

## Синтез сульфоланооктагидрохроменонов на основе 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксидов

Игорь И. Савельев<sup>1</sup>, Ирина Е. Ефремова<sup>1\*</sup>, Ли́дия В. Лапшина<sup>2</sup>,  
Владислав В. Гуржий<sup>3</sup>, Руслан И. Байчурин<sup>1</sup>

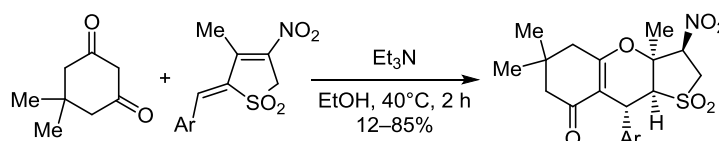
<sup>1</sup> Российский государственный педагогический университет им. А. И. Герцена,  
наб. реки Мойки, 48, Санкт-Петербург 191186, Россия; e-mail: kohrgpu@yandex.ru

<sup>2</sup> Военно-медицинская академия им. С. М. Кирова,  
ул. Академика Лебедева, 6, Санкт-Петербург 194044, Россия; e-mail: lylapchina@mail.ru

<sup>3</sup> Санкт-Петербургский государственный университет,  
Университетская наб., 7/9, Санкт-Петербург 199034, Россия; e-mail: vladgeo17@mail.ru

Поступило 16.11.2021

Принято 17.12.2021



В результате взаимодействия 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксидов с димедоном синтезирован ряд трициклических соединений с аннелированными циклами нитросульфолана и октагидрохромена. Особенности строения полученных полициклов установлены на основании данных спектроскопии ИК, ЯМР и рентгеноструктурного анализа.

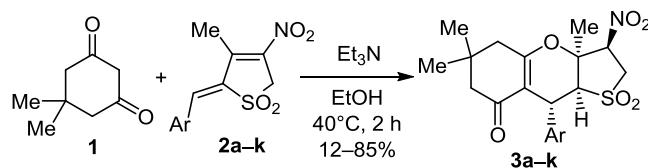
**Ключевые слова:** 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксиды, енолизирующиеся циклические СН-кислоты, сульфоланы, тандемный процесс.

Димедон как представитель циклических енолизирующихся СН-кислот широко используется для получения самых разнообразных полициклических структур,<sup>1–3</sup> обладающих большой практической значимостью. Например, синтезируемые на основе димедона хромены составляют основу природных биологически активных веществ: алкалоидов, токоферолов, флавоноидов.<sup>4–6</sup> В качестве субстратов в подобных синтезах могут использоваться и непредельные нитросоединения,<sup>7–9</sup> в частности изучаемые нами 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксиды (БНТД).<sup>10</sup>

Первые попытки синтеза полициклов на основе взаимодействия димедона с БНТД не получили развития вследствие ограниченного ряда исходных диенов.<sup>11,12</sup> По разработанной нами методике получена большая группа БНТД, отличающихся пространственным и электронным строением ароматических заместителей<sup>13</sup> и, соответственно, эффективностью сопряжения в диеновой системе. Поэтому целью данной работы явилось изучение особенностей взаимодействия широкого ряда БНТД с димедоном. Решение данной задачи позволит полнее раскрыть синтетический потенциал исследуемых диенов, выявленный ранее при исследовании реакций гетероциклизации с гидразином и его производными.<sup>10</sup>

Оказалось, что реакции димедона (**1**) с БНТД **2a–j** легко протекают в EtOH при 40°C в присутствии каталитических количеств Et<sub>3</sub>N (схема 1). За 2 ч с выходами до 85% происходит формирование сульфолано-октагидрохроменонов **3b–g** на основе БНТД **2b–g** (Ar = 2(4)-ClC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 2(4)-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 4-O<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 2-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>), характеризующихся пониженным сопряжением в диеновой системе.<sup>13</sup> Меньшие выходы (50 и 53%) наблюдались в реакциях соединений **2a, h** (Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 4-*i*-PrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>). В случае соединений **2i, j** (Ar = 4-MeOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, 4-НОС<sub>6</sub>H<sub>4</sub>) с высокой поляризацией кратных связей<sup>13</sup> выходы целевых трициклов **3i, j** составили 30 и 12%

Схема 1



**3 a** Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (50%), **b** Ar = 2-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (66%)  
**c** Ar = 4-ClC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (78%), **d** Ar = 2-ClC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (85%)  
**e** Ar = 4-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (67%), **f** Ar = 2-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (75%)  
**g** Ar = 4-O<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (71%), **h** Ar = 4-*i*-PrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (53%)  
**i** Ar = 4-MeOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (30%), **j** Ar = 4-НОС<sub>6</sub>H<sub>4</sub> (12%)  
**k** Ar = furan-2-yl (0%)

соответственно, а БНТД **2k** (Ar = фуран-2-ил) в указанных условиях не взаимодействовал.

Данные реакции, как и исследованные ранее процессы гетероциклизации при участии БНТД,<sup>10</sup> очевидно, протекают по схеме тандемного процесса, первой стадией которого является 1,4-присоединение по диеновой системе БНТД, а второй стадией – внутримолекулярное присоединение при участии енольного гидроксила и кратной связи сульфолонового цикла промежуточного аддукта. Электронодонорное влияние ароматических групп понижает электрофильность диенов **2i–k**, что негативно отражается на выходе конечных продуктов по сравнению с субстратами **2b–g**.

Строение синтезированных полициклов **3a–j** установлено на основании совокупности данных спектроскопии ИК, ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C с привлечением гомо- (COSY, NOESY) и гетероядерных (<sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMQC, <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC) двумерных экспериментов.

