

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ 5,5,6-ТРИГИДРОКСИ-6-МЕТИЛДИГИДРОПИРИМИДИН-2,4(1H,3H)-ДИОНА В РАСТВОРЕ DMSO-*d*₆ МЕТОДАМИ ЯМР-СПЕКТРОСКОПИИ

С. Ф. Петрова*, Т. Р. Нугуманов, А. Н. Лобов,
Л. В. Спирихин, С. П. Иванов

УДК 539.143.43

<https://doi.org/10.47612/0514-7506-2022-89-2-170-176>

Уфимский институт химии Уфимского федерального исследовательского центра
Российской АН, Уфа, Россия; e-mail: petrova_sf89@anrb.ru

(Поступила 2 февраля 2022)

Методами ¹³C, ¹H и ¹⁵N ЯМР-спектроскопии установлена новая, не известная ранее форма соединения 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе диметилсульфоксида. Показано, что данное соединение имеет схожую структуру с 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-дионом.

Ключевые слова: 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-дион, ЯМР-спектроскопия, диметилсульфоксид.

The structure of 5,5,6-trihydroxy-6-methyldihydropyrimidine-2,4(1H,3H)-dione in dimethyl sulfoxide was proved by ¹³C, ¹H, and ¹⁵N NMR spectroscopy. It was shown that this compound has a structure similar to 5,5,6-trihydroxy-6-methyldihydropyrimidine-2,4(1H,3H)-dione.

Keywords: 5,5,6-trihydroxy-6-methyldihydropyrimidine-2,4(1H,3H)-dione, NMR spectroscopy, dimethyl sulfoxide.

Введение. Известно, что 5-гидрокси-6-метилурацил (**1**) обладает антидотной, антиоксидантной, антигипоксической активностью, оказывает антиоксидантное, ноотропное, кардиопротекторное, гепатопротекторное, иммуномодулирующее, стресс-протекторное, актопротекторное, антиалкогольное, антигипоксическое, деметгемоглобинизирующее действия, способен стимулировать регенеративные процессы, активировать адаптивный синтез РНК, белка, биоэнергетические процессы, является “радикальной ловушкой”, защищающей от активных форм кислорода и токсичных перекисных соединений [1—5]. В связи с этим актуально изучение физико-химических свойств соединения **1**, в том числе продуктов окислительных превращений **1** в растворах. Из анализа литературных данных следует, что под действием гидроксильных [6—10] и пероксильных радикалов [11—13] в водных растворах окисление производных урацила происходит по двойной связи пиримидинового кольца с образованием соответствующего гликоля.

5,5,6-Тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-дион (**2**) выделен и идентифицирован в качестве продукта окисления **1** молекулярным кислородом в слабокислом водном растворе в присутствии хлорида меди (II) (схема 1) [14].

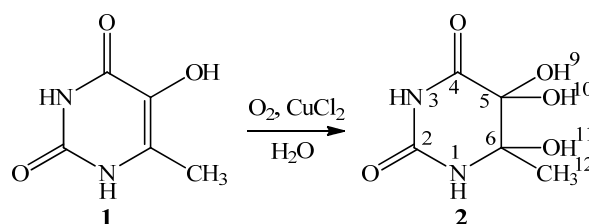


Схема 1

STRUCTURE INVESTIGATION OF 5,5,6-TRIHIDROXY-6-METHYLDIHYDROPYRIMIDINE-2,4(1H,3H)-DIONE IN DMSO-*d*₆ SOLUTION BY NMR-SPECTROSCOPY

S. F. Petrova*, T. R. Nugumanov, A. N. Lobov, L. V. Spirikhin, S. P. Ivanov (Ufa Institute of Chemistry, Ufa Federal Research Centre of the Russian Academy of Sciences, Ufa, Russia; e-mail: petrova_sf89@anrb.ru)

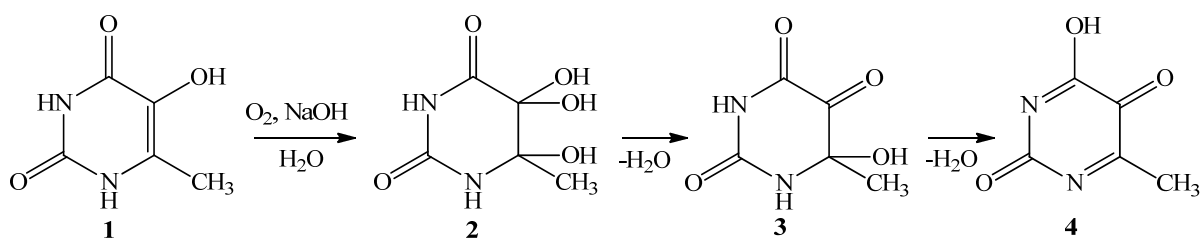


Схема 2

Соединение **2** обнаружено также в водно-щелочном растворе в качестве промежуточного продукта при образовании из **1** 6-гидрокси-6-метилпиримидин-2,4,5-триона (**3**) и 4-гидрокси-6-метилпиримидин-2,5-диона (**4**) (схема 2) [15—17].

