

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

**СИНТЕЗ И СВОЙСТВА  
6-ГИДРОКСИ-5-БЕНЗОИЛ-6-ФЕНИЛ-4-(2-ХЛОРФЕНИЛ)-3-  
ЦИАНО-1,4,5,6-ТЕТРАГИДРОПИРИДИН-2-ТИОЛАТОВ  
АММОНИЯ**

Взаимодействием 2-хлорбензальдегида с цианотиоацетамидом и дибензоилметаном в присутствии пиперидина или N-метилморфолина получены соответствующие 6-гидрокси-5-бензоил-6-фенил-4-(2-хлорфенил)-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолаты, использованные в синтезе 1-алкил-тио-4-бензоил-1-бензоиламино-3-(2-хлорфенил)-2-цианобут-1-енов.

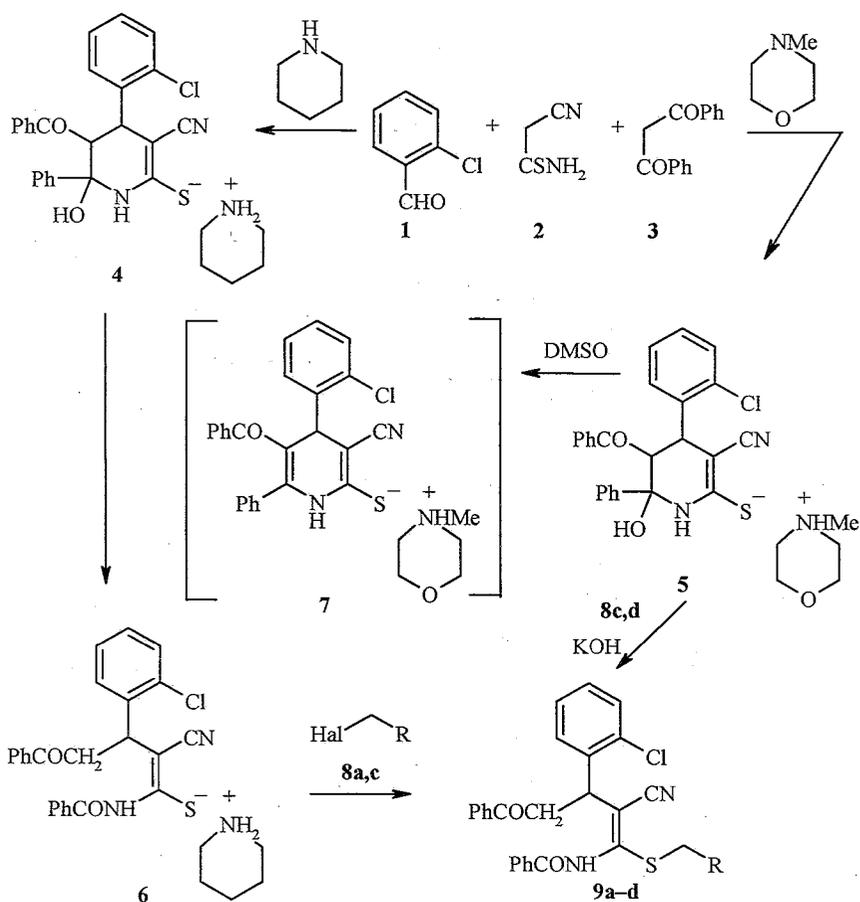
**Ключевые слова:** замещенные 1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолаты аммония, раскрытие цикла действием аминующих агентов.

6-Гидрокси-6-метил-5-(2-метилфенил)карбамоил-4-(2-тиенил)-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолат пиперидиния при взаимодействии с фенацилбромидом превращается в 3-(2-тиенил)-2-(4-фенилтиазол-2-ил)акрилонитрил [1]. Другие примеры раскрытия цикла серосодержащих тетрагидропиридинов не известны.

