

С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, В. Н. Нестеров<sup>а</sup>,  
В. П. Литвинов<sup>б</sup>

**СИНТЕЗ И АЛКИЛИРОВАНИЕ  
4,5-*транс*-6-ГИДРОКСИ-4-(2-ИОДФЕНИЛ)-6-МЕТИЛ-5-(2-МЕТИЛФЕНИЛ)КАРБАМОИЛ-3-ЦИАНО-1,4,5,6-  
ТЕТРАГИДРОПИРИДИН-2-ТИОЛАТА ПИПЕРИДИНИЯ.  
МОЛЕКУЛЯРНАЯ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА  
3-(2-ИОДФЕНИЛ)-2-(4-ФЕНИЛТИАЗОЛ-2-ИЛ)АКРИЛОНИТРИЛА**

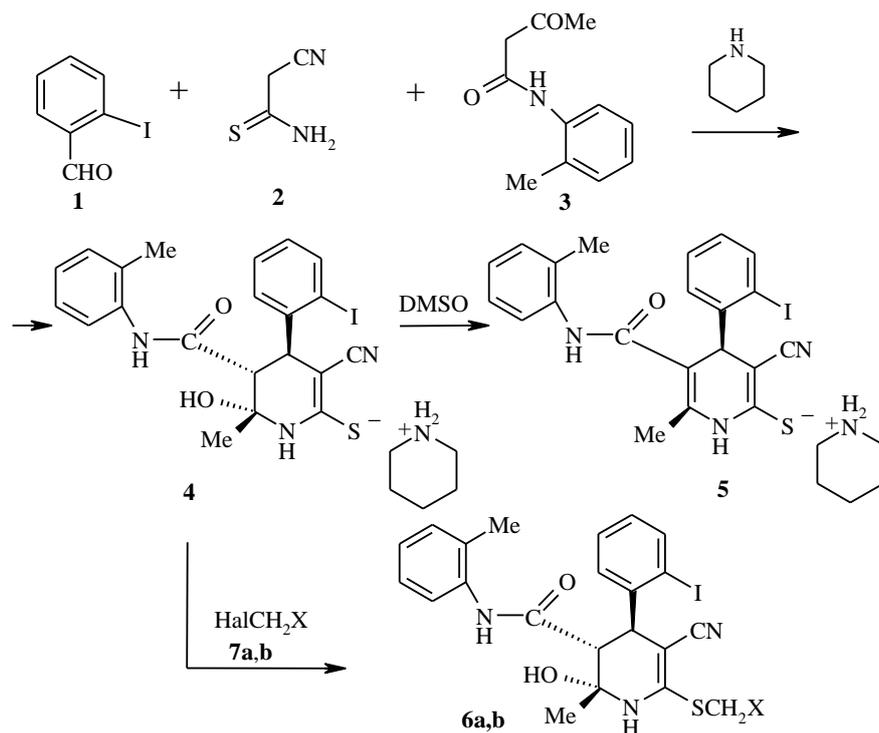
Взаимодействием *о*-иодбензальдегида, цианотиоацетамида и *N*-ацетоацетил-*о*-толуидина в присутствии пиперидина получен 4,5-*транс*-6-гидрокси-4-(2-иодфенил)-6-метил-5-(2-метилфенил)карбамоил-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолат пиперидиния, использованный в синтезе замещенных 4,5-*транс*-2-алкилтиотетрагидропиридинов и 2-(тиазол-2-ил)акрилонитрилов. Строение 3-(2-иодфенил)-2-(4-фенилтиазол-2-ил)акрилонитрила изучено с помощью РСА.

**Ключевые слова:** *N*-ацетоацетил-*о*-толуидин, *о*-иодбензальдегид, 3-(2-иодфенил)-2-(4-фенилтиазол-2-ил)ацилонитрил, цианотиоацетамид, конденсация, рентгеноструктурное исследование.