Известно, что гем-диолы являются неустойчивыми соединениями и превращаются в растворах в кетоны с отщеплением молекулы воды. Однако такие соединения могут стабилизироваться внутри- и межмолекулярными водородными связями. В [14] приведены данные ЯМР-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа (РСА) соединения **2**, которые однозначно свидетельствуют о наличии двух OH-групп при пятом атоме углерода.

Согласно результатам РСА [14], кристалл **2** представляет собой гидрат состава $C_5H_8N_2O_5 \cdot H_2O$, содержит две кристаллографически независимые молекулы (кристаллографические параметры **2** содержатся в CCDC 671168¹). В образовании водородных связей участвуют атомы водорода гидроксильных групп при C⁵ и C⁶, обеих аминогрупп, атомы кислорода обеих карбонильных групп, а также молекулы воды. Дигидропиримидиновые кольца имеют *твист*-конформацию. Благодаря наличию асимметричного атома C⁶ появляется возможность оптической изомерии. В кристаллической структуре **2** представлены *R*- и *S*-изомеры. В то же время описание спектральных характеристик ЯМР ¹H и ¹³C растворов соединения **2** в [14] носит поверхностный характер, поэтому актуально изучение пространственного строения молекулы **2** и его влияния на физико-химические свойства, а также направление и скорость реакции окисления соединения **1**.

Цель настоящей работы — изучение структуры соединения 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в органической (диметилсульфоксид) среде методами ¹H, ¹³C, ¹⁵N ЯМР-спектроскопии.

Эксперимент. ¹H, ¹³C и ¹⁵N ЯМР-спектры соединения **2** зарегистрированы в DMSO-*d*₆ (2206-27-1, DeuteroGmbH, чистота 99.9 %). Для этого сухую навеску соединения **2** 0.03 г (0.17 ммоль) растворяли в 0.7 мл растворителя DMSO-*d*₆. ЯМР-спектры зарегистрированы на импульсном спектрометре Bruker Avance-III 500 MHz с рабочей частотой 500.13 МГц (¹H), 125.47 МГц (¹³C) и 50.58 МГц (¹⁵N) с использованием 5-мм датчика с *Z*-градиентом PABBO при постоянной температуре образца 298 К. Химические сдвиги в спектрах ЯМР ¹³C, ¹H приведены в м.д. относительно сигнала внутреннего стандарта тетраметилсилана (ТМС). Химические сдвиги ЯМР ¹⁵N получены из F1-проекции ¹H-¹⁵N НМВС спектров, приведены в аммиачной шкале. С целью увеличения цифрового разрешения применялось дополнение нулями и умножение Фурье-образа спектра на экспоненциальную функцию (*lb* = 0.1 Гц для ¹H и 1 Гц для ¹³C). Спектры ЯМР ¹³C с подавлением по протонам зарегистрированы при следующих условиях: спектральное окно 29.8 кГц, количество точек 64К, длительность возбуждающего импульса (30°) 3.2 мкс, релаксационная задержка 2 с, количество проходов 512—2048. Редактирование спектров ЯМР ¹³C проведено на основании экспериментов DEPT-90 и DEPT-135 [18].

Двумерные спектры зарегистрированы в стандартных режимах многоимпульсных последовательностей программного обеспечения прибора. Для {¹H, ¹³C} HSQC спектра (hsqcetgp [19] размер матрицы 2К на 256 эксп., 5.0 кГц для F2-проекции и 27.7 кГц для F1) зарегистрирован с задержкой d4, оптимизированной под наблюдение *J*_{CH} = 145 Гц. Для {¹H, ¹³C} НМВС спектра [20, 21] (размер матрицы: 2К на 256 эксп., 5.0 кГц для F2-проекции и 27.7 кГц – для F1) зарегистрирован с задержкой d6 = 71.4 мс (cnst(13) = 7 Гц).

¹ The Cambridge Crystallographic Data Centre, www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif.