Нами установлено, что конденсация 2-хлорбензальдегида (**1**) с цианотиоацетамидом (**2**) и дибензоилметаном (**3**) в этаноле в присутствии пиперидина или N-метилморфолина (~20 °С) протекает с образованием соответствующих замещенных тетрагидропиридин-2-тиолатов **4**, **5**. Пиперидиновая соль **4** при ее выдерживании в реакционной среде при комнатной температуре в течение 12 ч трансформируется в тиолат **6**. N-Метилморфолиниевая соль **5** не подвергается дальнейшим превращениям, но легко дегидратируется при растворении в ДМСО в условиях съемки спектра ЯМР <sup>1</sup>H. При этом регистрируются сигналы протонов дигидропиридина **7**.

По данным спектра ЯМР <sup>1</sup>H, тиолат **6** образуется в виде смеси основного (А) и минорного (Б) конформационных изомеров, соотношение А : Б равно 2 : 1 (см. экспериментальную часть). Данный вид изомерии характерен и для продуктов алкилирования соли **6** галогенидами **8a,b** – сульфидов **9a,b**.

Взаимодействие соли **5** с галогенидами **8c,d** в присутствии КОН протекает региоселективно с одновременным раскрытием тетрагидропиридинового цикла. При этом наблюдается образование соединений **9c,d** в виде одного конформера типа Б. Интересно, что конформеры такого типа являются минорными для соединений **6**, **9a,b**.



**8 a,c Hal = I; 8 b, d Hal = Cl;**  
**8, 9a R = H; b R = 4-BrC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NHCO; c R = Me; d R = Ph**

Строение соединения **9c** изучено методом рентгеноструктурного анализа. Общий вид молекулы **9c** показан на рис. 1, основные геометрические параметры приведены в табл. 1.

Таблица 1

Основные длины связей ( $d$ ) и валентные углы ( $\omega$ ) в молекуле соединения **9c**

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град.}$
C(1)-C(8)	1.725(4)	C(1)-S(1)-C(19)	103.4(2)
S(1)-C(1)	1.748(4)	C(1)-N(1)-C(21)	126.3(4)
S(1)-C(19)	1.807(5)	S(1)-C(1)-N(1)	119.6(3)
O(1)-C(5)	1.214(4)	S(1)-C(1)-C(2)	120.3(3)
O(2)-C(21)	1.206(4)	N(1)-C(1)-C(2)	120.1(3)
N(1)-C(1)	1.394(5)	C(1)-C(2)-C(3)	126.1(3)
N(1)-C(21)	1.369(5)	C(1)-C(2)-C(6)	118.7(4)
N(2)-C(6)	1.138(4)	C(1)-C(2)-C(5)	130.3(4)
C(1)-C(2)	1.344(5)	C(2)-C(3)-C(4)	111.2(3)
C(2)-C(6)	1.436(5)	C(2)-C(3)-C(7)	109.1(3)
C(4)-C(5)	1.351(6)	C(4)-C(3)-C(7)	114.3(3)
		N(2)-C(6)-C(2)	176.2(5)

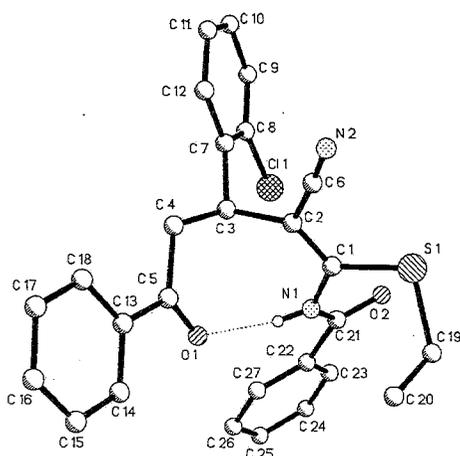


Рис. 1. Общий вид молекулы **9c** с нумерацией атомов (из атомов водорода показан лишь  $H_{(1)}$ ); штриховыми линиями обозначена водородная связь)