В ИК спектрах трициклов **3a–j** наблюдаются полосы поглощения несопряженной нитрогруппы ( $\nu_s$  1329–1380,  $\nu_{as}$  1561–1572  $\text{cm}^{-1}$ ), сульфонильной группы (1140–1150, 1313–1345  $\text{cm}^{-1}$ ) и сопряженной карбонильной группы (1632–1650  $\text{cm}^{-1}$ ).

Спектры ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C свидетельствуют о том, что продукты **3a–j** выделены в виде одного диастереомера. В спектрах ЯМР <sup>1</sup>H фиксируются сигналы всех групп протонов. Например, в спектре ЯМР <sup>1</sup>H трицикла **3c** присутствуют синглеты протонов метильных групп сульфоланового и циклогексенонового фрагментов при 1.01, 1.11 и 1.31 м. д., а также уширенные синглеты протонов 9-CH (4.36 м. д.) и 9a-CH (3.87 м. д.). Метиленовые протоны при атоме С-2 (3.96 и 3.78 м. д.) и нитрометиновый протон (5.32 м. д.) проявляются в виде дублетов дублетов, образуя систему АВХ ( $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{AX} = 10.5$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$  Гц). Сигналы диастереотопных метиленовых протонов 5-CH<sub>2</sub> (2.19 и 2.56 м. д.) и 7-CH<sub>2</sub> (2.14 и 2.46 м. д.), помимо характерных геминальных КССВ ( $^2J = 17.4$  и 15.5 Гц), имеют дополнительные расщепления вследствие дальних спин-спиновых взаимодействий (по данным экспериментов COSY). Ранее подобные дальние КССВ были зафиксированы для близких по строению нитросодержащих гексагидробензофуранов.<sup>14,15</sup>

Отнесение сигналов протонов и атомов углерода в спектрах ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C проведено на основании данных гетерокорреляционных экспериментов <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMQC и <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC. Например, в спектрах <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC опорным сигналом протона, по корреляции с которым можно идентифицировать *ипсо*- и *орто*-атомы углерода бензольного цикла, является сигнал протона 9-CH; метиленовые протоны с меньшей геминальной КССВ (15.5–16.0 Гц) отнесены к атому 7-CH<sub>2</sub> на основании их корреляции с карбонильным атомом углерода С-8.

Идентичность пространственного строения позволила установить стереохимию синтезированных полициклов на основании данных экспериментов NOESY (варьирование времени смешения) для соединения **3c**. В спектре присутствуют кросс-пики 9a-CH/3-CH, 3-CH/3a-CH<sub>3</sub>, 9a-CH/3a-CH<sub>3</sub> (рис. 1), обусловленные

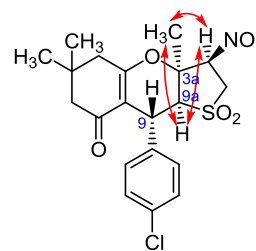


Рисунок 1. Основные корреляции в спектре NOESY соединения **3c**.

ЯЭО. Также в спектрах отсутствует кросс-пик между сигналами протонов 9-CH и 3a-CH<sub>3</sub>, что свидетельствует об их пространственной удаленности.

Учитывая жесткость циклической конденсированной системы соединений **3a–j**, данные корреляции позволяют однозначно определить конфигурацию хиральных центров как 3*R*\*,3*aS*\*,9*R*\*,9*aS*\*.

По данным PCA, в структуре (3*R*\*,3*aS*\*,9*R*\*,9*aS*\*)-3a,6,6-триметил-3-нитро-9-(4-хлорфенил)-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8*H*-тиено[3,2-*b*]хромен-8-он-1,1-диоксида (**3c**) содержится одна кристаллографически неэквивалентная молекула (рис. 2). В циклических фрагментах C(3A)–O(4)–C(4A)–C(8A)–C(9)–C(9A) и C(6)–C(5)–C(4A)–C(8A)–C(8)–C(7) пять атомов циклов формируют плоскости, а атомы C(3A) и C(6) выходят из них на 0.569(2) и 0.657(2) Å соответственно. Также в кристалле соединения **3c** присутствуют слабые внутри- (C(15)–H(15)···O(14)) и межмолекулярные (C(3)–H(3)···O(25), C(9A)–H(9A)···O(25) и C(19)–H(19)···O(11)) водородные связи (рис. 3).

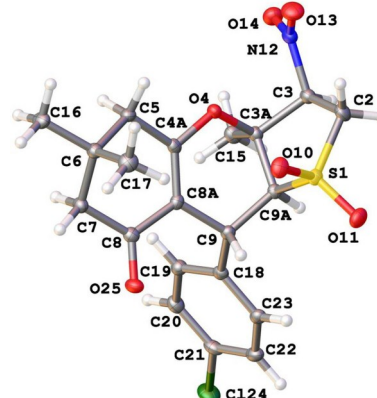


Рисунок 2. Молекула трицикла в кристаллической структуре **3c** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.

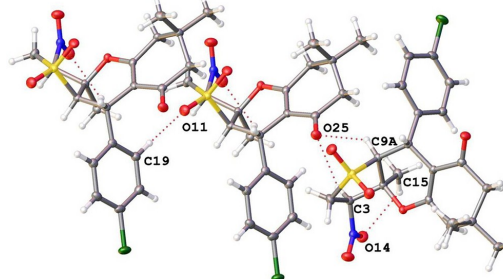


Рисунок 3. Фрагмент кристаллической структуры соединения **3c**. Объединение молекул посредством системы водородных взаимодействий (показаны пунктирами).

