

Синтез и экстракционные свойства новых 2-(фосфорилалкил)- и 2-(фосфорилалкенил)замещенных 1,8- и 1,6-нафтиридинов

Георгий В. Бодрин¹, Анна Г. Матвеева^{1*}, Евгений И. Горюнов¹, Маргарита П. Пасечник¹, Ринат Р. Айсин¹, Александр Н. Туранов², Василий К. Карандашев³, Евгений Д. Савин¹, Александр С. Перегудов¹, Юлия В. Нелюбина¹, Валерий К. Брель¹

¹ Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова РАН, ул. Вавилова, 28, Москва 119991, Россия; e-mail: phos@ineos.ac.ru

² Институт физики твердого тела РАН,

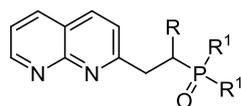
ул. Академика Осипяна, 2, Черноголовка 142432, Московская обл., Россия; e-mail: turanov@issp.ac.ru

³ Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН,

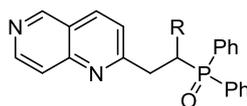
ул. Академика Осипяна, 6, Черноголовка 142432, Московская обл., Россия; e-mail: karan@iptm.ru

Поступило 21.06.2016

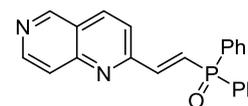
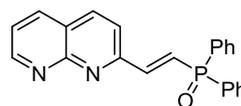
Принято 27.07.2016



R = Ph, Het, C₅H₁₁; R¹ = Ph, *i*-Pr



R = H, Ph



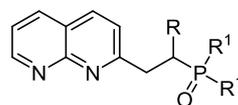
Новые 1,8- и 1,6-нафтиридины, содержащие фосфорильную группу в боковой цепи, синтезированы по реакции Фридлендера при взаимодействии соответствующих аминоникотиновых альдегидов и фосфорилкетонов в спирте в присутствии основных катализаторов (пирролидина или КОН). Ряд фосфорилзамещенных 1,8-нафтиридинов эффективно экстрагирует уран(VI) из нейтральных водных растворов, содержащих лантаниды(III), в 1,2-дихлорэтан.

Ключевые слова: фосфорилзамещенные 1,8(1,6)-нафтиридины, реакция Фридлендера, экстракция, *f*-элементы.

Производные 1,8- и 1,6-нафтиридинов, синтезированные в последние десятилетия, привлекают внимание исследователей благодаря разнообразию их применения в биомедицине,^{1,2} катализе,³ при создании люминесцентных хемосенсоров и маркеров.⁴ Недавно также было найдено, что 2-фосфорилзамещенные 1,8-нафтиридины могут быть успешно использованы для извлечения лантанидов из карбонатных сред.⁵ Ранее нами было показано, что 2-(фосфорилалкил)замещенные 1,8- и 1,6-нафтиридины могут быть с успехом получены по реакции Фридлендера с использованием фосфорилкетонов.^{6–8}

В настоящей работе реакцией Фридлендера – взаимодействием соответствующих никотиновых альдегидов с фосфорилкетонами, синтезирован ряд новых производных 1,8- и 1,6-нафтиридинов, содержащих фосфорильный фрагмент в боковой цепи. Исследована экстракция урана(VI) и лантанидов(III) из нейтральных водных растворов полученными соединениями **1b**, **c**, **e**, **f**, **2a**, **b**, **3**, **4** (рис. 1) и выявлены закономерности влияния структуры лигандов на их экстракционную способность. Для более корректной оценки влияния строения на экстракционные параметры были исследованы экстракционные свойства описанных ранее нафтиридинов **1a**, **2c**.