Особенностью молекулярной структуры соединения **9c** является внутримолекулярная водородная связь  $O_{(1)} \cdots H_{(1)} - N_{(1)}$  ( $O_{(1)} \cdots N_{(1)}$  2.90(4),  $O_{(1)} - H_{(1)}$  2.19(3),  $N_{(1)} - H_{(1)}$  0.79(3) Å, угол  $O_{(1)} - H_{(1)} - N_{(1)}$  149(2)°, замыкающая восьмичленный цикл  $O_{(1)}H_{(1)}N_{(1)}C_{(1-5)}$ . Геометрические параметры этой связи соответствуют Н-связи средней прочности, а расстояние  $O_{(1)} \cdots N_{(1)}$  близко к среднестатистическому для связей  $N-H \cdots O$  значению 2.89 Å [2, 3]. Атом  $N_{(1)}$  имеет плоскотригональную конфигурацию связей – сумма валентных углов при этом атоме составляет 358.9°. Длины связей  $S-C_{(2)}$  1.748(4),  $S-C_{(19)}$  1.807(5) Å и валентный угол  $C_{(2)}-S_{(1)}-C_{(19)}$  103.4(2)° в пределах ошибки эксперимента совпадают с соответствующими значениями 1.759(8), 1.795(18) Å и 102.1(5)°, найденными в молекуле  $H_2C=CH-S-Me$  [4].

Молекулы соединения **9c** объединены в кристалле силами Ван-дер-Ваальса; укороченные межмолекулярные контакты не наблюдаются. Кристаллическая упаковка соединения **9c** показана на рис. 2.

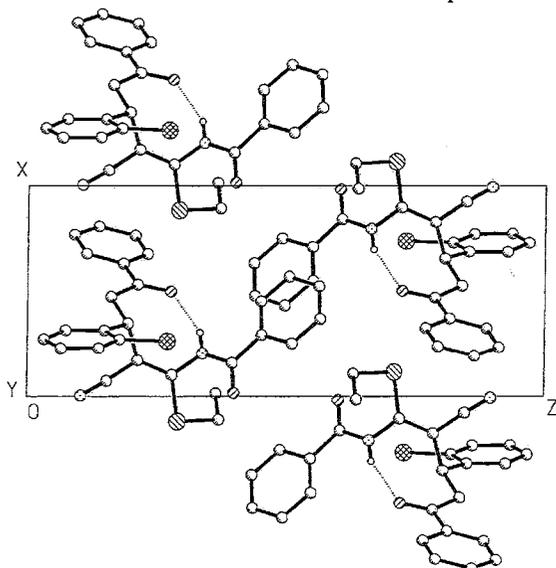


Рис. 2. Кристаллическая упаковка (проекция  $ac$ ) соединения **9c**

Координаты атомов и эквивалентные изотропные  
тепловые параметры  $U_{\text{экр}}$  в структуре 9с

АТОМ	x	y	z	$U_{\text{экр}}, \text{Å}^2$
Cl(1)	0.2621(2)	0.61028(15)	0.26880(7)	0.0995
S(1)	-0.11532(14)	0.17480(16)	0.29021(7)	0.0779
O(1)	0.4985(3)	0.0426(3)	0.27517(14)	0.0661
O(2)	0.0158(4)	0.3844(4)	0.39889(17)	0.0959
N(1)	0.2037(5)	0.2253(4)	0.33802(17)	0.0569
N(2)	0.0052(5)	0.1883(5)	0.1032(2)	0.0868
C(1)	0.1016(5)	0.2207(4)	0.2784(2)	0.0548
C(2)	0.1710(5)	0.2475(4)	0.2122(2)	0.0494
C(3)	0.5461(5)	0.3128(5)	0.19305(18)	0.0520
C(4)	0.4738(5)	0.1895(5)	0.16000(19)	0.0588
C(5)	0.5313(5)	0.0442(5)	0.2117(2)	0.0535
C(6)	0.0739(5)	0.2138(5)	0.1527(2)	0.0577
C(7)	0.3133(5)	0.4731(5)	0.1471(2)	0.0545
C(8)	0.2703(5)	0.6129(5)	0.1771(2)	0.0652
C(9)	0.2287(6)	0.7587(6)	0.1367(3)	0.0823
C(10)	0.2277(6)	0.7675(6)	0.0639(3)	0.0919
C(11)	0.2710(6)	0.6321(7)	0.0317(2)	0.0836
C(12)	0.3147(5)	0.4870(5)	0.0728(2)	0.0669
C(13)	0.6301(5)	-0.0971(5)	0.1833(2)	0.0556
C(14)	0.6755(6)	-0.2321(6)	0.2298(2)	0.0784
C(15)	0.7640(7)	-0.3670(6)	0.2056(4)	0.0988
C(16)	0.8083(7)	-0.3668(7)	0.1354(4)	0.1041
C(17)	0.7680(7)	-0.2332(8)	0.0885(3)	0.0957
C(18)	0.6775(6)	-0.0968(5)	0.1121(2)	0.0746
C(19)	-0.1068(6)	0.0322(6)	0.3702(3)	0.0873
C(20)	0.0139(7)	-0.1158(7)	0.3643(3)	0.1209
C(21)	0.1578(6)	0.3084(5)	0.3949(2)	0.0639
C(22)	0.2915(5)	0.2960(5)	0.4517(2)	0.0612
C(23)	0.2505(6)	0.3752(6)	0.5101(2)	0.0825
C(24)	0.3681(8)	0.3698(7)	0.5642(2)	0.0944
C(25)	0.5229(8)	0.2861(7)	0.5619(3)	0.1063
C(26)	0.5679(8)	0.212(1)	0.5041(4)	0.1790
C(27)	0.4518(7)	0.2148(8)	0.4500(3)	0.1400
H(1)	0.303(4)	0.190(4)	0.3330(17)	0.041(11)