Таким образом, нами предложена эффективная методика синтеза оригинальных полициклических структур с аннелированными циклами нитросульфолана и октагидрохромена на основе реакции димедона с нитросульфодиенами ряда 2,5-дигидротиофен-1,1-диоксида и установлено их строение.

### Экспериментальная часть

ИК спектры записаны на фурье-спектрометре Shimadzu IRPrestige-21 в таблетках KBr. УФ спектры записаны на спектрофотометре Shimadzu UV-2401 PC в кварцевых кюветках (0.101 см,  $c \sim 0.0003$  моль/л), растворитель – AcOH. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , COSY,  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  NMQC,  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMBC, а также NOESY (время смешения от 0.5 до 2 с) зарегистрированы на спектрометре Jeol ECH400A с рабочими частотами 400 МГц (для ядер  $^1\text{H}$ ) и 100 МГц (для ядер  $^{13}\text{C}$ ) в растворах ДМСО- $d_6$ ,  $\text{CD}_3\text{CN}$  или  $\text{CDCl}_3$ . В качестве стандарта использованы остаточные сигналы недеитерированного растворителя для ядер  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$  – 2.50 м. д.,  $\text{CD}_3\text{CN}$  – 1.92 м. д.,  $\text{CDCl}_3$  – 7.25 м. д.) или сигналы дейтерированного растворителя для ядер  $^{13}\text{C}$  (ДМСО- $d_6$  – 39.5 м. д.,  $\text{CD}_3\text{CN}$  – 1.3 и 118.3 м. д.,  $\text{CDCl}_3$  – 77.2 м. д.). Элементный анализ выполнен на анализаторе EuroVector EA 3000 (CHN Dualmode). Температуры плавления определены на приборе ПТП(М).

Синтез 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксидов **2a–k** осуществлен по описанной ранее методике.<sup>13</sup>

**2-(4-Бромбензилиден)-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксид (2e)**. Выход 1540 мг (80%), желтый порошок, т. пл. 202–204°C (MeOH) (т. пл. 195–197°C (AcOH))<sup>16</sup>.

**2-(4-Изопропилбензилиден)-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксид (2h)**. Выход 1120 мг (73%), желтый порошок, т. пл. 175°C (MeOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1121, 1289, 1319, 1507 ( $\text{SO}_2$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NOO}$ ), 1587, 1606 ( $\text{C}=\text{C}$ ,  $\text{C}=\text{N}^+$ ). УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\lg \epsilon$ ): 237 (3.81), 370 (4.49). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.19 (6H, д,  $^3J = 6.9$ ,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ); 2.50 (3H, т,  $^5J = 2.0$ ,  $\text{CH}_3$ ); 2.92 (1H, септет,  $^3J = 6.9$ ,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ); 4.60 (2H, к,  $^5J = 2.0$ ,  $\text{CH}_2$ ); 7.73 (1H, с,  $\text{HC}=\text{C}$ ); 7.38 (2H, д,  $^3J = 8.3$ , H-3,5 Ar); 7.88 (2H, д,  $^3J = 8.2$ , H-2,6 Ar). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ , м. д.: 13.7 ( $\text{CH}_3$ ); 24.0 ( $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ); 34.1 ( $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ); 54.4 (C-5); 127.5 (C-3,5 Ar); 130.0 (C-1 Ar); 132.1 (C-2,6 Ar); 138.4 (C-4); 140.5 (C-2); 140.9 ( $=\text{CH}$ ); 141.8 (C-3); 153.5 (C-4 Ar). Найдено, %: C 58.17; H 6.01; N 4.44.  $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{NO}_4\text{S}$ . Вычислено, %: C 58.62; H 5.58; N 4.56.

**2-(4-Гидроксibenзилиден)-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксид (2j)**. Выход 1022 мг (65%), желтый порошок, т. пл. 230–231°C (MeOH) (т. пл. 227–230°C (AcOH))<sup>16</sup>.

**3-Метил-4-нитро-2-(фуран-2-илметилиден)-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксид (2k)**. Выход 1085 мг (76%), желтый порошок, т. пл. 243–244°C (MeOH) (т. пл. 239–244°C (AcOH))<sup>17</sup>.

Синтез 9-арил-3а,6,6-триметил-3-нитро-2,3,3а,5,6,7,9,9а-октагидро-8H-тиено[3,2-*b*]хромен-8-он-1,1-диоксидов **3a–j** (общая методика). К суспензии 0.5 ммоль 2-бензилиден-3-метил-4-нитро-2,5-дигидротиофен-1,1-диоксида