Результаты и их обсуждение. Для полученного по методике [14] соединения **2** с чистотой $\geq 95\%$ зарегистрированы ^1H , ^{13}C и ^{15}N ЯМР-спектры в $\text{DMSO-}d_6$. Отнесение сигналов в спектрах ^1H , ^{13}C и ^{15}N ЯМР выполнено на основании 2D спектров HSQC и HMBC. В $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC спектре (рис. 1) соединения **2** в $\text{DMSO-}d_6$ наблюдались взаимодействия протонов H^{12} ($\delta_{\text{H}} = 1.30$ м.д.) метильной группы ($\delta_{\text{C}} = 19.45$ м.д., согласно $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HSQC спектру) с атомами углерода с химическими сдвигами 89.54, 81.82 и 152.07 м.д., которые, согласно [14], относятся к атомам углерода C^6 , C^5 и C^2 соответственно.

Обнаружено взаимодействие протона H^1 ($\delta_{\text{H}} = 7.98$ м.д.) с углеродом метильной группы ($\delta_{\text{C}} = 19.45$ м.д.) и с атомом углерода C^6 ($\delta_{\text{C}} = 89.54$ м.д.); протона H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.06$ м.д.) с C^6 и атомом C^4 карбонильной группы ($\delta_{\text{C}} = 171.56$ м.д.). Известно [22], что в случае производных урацила протоны с химическим сдвигом $\delta_{\text{H}} \sim 8$ м.д. соответствуют протону при азоте N^1 , а с химическим сдвигом $\delta_{\text{H}} \sim 10$ м.д. — протону при N^3 . В $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC спектре **2** в растворе $\text{DMSO-}d_6$ наблюдались взаимодействия протонов H^{11} гидроксильной группы ($\delta_{\text{H}} = 5.60$ м.д.) с углеродом метильной группы ($\delta_{\text{C}} = 19.45$ м.д.) C^5 и C^6 ; протонов H^9 и H^{10} гидроксильных групп ($\delta_{\text{H}} = 6.20$ и 6.64 м.д.) с атомами углерода C^5 , C^6 и C^4 .

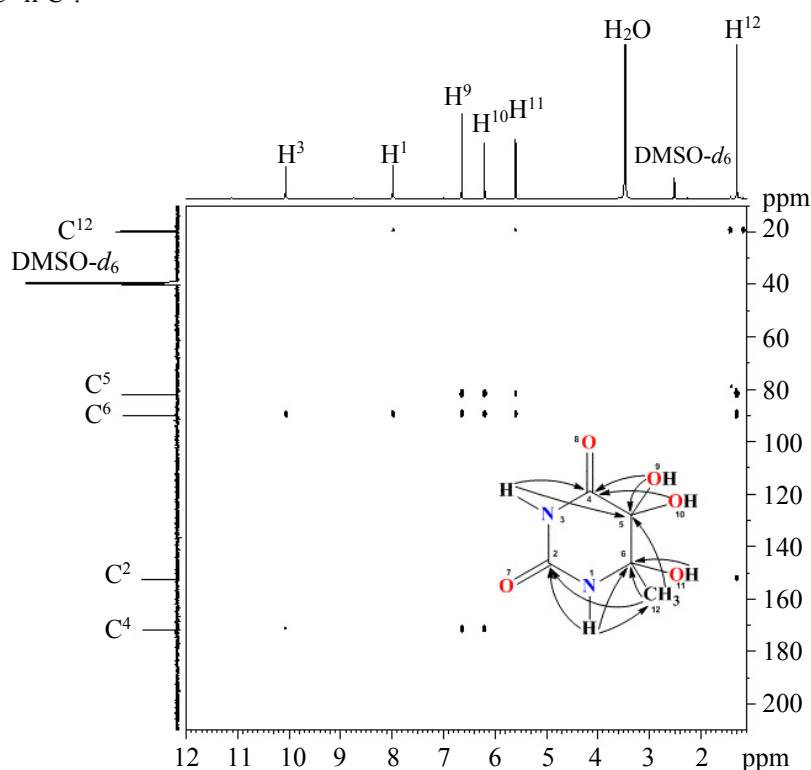


Рис. 1. Спектр $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе $\text{DMSO-}d_6$

В $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HMBC спектре в $\text{DMSO-}d_6$ (рис. 2) наблюдались взаимодействия азота с химическим сдвигом $\delta_{\text{N}} = 114.92$ м.д. с протонами H^{12} метильной группы ($\delta_{\text{H}} = 1.30$ м.д.), с H^{11} гидроксильной группы ($\delta_{\text{H}} = 5.60$ м.д.) и C^6 , с амидным протоном H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.06$ м.д.); атома азота с химическим сдвигом $\delta_{\text{N}} = 142.09$ м.д. с амидным протоном H^1 ($\delta_{\text{H}} = 7.98$ м.д.).