Фосфорилированные нафтиридины **1b–f**, **2b** синтезировали кипячением фосфорилкетонов **5b–f** с небольшим избытком аминоникотиновых альдегидов **6**, **7** в этаноле в атмосфере аргона в присутствии 1.20 экв. пирролидина и 0.05 экв. H₂SO₄ в качестве региоселективного катализатора^{6–9} (схема 1). Несмотря на то,



1a R = H, R¹ = Ph

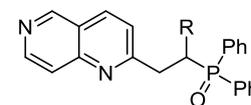
b R = R¹ = Ph

c R = 2-thienyl, R¹ = Ph

d R = 2-furyl, R¹ = Ph

e R = *n*-C₅H₁₁, R¹ = Ph

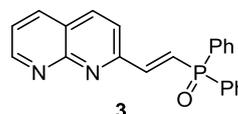
f R = Ph, R¹ = *i*-Pr



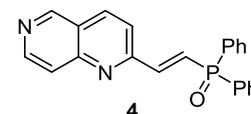
2a R = H

b R = Ph

c R = *n*-C₅H₁₁



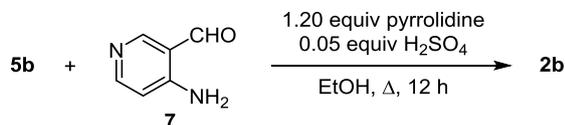
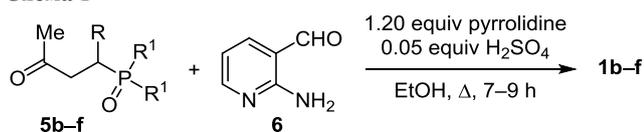
3



4

Рисунок 1. Производные 1,8- и 1,6-нафтиридинов, содержащие фосфорильный фрагмент в боковой цепи.

Схема 1

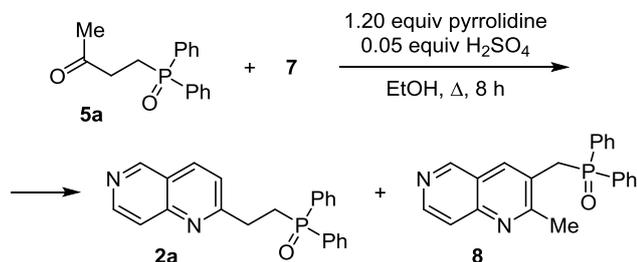


5b R = R¹ = Ph; **c** R = 2-thienyl, R¹ = Ph; **d** R = 2-furyl, R¹ = Ph
e R = *n*-C₅H₁₁, R¹ = Ph; **f** R = Ph, R¹ = *i*-Pr

что реакция Фридлиндера при использовании несимметричных кетонов может протекать с образованием смеси 2- и 2,3-замещенных нафтиридинов,^{10,11} взаимодействие альдегидов **6**, **7** с фосфорилкетонами **5b–f** в этих условиях происходило с образованием только одного региоизомера (схема 1).

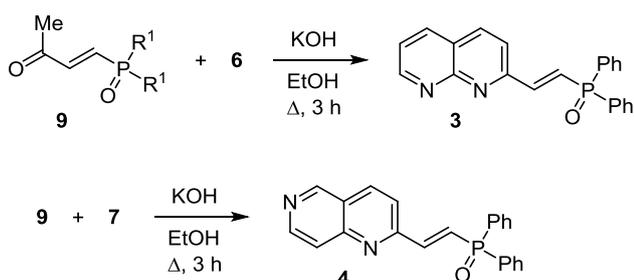
И лишь реакция фосфорилкетона **5a** с альдегидом **7** привела к смеси изомерных нафтиридинов **2a** и **8** (выходы по данным спектроскопии ЯМР ³¹P 70 и 30% соответственно) (схема 2). Индивидуальные соединения **2a** и **8** удалось выделить фракционной кристаллизацией этой смеси с выходами 11 и 2% соответственно.

Схема 2



Получение нафтиридинов **3** и **4** с использованием пирролидина в качестве катализатора осложняется побочными процессами, связанными, скорее всего, с присоединением этого амина по двойной связи исходного фосфорилена **9**.¹² Поэтому в качестве катализатора был использован KOH¹³ (схема 3), хотя при этом наблюдалось частичное осмоление реакционной смеси и выходы продуктов снижались.

Схема 3



Состав и строение полученных соединений подтверждены элементным анализом и данными колебательной спектроскопии и мультядерной спектроскопии ЯМР, а для соединения **8** – также данными РСА.

