

ISSN 0023—1150

АКАДЕМИЯ НАУК
РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Химия **Природных** **Соединений**

5

1995

АЛКАЛОИДЫ ARUNDO DONAX

III. ПЕРЕСМОТР СТРУКТУРЫ ДОНАКСАРИНА И ДОНАКСАРИДИНА

В.У.Хужаев, Б.Ташходжаев, С.Ф.Арипова

Институт химии растительных веществ АН РУз,
Ташкент, факс (3712) 89 14 75

Изучен алкалоидный состав надземной части *Arundo donax*, из эфирной суммы выделены алкалоиды донаксин, арундин, дезоксивазицинон, N-фенил-β-нафтиламин, донаксарин и донаксаридин. На основании рентгеноструктурного анализа для донаксарина и донаксаридина установлено новое строение спиро [(N-метилпирролидин-2-он)-3,4'-(2'-метил-бензоксазин-3',1'') и 3-окс-3-(2'-аминофенил)N-метилпирролидон-2 соответственно. Приведены спектральные данные, описаны химические взаимопревращения, получены производные.

Продолжая исследование алкалоидного состава растений рода *Arundo* [1-3], мы изучали *A. donax* L., собранный с нового места произрастания (окрестности с.Кумкишлак Кашкадарьинской области). Хлороформной экстракцией надземной части установили содержание 0.3% суммы алкалоидов: 0.1% – эфирная и 0.2% – хлороформная. Хроматографированием на колонке с окисью алюминия из эфирной суммы выделили донаксин, арундин, дезоксивазицинон, N-фенил-β-нафтиламин и основания **1** с т.пл. 218–220° и **2** с т.пл. 178–180°. Известные алкалоиды идентифицировали непосредственным сравнением с подлинными образцами по ТСХ, температуре плавления пробы смешения и ИК-спектрам.

Основание **1** при ацетилировании уксусным ангидридом в пиридине образует аморфное ацетильное производное **3**. В масс-спектре **3** обнаруживаются пик молекулярного иона с m/z 274 и пики ионов с m/z 231, 217, 189, 146, образованные отщеплением ацетильной группы и дальнейшей фрагментацией молекулярного иона.

При ацетилировании **2** уксусным ангидридом в пиридине получили маслообразное диацетильное производное **4**, что подтверждается спектральными данными полученного продукта реакции. В ИК-спектре **4** появляются дополнительные полосы поглощения амидного карбонила (1697 см⁻¹), а также полоса сложноэфирной карбонильной группы при 1741 см⁻¹. В масс-спектре **4** обнаруживается пик молекулярного иона с m/z 290 и пики ионов с m/z 247, 204, образованные последовательным отщеплением двух ацетильных групп. В ПМР-спектре **4** отмечается присутствие двух трехпротонных синглетов при 1.97 (O-CO-CH₃) и 2.14 м.д. (N-CO-CH₃).

Алкалоид **2** при конденсации с ацетоном в концентрированной серной кислоте образует ацетонид в виде белого аморфного вещества **5**, в масс-спектре которого обнаруживаются пик молекулярного иона с m/z 246 и пики ионов с m/z 204, 174.

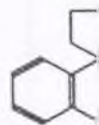
Щелочным омылением **1** получили основание с т.пл. 178–180°, спектральные характеристики которого близки к **2**. Непосредственное сравнение (температура плавления смешанной пробы, ИК-спектр) показало их идентичность. Проведенные химические превращения

показали, что обратный переход альдегидом образ (ТСХ, температура

Ранее из Таджикистана, донаксаридин основании с Сравнительное донаксаридина проведенных свидетельствов алкалоидами.

Авторы [4] перманганатом а следовательно повторили данные при проведении был охарактеризован в [4]. Исходя из ацетата малов

Все вышеуказанное донаксаридин рентгеноструктурно



1 R=
3 R=

Строение рентгеноструктурно что эти алкалоиды являются с 3',1' и 3-ок. Согласно пр кристаллы со 0°.