Замещенные серосодержащие тетрагидропиридины остаются до настоящего времени малоизученной группой органических соединений [1]. Учитывая данные о биологической активности таких гетероциклов [2], вызывают интерес исследования, связанные с разработкой удобных стереоселективных способов их получения.

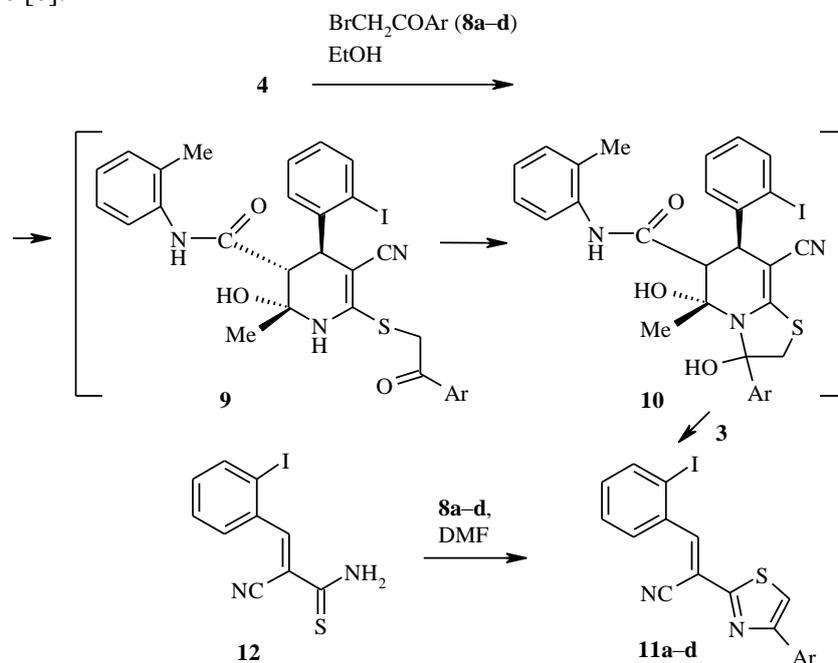
Взаимодействием *о*-иодбензальдегида (1), цианотиоацетамида (2) и *N*-ацетоацетил-*о*-толуидина (3) в присутствии пиперидина нами впервые получен замещенный тетрагидропиридин-2-тиолат пиперидиния 4. Указанное соединение является устойчивым в кристаллическом состоянии, но, в отличие от его тиенилзамещенного аналога [3], при растворении легко трансформируется в продукт дегидратации 5, что делает невозможным анализ строения тиолата 4 с помощью спектроскопии ЯМР <sup>1</sup>H. О стереоселективности приведенного метода синтеза можно судить по про-изводным 6, полученным при взаимодействии тиолата 4 с галогенидами 7 в этаноле.

В спектрах ЯМР <sup>1</sup>H соединений 6 присутствуют сигналы протонов всех указанных для них на схеме заместителей и группы NH (см. экспериментальную часть). Сигналы протонов 4-Н и 5-Н проявляются в виде дублетов в области 4.50–4.56 и 2.84–2.90 м. д. соответственно с КССВ <sup>3</sup>J = 11.8–12.3 Гц. Согласно уравнению Карплуса–Конроя [4], при таких значениях КССВ расчетный торсионный угол φ<sub>C(4)H–C(5)H</sub> равен 160–165°, что свидетельствует о *транс*-экваториальном положении групп Ar и ArNHCO. Мы предполагаем, что группа OH занимает аксиальное положение, что отмечалось для изоструктурных аналогов соединений 4, 6 [5].