В ИК спектрах замещенных 1,8-нафтиридинов **1b–f** присутствуют интенсивные полосы при 1605–1609, 1499–1503 см⁻¹ и полоса средней интенсивности при ~1550 см⁻¹, которые характерны для 1,8-нафтиридинового ядра и принадлежат смешанным колебаниям ν(C–C)+ν(C–N)+δ(C–H).^{14–16} Со структурой 1,8-нафтиридинового фрагмента хорошо согласуется также интенсивная линия в спектрах комбинационного рассеяния (КР) при ~1370 см⁻¹ (смешанное колебание ν(C–C)+δ(C–H)) и линии при ~780 и ~540 см⁻¹, которые относятся к "дышащим" колебаниям нафтиридинового ядра с участием обоих атомов азота и δ(CH).¹⁶ Основные отличия колебательных частот 1,6- и 1,8-нафтиридинов обусловлены более низкой симметрией первых.^{14,15}

Спектры нафтиридинов **2a–c** содержат основные спектральные характеристики 1,6-нафтиридинов: интенсивную ИК полосу при 1613 см⁻¹, которой в спектрах КР соответствует слабая линия, интенсивную линию КР при ~1590 см⁻¹ с менее интенсивным аналогом в ИК спектре, а также полоса поглощения при ~1550 см⁻¹ и линии КР при ~1370 и ~540 см⁻¹. В нафтиридинах **3**, **4** с двойной связью в линкере, скорее всего, происходит смешивание колебаний ν(C=C) с близкими по частотам колебаниями циклов, поэтому спектры в области 1700–1600 см⁻¹ несколько отличаются от спектров нафтиридинов **1b–f**, **2a,b**, и частоту ~1610 см⁻¹ можно отнести к колебанию, содержащему вклад ν(C=C).

Невозможной оказалась идентификация колебаний циклических, тиофенового и фуранового, заместителей в соединениях **1c,d**, поскольку ряд их частот близок к частотам колебаний нафтиридинового цикла, а полоса поглощения ν(C–S) в области ~700 см⁻¹ перекрывается с интенсивными полосами деформационных колебаний фенильных циклов. Колебание ν(P=O) имеет типичную для дифенилфосфорильной группы частоту 1185–1175 см⁻¹ во всех исследованных нафтиридинах, кроме соединения **8**, которое отличается от других исследованных нафтиридинов коротким линкером (в спектре соединения **8** наблюдаются полосы при 1186 и 1168 см⁻¹). Соединение **1f** содержит при атоме фосфора не фенильные, а изопропильные заместители и, соответственно, имеет более низкую частоту колебания ν(P=O) – 1145 см⁻¹.

Отнесение сигналов в спектрах ЯМР ¹H и ¹³C–{¹H} к соответствующим индикаторным ядрам проводилось на основе комплекса 2D-корреляций (¹H–¹H COSY, НМQC и НМBC). В спектрах ЯМР ¹H соединений **1b–e**, **2b**, содержащих асимметрический атом углерода в линкере –CH₂CHR–, который соединяет нафтиридинового ядра и фосфорильную группу, сигнал протонов группы CH₂ не является спектром первого порядка и может быть интерпретирован как часть АВ системы АВМХ в спектрах ЯМР ¹H (М и Х соответственно ядра атомов Н и Р фрагмента CHR(O)Ph₂) или системы АВМ в

спектрах ЯМР $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$. Причина наблюдаемого эффекта заключается в том, что атом углерода группы CH_2 , согласно концепции Хэнсона,¹⁷ является прохиральным, а атомы водорода этого фрагмента – диастереотопными и, как следствие этого, анизохронными (т. е. имеющими различные химические сдвиги) в ахиральной среде. Необходимо отметить, что поскольку в молекулах нафтиридинов **1b–e**, **2b** содержится еще один прохиральный центр – атом фосфора, то должны быть диастереотопными и присоединенные к этому центру фенильные циклы. Это проявляется как в спектрах ЯМР ^1H , $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$, так и в спектрах ЯМР $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$, в которых наблюдается удвоение сигналов ядер атомов углерода *P*-ароматических циклов (*орто*-, *мета*-, *пара*- и *ипсо*-атомы).