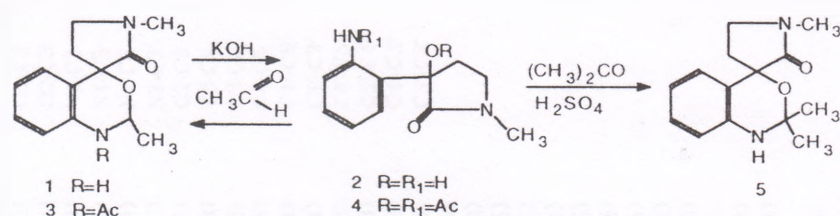
Донаксарин конденсации (плоское) и конформации конформации ароматического показывает, вальсовых

показали, что основания **1** и **2** структурно близки. Осуществили и обратный переход от основания **2** к **1**. Так, при конденсации **2** с уксусным альдегидом образуется вещество с т.пл. 218–220°, идентичное алкалоиду **1** (ТСХ, температура плавления смешанной пробы, ИК-спектр).

Ранее из растения *A. donax*, собранного в Шаартузском районе Таджикистана, были выделены два основания – донаксарин и донаксаридин [4]. Строение этих алкалоидов было предложено на основании спектральных данных и химических превращений. Сравнительное сопоставление спектральных данных донаксарина и донаксаридина, значений R_f по ТСХ, температур плавления и результатов проведенных химических превращений с основаниями **1** и **2** свидетельствовало о том, что мы имеем дело с вышеуказанными алкалоидами.

Авторы [4], основываясь на данных реакции окисления донаксаридина перманганатом калия, в результате чего был получен изатин, отнесли его, а следовательно, и донаксарин к типу оксиндольных оснований [5]. Мы повторили данную реакцию, однако изатин не получили. По-видимому, при проведении реакции окисления донаксаридина не совсем корректно был охарактеризован продукт реакции. Сомнение вызывал и вывод о получении ацетильного производного донаксарина в условиях, описанных в [4]. Исходя из предложенной для донаксарина структуры, образование ацетата маловероятно.

Все вышеуказанное требовало пересмотра структуры донаксарина и донаксаридина. Окончательное строение алкалоидов установили рентгеноструктурным анализом.



Строение молекул донаксарина и донаксаридина, установленное рентгеноструктурным методом и приведенное на рисунке, указывает на то, что эти алкалоиды не входят в группу оксиндольных алкалоидов и являются спиро [(N-метилпирролидин-2-он)-3,4'-(2'-метил-бензоксазин-3',1')] и 3-окси-3(2-аминофенил) N-метилпирролидоном-2 соответственно. Согласно пространственной группе (см. экспериментальную часть) кристаллы содержат смесь асимметрических молекул, следовательно, $[\alpha]_D^{20}$.

Донаксарин (**1**) является трициклической молекулой (продукт конденсации **2** с уксусным альдегидом). В молекуле **1** бензольное (плоское) и пирролидиновое кольца (4 β -конверт) сохраняют свою конформацию. Шестиленный оксазиновый гетероцикл принимает конформацию ОЗ' α , С2' β -полукресло за счет конденсирования его ароматическим ядром. Анализ кристаллической структуры основания **1** показывает, что молекулы находятся в равновесных расстояниях ван-дер-ваальсовых взаимодействий.

Дона
молекул
пиррол
располо
колец б
неподел
свидете
H-N 11
расстоя

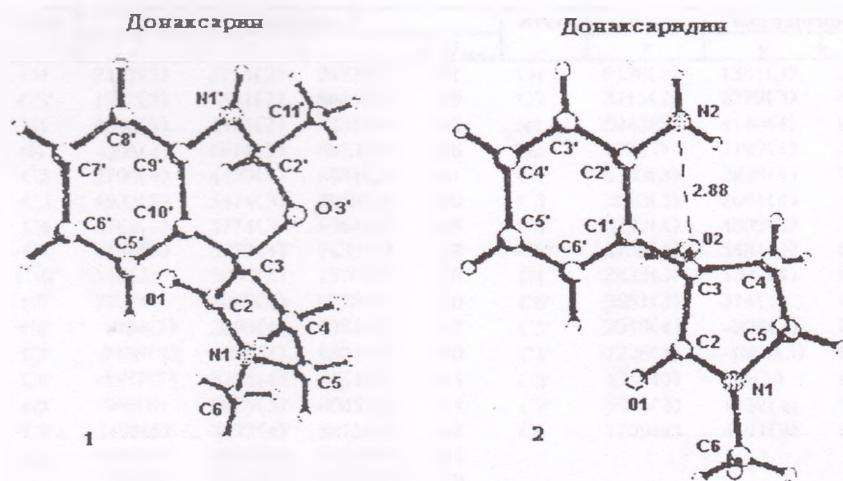
Геомет
структу
соответ
связи
сопряж
парой
соответ