**2a–j** в 10 мл EtOH добавляют 105 мг (0.75 ммоль) димедона (**1**) и две капли (18 мг, 0.18 ммоль)  $\text{Et}_3\text{N}$ . Реакционную смесь перемешивают при 40°C в течение 2 ч. Образовавшийся бесцветный осадок отделяют на фильтре Шотта, промывают EtOH, сушат на воздухе и перекристаллизовывают из EtOH.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3а,6,6-Триметил-3-нитро-9-(*n*-толил)-2,3,3а,5,6,7,9,9а-октагидро-8H-тиено[3,2-*b*]хромен-8-он-1,1-диоксид (3a)**. Выход 105 мг (50%), белый порошок, т. пл. 214°C (EtOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1140, 1340 ( $\text{SO}_2$ ), 1380, 1570 ( $\text{NO}_2$ ), 1636 ( $\text{C}=\text{O}$ ). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CD}_3\text{CN}$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.01 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.11 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.31 (3H, с, 3а- $\text{CH}_3$ ); 2.13 (1H, д, д,  $^2J = 15.9$ ,  $^5J = 1.7$ , 7- $\text{CH}_2$ ); 2.19 (1H, д, д,  $^2J = 17.3$ ,  $^5J = 1.7$ , 5- $\text{CH}_2$ ); 2.28 (3H, с,  $\text{CH}_3$  Ar); 2.46 (1H, д,  $^2J = 15.9$ , 7- $\text{CH}_2$ ); 2.55 (1H, д, д,  $^2J = 17.3$ ,  $^5J = 1.2$ , 5- $\text{CH}_2$ ); 3.77 (1H, д, д,  $^2J_{\text{AB}} = 13.9$ ,  $^3J_{\text{BX}} = 8.3$ , 2- $\text{CH}_2$ ); 3.87 (1H, уш. с, 9а-CH); 3.95 (1H, д, д,  $^2J_{\text{AB}} = 13.9$ ,  $^3J_{\text{AX}} = 10.5$ , 2- $\text{CH}_2$ ); 4.33 (H, уш. с, 9-CH); 5.31 (1H, д, д,  $^3J_{\text{AX}} = 10.5$ ,  $^3J_{\text{BX}} = 8.3$ , 3-CH); 7.03 (2H, д,  $^3J = 8.1$ , H-2,6 Ar); 7.13 (2H, д,  $^3J = 8.1$ , H-3,5 Ar). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CD}_3\text{CN}$ ),  $\delta$ , м. д.: 20.0 ( $\text{CH}_3$  Ar), 21.0 (3а- $\text{CH}_3$ ); 25.5 (6- $\text{CH}_3$ ); 29.0 (6- $\text{CH}_3$ ); 29.8 (C-9); 32.3 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.4 (C-7); 68.5 (C-9а); 79.9 (C-3а); 84.2 (C-3); 108.1 (C-8а); 127.7 (C-2,6 Ar); 129.4 (C-3,5 Ar); 136.6 (C-1 Ar); 136.9 (C-4 Ar); 168.1 (C-4а); 196.4 (C-8). Найдено, %: C 61.35; H 6.23; N 3.48.  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{NO}_6\text{S}$ . Вычислено, %: C 60.13; H 6.01; N 3.34.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3а,6,6-Триметил-3-нитро-9-(*o*-толил)-2,3,3а,5,6,7,9,9а-октагидро-8H-тиено[3,2-*b*]хромен-8-он-1,1-диоксид (3b)**. Выход 138 мг (66%), белый порошок, т. пл. 213–215°C (EtOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1143, 1318 ( $\text{SO}_2$ ), 1349, 1563 ( $\text{NO}_2$ ), 1632 ( $\text{C}=\text{O}$ ). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CD}_3\text{CN}$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.00 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.11 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.41 (3H, с, 3а- $\text{CH}_3$ ); 2.11 (1H, д, д,  $^2J = 15.6$ ,  $^5J = 1.7$ , 7- $\text{CH}_2$ ); 2.20 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.7$ , 5- $\text{CH}_2$ ); 2.27 (3H, с,  $\text{CH}_3$  Ar); 2.43 (1H, д,  $^2J = 15.6$ , 7- $\text{CH}_2$ ); 2.58 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.4$ , 5- $\text{CH}_2$ ); 3.76 (1H, уш. с, 9а-CH); 3.78 (1H, д, д,  $^2J_{\text{AB}} = 13.9$ ,  $^3J_{\text{BX}} = 8.3$ , 2- $\text{CH}_2$ ); 3.98 (1H, д, д,  $^2J_{\text{AB}} = 13.9$ ,  $^3J_{\text{AX}} = 10.6$ , 2- $\text{CH}_2$ ); 4.39 (1H, уш. с, 9-CH); 5.29 (1H, д, д,  $^3J_{\text{AX}} = 10.6$ ,  $^3J_{\text{BX}} = 8.3$ , 3-CH); 7.00 (1H, д, д,  $^3J = 7.6$ ,  $^4J = 0.9$ , H-6 Ar); 7.06 (1H, д, т,  $^3J = 7.5$ ,  $^4J = 0.7$ , H-5 Ar); 7.15 (1H, д, т,  $^3J = 7.5$ ,  $^4J = 1.4$ , H-4 Ar); 7.23 (1H, уш. д,  $^3J = 7.4$ , H-3 Ar). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CD}_3\text{CN}$ ),  $\delta$ , м. д.: 18.3 ( $\text{CH}_3$  Ar); 21.3 (3а- $\text{CH}_3$ ); 25.4 (6- $\text{CH}_3$ ); 28.2 (C-9); 29.0 (6- $\text{CH}_3$ ); 32.3 (C-6); 41.8 (C-5); 50.1 (C-2); 50.5 (C-7); 65.8 (C-9а); 80.0 (C-3а); 84.3 (C-3); 108.4 (C-8а); 125.9 (C-5 Ar); 127.4 (C-4 Ar); 127.8 (C-6 Ar); 131.4 (C-3 Ar); 136.0 (C-2 Ar); 137.3 (C-1 Ar); 168.3 (C-4а); 196.3 (C-8). Найдено, %: C 60.20; H 6.02; N 3.24.  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{NO}_6\text{S}$ . Вычислено, %: C 60.13; H 6.01; N 3.34.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3а,6,6-Триметил-3-нитро-9-(4-хлорфенил)-2,3,3а,5,6,7,9,9а-октагидро-8H-тиено[3,2-*b*]хромен-8-он-1,1-диоксид (3с)**. Выход 171 мг (78%), белый порошок, т. пл. 198°C (EtOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1145, 1318, 1323 ( $\text{SO}_2$ ), 1333, 1562 ( $\text{NO}_2$ ), 1634 ( $\text{C}=\text{O}$ ). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CD}_3\text{CN}$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.01 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.11 (3H, с, 6- $\text{CH}_3$ ); 1.31 (3H, с, 3а- $\text{CH}_3$ ); 2.14 (1H, д, д,  $^2J = 15.5$ ,  $^5J = 1.7$ , 7- $\text{CH}_2$ ); 2.19 (1H, д, д,