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  сняты на приборе Bruker AM-300 (300.13 МГц) в ДМСО- $d_6$  (внутренний стандарт ТМС), ИК спектры – на спектрофотометре ИКС-29 в вазелиновом масле, масс-спектры ЭУ (70 эВ) – на спектрометре Kratos MS-30 с прямым вводом образца в источник. Контроль за ходом реакции и индивидуальностью веществ осуществляли с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254; элюент ацетон–гексан, 3 : 5.

**5-Бензоил-6-гидрокси-6-фенил-4-(2-хлорфенил)-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиперидин-2-тиолат пиперидиния (4).** К смеси 2.25 г (20 ммоль) 2-хлорбенальдегида **1** и 3 капель пиперидина в 30 мл этанола при перемешивании и комнатной температуре добавляют 2 г цианотиоацетамида **2**, через 5 мин – 4.48 г (20 ммоль) дибензоилметана **3** и далее 2.47 мл (25 ммоль) пиперидина. Через 20 мин образовавшийся осадок продукта **4** отфильтровывают, промывают этанолом и гексаном. Выход 8.41 г (79%). Т. пл. 117–119 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3150–3270 (NH, OH), 2170 (CN), 1695 (CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д., J (Гц): 1.58

(6H, уш. с,  $3\text{CH}_2$ ); 2.96 (4H, уш. с,  $\text{CH}_2\text{NCH}_2$ ); 4.28 (1H, д,  $^3J = 9.3$ , 5-H); 4.85 (1H, д,  $^3J = 9.3$ , 4-H); 5.50 (1H, с, OH); 7.09–8.18 (15H, м,  $14\text{H}_{\text{аром}}$  и NH). Найдено, %: С 67.94; Н 5.89; N 7.71; S 6.18.  $\text{C}_{30}\text{H}_{30}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 67.72; Н 5.68; N 7.90; S 6.03. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 69 (43), 77 (43), 84 (38), 105 (46), 147 (38), 187 (45), 224 (99). Пик  $[\text{M}^+]$  отсутствует.