Таблица 1

Длины связей r (А) и валентные углы ω (град.) в 1 и 2

Связь	r_1	Угол	ω_1	Связь	r_2	Угол	ω_2
O1-C2	1.244(4)	C3-O3'-C2	112.8(3)	O1-C2	1.235(4)	C2-N1-C5	113.5(2)
O3'-C3	1.251(3)	C2-N1-C5	114.0(4)	O2-C3	1.423(3)	C2-N10C6	125.1(3)
O3'-C2'	1.425(5)	C2-N1-C6	124.0(3)	N1-C2	1.325(4)	C5-N10C6	121.3(3)
N1-C2	1.327(7)	C5-N1-C6	121.7(5)	N1-C5	1.454(4)	O1-C2-N1	125.5(3)
N1-C5	1.455(5)	C9'-N1-C2'	113.4(4)	N1-C6	1.429(4)	O1-C2-C3	124.9(3)
N1-C6	1.449(6)	O1-C2-N1	125.8(4)	N2-C2'	1.384(4)	N1-C2-C3	109.7(2)
N1-C9'	1.415(4)	O1-C2-C3	125.3(5)	C2-C3	1.534(4)	O2-C3-C2	109.2(2)
N1-C2'	1.453(6)	N1-C2-C3	108.9(3)	C3-C4	1.541(4)	O2-C3-C4	109.4(2)
C2-C3	1.548(5)	O3-C3-C2	107.1(2)	C3-C1	1.515(4)	C2-C3-C4	101.5(2)
C3-C4	1.529(6)	O3'-C3-C4	106.0(3)	C4-C5	1.516(4)	O2-C3-C1	111.7(2)
C3-C10	1.496(7)	C2-C3-C4	102.1(4)	C1'-C6'	1.384(4)	C2-C30C1	111.4(2)
C4-C5	1.516(7)	O3'-C3-C10'	111.0(4)	C1'-C2'	1.419(4)	C4-C3-C1	113.1(3)
C10'-C5'	1.412(5)	C2-C3-C10'	114.1(3)	C6'-C5'	1.376(4)	C3-C4-C5	105.0(2)
C10'-C9'	1.395(7)	C4-C3-C10'	115.6(3)	C5'-C4'	1.382(5)	N1-C5-C4	104.1(3)
C5'-C6'	1.379(9)	C3-C4-C5	105.6(3)	C4'-C3'	1.375(4)	C3-C1'-C6'	122.9(2)
C6'-C7'	1.389(9)	N1-C5-C4	103.4(4)	C3'-C2'	1.374(5)	C3-C1'-C2'	119.5(2)
C7'-C8'	1.373(5)	C3-C10'-C5'	121.4(4)			C6'-C1'-C2'	117.5(3)
C8'-C9'	1.394(9)	C3-C10'-C9'	121.0(3)			C1'-C6'-C5'	122.8(3)
C2'-C11'	1.519(5)	C5'-C10'-C9'	117.6(5)			C6'-C5'-C4'	118.7(3)
		C10'-C5'-C6'	121.5(5)			C5'-C4'-C3'	120.1(3)
		C5'-C6'-C7'	119.5(4)			C4'-C3'-C2'	121.6(3)
		C6'-C7'-C8'	120.2(6)			N2-C2'-C1'	121.1(3)
		C7'-C8'-C9'	120.5(6)			N2-C2'-C3'	119.5(3)
		N1'-C9'-C10'	120.0(5)			C1'-C2'-C3'	119.3(3)
		N1-C9'-C8'	119.4(5)				
		C10'-C9'-C8'	120.6(3)				
		O3'-C2'-N1	108.6(3)				
		O3'-C2'-C11	108.5(4)				
		N1'-C2'-C11	109.9(4)				