$^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.7$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.46 (1H, д,  $^2J = 15.5$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.56 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.2$ , 5-CH<sub>2</sub>); 3.78 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.87 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.96 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{AX} = 10.5$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.36 (1H, уш. с, 9-CH); 5.32 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 10.5$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ , 3-CH); 7.15 (2H, д,  $^3J = 8.5$ , H-2,6 Ar); 7.32 (2H, д,  $^3J = 8.5$ , H-3,5 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 21.0 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.4 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 29.7 (C-9); 32.4 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.4 (C-7); 68.2 (C-9a); 79.9 (C-3a); 84.1 (C-3); 107.6 (C-8a); 128.8 (C-3,5 Ar); 129.6 (C-2,6 Ar); 132.4 (C-4 Ar); 138.7 (C-1 Ar); 168.6 (C-4a); 196.4 (C-8). Найдено, %: C 54.74; H 4.95; N 3.14. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>6</sub>S. Вычислено, %: C 54.61; H 5.04; N 3.18.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3a,6,6-Триметил-3-нитро-9-(2-хлорфенил)-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3d)**. Выход 187 мг (85%), белый порошок, т. пл. 213–215°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1144, 1313 (SO<sub>2</sub>), 1346, 1562 (NO<sub>2</sub>), 1634 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.01 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.12 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.39 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.14 (1H, д, д,  $^2J = 15.6$ ,  $^5J = 1.8$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.20 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.8$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.44 (1H, д,  $^2J = 15.6$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.59 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.6$ , 5-CH<sub>2</sub>); 3.80 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.7$ ,  $^3J_{BX} = 8.0$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.95 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.96 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.7$ ,  $^3J_{AX} = 11.0$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.54 (1H, уш. с, 9-CH); 5.33 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 11.0$ ,  $^3J_{BX} = 8.0$ , 3-CH); 7.13 (1H, д, д,  $^3J = 7.7$ ,  $^4J = 1.8$ , H-6 Ar); 7.20 (1H, д, т,  $^3J = 7.6$ ,  $^4J = 1.3$ , H-5 Ar); 7.28 (1H, д, т,  $^3J = 7.8$ ,  $^4J = 1.4$ ,  $^4J = 0.4$ , H-4 Ar); 7.91 (1H, д, д,  $^3J = 7.9$ ,  $^4J = 1.3$ , H-3 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 21.1 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.4 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>, C-9); 32.3 (C-6); 41.7 (C-5); 50.3 (C-7); 50.4 (C-2); 65.6 (C-9a); 80.4 (C-3a); 84.1 (C-3); 107.3 (C-8a); 127.1 (C-5 Ar); 129.2 (C-4 Ar); 129.9 (C-6 Ar); 130.3 (C-3 Ar); 133.3 (C-2 Ar); 136.4 (C-1 Ar); 168.9 (C-4a); 196.3 (C-8). Найдено, %: C 54.53; H 4.86; N 3.09. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>6</sub>S. Вычислено, %: C 54.61; H 5.04; N 3.18.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-9-(4-Бромфенил)-3a,6,6-триметил-3-нитро-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3e)**. Выход 162 мг (67%), белый порошок, т. пл. 195°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1144, 1323 (SO<sub>2</sub>), 1329, 1571 (NO<sub>2</sub>), 1635 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.00 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.11 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.31 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.13 (1H, д, д,  $^2J = 15.5$ ,  $^5J = 1.8$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.19 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.8$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.46 (1H, д,  $^2J = 15.6$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.56 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.4$ , 5-CH<sub>2</sub>); 3.78 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.86 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.96 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{AX} = 10.5$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.33 (1H, уш. с, 9-CH); 5.32 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 10.5$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ , 3-CH); 7.00 (2H, д,  $^3J = 8.5$ , H-2,6 Ar); 7.47 (2H, д,  $^3J = 8.5$ , H-3,5 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 20.9 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.4 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 29.8 (C-9); 32.4 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.3 (C-7); 68.1 (C-9a); 79.9 (C-3a); 84.1 (C-3); 107.6 (C-8a); 120.4 (C-4 Ar); 130.0 (C-2,6 Ar); 131.8 (C-3,5 Ar); 139.2 (C-1 Ar); 168.6 (C-4a); 196.4 (C-8). Найдено, %: C 49.63; H 4.54; N 2.81. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>BrNO<sub>6</sub>S. Вычислено, %: C 49.60; H 4.58; N 2.89.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-9-(2-Бромфенил)-3a,6,6-триметил-3-нитро-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено-**