В $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HSQC спектре (рис. 2) наблюдалось взаимодействие амидного протона H^1 с атомом азота с химическим сдвигом $\delta_{\text{N}} = 114.92$ м.д. и амидного протона H^3 с атомом азота $\delta_{\text{N}} = 142.09$ м.д. Таким образом, сигнал атома азота с химическим сдвигом 114.92 м.д. отнесен к атому N^1 , а с химическим сдвигом 142.09 м.д. к N^3 .

Использование двумерных гетероядерных (HSQC, HMBC) корреляционных спектров позволило провести достоверное отнесение всех сигналов в ЯМР ^{13}C , ^1H и ^{15}N спектрах для молекулы **2** и доказать структуру данного соединения в растворе $\text{DMSO-}d_6$ методом ЯМР-спектроскопии. При этом впервые записаны спектры ЯМР ^{15}N и двумерные корреляционные спектры, а также выполнено отнесение сигналов атомов азота и большинства водородов соединения **2**.

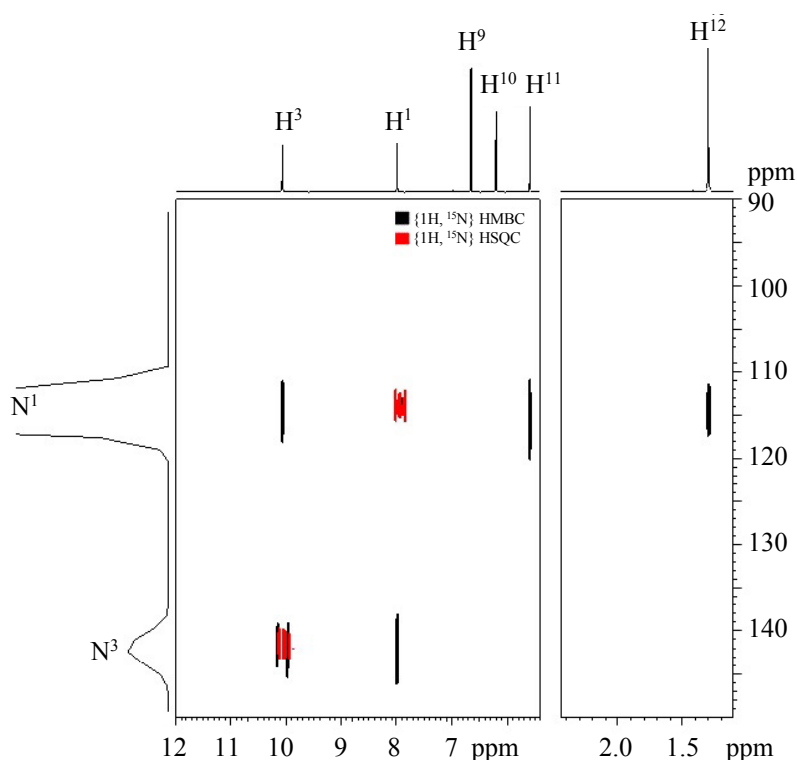


Рис. 2. Наложение спектров $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HMBC и $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HSQC 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе $\text{DMSO}-d_6$

При повторной записи спектра ЯМР этого же образца через 48 ч в спектре ЯМР ^{13}C помимо сигналов соединения **2** обнаружены сигналы продукта его дегидратации **3** и нового соединения **2a**. Следовательно, в растворе **2** в $\text{DMSO}-d_6$ происходят процессы, которые приводят к структурным изменениям в молекуле **2**, что отражается в ЯМР-спектрах. Для понимания данных изменений необходимо провести отнесение сигналов **3** и нового соединения **2a**.