В случае нафтиридина **1f** прохиральными становятся не только атом фосфора и метиленовый атом углерода линкера $-\text{CH}_2\text{CHPh}-$, но и оба α -углеродных атома изопропильных фрагментов, вследствие чего диастереотопными будут являться как сами изопропильные группы, так и заместители CH_3 у каждой из этих групп. Это создает условия для проявления в соответствующих спектрах ЯМР так называемой "двойной магнитной неэквивалентности".¹⁸ Действительно, в спектре ЯМР ^1H соединения **1f** в растворе CDCl_3 наблюдаются два мультиплета (дублеты септетов) метиновых протонов изопропильных фрагментов и четыре дублета дублетов, принадлежащих протонам метильных групп. В спектре ЯМР $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$ нафтиридина **1f** данные мультиплеты трансформируются соответственно в два септетных и четыре дублетных сигнала. Сходным образом эффект "двойной магнитной неэквивалентности" проявляет себя и в спектре ЯМР $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$ соединения **1f**, в котором наблюдаются два дублета, принадлежащие ядрам анизохронных α -углеродных атомов изопропильных фрагментов, и четыре дублетных сигнала ядер углерода магнитно-неэквивалентных метильных групп этих радикалов. Таким образом, нафтиридин **1f** относится к редкому типу объектов, в которых в систему прохиральных центров, определяющих существование явления "двойной магнитной неэквивалентности" в спектрах ЯМР, входят не только атомы углерода, как это обычно бывает,^{18–20} но и атом пятивалентного четырехкоординированного фосфора.*

Строение нафтиридина **8** было дополнительно подтверждено методом РСА (рис. 2). Согласно полученным данным геометрические параметры соединения **8** достаточно близки к таковым ранее описанного 2-[(1-дифенилфосфорил-1-метил)этил]-1,6-нафтиридина (**10**).⁸ В обоих случаях стоит отметить цисоидное расположение группы $\text{P}=\text{O}$ относительно нафтиридинового фрагмента. Псевдоторсионный угол $\text{OPC}(14)\text{C}(15)$ в структуре нафтиридина **8** составляет 5.9° , а в структуре его аналога – соединения **10** – 3.0° .⁸

* Впервые явление "двойной магнитной неэквивалентности" в спектрах ЯМР для систем, включающих прохиральный атом фосфора, было обнаружено М. И. Кабачником с соавторами.²¹

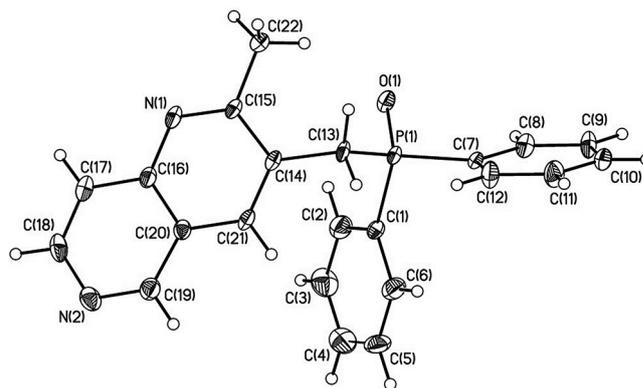


Рисунок 2. Общий вид соединения **8** в представлении атомов эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью.

Экстракционные свойства нафтиридинов **1a–f**, **2a–c**, **3**, **4** в отношении *f*-элементов были изучены на примере экстракции урана(VI) и лантанидов(III) из нейтральных водных растворов в 1,2-дихлорэтан. Так как значения коэффициентов распределения, найденные для лантанидов, различаются незначительно, в дальнейшем обсуждаются только данные для европия и урана (табл. 1).

При рассмотрении связи структуры фосфорилзамещенного нафтиридина с его эффективностью при экстракции U(VI) и Eu(III) прежде всего следует отметить значительное различие свойств изомерных 1,8- и 1,6-нафтиридинов (сравните пары соединений **1a–2a**, **1b–2b**, **1e–2c**, табл. 1). Значения D_M в этих парах различаются в несколько раз. Очевидно, что главной причиной различия экстракционных свойств в парах изомеров **1–2** являются их разные координационные свойства.