**5-Бензоил-6-гидрокси-6-фенил-4-(2-хлорфенил)-3-циано-1,4,5,6-тетрагидропиридин-2-тиолат N-метилморфолина (5).** К смеси 2.25 г (20 ммоль) 2-хлорбензальдегида **1** и 3 капля N-метилморфолина в 30 мл этанола при перемешивании и комнатной температуре добавляют 2 г цианотиоацетамида **2**, через 5 мин – 4.48 г (20 ммоль) дибензоилметана **3** и далее 2.52 мл (25 ммоль) N-метилморфолина. После растворения исходных реагентов реакционную массу выдерживают при комнатной температуре 12 ч. Образовавшийся осадок продукта **5** отфильтровывают, промывают ацетоном. Выход 8.1 г (74%). Т. пл. 127–129 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3300–3365 (NH, OH), 2170 (CN), 1680 (CO). Найдено, %: С 65.96; Н 5.82; N 7.43; S 5.93.  $\text{C}_{30}\text{H}_{30}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$ . Вычислено, %: С 65.74; Н 5.52; N 7.67; S 5.85. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 43 (100), 51 (21), 71 (24), 77 (63), 105 (43), 391 (38). Пик  $[\text{M}^+]$  отсутствует. Вследствие быстрого протекания процессов дегидратации тиолата **5** в растворе ДМСО в спектре ЯМР  $^1\text{H}$  регистрируются сигналы протонов 1,4-дигидропиридин-2-тиолата **7**,  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 2.51 (3H, с, NMe); 2.77 (4H, уш. с,  $\text{CH}_2\text{NCH}_2$ ); 3.70 (4H, уш. с,  $\text{CH}_2\text{OCH}_2$ ); 5.10 (1H, с, 4-H); 6.95–8.27 (15H, м,  $14\text{H}_{\text{аром}}$  и NH).

**4-Бензоил-1-бензоиламино-3-(2-хлорфенил)-2-цианобут-1-ен-1-тиолат пиперидиния (6)** получают аналогично соединению **4**, но реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре 12 ч. Выход 8.81 г (83%). Т. пл. 131–133 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3145–3210 (NH), 2170 (CN), 1620, 1695 (2CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (A : B 2 : 1),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.58 (6H, м,  $3\text{CH}_2$ ); 3.00 (4H, т,  $^3J = 6.8$ ,  $\text{CH}_2\text{NCH}_2$ ); 3.30–3.91 (2H, м, 4,4- $\text{H}_2$ ); 4.67 (д. д.,  $^3J = 5.2$ ,  $^3J = 9.1$ , 3-H); 5.32 (т,  $^3J = 7$ , 3- $\text{H}_A$ , суммарная интенсивность сигналов 3- $\text{H}_A$  и 3- $\text{H}_B$  соответствует 1H); 7.15–7.65 м, 7.87 м и 8.03 д ( $^3J = 7.2$ ) (14H,  $\text{H}_{\text{аром}}$ ); 9.06 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 67.88; Н 5.92; N 7.77; S 6.22.  $\text{C}_{30}\text{H}_{30}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 67.72; Н 5.68; N 7.90; S 6.03. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 51 (58), 56 (41), 77 (79), 84 (68), 85 (47), 105 (100), 207 (72). Пик  $[\text{M}^+]$  отсутствует.

**4-Бензоил-1-бензоиламино-1-метилтио-3-(2-хлорфенил)-2-цианобут-1-ен (9a).** Смесь 2.66 г (5 ммоль) соли **6** и 0.31 мл (5 ммоль) метилиодида **8a** в 30 мл 80% этанола нагревают до полного растворения исходных реагентов и раствор фильтруют через бумажный фильтр. Образовавшийся в фильтрате осадок продукта **9a** через 12 ч отделяют, промывают этанолом и гексаном. Выход 1.89 г (82%). Т. пл. 161–163 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3285 (NH), 2205 (CN), 1685, 1710 (2CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (A : B, 2 : 1),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 2.26 (с,  $\text{SMe}_A$ ); 2.31 (с,  $\text{SMe}_B$ ); 3.66 (м, 4,4- $\text{H}_2$  конформера A); 3.76 (д. д.,  $^2J = 16$ ,  $^3J = 5.4$ , 4-H), 3.94 (д. д.,  $^2J = 16$ ,  $^3J = 9$ , 4- $\text{H}_B$ ); 4.84 (д. д.,  $^3J = 5.4$ ,  $^3J = 9$ , 3- $\text{H}_B$ ); 4.96 (т,  $^3J = 7.2$ , 3- $\text{H}_A$ ). Суммарная интенсивность сигналов  $\text{SMe}_A$  и  $\text{SMe}_B$  соответствует 3H, 4- $\text{H}_A$  и 4- $\text{H}_B$ -2H, 3- $\text{H}_A$  и 3- $\text{H}_B$ -1H; 7.25–7.68 и 7.90–8.05 (14H, два м,  $\text{H}_{\text{аром}}$ ); 10.42 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 67.95; Н 4.33; N 6.18; S 7.07.  $\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2\text{S}$ . Вычислено, %: С 67.74; Н 4.59; N 6.08; S 6.96. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 77 (90), 78 (49), 105 (100), 106 (92), 122 (35), 207 (46), 292 (50), 355 (31), 413 (21), 460  $[\text{M}^+]$  (6).

