

П. Арсенян^{1*}, Э. Паэгле¹, С. Беляков¹СИНТЕЗ ЗАМЕЩЁННЫХ БЕНЗО[*b*]СЕЛЕНОФЕНОВ

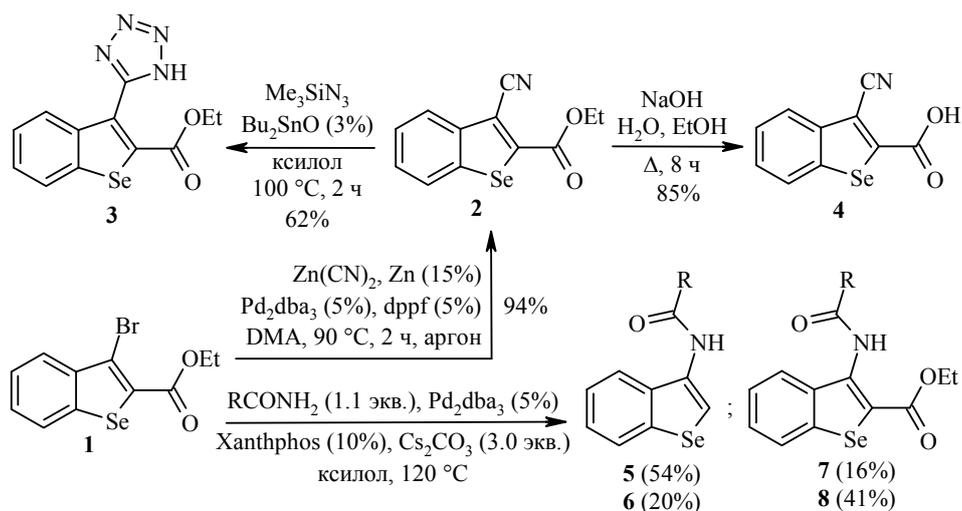
Разработаны методы получения 3-циано-, 3-тетразолил- и 3-ациламинопроизводных бензоселенофена, а также удобный метод хлорирования бензоселенофена по атому селена сульфурилхлоридом для получения 1,1-дихлорселенофенов. Молекулярные структуры *N*-(бензоселенофен-3-ил)бензамида и *N*-(бензоселенофен-3-ил)-3-фенилакриламида подтверждены РСА.

Ключевые слова: бензоселенофен, 1,1-дихлорбензоселенофен, селенофен, пиридин, тетразол, тиофен, катализ, хлорирование, цианирование.

Производные бензотиофена вызывают интерес в связи с проявляемой ими биологической активностью. Например, такие соединения как Ралоксифен и Арзоксифен являются селективными модуляторами эстрогеновых рецепторов и используются в лечении остеопороза во время и после менопаузы, а также как агенты против эстроген-зависимых типов рака груди [1–6]. Селеносодержащие производные также могут быть полезны при лечении злокачественных опухолей [7–9]. Ранее нами опубликованы методы синтеза ряда замещённых бензоселенофенов и результаты изучения их цитотоксической активности [10]. В данной работе представлены методы получения 3-циано-, 3-тетразолил- и 3-ациламинопроизводных бензоселенофена, а также удобный метод хлорирования бензоселенофена по атому селена сульфурилхлоридом, ведущий к 1,1-дихлорселенофенам.

Нами найдено, что этиловый эфир 3-бромбензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**1**) может быть превращён в этиловый эфир 3-цианобензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**2**) с выходом 94% в реакции с цианидом цинка в диметилацетамиде (DMA) при 90 °С в течение 2 ч. В качестве каталитической системы использовали трис(дибензилиденацетон)дипалладий(0) (Pd₂dba₃) и 1,1'-бис(дифенилфосфино)ферроцен (dppf). Из соединения **2** в результате диполярного (2+3)-циклоприсоединения с триметилсилилазидом в ксилоле в присутствии каталитического количества оксида дибутилолова (10%) образуется этиловый эфир 3-(1*H*-тетразолил)бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**3**) с выходом 62%. 3-Цианобензо[*b*]селенофен-2-карбоновая кислота (**4**) получена с хорошим выходом щелочным гидролизом соответствующего этилового эфира **2**.

