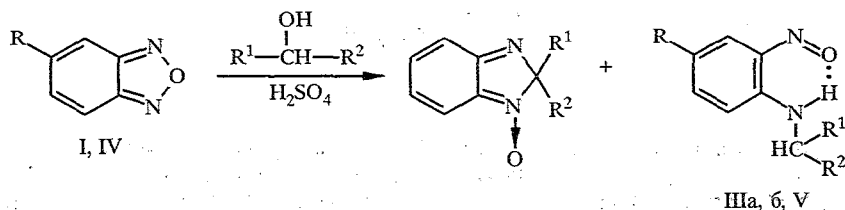


В. А. Самсонов, Л. Б. Володарский, И. Ю. Багрянская,
Ю. В. Гатиллов, М. М. Шакиров

ОБРАЗОВАНИЕ *o*-НИТРОЗОАЛКИЛАМИНОБЕНЗОЛОВ
ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ БЕНЗОФУРАЗАНОВ СО СПИРТАМИ
В КИСЛЫХ УСЛОВИЯХ

При взаимодействии бензофуразана с изопропанолом и циклогексанолом в серной кислоте наряду с 2,2-диалкил-2Н-бензимидазол-1-оксидами образуются *o*-нитрозоалкиламинобензолы. В случае 4-аминобензофуразана образуются только 2-нитрозо-3-алкиламиноанилины. 5-Нитробензофуразан реагирует с изопропанолом в серной кислоте с образованием 4-нитро-2-нитрозоизопропиламинобензола, однако в случае производных 4-нитробензофуразана образования *o*-нитрозоалкиламинобензолов не наблюдается.

Ранее нами было показано, что при взаимодействии бензофуроксанов со спиртами либо с галоидалканами в присутствии кислот образуются с высоким выходом 2Н-бензимидазол-1,3-диоксиды [1]. Можно было ожидать, что при взаимодействии бензофуразанов со спиртами в аналогичных условиях будут образовываться 2Н-бензимидазол-1-оксиды. Для проверки этого предположения мы провели реакцию бензофуразана (I) с циклогексанолом в серной кислоте и, действительно, с выходом около 40% выделили из реакционной смеси соответствующий 2Н-бензимидазол-1-оксид (IIa) [2]. Наряду с соединением IIa из реакционной смеси с выходом около 20% было выделено темно-зеленое соединение IIIa. В масс-спектре соединения IIIa наблюдается пик молекулярного иона с m/z 204. По данным элементного анализа, соединение имеет брутто-формулу $C_{12}H_{15}N_2O$. В спектре ПМР в $CDCl_3$ имеются сигналы протонов циклогексанового кольца в области 1,10...2,00 (10H, м, 5CH₂) и мультиплет с центром 3,50 (1H, м, CH), сигналы ароматических протонов: 6,78 (2H, м, 2CH аром.), 7,29 (1H, т, CH аром.) и 8,51 м. д. (1H, д, CH аром.). При 11,20 м. д. наблюдается уширенный сигнал одного протона, который можно отнести к протону аминогруппы, участвующему в образовании водородной связи. Методом двойного резонанса показано, что протон аминогруппы участвует в спин-спиновом взаимодействии с метиновым протоном циклогексанового цикла. В спектре ЯМР ¹³C наблюдаются сигналы атомов углерода циклогексанового кольца: при 24,0, 25,2 и 32,2 CH₂ групп и при 49,7 м. д. CH группы. Имеются сигналы *sp*²-гибридизованных атомов углерода CH групп при 114,0, 115,5, 137,0 и сильно уширенный сигнал при 139,7 м. д. Наблюдаются также сигналы *sp*²-гибридизованных атомов углерода, не содержащих в качестве заместителя атомов водорода при 135,1 (уширенный сигнал) и при 156,0 м.д.