В $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC спектре раствора соединения **2** спустя 48 ч (рис. 3) помимо ранее описанных взаимодействий, характерных для соединения **2**, обнаружены взаимодействия протонов метильной группы при 2.25 м.д. ($\delta_{\text{C}} = 25.19$ м.д.) (установлено согласно HSQC спектру) с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 87.86$ и 202.85 м.д. Кроме того, обнаружены кросс-пики протона при 8.73 м.д. с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 87.86$, 156.24 и 172.13 м.д. и кросс-пики протона при 7.57 м.д. с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 87.86$, 172.13 и 202.85 м.д., что соответствует химическим сдвигам соединения **3**, охарактеризованного ранее в [23]. Кроме того, в $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC спектре этого же раствора обнаружены взаимодействия протонов при 1.26 м.д. метильной группы ($\delta_{\text{C}} = 19.71$ м.д.) (установлено согласно HSQC спектру) с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 81.54$ и 92.46 м.д.; кросс-пики протона при 5.74 м.д. с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 81.54$ и 92.46 м.д.; кросс-пики протона при 6.70 м.д. с атомами углерода $\delta_{\text{C}} = 81.54$, 92.46 и 169.89 м.д.; кросс-пики протона при 8.04 и 10.16 м.д. с атомом углерода $\delta_{\text{C}} = 92.46$ м.д. для соединения **2a**. По аналогии с соединением **2**, сигналы атомов углерода с химическими сдвигами $\delta_{\text{C}} = 81.54$ и 92.46 м.д. отнесены к C^5 и C^6 , а сигналы $\delta_{\text{C}} = 151.80$ и 169.89 м.д. — к карбонильным атомам углерода C^2 и C^4 .

В $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HMBC спектре в $\text{DMSO}-d_6$ (рис. 4) наблюдались взаимодействия амидного протона H^1 ($\delta_{\text{H}} = 7.94$ м.д.), протона H^{11} ($\delta_{\text{H}} = 5.54$ м.д.) гидроксильной группы и протонов метильной группы H^{12} ($\delta_{\text{H}} = 1.29$ м.д.) с атомом N^1 ($\delta_{\text{N}} = 114.87$ м.д.); взаимодействие амидных протонов H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.02$ м.д.) и H^1 ($\delta_{\text{H}} = 7.94$ м.д.) с атомом азота N^3 ($\delta_{\text{N}} = 142.63$ м.д.), что соответствует сигналам соединения **2** (рис. 2).

Для соединения **2a** обнаружено взаимодействие протона ($\delta_{\text{H}} = 8.04$ м.д.) и протонов метильной группы H^{12} ($\delta_{\text{H}} = 1.26$ м.д.) с атомом азота с химическим сдвигом $\delta_{\text{N}} = 115.22$ м.д., что соответствует азоту N^1 ; взаимодействие протона ($\delta_{\text{H}} = 10.16$ м.д.) с атомом азота с химическим сдвигом $\delta_{\text{N}} = 142.74$ м.д., что соответствует азоту N^3 , согласно [22]; для соединения **3** — протона $\delta_{\text{H}} = 8.73$ м.д. с атомом азота $\delta_{\text{N}} = 110.23$ м.д., что согласуется с данными [23].

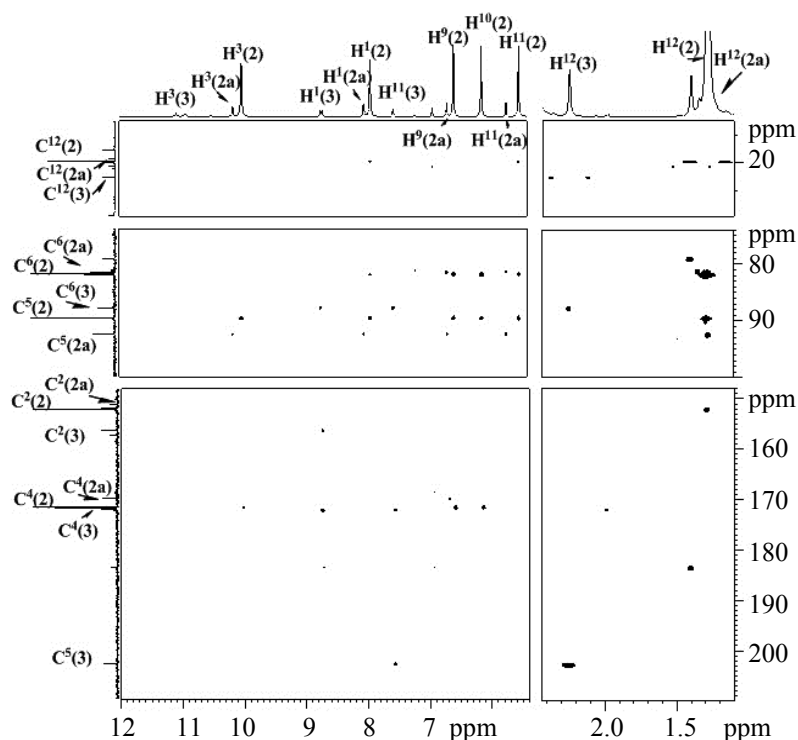


Рис. 3. Спектр $\{^1\text{H}, ^{13}\text{C}\}$ HMBC 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе $\text{DMSO-}d_6$ через 48 ч