**[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3f)**. Выход 182 мг (75%), белый порошок, т. пл. 218–220°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1145, 1313 (SO<sub>2</sub>), 1346, 1561 (NO<sub>2</sub>), 1634 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д. (J, Гц): 1.12 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.18 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.46 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.31 (1H, д, д,  $^2J = 15.7$ ,  $^5J = 1.3$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.35 (1H, д, д,  $^2J = 17.7$ ,  $^5J = 1.7$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.39 (1H, д,  $^2J = 15.7$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.54 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.3$ , 5-CH<sub>2</sub>); 3.69 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.3$ ,  $^3J_{BX} = 7.5$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.85 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.98 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.3$ ,  $^3J_{AX} = 12.0$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.80 (1H, уш. с, 9-CH); 5.08 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 12.0$ ,  $^3J_{BX} = 7.5$ , 3-CH); 6.96 (1H, д, д,  $^3J = 7.6$ ,  $^4J = 1.6$ , H-6 Ar); 7.14 (1H, д, т,  $^3J = 7.6$ ,  $^4J = 1.7$ , H-4 Ar); 7.20 (1H, д, т,  $^3J = 7.5$ ,  $^4J = 1.4$ , H-5 Ar); 7.62 (1H, д, д,  $^3J = 7.8$ ,  $^4J = 1.4$ , H-3 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д.: 22.7 (3a-CH<sub>3</sub>); 26.9 (6-CH<sub>3</sub>); 29.7 (6-CH<sub>3</sub>); 32.0 (C-9); 32.6 (C-6); 42.4 (C-5); 50.7 (C-2); 50.8 (C-7); 67.3 (C-9a); 80.5 (C-3a); 84.2 (C-3); 108.1 (C-8a); 124.4 (C-2 Ar); 127.5 (C-5 Ar); 129.3 (C-6 Ar); 129.5 (C-4 Ar); 134.3 (C-3 Ar); 137.1 (C-1 Ar); 168.0 (C-4a); 195.4 (C-8). Найдено, %: C 49.25; H 4.38; N 2.84. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>BrNO<sub>6</sub>S. Вычислено, %: C 49.60; H 4.58; N 2.89.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3a,6,6-Триметил-3-нитро-9-(4-нитрофенил)-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3g)**. Выход 160 мг (71%), белый порошок, т. пл. 202–204°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1144, 1317 (SO<sub>2</sub>), 1330, 1564 (NO<sub>2</sub>), 1634 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.01 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.12 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.30 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.16 (1H, д, д,  $^2J = 15.7$ ,  $^5J = 1.6$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.22 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.6$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.49 (1H, д,  $^2J = 15.7$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.58 (1H, д, д,  $^2J = 17.4$ ,  $^5J = 1.0$ , 5-CH<sub>2</sub>); 3.81 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{BX} = 8.5$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.94 (1H, уш. с, 9a-CH); 4.00 (1H, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{AX} = 10.4$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.48 (1H, уш. с, 9-CH); 5.34 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 10.4$ ,  $^3J_{BX} = 8.5$ , 3-CH); 7.40 (2H, д,  $^3J = 8.6$ , H-2,6 Ar); 8.14 (2H, д,  $^3J = 8.6$ , H-3,5 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 20.8 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.4 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 30.2 (C-9); 32.4 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.3 (C-7); 67.8 (C-9a); 79.9 (C-3a); 84.0 (C-3); 107.2 (C-8a); 123.9 (C-3,5 Ar); 129.2 (C-2,6 Ar); 147.1 (C-4 Ar); 147.4 (C-1 Ar); 169.1 (C-4a); 196.5 (C-8). Найдено, %: C 53.63; H 4.79; N 6.83. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S. Вычислено, %: C 53.33; H 4.92; N 6.22.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-9-(4-Изопропилфенил)-3a,6,6-триметил-3-нитро-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3h)**. Выход 118 мг (53%), белый порошок, т. пл. 235–236°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1141, 1339 (SO<sub>2</sub>), 1365, 1572 (NO<sub>2</sub>), 1635 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.01 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.12 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.19 (6H, д,  $^3J = 6.9$ , CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 1.31 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.13 (1H, д, д,  $^2J = 15.5$ ,  $^5J = 1.7$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.19 (1H, д, д,  $^2J = 17.3$ ,  $^5J = 1.7$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.47 (1H, д,  $^2J = 15.5$ , 7-CH<sub>2</sub>); 2.55 (1H, д, д,  $^2J = 17.3$ ,  $^5J = 1.2$ , 5-CH<sub>2</sub>); 2.87 (1H, септет,  $^3J = 6.9$ , CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 3.77 (1H, д, д, д,  $^2J_{AB} = 13.9$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ ,  $J = 0.3$ , 2-CH<sub>2</sub>); 3.89 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.95 (1H, д, д,  $^2J = 13.9$ ,  $^3J = 10.5$ , 2-CH<sub>2</sub>); 4.35 (1H, уш. с, 9-CH); 5.33 (1H, д, д,  $^3J_{AX} = 10.5$ ,  $^3J_{BX} = 8.3$ , 3-CH); 7.07 (2H, д,  $^3J = 8.1$ , H-2,6 Ar); 7.19 (2H, д,  $^3J = 8.1$ , H-3,5 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 21.0 (3a-CH<sub>3</sub>); 23.3 (CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 25.5 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 29.8 (C-9);