**6, 7 a** Hal = I, X = H; **b** Hal = Cl, X = 4-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NHCO

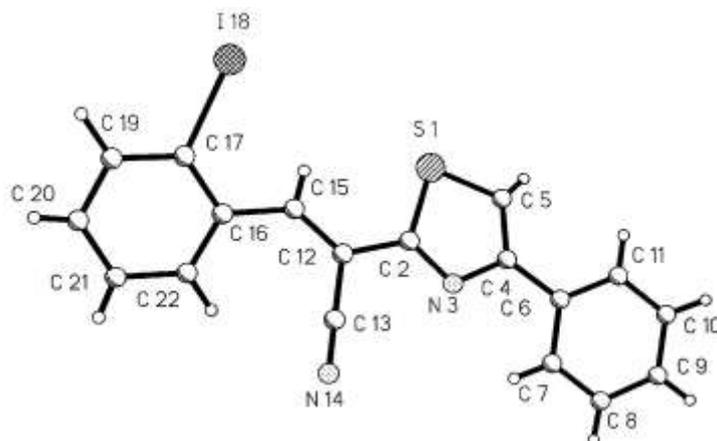
При алкилировании соли **4** бромидами **8** в этаноле при 20 °С происходит рециклизация тетрагидропиридинового кольца, которая ведет через интермедиаты **9** и **10** к замещенным тиазолам **11**. Последние были также получены независимо из соединений **12** и **8** в ДМФА по известной методике [6].



**8, 11 a** Ar = Ph, **b** Ar = 4-BuC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, **c** Ar = 4-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, **d** Ar = 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>

Для выяснения направления описанной выше рециклизации и одно-

значного установления строения ее продуктов проведено рентгеноструктурное исследование соединения **11a**, представляющего собой *E*-изомер относительно связи C<sub>(12)</sub>=C<sub>(15)</sub> (на рисунке показан общий вид молекулы, длины связей и валентные углы приведены в табл. 1).



Общий вид молекулы **11a**

Т а б л и ц а 1

Длины связей (*d*) в молекуле **11a**

Связь	<i>d</i> , Å	Связь	<i>d</i> , Å
I <sub>(18)</sub> –C <sub>(17)</sub>	2.096(5)	C <sub>(8)</sub> –C <sub>(9)</sub>	1.382(8)
S <sub>(1)</sub> –C <sub>(5)</sub>	1.701(5)	C <sub>(9)</sub> –C <sub>(10)</sub>	1.356(9)
S <sub>(1)</sub> –C <sub>(2)</sub>	1.729(4)	C <sub>(10)</sub> –C <sub>(11)</sub>	1.392(8)
N <sub>(3)</sub> –C <sub>(2)</sub>	1.289(6)	C <sub>(12)</sub> –C <sub>(15)</sub>	1.342(6)
N <sub>(3)</sub> –C <sub>(4)</sub>	1.378(5)	C <sub>(12)</sub> –C <sub>(13)</sub>	1.440(6)
N <sub>(14)</sub> –C <sub>(13)</sub>	1.137(6)	C <sub>(15)</sub> –C <sub>(16)</sub>	1.459(6)
C <sub>(2)</sub> –C <sub>(12)</sub>	1.479(6)	C <sub>(16)</sub> –C <sub>(17)</sub>	1.389(7)
C <sub>(4)</sub> –C <sub>(5)</sub>	1.365(7)	C <sub>(16)</sub> –C <sub>(22)</sub>	1.393(7)
C <sub>(4)</sub> –C <sub>(6)</sub>	1.463(6)	C <sub>(17)</sub> –C <sub>(19)</sub>	1.392(8)
C <sub>(6)</sub> –C <sub>(11)</sub>	1.388(6)	C <sub>(19)</sub> –C <sub>(20)</sub>	1.368(11)
C <sub>(6)</sub> –C <sub>(7)</sub>	1.398(7)	C <sub>(20)</sub> –C <sub>(21)</sub>	1.367(11)
C <sub>(7)</sub> –C <sub>(8)</sub>	1.385(8)	C <sub>(21)</sub> –C <sub>(22)</sub>	1.386(8)