Введение бензамидного фрагмента в положение 3 бензоселенофена **1** проводили в ксилоле при 120 °С в течение 24 ч. Для проведения реакции использовали каталитическую систему Pd₂dba₃-Xanthphos и карбонат цезия в качестве основания. Длительное нагревание соединения **1** с амидами бензойной или коричной кислоты приводит к гидролизу сложноэфирной группы с последующим декарбоксилированием, в результате чего были получены *N*-(бензо[*b*]селенофен-3-ил)бензамид (**5**) и *N*-(бензо[*b*]селенофен-3-ил)-3-фенилакриламид (**6**). В случае введения никотинамидного и 2-тиенилкарбоксамидного фрагментов декарбоксилирование не происходит, ожидаемые этиловые эфиры 3-[(пиридин-3-карбонил)амино]бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**7**) и 3-[(тиофен-2-карбонил)амино]бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**8**) выделены с выходами 16 и 41% соответственно.



5 R = Ph, **6** R = CH=CHPh, **7** R = 3-Пу, **8** R = 2-тиенил

Для производных **5** и **6** проведён рентгеноструктурный анализ кристаллов, выращенных из смеси петролейный эфир – этилацетат (рис. 1, 2). В молекуле соединения **5** плоскость карбоксамидной группы повернута относительно плоскости бензоселенофеновой системы на $76.9(3)^\circ$. Бензамидный фрагмент также не является плоским: фенильное кольцо относительно карбоксамидной группы повернуто на $25.5(3)^\circ$. В связи с этим несколько удлинены связи C(3)–N(10) ($1.426(2)$ Å) и C(11)–C(13) ($1.497(3)$ Å). В молекуле соединения **6** конформация отличается: относительно бензоселенофеновой системы карбоксамидная группа повернута лишь на $37.3(7)^\circ$, а угол между карбоксамидной группой и стирильным заместителем составляет $15.2(7)^\circ$. Поэтому сопряжение частично сохраняется, и длины связей C(3)–N(10) и C(11)–C(13) составляют $1.403(8)$ и $1.466(9)$ Å.

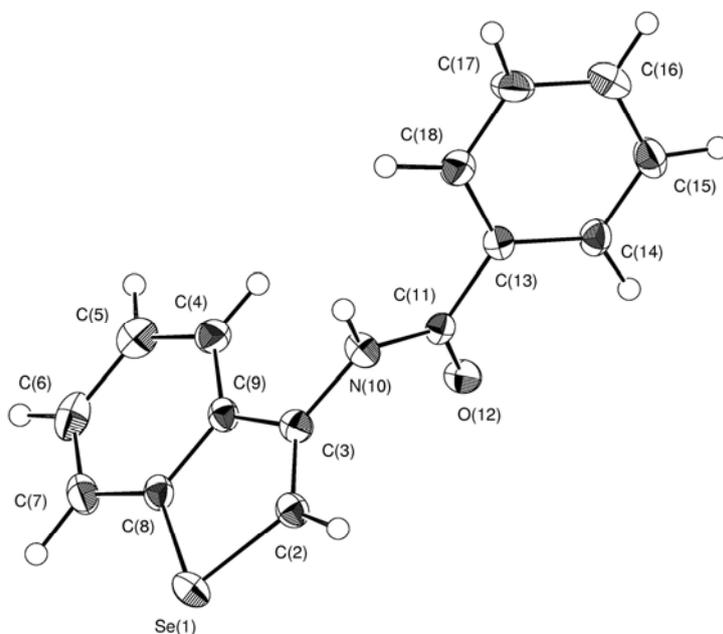


Рис. 1. Молекулярная структура соединения **5** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью

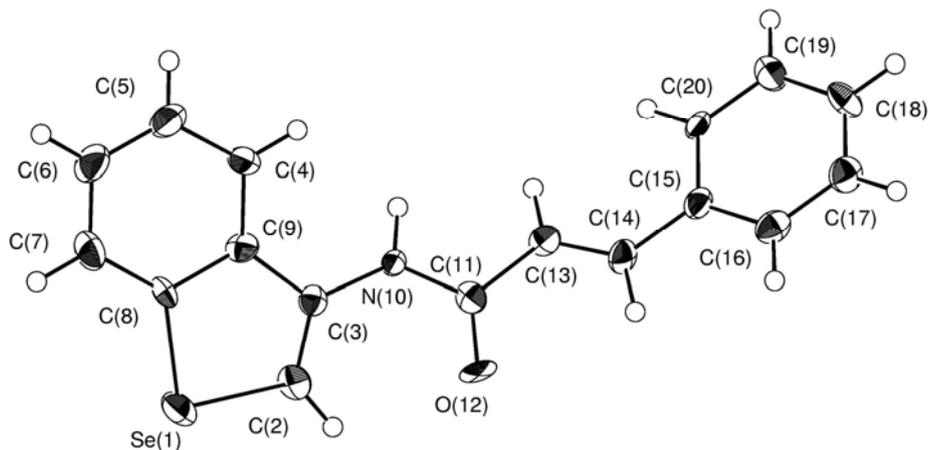
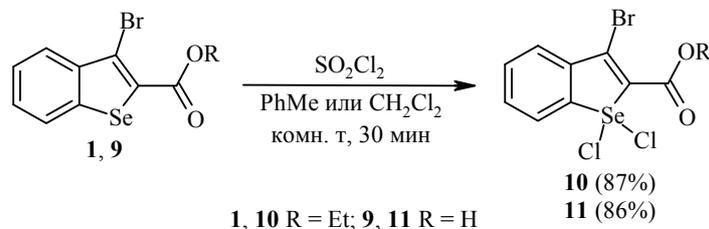


Рис. 2. Молекулярная структура соединения **6** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью

В кристаллической структуре обоих соединений обнаружены межмолекулярные водородные связи $\text{NH}\cdots\text{O}$. Длина водородной связи в структуре **5** составляет 2.836(2) Å (расстояние $\text{H}\cdots\text{O}(12)$ 1.97 Å, угол $\text{N}(10)\text{--H}\cdots\text{O}(12)$ 155°), а в структуре **6** – 2.283(8) Å (расстояние $\text{H}\cdots\text{O}(12)$ 2.05 Å, угол $\text{N}(10)\text{--H}\cdots\text{O}(12)$ 169°). Посредством этих связей в обеих кристаллических структурах молекулы объединяются в цепи вдоль кристаллографической оси *a*.

О методах получения производных 1,1-дихлорселенофена известно мало – описано лишь хлорирование дибензоселенофенов хлором в хлороформе или сульфурилхлоридом в хлористом метиле [11, 12].

Из бензоселенофена **1** и сульфурилхлорида в толуоле нами получен этиловый эфир 1,1-дихлор-3-бромбензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**10**) с выходом 87%. При обработке 3-бромбензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**9**) сульфурилхлоридом в хлористом метиле получена 1,1-дихлор-3-бромбензо[*b*]селенофен-2-карбоновая кислота (**11**) с выходом 86%.



Таким образом, нами разработаны методы получения 3-циано-, 3-тетразолил- и 3-аминапро производных бензоселенофена, а также 1,1-дихлорбензоселенофенов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{77}Se зарегистрированы на приборе Varian Mercury-400 (400, 100 и 40 МГц соответственно), внутренние стандарты ГМДСО (0.05 м. д., для ядер ^1H и ^{13}C) и Me_2Se (0.0 м. д., для ядер ^{77}Se). Элементный анализ выполнен на анализаторе Carlo Erba 1108. Температуры плавления определены на приборе Optimeit и не исправлены. Ход реакций и чистоту полученных соединений контролировали методом ТСХ на пластинках Merck Kieselgel 60 F254 с проявлением в УФ свете. Для колоночной хроматографии использовали силикагель Kieselgel (60–200 мкм).