В $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HSQC спектре в растворе $\text{DMSO-}d_6$ (рис. 4) наблюдались взаимодействия амидного протона H^1 ($\delta_{\text{H}} = 7.94$ м.д.) с атомом азота N^1 ($\delta_{\text{N}} = 114.87$ м.д.) и амидного протона H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.02$ м.д.) с атомом азота N^3 ($\delta_{\text{N}} = 142.63$ м.д.) для соединения **2**; амидного протона H^1 ($\delta_{\text{H}} = 8.04$ м.д.) с атомом азота N^1 ($\delta_{\text{N}} = 115.22$ м.д.) и амидного протона H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.16$ м.д.) с атомом азота N^3 ($\delta_{\text{N}} = 142.74$ м.д.) для соединения **2a**, а также кросс-пик амидного протона H^1 ($\delta_{\text{H}} = 8.73$ м.д.) с атомом азота N^1 ($\delta_{\text{N}} = 110.23$ м.д.) и протона H^3 ($\delta_{\text{H}} = 10.93$ м.д.) с атомом азота N^3 ($\delta_{\text{N}} = 144.23$ м.д.) для соединения **3**.

В табл. 1 приведены химические сдвиги для соединений **2** и **2a**. В ЯМР-спектре **2** при нахождении образца в ампуле без перемешивания через 48 ч помимо продукта дегидратации **3** обнаружено новое соединение **2a** со схожими с **2** химическими сдвигами. Наибольшие изменения химических сдвигов наблюдаются для атомов углерода C^4 и C^5 1.74 и 2.82 м.д. соответственно; для протона H^9 гидроксильной группы у атома углерода C^5 — 0.56 м.д. Сигнал протона H^{10} гидроксильной группы для соединения **2a** зарегистрировать не удалось. По-видимому, в растворе $\text{DMSO-}d_6$ при стоянии структурные изменения соединения **2** происходят с участием атомов углерода C^4 и C^5 .

Причинами появления сигналов нового соединения могут быть, во-первых, образование таутомерного изомера, во-вторых, конформационные перестроения в кольце соединения **2**, в-третьих, существование в растворе устойчивых мономерных и олигомерных (димеров, тримеров) ассоциатов исходной молекулы и, в-четвертых, образование анионной формы **2** в результате диссоциации. Первая гипотеза о таутомерной перегруппировке проверена ранее [24]. Из квантово-химических расчетов относительной устойчивости всех возможных таутомерных форм соединения **2** следует, что самой устойчивой формой является дикетотаутомер, а образование остальных таутомеров маловероятно. О невозможности таутомерной перегруппировки в случае соединения **2a** свидетельствует также наличие сигналов приазотных и гидроксильных протонов (табл. 1) в ЯМР-спектрах.