В молекуле **11a** замещенный цикл триазола строго плоский (плоскость выполняется с точностью  $\pm 0.002$  Å). Двугранный угол между гетероциклом и фенильным заместителем (C<sub>(6)</sub>...C<sub>(11)</sub>) равен 163°, что указывает на незначительную скрученность вокруг связи C<sub>(4)</sub>–C<sub>(6)</sub>. Фрагмент молекулы C<sub>(2)</sub>–C<sub>(12)</sub>=C<sub>(15)</sub>–C<sub>(16)</sub> (отклонение атомов от средней плоскости  $\pm 0,014$  Å) лежит в плоскости гетероцикла (двугранный угол 2.5°), в то время как *o*-иодфенильный заместитель повернут относительно рассматриваемой цепочки атомов на 155.5°. Небольшое нарушение планарности молекулы, вероятно, можно объяснить внутримолекулярными невалентными контактами: S<sub>(1)</sub>...H<sub>(15)</sub> 2.74(5) Å, C<sub>(13)</sub>...C<sub>(22)</sub> 3.045(8) Å, C<sub>(13)</sub>...H<sub>(22)</sub> 2.47(5) Å, I<sub>(18)</sub>...H<sub>(15)</sub> 2.81(5) Å (при суммах ван-дер-ваальсовых радиусов 2.91, 3.54, 2.87, 3.13 Å соответственно [7]).

Т а б л и ц а 2

Валентные углы ( $\omega$ ) в молекуле 9a

Угол	$\omega$ , град.	Угол	$\omega$ , град.
C <sub>(5)</sub> -S <sub>(1)</sub> -C <sub>(2)</sub>	88.6(2)	C <sub>(6)</sub> -C <sub>(11)</sub> -C <sub>(10)</sub>	120.5(5)
C <sub>(2)</sub> -N <sub>(3)</sub> -C <sub>(4)</sub>	111.2(4)	C <sub>(15)</sub> -C <sub>(12)</sub> -C <sub>(13)</sub>	123.5(4)
N <sub>(3)</sub> -C <sub>(2)</sub> -C <sub>(12)</sub>	123.1(4)	C <sub>(15)</sub> -C <sub>(12)</sub> -C <sub>(2)</sub>	123.4(4)
N <sub>(3)</sub> -C <sub>(2)</sub> -S <sub>(1)</sub>	115.1(3)	C <sub>(13)</sub> -C <sub>(12)</sub> -C <sub>(2)</sub>	113.0(4)
C <sub>(12)</sub> -C <sub>(2)</sub> -S <sub>(1)</sub>	121.8(3)	N <sub>(14)</sub> -C <sub>(13)</sub> -C <sub>(12)</sub>	177.8(5)
C <sub>(5)</sub> -C <sub>(4)</sub> -N <sub>(3)</sub>	113.8(4)	C <sub>(12)</sub> -C <sub>(15)</sub> -C <sub>(16)</sub>	130.4(4)
C <sub>(5)</sub> -C <sub>(4)</sub> -C <sub>(6)</sub>	126.4(4)	C <sub>(17)</sub> -C <sub>(16)</sub> -C <sub>(22)</sub>	117.1(5)
N <sub>(3)</sub> -C <sub>(4)</sub> -C <sub>(6)</sub>	119.8(4)	C <sub>(17)</sub> -C <sub>(16)</sub> -C <sub>(15)</sub>	120.6(4)
C <sub>(4)</sub> -C <sub>(5)</sub> -S <sub>(1)</sub>	111.2(3)	C <sub>(22)</sub> -C <sub>(16)</sub> -C <sub>(15)</sub>	122.2(5)
C <sub>(11)</sub> -C <sub>(6)</sub> -C <sub>(7)</sub>	118.2(5)	C <sub>(16)</sub> -C <sub>(17)</sub> -C <sub>(19)</sub>	121.7(5)
C <sub>(11)</sub> -C <sub>(6)</sub> -C <sub>(4)</sub>	121.7(4)	C <sub>(16)</sub> -C <sub>(17)</sub> -I <sub>(18)</sub>	122.3(4)
C <sub>(7)</sub> -C <sub>(6)</sub> -C <sub>(4)</sub>	120.0(4)	C <sub>(19)</sub> -C <sub>(17)</sub> -I <sub>(18)</sub>	116.1(4)
C <sub>(8)</sub> -C <sub>(7)</sub> -C <sub>(6)</sub>	120.7(5)	C <sub>(20)</sub> -C <sub>(19)</sub> -C <sub>(17)</sub>	119.1(6)
C <sub>(9)</sub> -C <sub>(8)</sub> -C <sub>(7)</sub>	119.6(5)	C <sub>(21)</sub> -C <sub>(20)</sub> -C <sub>(19)</sub>	121.0(6)
C <sub>(10)</sub> -C <sub>(9)</sub> -C <sub>(8)</sub>	120.6(6)	C <sub>(20)</sub> -C <sub>(21)</sub> -C <sub>(22)</sub>	119.6(6)
C <sub>(9)</sub> -C <sub>(10)</sub> -C <sub>(11)</sub>	120.4(5)	C <sub>(21)</sub> -C <sub>(22)</sub> -C <sub>(16)</sub>	121.5(6)