Этиловый эфир 3-цианобензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (2). Смесь 250 мг (0.753 ммоль) этилового эфира 3-бромбензоселенофен-2-карбоновой кислоты (1), 89 мг (0.753 ммоль) $Zn(CN)_2$, 35 мг (0.0376 ммоль) Pd_2dba_3 , 21 мг (0.0376 ммоль) $dppf$ и 7 мг (0.113 ммоль) порошка цинка в 5 мл диметилацетамида нагревают в течение 2 ч при 90 °С. Затем реакционную смесь выливают в 50 мл EtOAc и промывают водой (3 × 50 мл). Органический слой сушат над Na_2SO_4 , растворитель упаривают при пониженном давлении. Чистое соединение 2 получают при помощи колоночной хроматографии на силикагеле (петролейный эфир – EtOAc, 20:1). Выход 197 мг (94%), аморфный порошок, т. пл. 126–127 °С. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.47 (3H, т, *J* = 7.2, OCH_2CH_3); 4.49 (2H, к, *J* = 7.2, OCH_2CH_3); 7.48–7.65 (2H, м, H Ar); 7.92–7.99 (1H, м, H Ar); 8.11–8.18 (1H, м, H Ar). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м. д.: 14.1; 63.0; 113.9; 114.0; 125.8; 126.2; 126.6; 128.3; 140.1; 141.7; 146.8; 161.5. Спектр ЯМР ^{77}Se ($CDCl_3$), δ , м. д.: 589.0. Найдено, %: C 51.73; H 3.35; N 4.99. $C_{12}H_9NO_2Se$. Вычислено, %: C 51.81; H 3.26; N 5.04.

Этиловый эфир 3-(1*H*-тетразолил)бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (3). Раствор 197 мг (0.708 ммоль) соединения 2, 18 мг (0.071 ммоль) Bu_2SnO и 244 мг (2.130 ммоль) Me_3SiN_3 в 4 мл ксилола нагревают при 100 °С в течение 2 ч. Затем добавляют 1 мл MeOH и упаривают досуха. Выход 141 мг (62%), аморфный порошок, т. пл. >220 °С (EtOH). Спектр ЯМР 1H ($DMCO-d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.15 (3H, т, *J* = 7.2, OCH_2CH_3); 4.21 (2H, к, *J* = 7.2, OCH_2CH_3); 7.48–7.54 (1H, м, H Ar); 7.55–7.63 (2H, м, H Ar); 8.28–8.33 (1H, м, H Ar). Спектр ЯМР ^{13}C ($DMCO-d_6$), δ , м. д.: 13.6; 61.9; 126.1; 126.3; 126.6; 127.7; 127.9; 137.9; 140.0; 141.6; 162.1. Найдено, %: C 42.40; H 3.67; N 16.41. $C_{12}H_{10}N_4O_2Se \cdot H_2O$. Вычислено, %: C 42.49; H 3.57; N 16.52.

3-Цианобензо[*b*]селенофен-2-карбоновая кислота (4). К раствору 112 мг (0.4 ммоль) соединения 2 в 3 мл EtOH добавляют 0.5 мл 2М раствора NaOH в воде и кипятят в течение 8 ч. Затем добавляют ещё 5 мл H_2O и подкисляют реакционную смесь до pH 5.0, осадок соединения 4 отфильтровывают, промывают водой и сушат в эксикаторе над P_2O_5 . Выход 86 мг (85%), аморфный порошок, т. пл. >220 °С. Спектр ЯМР 1H ($DMCO-d_6$), δ , м. д.: 7.38–7.44 (1H, м, H Ar); 7.48–7.54 (1H, м, H Ar); 7.79–7.83 (1H, м, H Ar); 8.04–8.10 (1H, м, H Ar). Спектр ЯМР ^{13}C ($DMCO-d_6$), δ , м. д.: 106.0; 115.7; 123.7; 125.5; 126.0; 126.4; 140.1; 140.9; 162.0; 168.2. Найдено, %: C 47.79; H 2.02; N 5.43. $C_{10}H_5NO_2Se$. Вычислено, %: C 48.02; H 2.01; N 5.60.

Синтез амидов 5–8 (общая методика). Смесь 200 мг (0.60 ммоль) соединения 1, 0.78 ммоль соответствующего амида, 28 мг (0.03 ммоль) Pd_2dba_3 , 35 мг (0.06 ммоль) Xanthphos и 590 мг (1.81 ммоль) Cs_2CO_3 в 8 мл ксилола нагревают в течение 24 ч при 120 °С. Затем реакционную смесь выливают в 100 мл EtOAc и промывают водой (3 × 50 мл). Органический слой сушат над Na_2SO_4 , растворитель упаривают при пониженном давлении. Чистое соединение получают при помощи колоночной хроматографии на силикагеле (петролейный эфир – EtOAc, 5:1).