Так, известно, что фосфорилированные 1,8-нафтиридины в комплексах с солями лантанидов проявляют тридентатную ONN-координацию.²² Координационные свойства фосфорилзамещенных 1,6-нафтиридинов не исследованы, однако, исходя из их строения, можно полагать, что при комплексообразовании с лантанидами они будут взаимодействовать с катионом либо монодентатно за счет образования связи $\text{P}=\text{O} \rightarrow \text{M}$, либо O,N-бидентатно. Очевидно, что прочность комплексов при тридентатной координации лиганда выше, чем при моно- или бидентатной, а значит, и эффективность экстракции 1,8-нафтиридинами будет выше, чем изомерными 1,6-нафтиридинами.

Таблица 1. Экстракционные свойства 2-фосфорилзамещенных 1,8- и 1,6-нафтиридинов **1a–f**, **2a–c**, **3**, **4**

Соединение	Коэффициенты распределения*		Соединение	Коэффициенты распределения	
	D_{Eu}	D_{U}		D_{Eu}	D_{U}
1a	3.9	125	2a	< 0.1	48
1b	< 0.1	5.8	2b	< 0.1	0.21
1c	< 0.1	1.5	2c	< 0.1	2.6
1e	8.9	186	3	< 0.1	1.5
1f	1.8	436	4	< 0.1	0.76

* $D_M = [M_{\text{орг}}]/[M_{\text{aq}}]$, где M – металл.

Комплексообразование фосфорилзамещенных 1,8- и 1,6-нафтиридинов с катионами уранила до настоящего времени не изучено. Но эффективность извлечения урана(VI) отдельными 1,8-нафтиридинами столь высока (лиганды **1a,e,f**, табл. 1), что позволяет предположить участие обоих атомов азота этого цикла в координации с катионом/катионами уранила.

Необходимо отметить, что в специально синтезированных модельных изомерах **3** и **4**, где линкером, соединяющим нафтиридиновое ядро и фосфорильную группу, является фрагмент $-\text{CH}=\text{CH}-$, эффективность экстракции резко снижается и становится почти одинаковой (табл. 1). По данным конформационного анализа наличие двойной связи в линкере препятствует одновременной координации фосфорильного кислорода и атома/атомов азота нафтиридинового фрагмента к одному катиону металла. Следует также указать, что значения D_M лигандов **3** и **4** (табл. 1) близки к значениям D_M фосфиноксида (*p*-Tol) $_2$ P(O)CH $_2$ Ph, определенным в тех же экспериментальных условиях: $D_{Eu} < 0.1$ и $D_U = 7.24$.

Введение заместителя R в α -положение линкера $-\text{CH}_2\text{CHR}-$ оказывает существенное влияние на эффективность экстракции. Заместитель меняет не только липофильные свойства экстрагента, но и прочность экстрагируемых комплексов за счет изменения основности фосфорильной группы, а значит, и прочности координационной связи $\text{P}=\text{O} \rightarrow \text{M}$. Индукционный эффект заместителя *n*-C $_5$ H $_{11}$ повышает основность фосфорильной группы (как и липофильность лиганда), тогда как введение фенильного или тиенильного* заместителя снижает основность центра $\text{P}=\text{O}$ (сравните D_M в ряду лигандов **1a-c,e** и **2a-c**).

Замена фенильных заместителей при атоме фосфора на более электронодонорные изопропильные (лиганды **1b,f**) увеличивает основность группы $\text{P}=\text{O}$, а значит, и прочность экстрагируемых комплексов, что, в свою очередь, увеличивает значения D_U и D_{Eu} экстрагента **1f** (табл. 1).

Полученные результаты показали, что 2-фосфорилзамещенные 1,8-нафтиридины **1a,e,f** являются эффективными и селективными экстрагентами урана и могут использоваться для извлечения микроколичеств урана из водных растворов, содержащих лантаниды.