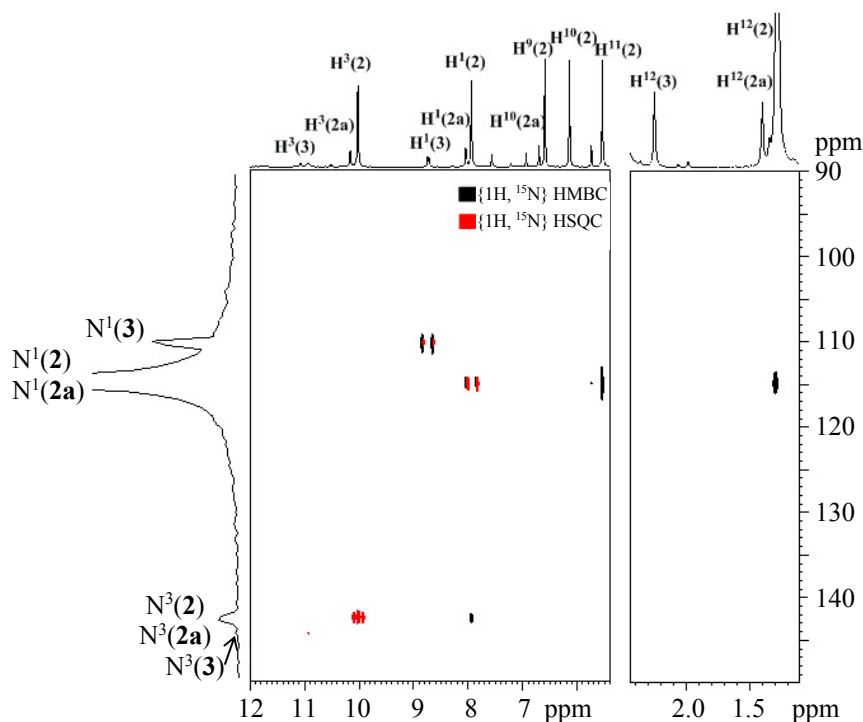


Рис. 4. Наложение спектров $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HMBC и $\{^1\text{H}, ^{15}\text{N}\}$ HSQC 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе DMSO- d_6 через 48 ч

Т а б л и ц а 1. Химические сдвиги (δ , м.д.) 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в спектрах ЯМР (растворитель DMSO- d_6)

Атом	Соединение		
	2	2a	$\Delta\delta$
C ²	152.11	151.80	-0.31
C ⁴	171.63	169.89	-1.74
C ⁵	89.64	92.46	2.82
C ⁶	81.92	81.54	-0.38
CH ₃	19.58	19.71	0.13
N ¹	114.87	115.22	0.35
N ³	142.63	142.74	0.11
H ¹	7.94	8.04	0.1
H ³	10.02	10.16	0.14
H ⁹	6.14	6.70	0.56
H ¹⁰	6.59	–	–
H ¹¹	5.54	5.74	0.2
H ¹²	1.29	1.26	-0.03

Определение устойчивости конформационных форм **2** проводится квантово-химическими методами с учетом неспецифической и специфической сольватации. Возможность диссоциации молекулы **2** в растворе DMSO- d_6 и образование анионов требуют также дополнительных исследований.

Заключение. Методами ^{13}C , ^1H и ^{15}N ЯМР-спектроскопии доказана структура 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона в растворе DMSO- d_6 , описаны сигналы всех его атомов углерода, азота и водорода. Со временем в растворе 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона образуются новые соединения, о чем свидетельствуют изменения в спектрах ЯМР: обнаружены ранее описанный 6-гидрокси-6-метилпиримидин-2,4,5-трион, а также новая, неизвестная ранее форма соединения 5,5,6-тригидрокси-6-метилдигидропиримидин-2,4(1H,3H)-диона.

Механизм ее образования в растворе представляет интерес в рамках исследования окисления 5-гидрокси-6-метилурацила в растворах.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования (№ 1021062311386-8-1.4.1) с использованием оборудования ЦКП “Химия” УФИХ УФИЦ РАН и РЦКП “Агидель” УФИЦ РАН.