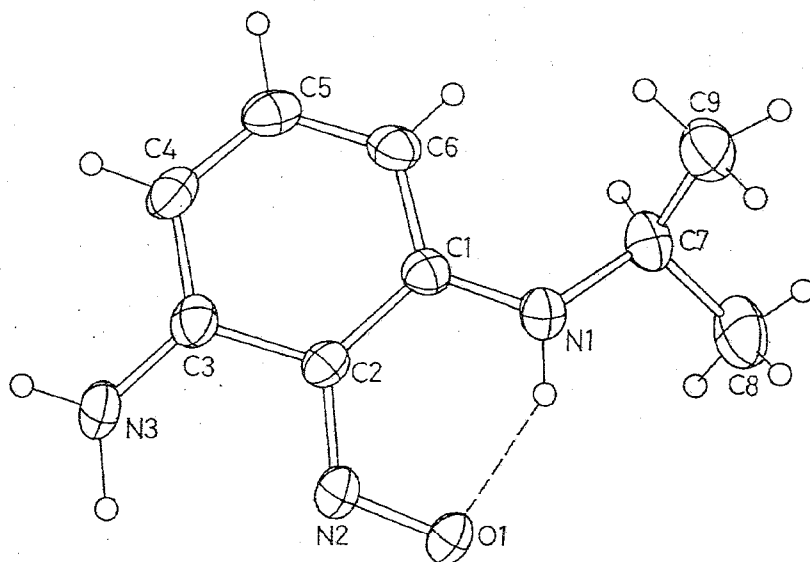
I, IIIa, б R = H; IV, V R = NO₂; IIa, IIIa R¹ + R² = -(CH₂)₅-; IIб, IIIб, V R¹ = R² = CH₃

На основании этих данных соединению IIIa было приписано строение 2-нитрозоциклогексиламинобензола. Аналогичным образом бензофуразан I реагирует с изопропанолом, давая 2,2-диметил-2Н-бензимидазол-1-оксид (IIб) и 2-нитрозоизопропиламинобензол (IIIб).

При взаимодействии 5-нитробензофуразана (IV) с изопропанолом в качестве основного продукта был выделен 4-нитро-2-нитрозоизопропиламинобензол (V). Вывод о том, что нитрогруппа в этом соединении находится в положении 4, а не 5 цикла, был сделан на основании сравнения спектра ПМР соединения V со спектрами ПМР 2,4-динитроанилина и *m*-нитроанилина [3]. Химический сдвиг атома водорода в положении 3 цикла в соединении V наблюдается при 9,44, для 2,4-динитроанилина — 8,81, а для *m*-нитроанилина — 7,51 м. д.

При взаимодействии 4-аминобензофуразана (VI) [4] с изопропанолом и с циклогексанолом в серной кислоте были выделены с выходами около 50% продукты темно-синего цвета VIIa,б соответственно. В спектрах ПМР и ЯМР ^{13}C наблюдается удвоенный набор сигналов, что указывает на наличие двух изомерных продуктов, отличающихся друг от друга, по-видимому, тем, что нитрозогруппа участвует в образовании внутримолекулярной водородной связи с аминной либо с алкиламинной группой. Соотношение изомеров, по данным ПМР по интегральной интенсивности сигналов в CDCl_3 , измеренной для соединения VIIб, равно 1 : 2, а в $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$ — 1 : 3.

Для подтверждения строения соединения VIIб было проведено его рентгеноструктурное исследование. Строение молекулы нитрозомина VIIб показано на рисунке. Геометрия двух кристаллографических независимых молекул VIIб совпадает в пределах погрешностей. Молекулы VIIб плоские, за исключением атомов C(8) и C(9) изопропильной группы. Длины связей $\text{C}_{\text{ar}}-\text{N}_{\text{sp}2}$ близки к ожидаемым [5]. Следует отметить удлинение связи $\text{N}=\text{O}$ в нитрозогруппе до 1,281(3) и 1,285(3) Å по сравнению с газозафазными данными 1,20...1,23 Å [6].