Донаксаридин (2) – продукт омыления 1 – является бициклической молекулой, состоящей из 2-аминофенильного и замещенного пирролидинового колец, которые связаны через C1'–C3. Взаимное расположение плоского 2-аминофенильного и 4β-конверт пирролидинового колец благоприятствует образованию внутримолекулярной Н-связи между неподеленными парами атома O2 и атомом Н группы NH₂, о чем свидетельствуют расстояние O2...N2 2.88 Å, O2...H–N 2.34 Å и угол O2–H–N 118°. В кристаллах 2 образуются водородные связи типа O...H–O: расстояние O1...O2 2.77 Å, O1...H–O2 2.10 Å и угол O2–H...O1 118°.



Геометрические параметры молекул (длины связей и валентные углы) в структурах 1 и 2 приведены в табл. 1. Данные хорошо согласуются с соответствующими стандартными величинами [6]. Небольшое удлинение связи C=O до 1.244 (4) Å в обеих молекулах указывает на наличие сопряжения π-электронной системы карбонильной группы с неподеленной парой атома N1. Погрешности определения длин связей и валентных углов соответственно порядка 0.007(1), 0.004 (2) Å и 0.4 (1), 0.3 (2)°.

Таблица 2

Химические сдвиги атомов ¹³C основания 2 (в CDCl₃+CD₃OD, м.д., 0–TMC)

CH		CH ₂		CH ₃		Четв. углероды	
атом углерода	м.д.	атом углерода	м.д.	атом углерода	м.д.	атом углерода	м.д.
C-6'	125.7 ^a	C-4	32.9	N-CH ₃	29.87	C-2	175.5
C-5'	117.7 ^a	C-5	45.6			C-3	79.5
C-4'	128.9 ^a					C-1'	125.1
C-3'	117.9 ^a					C-2'	145.8

^a Возможно альтернативное отнесение сигналов.

Координаты атомов ($\times 10^4$) и температурные факторы ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) в 1 и 2

Атом	Соединение 1				Атом	Соединение 2			
	x	y	z	$U_{\text{экв}}$		x	y	z	$U_{\text{экв}}$
O1	2427(3)	3754(2)	9472(2)	51	O1	6428(2)	1361(3)	5654(1)	66
O3'	1977(3)	6631(2)	8681(2)	49	O2	3215(2)	2279(3)	4872(1)	57
N1	4006(5)	4421(2)	8334(2)	45	N1	6043(3)	4140(4)	6232(1)	62
N1'	-295(4)	6614(2)	8913(2)	46	N2	129(3)	2199(4)	5403(1)	67
C2	2799(6)	4439(2)	8681(2)	41	C2	5533(3)	2628(4)	5832(2)	51
C3	1932(5)	5474(3)	7958(2)	40	C3	3653(3)	2691(4)	5620(2)	48
C4	2764(5)	5774(3)	6964(3)	48	C4	3292(4)	4809(4)	5753(2)	62
C5	4186(6)	5377(4)	7432(3)	57	C5	4733(4)	5481(4)	6305(2)	66
C10'	516(5)	5063(3)	7570(2)	38	C1'	2823(3)	1337(4)	6075(1)	44
C5'	209(6)	4069(4)	6728(3)	50	C6'	3681(3)	314(4)	6647(2)	50
C6'	-1096(7)	3698(4)	6361(3)	57	C5'	2919(4)	-875(4)	7072(2)	58
C7'	-2138(8)	4316(4)	6821(3)	60	C4'	1228(4)	-1084(5)	6915(2)	61
C8'	-1867(7)	5275(4)	7651(3)	54	C3'	335(40)	-74(5)	6356(2)	59
C9'	-548(6)	5635(3)	8045(3)	41	C2'	1085(3)	1137(4)	5935(2)	49
C6	5106(6)	3627(4)	8875(4)	57	C6	7709(4)	4501(6)	6557(2)	88
C2'	1062(5)	6587(3)	9533(3)	44					
C11'	1301(6)	7763(4)	10331(3)	59					