**4-Бензоил-1-бензоиламино-1-(4-бромфенил)карбамоилметилтио-3-(2-хлорфенил)-2-цианобут-1-ен (9b)** получают аналогично соединению **9a**, используя соответственно хлорид **8b**. Выход 2.89 г (88%). Т. пл. 219–221 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3210–3285 (2NH), 2200 (CN), 1650, 1710 (3CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  (A : B 5 : 3),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 3.66–3.86 (4H, м, SCH<sub>2</sub> и 4,4- $\text{H}_2$ ); 4.82 (д. д.,  $^3J = 5.5$ ,  $^3J = 8.9$ , 3- $\text{H}_B$ ); 5.08 (т,  $^3J = 6.7$ , 3- $\text{H}_A$ ); 7.25–7.65, 7.98 (18H, два м,  $\text{H}_{\text{аром}}$ ); 10.17 и 10.53 (два с, 2NH<sub>A</sub>); 10.23 и 10.56 (два с, 2NH<sub>B</sub>). Суммарная интенсивность сигналов 3-H, а также двух групп NH конформеров A и B равна интенсивности одного и двух протонов соответственно. Найдено, %: С 60.26; Н 4.03; N 6.25; S 4.95.  $\text{C}_{33}\text{H}_{25}\text{BrClN}_3\text{O}_3\text{S}$ . Вычислено, %: С 60.15; Н 3.82; N 6.38; S 4.87. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 77 (60), 89 (17), 105 (100), 133 (23), 173 (21), 207 (30), 227 (29). Пик  $[\text{M}^+]$  отсутствует.

**4-Бензоил-1-бензоиламино-3-(2-хлорфенил)-2-циано-1-этилтиобут-1-ен (9c).** К суспензии 2.73 г (5 ммоль) соли **5** в 30 мл 80% этанола при перемешивании и комнатной температуре добавляют 2.8 мл (5 ммоль) 10% водного раствора KOH, а через 5 мин – 0.4 мл (5 ммоль) этилиодида **8c**. После растворения исходных реагентов смесь фильтруют через бумажный фильтр. Образовавшийся в фильтрате через 12 ч осадок отделяют, промывают этанолом и гексаном. Выход 1.92 г (81%). Т. пл. 145–147 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3300 (NH),

2195 (CN), 1680 (2CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.20 (3H, т,  $^3J = 7.2$ , Me); 2.84 (2H, м, SCH<sub>2</sub>); 3.78 (1H, д. д.,  $^2J = 17.8$ ,  $^3J = 5.9$ , 4-H); 3.97 (1H, д. д.,  $^2J = 17.8$ ,  $^3J = 9$ , 4-H); 4.84 (1H, д. д.,  $^3J = 5.9$ ,  $^3J = 9$ , 3-H); 7.25–7.64, 7.86–7.98 (14H, два м, H<sub>аром</sub>); 10.47 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 68.36; Н 4.92; N 6.03; S 6.84. C<sub>27</sub>H<sub>23</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 68.27; Н 4.88; N 5.90; S 6.75. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 77 (75), 78 (62), 105 (100), 106 (82), 122 (48), 207 (68), 292 (61), 294 (28), 369 (51), 474 [M<sup>+</sup>] (3).

**1-Бензилтио-4-бензил-1-бензоламино-3-(2-хлорфенил)-2-цианобут-1-ен (9d)**

получают аналогично соединению 9с, используя соответственно хлорид 8d. Выход 2.06 г (77%). Т. пл. 126–129 °С. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3295 (NH), 2195 (CN), 1670 (2CO). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 3.74 (1H, д. д.,  $^2J = 18.1$ ,  $^3J = 5.6$ , 4-H); 3.94 (1H, д. д.,  $^2J = 18.1$ ,  $^3J = 8.8$ , 4-H); 4.11 (2H, с, SCH<sub>2</sub>); 4.81 (1H, д. д.,  $^3J = 5.6$ ,  $^3J = 8.8$ , 3-H); 7.23–7.64, 7.91–7.98 (19H, два м, H<sub>аром</sub>); 10.57 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: С 71.72; Н 4.92; N 5.21; S 6.04. C<sub>32</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 71.56; Н 4.69; N 5.22; S 5.97. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 58 (19), 65 (22), 77 (100), 78 (19), 91 (90), 105 (81), 106 (48), 207 (33), 324 (17), 427 (16). Пик [M<sup>+</sup>] отсутствует.