Строение молекулы нитрозоалкиламинобензола VIIб. Избранные длины связей (Å) и валентные углы (град.): C(1)—C(2) 1,444(4), 1,445(4), C(2)—C(3) 1,450(4), 1,443(4), C(1)—N(1) 1,337(4), 1,342(4), C(2)—N(2) 1,350(4), 1,352(4), N(2)=O(1) 1,281(3), 1,285(3), C(3)—N(3) 1,348(3), 1,342(4), O(1)...H(N(1)) 1,87(3), 1,77(3), N(1)—C(1)—C(2) 118,9(3), 119,6(3), C(1)—C(2)—N(2) 126,5(3), 126,3(3), C(1)—N(1)—C(7) 126,6(3), 125,7(3), C(2)—N(2)=O(2) 118,3(3), 118,2(3)

Т а б л и ц а 1

Координаты ($\times 10^4$) и эквивалентные тепловые факторы ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) атомов независимых молекул нитрозоалкиламинобензола VIIб

Атом	x/a	y/b	z/c	$U_{\text{ЭКВ}}$
Молекула 1				
C(1)	-813(2)	3915(3)	3367(2)	45(1)
C(2)	67(2)	3304(3)	3133(2)	44(1)
C(3)	314(2)	3508(3)	2153(2)	48(1)
C(4)	-312(3)	4291(3)	1460(3)	56(1)
C(5)	-1118(3)	4884(3)	1728(3)	56(1)
C(6)	-1376(3)	4730(3)	2649(3)	53(1)
C(7)	-1755(3)	4353(3)	4723(3)	61(1)
C(8)	-1442(4)	4071(5)	5896(3)	82(1)
C(9)	-2975(3)	4109(5)	4189(4)	76(1)
N(1)	-1029(2)	3707(3)	4273(2)	55(1)
N(2)	773(2)	2581(2)	3778(2)	56(1)
N(3)	1152(3)	2945(3)	1957(2)	64(1)
O(1)	602(2)	2311(2)	4648(2)	71(1)
Молекула 2				
C(1)	5368(2)	1177(3)	4097(2)	47(1)
C(2)	4340(2)	1692(2)	4106(2)	42(1)
C(3)	4201(2)	2063(3)	5091(2)	47(1)
C(4)	5075(3)	1960(3)	6002(2)	59(1)
C(5)	6044(3)	1461(3)	5971(3)	62(1)
C(6)	6215(3)	1069(3)	5068(3)	57(1)
C(7)	6464(3)	253(3)	3055(3)	60(1)
C(8)	6119(4)	-299(4)	1979(4)	75(1)
C(9)	7431(4)	1043(5)	3174(4)	75(1)
N(1)	5496(2)	837(2)	3180(2)	52(1)
N(2)	3436(2)	1843(2)	3263(2)	48(1)
N(3)	3234(3)	2511(3)	5098(3)	68(1)
O(1)	3494(2)	1560(2)	2349(2)	57(1)

Возможно, в этом случае проявляется суммарный эффект внутри- и межмолекулярных водородных связей, а также вклад оксимной таутомерной структуры. Последний эффект должен быть, по-видимому, малым, поскольку, согласно расчетам квантово-химическими методами MNDO и PM3 (программа MNDO [7]), оксимная структура соответственно на 7 и 14 ккал/моль менее устойчива. Удлинение связи C(1)—C(2) и C(2)—C(3) обусловлено, очевидно, стерическими факторами — расчет методом PM3 приводит к величинам 1,43 и 1,42 Å соответственно. В кристалле молекулы нитрозоалкиламинобензола связаны сетью водородных связей в двунитевые цепи, ориентированные вдоль оси c .

Из данных PCA следует, что соединение VIIб — это 2-нитрозо-3-изопропиламиноанилин, а соединение VIIа по аналогии — это 2-нитрозо-3-циклогексиламиноанилин.