***N*-(Бензо[*b*]селенофен-3-ил)бензамид (5).** Выход 98 мг (54%), белые кристаллы, т. пл. 174–175 °С. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м. д.: 7.33–7.40 (1H, м, H Ar); 7.41–7.48 (1H, м, H Ar); 7.49–7.67 (4H, м, H Ar); 7.90–7.98 (3H, м, H Ar); 8.21 (1H, уш. с, NH); 8.59 (1H, с, H-2). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м. д.: 115.4; 120.4; 124.5; 125.2; 126.5; 127.0; 128.9; 130.3; 132.0; 134.5; 135.2; 138.9; 165.5. Найдено, %: C 59.05; H 3.72; N 4.60. $C_{15}H_{11}NOSe$. Вычислено, %: C 60.01; H 3.69; N 4.67.

***N*-(Бензо[*b*]селенофен-3-ил)-3-фенилакриламид (6).** Выход 39 мг (20%), белые кристаллы, т. пл. >220 °С. Спектр ЯМР 1H ($DMCO-d_6$), δ , м. д. (*J*, Гц): 7.15 (1H, д, *J* = 15.6, $CH=CHPh$); 7.35–7.51 (5H, м, H Ar); 7.64–7.68 (2H, м, H Ar); 7.65 (1H, д, *J* = 15.6, $CH=CHPh$); 8.06–8.16 (2H, м, H Ar); 8.54 (1H, с, H-2); 10.12 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ^{13}C ($DMCO-d_6$), δ , м. д.: 114.9; 121.7; 122.3; 124.1; 124.9; 126.3; 127.6; 128.9; 129.7; 131.7; 134.7; 135.5; 138.1; 140.3; 163.7. Найдено, %: C 62.54; H 4.07; N 4.20. $C_{17}H_{13}NOSe$. Вычислено, %: C 62.59; H 4.02; N 4.29.

Этиловый эфир 3-[(пиридин-3-карбонил)амино]бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (7). Выход 29 мг (16%), аморфный порошок, т. пл. 134–135 °С. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м. д. (*J*, Гц): 1.39 (3H, т, *J* = 7.1, OCH_2CH_3); 4.38 (2H, к, *J* = 7.1,

OCH₂CH₃); 7.41–7.47 (2H, м, H Ar); 7.48 (1H, д. д, $J = 4.8, J = 8.0$, H-5 Py); 7.83–7.89 (1H, м, H Ar); 8.04–8.09 (1H, м, H Ar); 8.36 (1H, д. т, $J = 1.9, J = 8.0$, H-4 Py); 8.78–8.88 (1H, м, H-6 Py); 9.33 (1H, уш. с, H-2 Py); 10.40 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м. д.: 14.5; 62.0; 118.3; 123.6; 124.7; 125.6; 127.9; 128.6; 129.5; 135.3; 135.4; 140.2; 141.6; 149.0; 152.9; 163.6; 165.5. Найдено, %: С 54.59; Н 3.83; N 7.33. C₁₇H₁₄N₂O₃Se. Вычислено, %: С 54.70; Н 3.78; N 7.50.

Этиловый эфир 3-[(тиофен-2-карбонил)амино]бензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (8). Выход 93 мг (41%), аморфный порошок, т. пл. 106–107 °С. Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃), δ, м. д. (J , Гц): 1.40 (3H, т, $J = 7.0$, OCH₂CH₃); 4.38 (2H, к, $J = 7.0$, OCH₂CH₃); 7.18 (1H, д. д, $J = 3.8, J = 5.0$, H-4 Th); 7.40–7.46 (2H, м, H Ar); 7.61 (1H, д. д, $J = 1.2, J = 5.0$, H-3 Th); 7.81–7.87 (1H, м, H Ar); 7.85 (1H, д. д, $J = 1.2, J = 3.8$, H-5 Th); 8.11–8.18 (1H, м, H Ar); 10.39 (1H, уш. с, NH). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м. д.: 14.4; 61.8; 117.1; 124.5; 125.4; 127.8; 128.0; 128.8; 129.8; 131.6; 135.4; 138.5; 140.0; 141.9; 159.7; 165.6. Найдено, %: С 50.71; Н 3.50; N 3.57; S 8.21. C₁₆H₁₃NO₃SSe. Вычислено, %: С 50.80; Н 3.46; N 3.70; S 8.48.