32.4 (C-6); 33.5 (C-CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.4 (C-7); 68.4 (C-9a); 79.9 (C-3a); 84.2 (C-3); 108.1 (C-8a); 126.8 (C-3,5 Ar); 127.8 (C-2,6 Ar); 137.0 (C-1 Ar); 147.9 (C-4 Ar); 168.2 (C-4a); 196.5 (C-8). Найдено, %: С 61.82; Н 6.89; N 3.19. C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>6</sub>S. Вычислено, %: С 61.73; Н 6.53; N 3.13.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-3a,6,6-Триметил-9-(4-метокси-фенил)-3-нитро-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено-[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3i).** Выход 65 мг (30%), белый порошок, т. пл. 206°C (EtOH) (т. пл. 205–206°C (MeOH)<sup>13</sup>). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1150, 1345 (SO<sub>2</sub>), 1355, 1570 (NO<sub>2</sub>), 1650 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.01 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.11 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.32 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.13 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 15.6, <sup>5</sup>J = 1.5, 7-CH<sub>2</sub>); 2.18 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 17.3, <sup>5</sup>J = 1.7, 5-CH<sub>2</sub>); 2.46 (1H, д, <sup>2</sup>J = 15.6, 7-CH<sub>2</sub>); 2.55 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 17.3, <sup>5</sup>J = 1.2, 5-CH<sub>2</sub>); 3.74 (3H, с, OCH<sub>3</sub> Ar); 3.77 (1H, д, д, <sup>2</sup>J<sub>AB</sub> = 13.9, <sup>3</sup>J<sub>BX</sub> = 8.3, 2-CH<sub>2</sub>); 3.86 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.94 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 13.9, <sup>3</sup>J = 10.5, 2-CH<sub>2</sub>); 4.33 (1H, уш. с, 9-CH); 5.31 (1H, д, д, <sup>3</sup>J<sub>AX</sub> = 10.5, <sup>3</sup>J<sub>BX</sub> = 8.3, 3-CH); 6.85 (2H, д, <sup>3</sup>J = 8.9, H-3,5 Ar); 7.06 (2H, д, <sup>3</sup>J = 8.5, H-2,6 Ar). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 21.1 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.5 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 29.4 (C-9); 32.4 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.4 (C-7); 55.0 (OCH<sub>3</sub> Ar); 68.5 (C-9a); 80.0 (C-3a); 84.2 (C-3); 108.3 (C-8a); 114.1 (C-3,5 Ar); 128.9 (C-2,6 Ar); 131.3 (C-1 Ar); 158.7 (C-4 Ar); 168.1 (C-4a); 196.4 (C-8). Найдено, %: С 57.65; Н 5.99; N 3.22. C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>7</sub>S. Вычислено, %: С 57.92; Н 5.79; N 3.22.

**(3R\*,3aS\*,9R\*,9aS\*)-9-(4-Гидроксифенил)-3a,6,6-триметил-3-нитро-2,3,3a,5,6,7,9,9a-октагидро-8H-тиено-[3,2-b]хромен-8-он-1,1-диоксид (3j).** Выход 25 мг (12%), белый порошок, т. пл. 204–206°C (EtOH). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 1142, 1333 (SO<sub>2</sub>), 1353, 1565 (NO<sub>2</sub>), 1639 (C=O), 3123 (OH). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д. (J, Гц): 1.00 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.06 (3H, с, 6-CH<sub>3</sub>); 1.27 (3H, с, 3a-CH<sub>3</sub>); 2.14 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 15.6, <sup>5</sup>J = 1.5, 7-CH<sub>2</sub>); 2.18 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 17.3, <sup>5</sup>J = 1.7, 5-CH<sub>2</sub>); 2.46 (1H, д, <sup>2</sup>J = 15.6, 7-CH<sub>2</sub>); 2.53 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 17.3, <sup>5</sup>J = 1.2, 5-CH<sub>2</sub>); 3.77 (1H, д, д, <sup>2</sup>J<sub>AB</sub> = 13.9, <sup>3</sup>J<sub>BX</sub> = 8.3, 2-CH<sub>2</sub>); 3.85 (1H, уш. с, 9a-CH); 3.94 (1H, д, д, <sup>2</sup>J = 13.9, <sup>3</sup>J = 10.5, 2-CH<sub>2</sub>); 4.30 (1H, уш. с, 9-CH); 5.21 (1H, д, д, <sup>3</sup>J<sub>AX</sub> = 10.5, <sup>3</sup>J<sub>BX</sub> = 8.3, 3-CH); 6.82 (2H, д, <sup>3</sup>J = 8.8, H-3,5 Ar); 7.00 (2H, д, <sup>3</sup>J = 8.4, H-2,6 Ar); 9.27 (1H, уш. с, OH). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>CN), δ, м. д.: 21.1 (3a-CH<sub>3</sub>); 25.5 (6-CH<sub>3</sub>); 29.0 (6-CH<sub>3</sub>); 29.4 (C-9); 32.4 (C-6); 41.7 (C-5); 50.2 (C-2); 50.4 (C-7); 68.5 (C-9a); 80.0 (C-3a); 84.2 (C-3); 108.2 (C-8a); 114.1 (C-3,5 Ar); 128.9 (C-2,6 Ar); 131.3 (C-1 Ar); 157.6 (C-4 Ar); 168.1 (C-4a); 196.4 (C-8). Найдено, %: С 57.12; Н 5.55; N 3.47. C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>7</sub>S. Вычислено, %: С 57.00; Н 5.50; N 3.32.