При обработке соединений VIIа,б уксусным ангидридом образуются соответствующие ацильные производные VIIа,б, причем в спектрах ПМР и ЯМР ^{13}C для этих соединений наблюдается один набор сигналов, что указывает на наличие только одного изомера, где алкиламино- и нитрозогруппа участвуют в образовании внутримолекулярной водородной

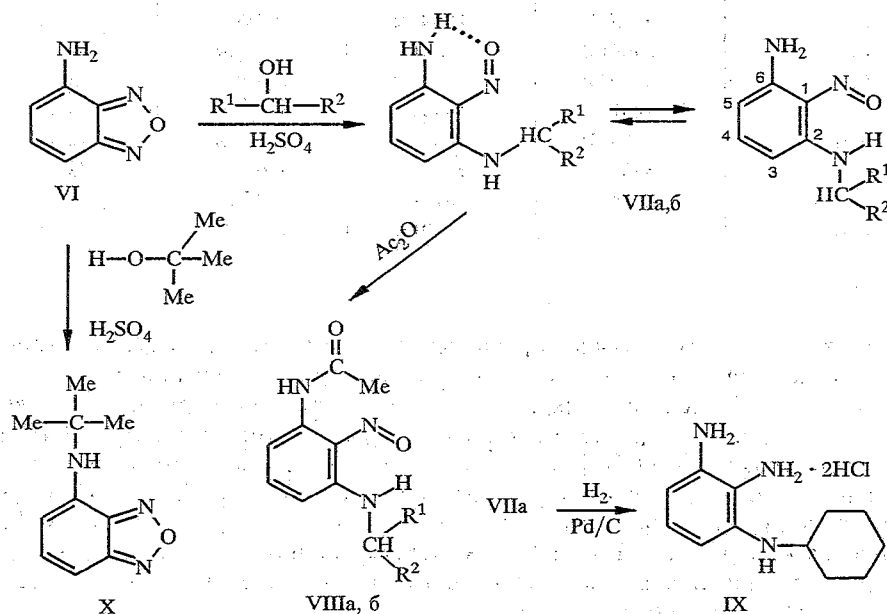
Характеристики синтезированных соединений: Па,б, Ша,б, V, VIIa,б, VIIIa,б, IX, X, XII

Соединение	M ⁺	T _{пл.} °C*	УФ спектр, λ _{max} (lg ε)	Выход, %
Па	—	86 [2]	—	40
Пб	—	65 [2]	—	34
Ша	204	102...104	232(4,34), 302(3,98), 468(3,73)	20
Шб	164	38...40	232(4,62), 302(4,00), 468(3,78)	23
V	209	78...80	285(4,34), 348(4,25), 445(3,83)	38
VIIa	219	51...53	226(4,30), 243(4,34), 370(3,98), 568(3,60)	55
VIIб	179	86...87	226(4,26), 243(4,35), 370(3,96), 568(3,64)	51
VIIIa	261	116...118	232(4,57), 262(3,71), 350(4,02), 518(3,88)	78
VIIIб	221	81...82	232(4,54), 350(4,10), 515(3,70)	76
IX	—	207...209* ² (с разлож.)	217(4,38), 250(3,88), 300(3,64)	72
X	191	Масло	232(4,69), 410(3,92)	75
XII	222	114...116	230(4,15), 338(3,93), 465(4,42)	45

* Соединение IX перекристаллизовано из конц. соляной кислоты, соединение XII — из спирта, остальные — из гексана.

² Дигидрохлорид.

связи. Восстановление соединения VIIa водородом в присутствии катализатора 5% Pd на угле приводит к 1,2-диамино-3-циклогексиламино-бензолу IX, выделенному и охарактеризованному в виде хлоридрата.



VII, VIII a R¹ + R² = -(CH₂)₅-; б R¹ = R² = Me

Следует отметить, что в ИК спектрах соединений IIIa,б, VIIa,б и VIIIa,б, записанных в CCl₄, полосы поглощения валентных колебаний NH группы в области 3300...3500 см⁻¹ отсутствуют вследствие образования внутримолекулярной водородной связи; вероятно, они совпадают с полосами поглощения валентных колебаний CH связей вблизи 3000 см⁻¹ [8].