Таблица 3

Координаты ( $\times 10^4$ ) и изотропные эквивалентные (для N изотропные) тепловые параметры неводородных атомов для молекулы 11a

Атом	x	y	z	$U_{(eq)}$
I <sub>(18)</sub>	-5(1)	1725(1)	1317(1)	69(1)
S <sub>(1)</sub>	4367(2)	285(1)	2497(1)	46(1)
N <sub>(3)</sub>	3484(4)	-496(1)	414(4)	34(1)
N <sub>(14)</sub>	-324(6)	-353(2)	-3351(5)	53(1)
C <sub>(2)</sub>	3028(5)	-22(2)	577(5)	33(1)
C <sub>(4)</sub>	4968(5)	-651(2)	1855(5)	36(1)
C <sub>(5)</sub>	5619(6)	-272(2)	3101(6)	44(1)
C <sub>(6)</sub>	5722(6)	-1175(2)	1917(6)	37(1)
C <sub>(7)</sub>	5263(7)	-1466(2)	389(6)	47(1)
C <sub>(8)</sub>	5999(8)	-1957(2)	420(8)	54(1)
C <sub>(9)</sub>	7176(8)	-2166(2)	1981(8)	59(1)
C <sub>(10)</sub>	7643(8)	-1889(2)	3476(8)	59(1)
C <sub>(11)</sub>	6922(7)	-1393(2)	3460(7)	51(1)
C <sub>(12)</sub>	1493(5)	249(2)	-780(5)	31(1)
C <sub>(13)</sub>	495(6)	-84(2)	-2233(5)	36(1)
C <sub>(15)</sub>	1053(6)	749(2)	-652(6)	37(1)
C <sub>(16)</sub>	-354(6)	1079(2)	-1881(6)	39(1)
C <sub>(17)</sub>	-969(7)	1518(2)	-1313(7)	46(1)
C <sub>(19)</sub>	-2287(9)	1844(2)	-2465(10)	66(2)
C <sub>(20)</sub>	-2970(9)	1733(3)	-4203(10)	72(2)
C <sub>(21)</sub>	-2377(9)	1310(3)	-4818(8)	68(2)
C <sub>(22)</sub>	-1076(8)	985(2)	-3663(7)	52(1)
H <sub>(5)</sub>	6573(88)	-264(25)	3947(85)	7(2)
H <sub>(7)</sub>	4475(74)	-1323(22)	-586(73)	5(2)
H <sub>(8)</sub>	5796(79)	-2121(24)	-551(82)	6(2)
H <sub>(9)</sub>	7712(72)	-2499(24)	2024(71)	5(1)
H <sub>(10)</sub>	8334(86)	-2056(26)	4505(85)	7(2)
H <sub>(11)</sub>	7280(76)	-1204(23)	4458(76)	5(2)
H <sub>(15)</sub>	1695(63)	917(19)	282(64)	3(1)
H <sub>(19)</sub>	-2747(90)	2166(28)	-2043(87)	8(2)
H <sub>(20)</sub>	-3868(97)	1923(29)	-4757(92)	8(2)
H <sub>(21)</sub>	-2757(91)	1210(27)	-5898(92)	7(2)
H <sub>(22)</sub>	-589(71)	703(23)	-4086(68)	5(1)

В гетероцикле рассматриваемой молекулы сопряжение обуславливает

заметное перераспределение длин связей, которые совпадают с установленными значениями в тиазолах. Остальные длины связей и валентные углы имеют ожидаемые значения [8].