- [1] **В. А. Мышкин, А. Б. Бакиров.** Оксиметилурацил (Очерки экспериментальной фармакологии), Уфа, Дар (2001)
- [2] **В. П. Кривоногов, Г. А. Толстикова, Ю. И. Муринов, Ф. С. Зарудий, Д. Н. Лазарева, А. Ф. Исмагилова, С. С. Волкова, Г. М. Сахаутдинова, Л. В. Спирихин, И. Б. Абдрахманов, И. И. Кривоногова.** Хим.-фарм. журн., **27**, № 2 (1993) 38—43 [V. P. Krivonogov, G. A. Tolstikov, Yu. I. Murinov, F. S. Zarudii, D. N. Lazareva, A. F. Ismagilova, S. S. Volkova, G. M. Sakhautdinova, L. V. Spirikhin, I. B. Abdrakhmanov, I. I. Krivonogova. Pharm. Chem. J., **27**, N 2 (1993) 112—120]
- [3] **А. Р. Гимадиева, Ю. Н. Чернышенко, И. Б. Абдрахманов, А. Г. Мустафин.** Синтез, модификации и биологическая активность урацилов, Уфа, Гилем (2013)
- [4] **Д. Н. Лазарева, Е. К. Алехин, В. В. Плечев, В. М. Тимербулатов, Д. В. Плечева.** Иммурег, Уфа, Башкирский государственный медицинский университет (2004)
- [5] **Д. Н. Лазарева, Е. К. Алехин, В. В. Плечев.** Медицинский вестник Башкортостана, **2**, № 6 (2007) 70—75
- [6] **S. V. Jovanovic, M. G. Simic.** J. Am. Chem. Soc., **108**, N 19 (1986) 5968—5972
- [7] **D. K. Hazra, S. Steenken.** J. Am. Chem. Soc., **105**, N 13 (1983) 4380—4386
- [8] **J. A. Theruvathu, C. T. Aravindakumar, R. Flyunt, J. von Sonntag, C. von Sonntag.** J. Am. Chem. Soc., **123**, N 13 (2001) 9007—9014
- [9] **C. Von Sonntag.** Int. J. Radiat. Appl. Instrum. C, Radiat. Phys. Chem., **30**, N 5-6 (1987) 313—330
- [10] **M. Al-Sheikhly, C. von Sonntag.** Z. Naturforsch., **38b** (1983) 1622—1629
- [11] **T. Simandan, J. Sun, T. A. Dix.** Biochem. J., **335** (1998) 233—240
- [12] **S. A. Grabovskiy, A. R. Abdrakhmanova, Yu. I. Murinov, N. N. Kabal'nova.** Current Org. Chem., **13**, N 17 (2009) 1733—1736
- [13] **S. A. Grabovskiy, I. G. Konkina, Yu. I. Murinov, N. N. Kabal'nova.** Current Org. Chem., **16**, N 11 (2012) 1447—1452
- [14] **T. R. Nugumanov, S. P. Ivanov, Z. A. Starikova, Yu. I. Murinov.** Mend. Commun., **18**, N 4 (2008) 223—224
- [15] **С. Ф. Петрова, С. С. Остахов, С. П. Иванов, Т. Р. Нугуманов, Ю. И. Муринов, С. Л. Хурсан.** ХВЭ, **52**, № 6 (2018) 468—472 [S. F. Petrova, S. S. Ostakhov, S. P. Ivanov, T. R. Nugumanov, Yu. I. Murinov, S. L. Khursan. High Energy Chem., **52**, N 6 (2018) 480—484]
- [16] **С. П. Иванов, И. Г. Конкина, И. П. Байкова, Л. В. Спирихин, Ю. И. Муринов.** ХГС, **11** (2002) 1609—1610 [S. P. Ivanov, I. G. Konkina, I. P. Baikova, L. V. Spirikhin, Yu. I. Murinov. Chem. Heterocycl. Compd, N 11 (2002) 1424—1425]
- [17] **С. Ф. Петрова, Т. Р. Нугуманов, А. В. Антипин, Н. Н. Кабальнова, Ю. И. Муринов, С. П. Иванов.** ЖОХ, **91**, № 3 (2021) 400—404 [S. F. Petrova, T. R. Nugumanov, A. V. Antipin, N. N. Kabal'nova, Yu. I. Murinov, S. P. Ivanov. Russ. J. Gen. Chem., **91**, N 3 (2021) 369—372]
- [18] **D. M. Doddrell, D. T. Pegg, M. R. Bendall.** J. Magn. Res., **48**, N 15 (1982) 323—327
- [19] **A. L. Davis, J. Keeler, E. D. Laue, D. Moskau.** J. Magn. Res., **98**, N 1 (1992) 207—216
- [20] **R. E. Hurd, V. K. John.** J. Magn. Res., **91**, N 3 (1991) 648—653
- [21] **W. Willker, D. Leibfritz, R. Kerssebaum, W. Bermel.** Magn. Res. Chem., **31**, N 3 (1993) 287—292
- [22] **В. П. Кривоногов, Г. Г. Козлова, Е. А. Белая, Г. А. Сивкова, Л. В. Спирихин, И. Б. Абдрахманов, В. В. Плечев.** Журн. орг. химии, **40**, № 3 (2004) 444—447 [V. P. Krivonogov, G. G. Kozlova, E. A. Belaya, G. A. Sivkova, L. V. Spirikhin, I. B. Abdrakhmanov, V. V. Plechev. Russ. J. Org. Chem., **40**, N 3 (2004) 417—420]
- [23] **Н. Н. Кабальнова, С. А. Грабовский, Т. Р. Нугуманов, С. П. Иванов, Ю. И. Муринов.** Изв. РАН. Сер. хим., № 11 (2008) 2223—2227 [N. N. Kabal'nova, S. A. Grabovskiy, T. R. Nugumanov, S. P. Ivanov, Yu. I. Murinov. Russ. Chem. Bull., **57**, N 11 (2008) 2265—2270]
- [24] **С. Ф. Петрова, М. Г. Ильина, Т. Р. Нугуманов, Э. М. Хамитов, С. П. Иванов.** Изв. Уфимского науч. центра РАН, № 1 (2020) 112—115