Спектральные характеристики синтезированных соединений

Соединение	ИК спектр, ν , см^{-1} в CCl_4	Химические сдвиги протонов, δ , м. д. (J , Гц)							
		Растворитель	NH уш.	CH м.	3-Н д.	4-Н т.	5-Н д.	6-Н д.	Другие сигналы
IIIa	—	CDCl_3	11,20	3,50	6,78 (7)	7,29	6,78 т	8,51 (7)	1,10...2,00 (10H, м, 5CH_2)
		$(\text{CD}_3)_2\text{SO}$	11,10	3,66	7,08 (7)	7,47	6,87 т	8,38 (7)	1,20...1,91 (10H, м, 5CH_2)
IIIб	—	CDCl_3	11,00	3,77	6,74 (7)	7,20	6,75 т	8,50 (7)	1,20 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)
		CDCl_3	10,55	3,89	6,91 (10)	8,12 д. д. (10,2)	—	9,44 с	1,28 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)
V	1345, 1580 (NO_2)	CDCl_3	11,90	3,33	5,80 (8)	6,98	5,74 (8)	—	1,10...2,00 (10H, м, 5CH_2), 5,68 (2H, уш. с, NH_2)
VIIa*	3400, 3480, 3510 (NH_2)	CDCl_3	11,72	3,68	5,83 (8)	7,10	5,86 (8)	—	1,17 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)
VIIб	3400, 3480, 3510 (NH_2)	CDCl_3	7,70	3,71	5,50 (8)	7,08	5,50 (8)	—	1,24 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц), 5,55 (2H, уш. с, NH_2)
VIIб* ²	—	CDCl_3	11,56	3,70	5,73 (8)	7,12	5,96 (8)	—	1,15 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)
VIIб* ²	—	$(\text{CD}_3)_2\text{SO}$	7,38	3,80	5,82 (8)	7,12	5,74 (8)	—	1,25 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)
VIIIa	3380 (NH), 1690 (C=O)	CDCl_3	12,30	3,66	6,67 (8)	7,43	7,67 (8)	—	1,21...2,08 (10H, м, 5CH_2), 2,20 (3H, с, CH_3), 10,50 (1H, с, NH-амид.)
VIIIб	3380 (NH), 1700 (C=O)	CDCl_3	12,30	3,78	6,38 (8)	7,30	7,74 (8)	—	1,22 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц), 2,18 (3H, с, CH_3), 9,98 (1H, с, NH-амид.)
IX	—	CF_3COOH	—	3,38	6,90 м	7,28 м	7,28 м	—	0,90...1,60 (10H, м, 5CH_2)
X	3410 (NH)	CDCl_3	4,96	—	6,85 (8)	7,12	6,18 (8)	—	1,40 (9H, с, 3CH_3)
XII	1330, 1570 (NO_2), 3310, 3360 (NH)	CDCl_3	6,53	4,01	—	8,35 д (9)	6,15 (9)	—	1,36 (6H, д, 2CH_3 , $J = 6,5$ Гц)

* Сигналы второго изомера имели интенсивность в спектре ПМР менее 10%.

² Спектры изомера, который содержится в смеси в меньшем количестве.

Химические сдвиги в спектрах ЯМР ^{13}C синтезированных соединений (в CDCl_3)

Соединение	C=C аром.	CH аром.	Другие сигналы
IIIa	135,1, 156,0	114,1, 115,5, 137,5 139,7	24,0, 25,2, 32,2 (CH_2), 49,7 (CH)
IIIб	134,9, 156,0	113,9, 115,6, 137,6, 139,6	22,1 (2CH_3), 42,8 (CH)
V	136,4, 138,5, 152,8	115,0, 130,9, 135,9	22,0 (2CH_3), 44,0 (CH)
VIIa*	137,6, 146,9, 153,9 137,1, 147,9, 151,8	98,5, 98,7, 142,7 96,2, 100,6, 146,9	23,6, 25,0, 31,8 (CH_2), 49,5 (CH) 24,2, 25,1, 32,3 (CH_2), 50,7 (CH)
VIIб*	137,6, 147,1, 154,1 136,9, 148,0, 152,1	98,8, 99,0, 142,8 96,5, 100,8, 142,5	22,0 (2CH_3), 42,8 (CH) 22,3 (2CH_3), 43,7 (CH)
VIIIa	135,9, 142,4, 146,7	104,8, 108,5, 141,9	23,6, 24,8, 31,7 (CH_2), 24,5 (CH_3), 49,1 (CH), 168,9 (C=O)
VIIIб	136,6, 142,1, 145,6	104,3, 107,6, 142,4	22,3 (2CH_3), 25,0 (CH_3), 43,2 (CH), 168,2 (C=O)
X	134,3, 145,7, 149,7	100,6, 102,5, 133,8	28,6 (3CH_3), 51,4 (=C=)
XII	124,4, 143,1, 143,6, 143,9	98,7, 136,6	21,5 (2CH_3), 45,8 (CH)