Этиловый эфир 3-бром-1,1-дихлорбензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (10). К раствору 250 мг (0.75 ммоль) соединения **1** в 5 мл PhMe добавляют 203 мг (0.122 мл, 1.51 ммоль) SO₂Cl₂. Реакционную смесь перемешивают в течение 30 мин при комнатной температуре, выпавший жёлтый осадок отфильтровывают и промывают сухим петролейным эфиром. Выход 263 мг (87%), жёлтый аморфный порошок, т. пл. 146–147 °С. Спектр ЯМР ¹H (DMCO-d₆), δ, м. д. (J , Гц): 1.33 (3H, т, $J = 6.8$, OCH₂CH₃); 4.34 (2H, к, $J = 6.8$, OCH₂CH₃); 7.53–7.62 (2H, м, H Ar); 7.97–8.03 (1H, м, H Ar); 8.20–8.25 (1H, м, H Ar). Спектр ЯМР ¹³C (DMCO-d₆), δ, м. д.: 14.0; 61.7; 115.2; 126.3; 126.6; 127.0; 128.3; 129.8; 139.9; 140.1; 161.7. Найдено, %: С 32.68; Н 2.30. C₁₁H₉BrCl₂O₂Se. Вычислено, %: С 32.79; Н 2.25.

Кристаллографические данные соединений **5, 6**

Параметр	Соединение	
	5	6
Эмпирическая формула	C ₁₅ H ₁₁ NOSe	C ₁₇ H ₁₃ NOSe
Молекулярная масса	300.219	326.257
Форма кристалла	Призма	Призма
Размер кристалла, мм	0.09×0.11×0.14	0.12×0.13×0.18
Сингония	Моноклинная	Ромбическая
Параметры элементарной ячейки:		
<i>a</i> , Å	9.2698(3)	9.6178(3)
<i>b</i> , Å	12.7668(4)	12.5708(4)
<i>c</i> , Å	10.9523(3)	22.967(1)
β, град.	108.647(1)	90.0
Объём элементарной ячейки, <i>V</i> , Å ³	1228.12(6)	2776.7(2)
Пространственная группа	<i>P</i> 2 ₁ / <i>a</i>	<i>Pcab</i>
Число молекул в ячейке, <i>Z</i>	4	8
<i>F</i> (000)	600	1312
Плотность вещества <i>d</i> _{выч} , г/см ³	1.624	1.561
Максимальный угол, 2θ _{max} , град.	60.0	60.0
Температура эксперимента, °С	–100	–90
Интервалы индексов Миллера	–12 ≤ <i>h</i> ≤ 12 –17 ≤ <i>k</i> ≤ 16 –15 ≤ <i>l</i> ≤ 14	–12 ≤ <i>h</i> ≤ 12 –16 ≤ <i>k</i> ≤ 16 –30 ≤ <i>l</i> ≤ 30
Коэффициент поглощения, μ, мм ^{–1}	3.048	2.700
Общее число рефлексов	6095	6906
Число независимых рефлексов	3516	4030
Число рефлексов с <i>I</i> > 3σ(<i>I</i>)	2396	1495
<i>R</i> -фактор	0.039	0.064
<i>R</i> -индексы по всем рефлексам (<i>R</i> ₁ , <i>wR</i> ₂)	0.071, 0.173	0.095, 0.217
Число уточняемых параметров	163	181

3-Бром-1,1-дихлорбензо[*b*]селенофен-2-карбоновая кислота (11). К раствору 357 мг (1.17 ммоль) 3-бромбензо[*b*]селенофен-2-карбоновой кислоты (**9**) в 10 мл CH_2Cl_2 добавляют 0.3 мл ДМФА и затем 567 мг (0.34 мл, 4.02 ммоль) SO_2Cl_2 . Реакционную смесь перемешивают в течение 30 мин при комнатной температуре, выпавший жёлтый осадок отфильтровывают и промывают сухим петролейным эфиром. Выход 379 мг (86%), жёлтый аморфный порошок, т. пл. >220 °С. Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 7.52–7.60 (2H, м, H Ar); 7.97–8.00 (1H, м, H Ar); 8.18–8.21 (1H, м, H Ar). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 114.2; 126.1; 126.5; 126.8; 128.0; 131.7; 140.0; 140.2; 163.2. Найдено, %: С 29.06; Н 1.25. $\text{C}_9\text{H}_5\text{BrCl}_2\text{O}_2\text{Se}$. Вычислено, %: С 28.83; Н 1.34.