В кристалле наблюдается межмолекулярный контакт  $C_{(5)}-H_{(5)}\dots N_{(14)}$  ( $1 + x, y, 1 + z$ ) с параметрами:  $C_{(5)}\dots N_{(14)}$  3.448(7),  $C_{(5)}-H_{(5)}$  0.82(5),  $H_{(5)}\dots N_{(14)}$  2.64(5) Å, угол  $C_{(5)}-H_{(5)}\dots N_{(14)}$  174(3)°.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры регистрировали на спектрофотометре ИКС-29 в вазелиновом масле, масс-спектры – на спектрометре Kratos MS-30 с прямым вводом образца в источник. Спектры ЯМР  $^1H$  записывали на приборах Bruker AM-300 (для соединений **4**, **6**) и Bruker WP-100 SY (для **11**) в ДМСО- $d_6$  (внутренний стандарт ТМС). Контроль за ходом реакции и индивидуальностью веществ осуществляли с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254 (элюент ацетон–гексан, 3 : 5).

**4,5-транс-6-Гидрокси-4-(2-иодфенил)-6-метил-5-(2-метилфенил)карбамоил-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолат пиперидиния (4)**. К смеси 4.64 г (20 ммоль) *o*-иодбензальдегида **1** и 3 капля пиперидина в 30 мл этанола (~20 °С) при перемешивании добавляют 2 г (20 ммоль) цианотиоацетамида **2**, через 5 мин 3.83 г (20 ммоль) *N*-ацетоацетил-*o*-толуидина **3** и далее 2.47 мл (25 ммоль) пиперидина. Через 30 мин образовавшийся осадок отфильтровывают, промывают ацетоном. Получают 11 г (93%) соли **4**. Т. пл. 171–173 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 3150–3330 (NH, OH), 2164 (CN), 1680 (CO). Вследствие быстрого протекания процессов дегидратации тиолата **4** в растворах ДМСО или  $CDCl_3$  в спектре ЯМР  $^1H$  регистрируются сигналы протонов 1,4-дигидропиридин-2-тиолата **5**: 1.55–1.68 (6H, м,  $3CH_2$ ); 1.78 (3H, с, 6-Me); 2.06 (3H, с, 2'-Me); 3.02 (4H, м,  $CH_2NCH_2$ ); 4.81 (1H, с, 4-H); 7.06 м, 7.42 м и 7.71 д (8H,  $H_{Ar}$ ); 7.65 (1H, с, NH); 8.36 (1H, с, CONH) (сигналы протонов группы  $^+NH_2$  не проявляются в результате дейтерообмена). Масс-спектр ЭУ (70 эВ),  $m/z$  ( $I_{отн.}$ , %): 58 (21), 107 (100), 224 (30), 252 (99), 253 (36), 254 (30), 358 (90), 359 (34). Пик  $[M^+]$  отсутствует. Найдено, %: C 53.24; H 5.57; N 9.83; S 5.19.  $C_{26}H_{31}IN_4O_2S$ . Вычислено, %: C 52.88; H 5.29; N 9.49; S 5.43.

**4,5-транс-6-Гидрокси-4-(2-иодфенил)-6-метил-2-Х-метилтио-5-(2-метилфенил)карбамоил-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридиния (6a,b)**. Смесь 1.77 г (3 ммоль) соли **4** и 3 ммоль соответствующего галогенида **7** в 30 мл 80% этанола перемешивают при 20 °С до растворения исходных реагентов и фильтруют через бумажный фильтр. Через 12 ч образовавшийся в фильтрате мелкокристаллический осадок отфильтровывают, промывают 80% этанолом и гексаном.