* В нижней строке представлены сигналы атомов углерода с меньшей интенсивностью.

Мы попытались определить границы применимости этой реакции для получения других *o*-нитрозоалкиламинобензолов. Оказалось, что в случае метанола и этанола реакции бензофуразанов в серной кислоте не наблюдается, с *трет*-бутиловым спиртом бензофуразаны I и IV не реагируют, а с 4-аминобензофуразаном VI в качестве основного продукта образуется 4-*трет*-бутиламинобензофуразан (X). 4-Нитробензофуразан в тех же условиях не вступает в реакцию со спиртами даже при длительном нагревании, оставаясь неизменным. При взаимодействии 4-нитро-7-аминобензофуразана (XI) с изопропанолом в серной кислоте образуется только 4-нитро-7-изопропиламинобензофуразан (XII). По-видимому, нитрогруппа в положении 4 цикла препятствует реакции раскрытия фуразанового цикла с образованием *o*-нитрозоалкиламинобензолов.

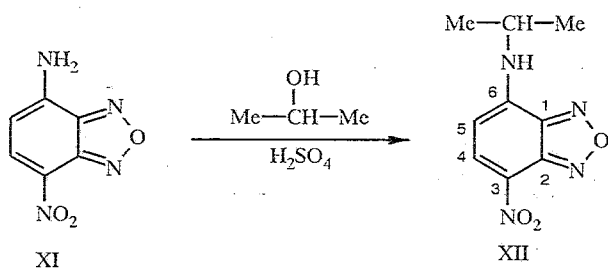
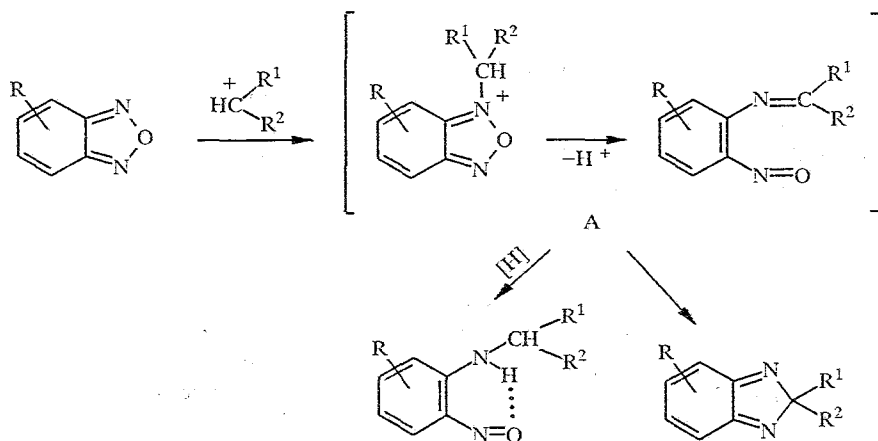


Схема образования *o*-нитрозоалкиламинобензолов из производных бензофуразана, вероятно, включает в себя, как и в случае бензофураксанов [1], первоначальную атаку образующегося из спирта в кислоте карбокатиона по атому азота гетероцикла, раскрытие фуразанового цикла с образованием нитрозоимина А и в дальнейшем циклизацию А в 2Н-бензимидазол-1-оксид либо восстановление А в нитрозоалкиламинобензол. В качестве восстановителя, вероятно, выступает спирт. Как было показано нами, 2Н-бензимидазол-1-оксиды в условиях реакции не превращаются в *o*-нитрозоалкиламинобензолы.