Таким образом, по реакции Фридлендера из соответствующих никотиновых альдегидов и фосфорилзамещенных кетонов синтезирован ряд новых 2-фосфорилэтилзамещенных 1,8- и 1,6-нафтиридинов, состав и строение которых установлены элементарным анализом, колебательной (ИК, КР) спектроскопией и мультядерной (^1H , ^{31}P , ^{13}C) спектроскопией ЯМР. Ряд полученных 1,8-нафтиридинов эффективно экстрагируют уран из нейтральных водных растворов в 1,2-дихлорэтан, при этом эффективность экстракции зависит от природы заместителей при атоме фосфора и заместителя в α -положении этиленового линкера между нафтиридиновым ядром и фосфорильной группой.

* Соединение **1d** с фурильным заместителем не исследовали из-за его малой стабильности.

Экспериментальная часть

ИК спектры в области 400–4000 cm^{-1} зарегистрированы на спектрометре Bruker Tensor 37 FTIR в таблетках KBr. Спектры КР в области 100–3500 cm^{-1} зарегистрированы на спектрометре Jobin-Yvon LabRAM 300, снабженном микроскопом и лазерным CCD-детектором. В качестве возбуждающей линии использована линия He–Ne-лазера с длиной волны 632.8 нм и мощностью не более 2 мВт. Спектры ЯМР ^1H и $^{13}\text{C}-\{^1\text{H}\}$ соединений **1d**, **2b**, **8** зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 400 (400 и 100 МГц соответственно). Спектры ЯМР ^1H и $^{13}\text{C}-\{^1\text{H}\}$ остальных соединений зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 600 (600 и 125 МГц соответственно). Спектры ЯМР $^1\text{H}-\{^{31}\text{P}\}$ и $^{31}\text{P}-\{^1\text{H}\}$ зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 400 (400 и 162 МГц соответственно). Растворитель CDCl $_3$, концентрация растворов 0.025 моль/л (соединение **8**) или 0.1 моль/л (остальные соединения). Внутренний стандарт в спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C – остаточные сигналы растворителя (7.26 м. д. для ядер ^1H , 77.0 м. д. для ядер ^{13}C), внешний стандарт в спектрах ЯМР ^{31}P – 85% H $_3$ PO $_4$. Элементарный анализ выполнен в Лаборатории микроанализа ИНЭОС РАН, содержание C, H, N определено на приборе Carlo Erba 1106, содержание P и S по известным методикам.²³ Температуры плавления определены в открытых капиллярах на приборе MPA 120 EZ-melt Automated Melting Point Apparatus (Stanford Research Systems) и не откорректированы. Использован абсолютный этанол (Scharlau), пирролидин (Acros Organics), H $_2$ SO $_4$ (98%, "хч"). Все остальные растворители предварительно очищены согласно известным методикам. Контроль за ходом реакций осуществлен по спектрам ЯМР ^{31}P реакционных смесей. Фосфорилкетоны **5a-f** и **9** синтезированы по описанной ранее методике,^{8,24} никотиновые альдегиды **6**, **7** – по методике.²⁵

Синтез 2-фосфорилзамещенных 1,8- и 1,6-нафтиридинов 1b-f, 2a,b, 8 (общая методика).⁶⁻⁸ К смеси 2.50 ммоль фосфорилкетона **5a-f** и 2.63 ммоль (1.05 экв.) аминоникотинового альдегида **6** или **7** добавляют 10 мл EtOH и 2 мл спиртового раствора, содержащего 0.26 г (3.00 ммоль, 1.20 экв.) пирролидина и 13 мг (0.13 ммоль, 0.05 экв.) H $_2$ SO $_4$. Полученную смесь кипятят при перемешивании в течение 7–12 ч. При образовании осадка в реакционной смеси его отделяют, промывают и перекристаллизовывают. При отсутствии осадка по окончании реакции спирт удаляют в вакууме (12 мм рт. ст.), остаток растворяют в 20 мл CHCl $_3$, раствор промывают водой (3 \times 20 мл), сушат над Na $_2$ SO $_4$, упаривают в вакууме досуха и перекристаллизовывают. Полученный продукт высушивают в вакууме (120–140 $^\circ\text{C}$, 12 мм рт. ст.) в течение 2–4 ч.