Соединение **6a**. Выход 1.17 г (75%). Т. пл. 196–198 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 3180–3390 (NH, OH), 2174 (CN), 1650 (CO). Спектр ЯМР  $^1H$ ,  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.60 (3H, с, 6-Me); 1.90 (3H, с, 2'-Me); 2.49 (3H, с, SMe); 2.84 (1H, д,  $^3J = 11.8$ , 5-H); 4.50 (1H, д,  $^3J = 11.8$ , 4-H); 6.10 (1H, с, OH); 7.10 м, 7.38 м и 7.81 д (8H $_{Ar}$ ); 7.71 (1H, с, NH); 9.25 (1H, с, CONH). Масс-спектр ЭУ (70 эВ),  $m/z$  ( $I_{отн.}$ , %): 58 (49), 77(26), 107(100), 165(31), 266(40), 372(27). Пик  $[M^+]$  отсутствует. Найдено, %: C 50.41; H 4.76; N 8.46; S 6.29.  $C_{22}H_{22}IN_3O_2S$ . Вычислено, %: C 50.87; H 4.27; I 24.43; N 8.09; S 6.17.

Соединение **6b**. Выход 1.66 г (77%). Т. пл. 232–233 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 3180–3330 (NH, OH), 2175 (CN), 1650 (CO). Спектр ЯМР  $^1H$ ,  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.61 (3H, с, 6-Me); 1.90 (3H, с, 2'-Me); 2.90 (1H, д,  $^3J = 12.3$ , 5-H); 3.91 (2H, с,  $SCH_2$ ); 4.48 (1H, д,  $^3J = 12.3$ , 4-H); 6.17 (1H, с, OH); 7.09 м, 7.37 д, 7.58 к, 7.81 д (12H $_{Ar}$ ); 8.29 (1H, с, NH); 9.27 (1H, с, 5-CONH); 10.48 (1H, с, 2- $SCH_2CONH$ ). Масс-спектр ЭУ (70 эВ),  $m/z$  ( $I_{отн.}$ , %): 58(78), 65(54), 77(75), 91(91), 107(76), 133(90), 171(85), 173(61), 197(99), 199(89), 220(58), 239(55), 266(82), 326(49), 393(44). Пик  $[M^+]$  отсутствует. Найдено, %: C 48.91; H 3.22; N 8.13; S 4.75.  $C_{29}H_{26}BrIN_4O_3S$ . Вычислено, %: C 48.55; H 3.65; N 7.81; S 4.47.

**2-(4-Арилтиазол-2-ил)-3-(2-иодфенил)акрилонитрилы (11a-d)**. А. Получают идентично сульфидам **6**, используя соответствующие бромиды **8a-d**.

Б. Тиазолы **11a-d** синтезируют по известной методике [6], используя 0.94 г (3 ммоль) соединения **12** и 3 ммоль бромиды **8a-d**.

Соединение **11a**. Выход 0.85 г (68%) (А), 0.88 г (71%) (Б). Т. пл. 112–114 °С. Спектр

ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 7.42 м, 8.02 м (9H,  $\text{H}_{\text{Ar}}$ ); 8.30 (1H, с,  $\text{H}_{\text{Het}}$ ); 8.36 (1H, с,  $\text{CH}=\text{}$ ). Найдено, %: С 52.45; Н 2.82; N 6.97; S 8.01.  $\text{C}_{18}\text{H}_{11}\text{IN}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 52.19; Н 2.68; N 6.76; S 7.74.

Соединение **11b**. Выход 1.12 г (79%) (А), 1.20 г (85%) (Б). Т. пл. 77–78 °С. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 0.89 (3H, т, Me); 1.29 м, 1.52 м и 2.60 т (6H, 3 $\text{CH}_2$ ); 7.28 м, 7.60 т, 7.90 д и 8.03 д (8 $\text{H}_{\text{Ar}}$ ); 8.23 (1H, с,  $\text{H}_{\text{Het}}$ ); 8.29 (1H, с,  $\text{CH}=\text{}$ ). Найдено, %: С 56.44; Н 4.35; N 5.63; S 7.03.  $\text{C}_{22}\text{H}_{19}\text{IN}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 56.18; Н 4.07; N 5.96; S 6.82.