Поскольку основания **1** и **2** оказались алкалоидами с новой структурой, мы получили ЯМР ^{13}C -спектральные характеристики **2** (табл. 4). Спектр ЯМР ^{13}C содержит 11 сигналов атомов углерода. По величине химических сдвигов и в соответствии с характером замещения сигналы в спектре можно сгруппировать следующим образом: в ароматической части спектра наблюдаются два сигнала четвертичных углеродов, четыре сигнала третичных углеродов. В спектре также наблюдаются два сигнала четвертичных углеродов, два сигнала вторичных углеродов и один сигнал первичного углерода (табл. 2).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Общие замечания. Температуру плавления определяли на столике Бютиуса, удельное оптическое вращение – на спектрополяриметре Jasco J-20. УФ-спектры снимали на Фурье – УФ-спектрометре фирмы Перкин-Элмер Л16, в растворе этанола в кварцевых кюветах, толщина слоя 1 см, ИК-спектры – на Фурье-спектрометре фирмы Перкин-Элмер (модель 2000) в таблетках с KBr, масс-спектры – на спектрометре MS25RF.KRATOS, ЯМР-спектры – на приборе BS. 567 $\text{\AA}/100$ Tesla. Чистоту алкалоидов контролировали с помощью ТСХ на пластинках с силикагелем марки KCK, LS 5/40. СТЕМАРОЛ и окиси алюминия (акт. II ст. по Брокману). Появители: реактив Драгендорфа и пары иода. Колоночную хроматографию выполнили на сорбентах (силикагель и окись алюминия) с размерами частиц 100–125 мкм.

Выделение суммы алкалоидов. 50 кг воздушно-сухой измельченной надземной части, предварительно смоченной 8% раствором аммиака, экстрагировали хлороформом до полноты извлечения алкалоидов (6 сливов). Обработкой объединенного сгущенного хлороформного экстракта получили 50 г эфирной и 100 г хлороформной суммы алкалоидов. Из 50 г

эфирной су-
133–134°
хроматограф
элюировали
фенил- β -наф
хлороформн
метанол, 9:
система хлор

Донакса

УФ-спек

ИК-спек

Масс-спе

43)+, 174 (M

ПМР-спе

CH_2), 2.90

(м, 4H, Ar-I

Донакса

УФ-спек

ИК-спек

860, 753.

Масс-спе

130, 120 (10

ПМР-спе

CH_3), 3.17

Ацетилд

ангидрида,

полного пер

унавивали

аммиаком

остается ам

метанол, 9:

189 (100),

Омылен

метанольно

после уда

хлороформ

серной к

экстрагиро

ацетона, т

Смешанная

плавления.

О,N-Ди

укусного

течение 3

темperatur

хроматогра

элюатов в

R_f 0.95, си

эфирной суммы обработкой ацетоном выделили 25 г донаксина с т.пл. 133–134° (ацетон). 25 г маточного раствора донаксина хроматографировали на колонке с окисью алюминия (1:30). Алкалоиды элюировали эфиром, хлороформом. Из эфирных фракций выделили N-фенил-β-нафтиламин, арудин, дезоксивазицинон, донаксин. Из эфир-хлороформных фракций получили донаксарин с R_f 0.85, система бензол–метанол, 9:1, из хлороформной фракции – донаксаридин с R_f 0.75, система хлороформ–метанол, 9:1, R_f 0.6, система бензол–метанол, 9:1.

Донаксарин (1), $C_{13}H_{16}N_2O_2$, т.пл. 218–220°, $[\alpha]_D$ 0°.

УФ-спектр (EtOH, ν_{max} , нм): 292, 250, 206.

ИК-спектр (KBr, cm^{-1}): 3266, 2881, 1687, 1603, 1497, 981, 746.

Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z (%): 232 (M^{+100}), 217 ($M-15$)⁺, 189 ($M-43$)⁺, 174 ($M-58$)⁺, 160 ($M-72$)⁺, 146, 130, 118, 58, 44.

ПМР-спектр ($CDCl_3$, м.д., 100 мГц): 1.29 (д, 3H, CH_3), 2.41 (т, 2H, CH_2), 2.90 (с, 3H, NCH_3), 3.45 (м, 2H, CH_2), 4.66 (к, H, CH), 6.70–7.16 (м, 4H, Ar-H), 8.12 (у.с, H, NH).

Донаксаридин (2), $C_{11}H_{14}N_2O_2$, т.пл. 178–180°, $[\alpha]_D$ 0°.

УФ-спектр (EtOH, ν_{max} , нм): 292, 242.

ИК-спектр (KBr, cm^{-1}): 3452, 3362, 1674, 1622, 1578, 1452, 1270, 1100, 860, 753.

Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z (%): 206 (M^{+}), 188 ($M-18$)⁺, 146, 135, 130, 120 (100), 92, 77, 58, 44.

ПМР-спектр ($CDCl_3$, м.д., 100 мГц): 2.47 (м, 2H, CH_2), 2.87 (с, 3H, $N-CH_3$), 3.17 (м, 2H, CH_2), 4.60 (у.с, 2H), 6.52–7.16 (м, 4H, Ar-H).

Ацетилдонаксарин (3). Смесь 0.01 г донаксарина, 0.5 мл уксусного ангидрида, 0.3 мл пиридина выдерживали при комнатной температуре до полного перехода вещества в растворитель (10 суток). Реакционную смесь упаривали под вакуумом, остаток растворяли в 3 мл воды, подщелачивали аммиаком и извлекали хлороформом. После удаления хлороформа остается аморфный N-ацетилдонаксарин 3, ТСХ, R_f 0.95, система бензол–метанол, 9:1. Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z (%): 274 (M^{+} , 30), 231, 217, 189 (100), 146, 118.

Омыление донаксарина. Смесь 0.04 г донаксарина и 5 мл 20% метанольного раствора едкого кали нагревали в течение 5 ч. Остаток после удаления растворителя разбавляли 5 мл воды и извлекали хлороформом. Хлороформный остаток обрабатывали 4 мл 10% раствора серной кислоты. Кислый раствор подщелачивали аммиаком и экстрагировали хлороформом. Остаток (0.02 г) кристаллизуется из ацетона, т.пл. 178–180°, ТСХ, R_f 0.60, система бензол–метанол, 9:1. Смешанная проба с донаксаридином не дает депрессии температуры плавления.

О,N-Диацетилдонаксаридин (4). Смесь 0.05 г донаксаридина, 2 мл уксусного ангидрида, 0.5 мл пиридина нагревали на водяной бане в течение 3 ч. Затем реакционную смесь оставляли при комнатной температуре на двое суток. Растворитель удаляли под вакуумом, остаток хроматографировали на колонке с окисью алюминия. Из бензольных элюатов выделили маслообразный О,N-диацетилдонаксаридин (4), ТСХ, R_f 0.95, система бензол–метанол, 9:1.

ИК-спектр (KBr, см^{-1}): 3265, 1741, 1697, 1610, 1540, 1232, 1092, 964, 756.

Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z (%): 290 (M^{+60}), 247 (20), 188 (100), 146, 120.

ПМР-спектр (CDCl_3 , м.д., 100 МГц): 1.97 (с, 3H, CH_3), 2.14 (с, 3H, N- CH_3).

Ацетонид донаксаридина (5). К раствору 0.5 г донаксаридина в 25 мл ацетона прибавляли одну каплю конц. серной кислоты, встряхивали и через 50 мин нейтрализовали аммиаком. Реакционную смесь оставляли на 12 ч при комнатной температуре, остаток после удаления ацетона хроматографировали на колонке с окисью алюминия и из бензольных элюатов выделили продукт конденсации донаксаридина с ацетоном (5), ТСХ, R_f 0.70, система бензол-метанол, 9:1.

Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z (%): 246 (M^{+} , 10), 204, 174 (100).

Конденсация донаксаридина с уксусным альдегидом. Смесь 0.03 г донаксаридина, 4 мл метанола и 20 мл уксусного альдегида нагревали на водяной бане в течение 3 ч, растворитель удаляли, остаток обрабатывали ацетоном. При этом получили кристаллы донаксаридина с т.пл. 218–220° (ацетон), R_f 0.85, система бензол-метанол, 9:1 (температура плавления смешанной пробы, ИК-спектр).

Рентгеноструктурный анализ. Кристаллы предварительно исследовали фотометодом. Пространственную группу и параметры элементарной ячейки установили по прецессионным рентгенограммам и уточнили на дифрактометре "Синтекс P2₁".

Ниже приводятся основные кристаллографические данные исследованных структур:

1	2
$a=10.064(2)$ Å	$a=8.236(3)$ Å
$b=10.339(2)$ Å	$b=6.998(2)$ Å
$c=11.410(3)$ Å	$c=18.815(5)$ Å
$\beta=97.64(2)^\circ$	$\beta=99.56(2)^\circ$
$d_{\text{вмк}}=1.16$ г/см ³	$d_{\text{вмк}}=1.28$ г/см ³
950, $I > 2\sigma(1)$	1166, $I > 2\sigma(1)$
$R=0.042$	$R=0.052$
простр. гр. P2 ₁ /n	простр. гр. P2 ₁ /n
$Z=4$	$Z=4$

Трехмерный набор интенсивностей получили на том же дифрактометре с помощью $\theta/2\theta$ -метода сканирования с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения (графитовый монохроматор), $\sin \theta/\lambda < 0.56$. Поиск структуры проводили по программе SHELXS-86 [7] (PC DOS версия), где в автоматическом режиме удалось найти модель молекулы. Последующие синтезы Фурье позволили локализовать все неводородные атомы. Структуры уточнили методом наименьших квадратов (МНК) в полноматричном анизотропном приближении по программе SHELX-76 [8]. Координаты атомов Н вычислили геометрически и уточнили изотропно. Координаты неводородных атомов структур 1 и 2 из последнего этапа МНК приведены в табл. 3. Все расчеты выполнили на ПЭВМ типа IBM PC AT.

1. Хужаев В.У., А. 685.
2. Хужаев В.У., А. 687.
3. Хужаев В.У., А. 328.
4. Убайдуллаев К. 1976, 553.
5. Chatterjee A., J.
6. Allen F.N., Ken
7. Sheldrick G.M.
8. Sheldrick G.M. England.

идина в 25 мл
встряхивали и
оставляли на
лнения ацетона
из бензольных
ацетоном (5),

Смесь 0.03 г
а нагревали на
х обрабатывали
т.пл. 218–220°
ура плавления

но исследовали
элементарной
и уточнили на

ские данные

дифрактометре
CuK α -излучения
туры проводили
автоматическом
синтезы Фурье
туры уточнили
м анизотропном
аты атомов Н
Координаты
ЧНК приведены
АТ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хужаев В.У., Арипова С.Ф., Шакиров Р.Ш., *Химия природ. соедин.*, 1994, 685.
2. Хужаев В.У., Арипова С.Ф., Шакиров Р.Ш., *Химия природ. соедин.*, 1994, 687.
3. Хужаев В.У., Арипова С.Ф., Шакиров Р.Ш., *Химия природ. соедин.*, 1994, 328.
4. Убайдуллаев К.А., Шакиров Р.Ш., Юнусов С.Ю., *Химия природ. соедин.*, 1976, 553.
5. Chatterjee A., Bose S., *J. Indian. Chem. Soc.*, 1954, **31**, 17.
6. Allen F.N., Kennard O., Watson D.G., *J. Chem. Soc. Perkin Trans II*, 1987, 1.
7. Sheldrick G.M., *Acta Cryst.*, 1990, **A46**, 467.
8. Sheldrick G.M., *SHELX 76 program for Crystal structure determination*, Cambridge, England.

Поступило в редакцию
22.03.95