Рентгеноструктурное исследование монокристаллов соединений 5 и 6 проведено на автоматическом дифрактометре Bruker-Nonius КаппаCCD. Кристаллографические характеристики, условия эксперимента и параметры уточнения структур приведены в таблице. В расчетах использованы программы SIR92 [13] и SHELXL97 [14]. Полная информация о кристаллических структурах соединений **5** и **6** депонирована в Кембриджском банке структурных данных (депоненты CCDC 863406 и CCDC 863407 соответственно).

Работа выполнена при содействии Европейского социального фонда (2009/0197/IDP/1.1.1.2.0/09/APIA/VIAA/014), а также Латвийского совета по науке (грант № 447/2012).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. J. A. Dodge, C. W. Lugar, S. Cho, J. J. Osborne, D. L. Phillips, A. L. Glasebrook, C. A. Frolik, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, **7**, 993 (1997).
2. D. A. Bradley, A. G. Godfrey, C. R. Schmid, *Tetrahedron Lett.*, **40**, 5155 (1999).
3. T. A. Grese, S. Cho, D. R. Finley, A. G. Godfrey, C. D. Jones, C. W. Lugar, III, M. J. Martin, K. Matsumoto, L. D. Pennington, M. A. Winter, M. Dee Adrian, H. W. Cole, D. E. Magee, D. Lynn Phillips, E. R. Rowley, L. L. Short, A. L. Glasebrook, H. U. Bryant, *J. Med. Chem.*, **40**, 146 (1997).
4. M. J. Martin, T. A. Grese, A. L. Glasebrook, K. Matsumoto, L. D. Pennington, D. Lynn Phillips, L. L. Short, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, **7**, 887 (1997).
5. A. D. Palkowitz, A. L. Glasebrook, K. Jeff Thrasher, K. L. Hauser, L. L. Short, D. Lynn Phillips, B. S. Muehl, M. Sato, P. K. Shetler, G. J. Cullinan, T. R. Pell, H. U. Bryant, *J. Med. Chem.*, **40**, 1407 (1997).
6. C. R. Schmid, J. P. Sluka, K. M. Duke, *Tetrahedron Lett.*, **40**, 675 (1999).
7. P. Arsenyan, I. Shestakova, K. Rubina, I. Domracheva, A. Nesterova, K. Vosele, O. Pudova, E. Lukevics, *Eur. J. Pharmacol.*, **465**, 229 (2003).
8. P. Arsenyan, K. Rubina, I. Shestakova, E. Abele, R. Abele, I. Domracheva, A. Nesterova, J. Popelis, E. Lukevics, *Appl. Organomet. Chem.*, **17**, 825 (2003).
9. P. Arsenyan, K. Rubina, I. Shestakova, I. Domracheva, *Eur. J. Med. Chem.*, **42**, 635 (2007).
10. P. Arsenyan, E. Paegle, S. Belyakov, I. Shestakova, E. Jaschenko, I. Domracheva, J. Popelis, *Eur. J. Med. Chem.*, **46**, 3434 (2011).
11. O. Behaghel, K. Hofmann, *Chem. Ber.*, **72**, 697 (1939).
12. T. M. Klapötke, B. Krumm, M. Scherr, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **636**, 1955 (2010).
13. A. Altomare, G. Casciaro, C. Giacovazzo, A. Guagliardi, M. C. Burla, G. Polidori, M. Camalli, *J. Appl. Crystallogr.*, **27**, 435 (1994).
14. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A: Found Crystallogr.*, **A64**, 112 (2008).

¹ Латвийский институт органического синтеза,
ул. Айзкрауклес, 21, Рига LV-1006, Латвия
e-mail: pavel@osi.lv

Поступило 20.01.2012
После доработки 11.03.2013