Таким образом, найдено, что при взаимодействии бензофуранов со вторичными спиртами в серной кислоте кроме реакции образования 2Н-бензимидазол-1-оксидов наблюдается раскрытие цикла с образованием *o*-нитрозоалкиламинобензолов. Следует отметить, что получение этих соединений до настоящего времени было затруднительно [9] и найденный путь синтеза *o*-нитрозоалкиламинобензолов представляет интерес для получения этого ряда труднодоступных соединений.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на приборе UR-20 в КВг (концентрация 0,25%) и CCl_4 , УФ спектры — на приборе Specord UV-vis в этаноле. Спектры ПМР и ЯМР ^{13}C получены на спектрометре Bruker WP-200 SY. Масс-спектры записаны на приборе MS-8200 фирмы Finnigan MAT методом прямого ввода образца в источник ионов при ионизирующем напряжении 70 эВ. Температура ионизационной камеры 120...200 °С.

Рентгеноструктурное исследование монокристалла нитрозоалкиламинобензола VIб провели на дифрактометре SYNTEX-P2₁, используя $CuK\alpha$ - излучение с графитовым монохроматором. Кристаллы VIб моноклинной сингонии: $a = 12,690(7)$, $b = 11,939(6)$, $c = 13,294(6)$ Å, $\beta = 107,59(4)^\circ$, $V = 1920(2)$ Å³, пространственная группа P2₁/c $C_9H_{13}N_3O$, $Z = 8$, $d_{вч} = 1,24$ г/см³, размер кристалла $0,1 \times 0,5 \times 2,0$ мм³. Интенсивности 2412 независимых отражений с $2\theta < 114^\circ$ измерили методом $\theta/2\theta$ -сканирования. Ввели поправки на поглощение аналитическим методом по огранке кристалла (трансмиссия 0,61...0,89). Структуру расшифровали прямым методом по программе SHELX-86 и уточнили методом наименьших квадратов в полноматричном анизотропно-изотропном (для атомов Н) приближении по программе SHELXL-93 до $wR_2 = 0,1514$ для всех отражений ($R = 0,0533$ для 1728 $F > 4\sigma_F$), $S = 1,00$. Положение атомов водорода нашли из разностного синтеза. Полученные координаты атомов даны в таблице 1. Температуры плавления определены на микроволновом столике Кофлера. Выходы, температуры плавления и спектральные данные синтезированных соединений приведены в таблицах 2—4.

Данные элементного анализа синтезированных соединений соответствуют вычисленным значениям.

2-Спироциклогексан-2Н-бензимидазол-1-оксид (IIа, $C_{12}H_{14}N_2O$) и 2-нитрозоциклогексиламинобензол (IIIа, $C_{12}H_{16}N_2O$). К раствору 2,4 г (20 ммоль) бензофурана (I) в 15 мл конц. серной кислоты при интенсивном перемешивании добавляют 2,2 мл (22 ммоль) циклогексанола. Смесь перемешивают 0,5 ч, поддерживая температуру в массе 50 °С. Охлаждают, выливают в 100 мл воды, подщелачивают 25% водным аммиаком до pH 9 и экстрагируют (3 × 50 мл) этилацетатом, экстракт промывают (100 мл) насыщенным раствором хлористого натрия, сушат над магнием серно-кислым, упаривают, остаток хроматографируют на силикагеле, элюент серный эфир. Выделяют 0,82 г соединения IIIа и 1,64 г соединения IIа. $T_{пл}$ 84...86 °С, по данным [2], $T_{пл}$ 86 °С.

Аналогично получают соединения IIб ($C_9H_{10}N_2O$), IIIб ($C_9H_{12}N_2O$), V ($C_9H_{11}N_3O_3$), VIIа ($C_{12}H_{17}N_3O$) и VIIIб ($C_9H_{13}N_3O$).