Нафтиридины **1a**⁷, **2c**⁸ и фосфиноксид (*p*-Tol) $_2$ P(O)CH $_2$ Ph²⁶ синтезированы и очищены по соответствующим методикам. Для соединения **2c** зарегистрированы колебательные спектры, отсутствующие в предварительной публикации.⁸

2-[(2-Дифенилфосфорил-2-фенил)этил]-1,8-нафтиридин (1b) получают из 0.70 г (2.01 ммоль) фосфорилкетона **5b** и 0.26 г (2.13 ммоль) альдегида **6**. Время реакции 9 ч. Выход 0.70 г (81%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 254–256 °С (CHCl₃–EtOAc, 1:3). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1608, 1560, 1548, 1499, 1453, 1437 (Ph), 1185, 1174 (P=O), 1119, 1102, 1072, 847, 811, 753, 716, 697, 549, 534. Спектр КР, ν , см⁻¹: 1604, 1593, 1372, 1193, 1048, 1038, 1029, 1000 (Ph), 811, 779, 755, 692, 617, 536. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Гц): 3.72 (1H, д. д. д., ²J = 14.6, ³J = 4.4, ³J_{HP} = 8.3) и 3.78 (1H, д. д. д., ²J = 14.6, ³J = 10.6, ³J_{HP} = 8.5, CH₂CH); 4.75 (1H, д. д. д., ³J = 5.0, ³J = 10.4, ²J_{HP} = 5.4, CH₂CH); 7.01 (1H, т, ³J = 6.9, H-4 CPh); 7.05 (2H, т, ³J = 7.3, H-3,5 CPh); 7.06 (1H, д, ³J = 8.7, H-3); 7.22 (2H, т. д., ³J = 7.5, ⁴J_{HP} = 2.3, H-3,5 PPh); 7.31 (1H, т, ³J = 7.5, H-4 PPh); 7.36 (2H, д, ³J = 7.3, H-2,6 CPh); 7.41 (1H, д. д., ³J = 7.9, ³J = 4.2, H-6); 7.44–7.52 (5H, м, H PPh); 7.82 (1H, д, ³J = 8.2, H-4); 8.04 (1H, д. д., ³J = 7.9, ⁴J = 1.3, H-5); 8.06–8.13 (2H, м, H-2,6 PPh); 9.08 (1H, д. д., ³J = 3.9, ⁴J = 1.6, H-7). Спектр ЯМР ¹H–{³¹P}, δ , м. д. (J, Гц): 3.73 (1H, д. д., ²J = 14.6, ³J = 5.1) и 3.78 (1H, д. д., ²J = 14.7, ³J = 10.7, CH₂CH); 4.75 (1H, д. д., ³J = 4.8, ³J = 10.1, CH₂CH); 7.01 (1H, т, ³J = 6.9, H-4 CPh); 7.05 (2H, т, ³J = 7.7, H-3,5 CPh); 7.06 (1H, д, ³J = 8.3, H-3); 7.22 (2H, т, ³J = 7.5, H-3,5 PPh); 7.31 (1H, т, ³J = 7.5, H-4 PPh); 7.36 (2H, д, ³J = 7.0, H-2,6 CPh); 7.41 (1H, д. д., ³J = 8.0, ³J = 4.3, H-6); 7.44–7.52 (5H, м, H PPh); 7.82 (1H, д, ³J = 8.2, H-4); 8.05 (1H, д. д., ³J = 8.0, ⁴J = 1.1, H-5); 8.06–8.13 (2H, м, H-2,6 PPh); 9.09 (1H, д. д., ³J = 3.8, ⁴J = 1.4, H-7). Спектр ЯМР ¹³C–{¹H}, δ , м. д. (J, Гц): 38.8 (CH₂CH); 45.6 (д, ¹J_{CP} = 67.4, CH₂CH); 121.2 (C-4a); 121.6 (C-6); 123.8 (C-3); 126.8 (д, ⁵J_{CP} = 2.2, C-4 CPh); 128.0 (д, ³J_{CP} = 12.2, C-3,5 PPh); 128.1 (д, ⁴J_{CP} = 1.1, C-3,5 CPh); 128.7 (д, ³J_{CP} = 11.1, C-3,5 PPh); 130.1 (д, ³J_{CP} = 5.5, C-2,6 CPh); 130.9 (д, ²J_{CP} = 8.8, C-2,6 PPh); 131.2 (д, ⁴J_{CP} = 2.8, C-4 PPh); 131.5 (д, ²J_{CP} = 8.3, C-2,6 PPh); 131.6 (д, ⁴J_{CP} = 2.2, C-4 PPh); 131.7 (д, ¹J_{CP} = 94.5, C-1 PPh); 132.1 (д, ¹J_{CP} = 99.5, C-1 PPh); 135.7 (д, ²J_{CP} = 5.0, C-1 CPh); 136.8 (C-4); 136.9 (C-5); 153.3 (C-7); 155.7 (C-8a); 163.4 (д, ³J_{CP} = 13.3, C-2). Спектр ЯМР ³¹P–{¹H}, δ , м. д.: 33.5. Найдено, %: С 76.97; Н 5.34; N 6.61; P 7.26. C₂₈H₂₃N₂O₂P. Вычислено, %: С 77.41; Н 5.34; N 6.45; P 7.13.