Соединение **11c**. Выход 1.32 г (89%) (А), 1.30 г (88%) (Б). Т. пл. 155–157 °С. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 7.27 м, 7.62 т и 8.01 т (8 $\text{H}_{\text{Ar}}$ ); 8.28 (1H, с,  $\text{H}_{\text{Het}}$ ); 8.39 (1H, с,  $\text{CH}=\text{}$ ). Найдено, %: С 43.37; Н 2.31; N 5.82; S 6.81.  $\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{BrIN}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 43.84; Н 2.04; N 5.68; S 6.50.

Соединение **11d**. Выход 0.86 г (67%) (А), 1.05 г (82%) (Б). Т. пл. 95–97 °С. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 2.33 (3H, с, Me); 7.27 м, 7.60 т, 7.94 д и 8.07 д (8 $\text{H}_{\text{Ar}}$ ); 8.20 (2H, д,  $\text{H}_{\text{Het}}$  и  $\text{CH}=\text{}$ ). Найдено, %: С 53.45; Н 3.17; N 6.81; S 7.62.  $\text{C}_{19}\text{H}_{13}\text{IN}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 53.28; Н 3.06; N 6.54; S 7.49.

**Рентгеноструктурное исследование 3-(2-идофенил)-2-(4-фенилтриазол-2-ил)акрилонитрила (11a)**. Кристаллы моноклинные, при 20 °С:  $a = 8.141(3)$ ,  $b = 25.506(8)$ ,  $c = 8.419(3)$  Å,  $V = 1598.5(9)$  Å<sup>3</sup>,  $d_{\text{выч}} = 1.721$  г/см<sup>3</sup>,  $Z = 4$ , пространственная группа  $P2_1/n$ . Параметры ячейки и интенсивности 3495 независимых отражений измерены на четырехкружном автоматическом дифрактометре Siemens РЗ/РС ( $\lambda\text{MoK}\alpha$ , графитовый монохроматор,  $\theta/2\theta$ -сканирование до  $\theta_{\text{max}} = 27^\circ$ ). Структура расшифрована прямым методом, выявившим все неводородные атомы, и уточнена полноматричным МНК в анизотропном приближении для неводородных атомов. Все атомы водорода объективно выявлены разностными Фурье-синтезами и уточнены изотропно. Окончательные значения факторов расходимости  $R_1 = 0.052$  по 2980 независимым отражениям с  $I > 2\sigma(I)$  и  $wR_2 = 0.127$  по 3436 независимым отражениям. Все расчеты проведены по программе SHELXTL PLUS и SHELXL-93 (версия PC). Координаты и изотропные эквивалентные (для Н изотропные) тепловые параметры атомов приведены в табл. 3.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. П. Литвинов, *Изв. АН. Сер. хим.*, 2123 (1998).
2. С. Г. Кривоколыско, Дис. канд. хим. наук, Москва, 1997.
3. С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, В. П. Литвинов, *ХГС*, 1425 (1998).
4. Х. Гюнтер, *Введение в курс спектроскопии ЯМР*, Мир, Москва, 1984, 129.
5. С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, А. Н. Чернега, В. П. Литвинов, *ХГС*, 790 (2001).
6. V. D. Dyachenko, S. G. Krivokolysko, V. P. Litvinov, *Mendeleev Commun.*, 23 (1998).
7. R. S. Rowland, R. Taylor, *J. Phys. Chem.*, **100**, 7384 (1996).
8. F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, L. Brammer, A. G. Orpen, R. Taylor, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, S1 (1987).

Луганский государственный педагогический университет им. Тараса Шевченко,  
Луганск 348011, Украина

Поступило в редакцию 18.05.99

<sup>a</sup>Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН,  
Москва 117813

<sup>b</sup>Институт органической химии им. Н. Д. Зелинского РАН, Москва 117913