**Рентгеноструктурное исследование монокристалла соединения 9с с линейными размерами 0.24 × 0.30 × 0.34 мм** проведено при 18 °С на автоматическом четырехкратном дифрактометре Enraf-Nonius CAD-4 (MoK $\alpha$ -излучение, отношение скоростей сканирования  $\omega/2\theta = 1.2$ ,  $\theta_{\text{max}} = 25^\circ$ , сегмент сферы  $0 \leq h \leq 10$ ,  $-11 \leq k \leq 11$ ,  $-23 \leq l \leq 23$ ). Всего было собрано 4309 отражений, из которых 3979 являются симметрически независимыми ( $R_{\text{int}} = 0.013$ ). Кристаллы соединения 9с триклинные,  $a = 7.657(2)$ ,  $b = 8.434(2)$ ,  $c = 18.841(3)$  Å,  $\alpha = 82.97(1)$ ,  $\beta = 88.38(2)$ ,  $\gamma = 83.76(2)^\circ$ ,  $V = 1200.7$  Å<sup>3</sup>,  $M = 475.01$ ,  $Z = 2$ ,  $d_{\text{ввч}} = 1.31$  г/см<sup>3</sup>,  $\mu = 2.66$  см<sup>-1</sup>, пространственная группа P-1. Структура расшифрована прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в полноматричном анизотропном приближении с использованием комплекса программ CRYSTALS [5]. В уточнении использовано 2091 отражение с  $I > 3(I)$  (302 уточняемых параметра, число отражений на параметр 6.9). Все атомы Н выявлены из разностного синтеза электронной плотности и включены в расчет с фиксированными позиционными и тепловыми параметрами. Только атом Н<sub>(1)</sub>, связанный с атомом N<sub>(1)</sub>, уточнен изотропно. Учет поглощения в кристалле выполнен по методу азимутального сканирования [6]. При уточнении была использована псевдостатистическая весовая схема  $w = 1/[0.01Fo^2 + 12.0\sigma(Fo)^2 + 1.00]$ . Окончательные значения факторов расходимости  $R = 0.044$  и  $R_w = 0.043$ . Остаточная электронная плотность из разностного ряда Фурье составляет 0.22 и  $-0.16$  е/Å<sup>3</sup>. Координаты атомов приведены в табл. 2.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, В. П. Литвинов, ХГС, 1425 (1998).
2. L. N. Kuleshova, P. M. Zorkii, *Acta crystallogr. (B)*, **37**, 1363 (1981).
3. V. Bertolasi, P. Gilli, V. Ferretti, G. Gilli, *Acta crystallogr. (B)*, **51**, 1004 (1995).
4. S. Samdal, H. M. Seip, T. Torgrimsen, *J. Mol. Struct.*, **57**, 105 (1979).
5. D. J. Watkin, C. K. Prout, J. R. Carruthers, P. W. Betteridge, *Crystals*, Issue 10, Chemical Crystallography Laboratory, Univ. Oxford, 1996.
6. C. T. North, D. C. Phillips, F. Scott, F. S. Mathews, *Acta crystallogr. (A)*, **24**, 351 (1968).

Луганский государственный педагогический университет им. Тараса Шевченко,  
Луганск 348011, Украина  
e-mail: kgb@lgrpi.lugans.ua

Поступило в редакцию 28.06.99

<sup>a</sup>Институт органической химии НАН Украины,  
Киев 253660

<sup>b</sup>Институт органической химии  
им. Н. Д. Зелинского РАН,  
Москва 117913  
e-mail: vpl@sacr.ioc.ac.ru