (1H, т, *J* = 7.8, 5-CH $_2$); 2.86 (1H, уш. к, *J* = 8.7, 6a-CH); 2.92–3.01 (2H, м, 2-CH $_2$); 3.13–3.18 (1H, м) и 3.54 (1H, д, д, *J* = 12.0, *J* = 6.0, 3-CH $_2$). Спектр ЯМР ^{13}C (50 МГц), δ , м. д. [5]: 25.5 (C-8); 31.6 (C-2); 32.5 (C-6); 32.8 (C-7); 44.2 (C-9); 50.4 (C-6a); 51.9 (C-5); 54.4 (C-3); 94.1 (C-9a).

Рентгеноструктурный анализ пикратов соединений 3a, 5a/b и 7 выполнен в Ресурсном центре "Рентгенодифракционные методы исследования" Санкт-Петербургского государственного университета на монокристалльном дифрактометре Agilent Technologies (Oxford Diffraction) Supernova с CuK α -облучением (λ 1.54184 Å). Кристаллы получены путём медленного испарения растворов пикратов в EtOH. Структуры расшифрованы прямыми методами при помощи программы SHELXS и уточнены при помощи программы SHELXL в программном комплексе OLEX2 [10] полноматричным МНК в анизотропном приближении. Поправка на поглощение введена в программном комплексе CrysAlisPro [11] эмпирически с помощью сферических гармоник, реализованных в алгоритме шкалирования SCALE3 ABSPACK. Атомы водорода включены в уточнение с фиксированными позиционными и температурными параметрами. Полностью данные PCA пикратов соединений **3a**, **5a/b** и **7** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депоненты CCDC 972486, CCDC 972485, CCDC 972484 соответственно).

Файл сопроводительной информации доступен на сайте <http://hgs.osi.lv> и содержит спектры ЯМР соединений **3a**, **5a/b**, **6** и **7**.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. S. W. Pelletier, J. Nowacki, N. V. Mody, *Synth. Commun.*, **9**, 201 (1979).
2. В. В. Соколов, К. А. Оглоблин, А. А. Потехин, *ХГС*, 627 (1982). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **18**, 470 (1982).]
3. А. А. Потехин, В. В. Соколов, К. А. Оглоблин, С. М. Есаков, *ХГС*, 776 (1983). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **19**, 622 (1983).]
4. M. D. Rozwadowska, A. Sulima, *Tetrahedron*, **57**, 3499 (2001).
5. В. В. Соколов, А. А. Потехин, И. В. Овчинникова, В. А. Гиндин, С. Н. Смирнов, *Журн. орган. химии*, **30**, 546 (1994).
6. T. A. Crabb, P. A. Jupp, *Org. Magn. Reson.*, **13**, 63 (1980).
7. R. Wagner, S. Berger, *Magn. Reson. Chem.*, **35**, 199 (1997).
8. R. C. Cambie, G. R. Clark, T. C. Jones, P. S. Rutledge, G. A. Strange, P. D. Woodgate, *Aust. J. Chem.*, **38**, 745 (1985).
9. T. J. Norwood, J. Boyd, J. E. Heritage, N. Soffe, I. D. Campbell, *J. Magn. Reson.*, **87**, 488 (1990).
10. O. V. Dolomanov, L. J. Bourhis, R. J. Gildea, J. A. K. Howard, H. Puschmann, *J. Appl. Crystallogr.*, **42**, 339 (2009).
11. *CrysAlisPro*, Agilent Technologies, Version 1.171.36.20 (release 27.06.2012).

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
Университетский пр., 26,
Санкт-Петербург 198504, Россия
e-mail: vsokolo@mail.ru

Поступило 10.03.2014