**Рентгеноструктурное исследование соединения 3c** проведено на монокристалльном дифрактометре Rigaku Oxford Diffraction XtaLab Synergy, оснащенный 2D гибридным детектором отраженных рентгеновских лучей HyPix-6000 (hybrid photon counting), при температуре 100К с использованием монохроматического микрофокусного CuKα-излучения. Параметры элементарной ячейки (пространственная группа Pna2<sub>1</sub>; a 14.8284(3), b 11.9442(2), c 7.0556(2) Å; V 1249.64(5) Å<sup>3</sup>;

Z 4) уточнены МНК на основе 7946 рефлексов с 2θ в пределах 9.51–140.00°. Данные были проинтегрированы с поправками на фон, фактор Лоренца и поляризационные эффекты в программном комплексе CrysAlisPro.<sup>18</sup> Поправка на поглощение введена в программном комплексе CrysAlisPro<sup>18</sup> эмпирически с помощью сферических гармоник, реализованных в алгоритме шкалирования SCALE3 ABSPACK. Структура расшифрована с помощью алгоритма двойного пространства и уточнена до R<sub>1</sub> 0.032 (wR<sub>2</sub> 0.083) для 2222 независимых рефлексов с |F<sub>o</sub>| ≥ 4σ<sub>F</sub> с использованием программ SHELX,<sup>19,20</sup> встроенной в комплекс OLEX2.<sup>21</sup> Положения атомов водорода рассчитаны по алгоритмам, заложенным в программном комплексе SHELX, где U<sub>iso</sub>(H) установлено как 1.5U<sub>eq</sub>(C) и длина связи C–H 0.98 Å для групп CH<sub>3</sub>, U<sub>iso</sub>(H) установлено как 1.2U<sub>eq</sub>(C) и длина связи C–H 0.99 Å для групп CH<sub>2</sub>, U<sub>iso</sub>(H) установлено как 1.2U<sub>eq</sub>(C) и длина связи C–H 0.95 Å для групп CH циклических фрагментов и U<sub>iso</sub>(H) установлено как 1.2U<sub>eq</sub>(C) и длина связи C–H 1.00 Å для третичных групп CH. Полные кристаллографические данные соединения 3c депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 2110288).

Файл сопроводительных материалов, содержащий спектры ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C всех синтезированных соединений, а также спектры COSY, NOESY, <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMQC, <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC, соединения 3c, доступен на сайте журнала <http://hgs.osi.lv>.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства просвещения России (проект № FSNZ-2020-0026) и РФФИ в рамках научного проекта № 20-33-90071.*

*Спектральные исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования при факультете химии Российского государственного педагогического университета им. А. И. Герцена.*

*Рентгеноструктурные исследования проведены с использованием оборудования Ресурсного центра Санкт-Петербургского государственного университета "Рентгенодифракционные методы исследования".*

#### Список литературы

- Nikoofar, K.; Yielzoleh, F. M. *J. Saudi Chem. Soc.* **2018**, *22*, 715.
- Sharma, D.; Kumar, M.; Das, P. *Bioorg. Chem.* **2021**, *107*, 104559.
- Elinson, M. N.; Ilovaisky, A. I.; Dorofeev, A. S.; Merkulova, V. M.; Stepanov, N. O.; Miloserdov, F. M.; Ogibin, Yu. N.; Nikishin, G. I. *Tetrahedron* **2007**, *63*, 10543.
- Garcia, A.; Borchardt, D.; Chang, C.-E. A.; Marsella, M. J. *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 16640.
- Pratap, R.; Ram, V. J. *Chem. Rev.* **2014**, *114*, 10476.
- Jadhav, S. N.; Patil, S. P.; Sahoo, D. P.; Rath, D.; Parida, K.; Rode, C. V. *Catal. Lett.* **2020**, *150*, 2331.
- Barkov, A. Yu.; Korotaev, V. Yu.; Sosnovskikh, V. Yu. *Tetrahedron Lett.* **2013**, *54*, 4181.
- Zanwar, M. R.; Kavala, V.; Gawande, S. D.; Kuo, C.-W.; Kuo, T.-S.; Chen, M.-L.; He, C.-H.; Yao, C.-F. *Eur. J. Org. Chem.* **2013**, 8288.

9. Halimehjani, A. Z.; Namboothiri, I. N. N.; Hooshmand, S. E. *RSC Adv.* **2014**, 4, 31261.
10. Efremova, I. E.; Serebryannikova, A. V.; Lapshina, L. V.; Savelev, I. I. *Russ. J. Gen. Chem.* **2020**, 90, 2522.
11. Васильева, М. В.; Берестовицкая, В. М.; Перекалин, В. В. *Журн. орган. химии* **1985**, 21, 1580.
12. Berestovitskaya, V. M.; Selivanova, M. V.; Vakulenko, M. I.; Efremova, I. E.; Berkova, G. A. *Russ. J. Org. Chem.* **2009**, 45, 1814.
13. Savelev, I. I.; Efremova, I. E.; Lapshina, L. V.; Gurzhiy, V. V.; Belyakov, A. V. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2021**, 57, 861.
14. Berestovitskaya, V. M.; Baichurin, R. I.; Baichurina, L. V.; Fel'gendler, A. V.; Aboskalova, N. I. *Russ. J. Gen. Chem.* **2013**, 83, 1755.
15. Berestovitskaya, V. M.; Makarenko, S. V.; Lyssenko, K. A.; Eliseenko, S. S.; Baichurin, R. I. *Russ. J. Org. Chem.* **2015**, 51, 1286.
16. Lapshina, L. V.; Serebryannikova, A. V.; Efremova, I. E.; Perkhunova, A. D.; Bortnikov, S. V.; Berestovitskaya, V. M. *Russ. J. Gen. Chem.* **2014**, 84, 1519.
17. Berestovitskaya, V. M. *Russ. J. Gen. Chem.* **2000**, 70, 1419.
18. *CrysAlisPro, Version 1.171.38.46*; Rigaku Oxford Diffraction, 2015.
19. Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem.* **2015**, A71, 3.
20. Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem.* **2015**, C71, 3.
21. Dolomanov, O. V.; Bourhis, L. J.; Gildea, R. J.; Howard, J. A. K.; Puschmann, H. *J. Appl. Crystallogr.* **2009**, 42, 339.