2-Нитрозо-3-изопропиламиноацетианид (VIIIб, $C_{11}H_{15}N_3O_2$). К 0,9 г (5 ммоль) нитрозоамина VIIб добавляют 10 мл уксусного ангидрида. Смесь перемешивают при комнатной температуре 2 ч. Выливают в 100 мл воды и через 2 ч экстрагируют (3×50 мл) этилацетатом. Этилацетатный экстракт промывают (100 мл) насыщенным водным раствором хлористого натрия, сушат над магнием серно-кислым. Растворитель отгоняют, остаток хроматографируют на силикагеле, элюент — серный эфир. Получают 0,84 г соединения VIIIб.

Аналогично получают соединение VIIIа ($C_{14}H_{19}N_3O_2$).

1,2-Диамино-3-циклогексиланинобензол (IX, $C_{12}H_{19}N_3$). К раствору 1,1 г (5 ммоль) нитрозоамина VIIа в 100 мл метанола добавляют 0,5 г катализатора — 5% Pd на угле и 0,1 мл соляной кислоты. Гидрируют в аппарате для гидрирования при атмосферном давлении при комнатной температуре до прекращения поглощения водорода. Катализатор отфильтровывают, фильтрат упаривают, к остатку добавляют 5 мл конц. соляной кислоты. Осадок отфильтровывают, сушат. Получают 1,0 г хлоргидрата соединения IX.

4-Изопропиламино-7-нитробензофуразан (XII, $C_9H_{10}N_4O_3$). К раствору 0,9 г (5 ммоль) соединения XI в 10 мл конц. серной кислоты добавляют 2 мл (28 ммоль) изопропилового спирта и смесь нагревают на кипящей водяной бане 1 ч. Охлаждают, выливают в 100 мл воды, подщелачивают до pH 9 водным раствором 25% аммиака и экстрагируют (3×50 мл) этилацетатом. Экстракт промывают (100 мл) насыщенным раствором хлористого натрия и сушат над магнием серно-кислым. Растворитель отгоняют, остаток хроматографируют на силикагеле, элюент — хлороформ. Выделяют 0,5 г соединения XII.

4-трет-Бутиламинобензофуразан (X, $C_{10}H_{13}N_3O$). К раствору 0,7 г (5 ммоль) 4-аминобензофуразана (VI) в 10 мл конц. серной кислоты добавляют 1,0 мл (135 ммоль) третбутилового спирта. Смесь перемешивают 1 ч при комнатной температуре и выливают в 100 мл воды. Подщелачивают до pH 9 водным раствором 25% аммиака и экстрагируют (3×50 мл) хлороформом. Экстракт промывают водой и сушат над магнием серно-кислым. Растворитель отгоняют, остаток хроматографируют на силикагеле, элюент — хлороформ. Выделяют 0,86 г соединения X.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Самсонов В. А., Володарский Л. Б., Шамирзаева О. В. // ХГС. — 1994. — № 4. — С. 524.
2. Latham D. W. S, Meth-Cohn O., Suschitzky H., Herbert J. A. L. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. I. — 1977. — N 5. — P. 470.
3. Handbook of Proton NMR Spectra and Data / Ed. Aschi Research Center Co. Ltd. — Tokyo, Japan: Academic Press, Inc., 1985. — Vol. 2. — P. 9, 25.
4. Пат. РФ 1187432 / Самсонов В. А., Володарский Л. Б.
5. Allen F. H., Kennard O., Watson D. G., Brammer L., Orpen A. G., Taylor R. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. II. — 1987. — N 12. — P. S1.
6. Вилков Л. В., Матрюков В. С., Садова Н. И. Определение геометрического строения свободных молекул. — Л.: Химия, 1978. — С. 224.
7. Войтюк А. А., Близнюк А. А. // Ж. структур. химии. — 1986. — Т. 27. — С. 190.
8. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул. — М.: ИЛ, 1963. — С. 362.
9. Беляев Е. Ю., Гидаспов Б. В. // Ароматические нитрозосоединения. — Л.: Химия, 1989. — С. 91.