2-[[2-Дифенилфосфорил-2-(глюофен-2-ил)]этил]-1,8-нафтиридин (1c) получают из 0.88 г (2.48 ммоль) фосфорилкетона **5c** и 0.31 г (2.53 ммоль) альдегида **6**. Время реакции 7 ч. Выход 0.60 г (55%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 251–253 °С (*i*-PrOH). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1607, 1550, 1503, 1436 (Ph), 1249, 1174 (P=O), 1145, 1121, 1093, 853, 796, 727, 715, 696, 594, 564, 529. Спектр КР, ν , см⁻¹: 1595, 1431, 1375, 1001 (Ph), 840, 783, 731, 669, 618, 537. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Гц): 3.66 (1H, д. д. д., ²J = 14.5, ³J = 4.8, ³J_{HP} = 7.4) и 3.69 (1H, д. д. д., ²J = 14.5, ³J = 10.3, ³J_{HP} = 7.4, CH₂CH); 5.10 (1H, д. д. д., ³J = 4.8, ³J = 10.7, ²J_{HP} = 6.3, CH₂CH); 6.68 (1H, д. д., ³J = 3.8, ³J = 4.9, H-4'); 6.92–6.95 (2H, м, H-3',5'); 7.12 (1H, д, ³J = 8.3, H-3); 7.28 (2H, д. т, ³J = 7.7, ⁴J_{HP} = 3.0, H-3,5 Ph); 7.34–7.38 (1H, м, H-4 Ph); 7.41 (1H,

д. д., ³J = 8.0, ³J = 4.4, H-6); 7.43–7.48 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.57–7.63 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.86 (1H, д, ³J = 8.2, H-4); 8.04–8.09 (3H, м, H-5, H-2,6 Ph); 9.08 (1H, д. д., ³J = 4.2, ⁴J = 2.0, H-7). Спектр ЯМР ¹H–{³¹P}, δ , м. д. (J, Гц): 3.67 (1H, д. д., ²J = 14.2, ³J = 5.0) и 3.70 (1H, д. д., ²J = 14.4, ³J = 9.8, CH₂CH); 5.11 (1H, д. д., ³J = 5.6, ³J = 9.7, CH₂CH); 6.66–6.71 (1H, м, H-4'); 6.92–6.97 (2H, м, H-3',5'); 7.13 (1H, д, ³J = 8.2, H-3); 7.29 (2H, т, ³J = 7.4, H-3,5 Ph); 7.36 (1H, т, ³J = 7.3, H-4 Ph); 7.42 (1H, д. д., ³J = 8.0, ³J = 4.2, H-6); 7.44–7.49 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.61 (2H, д, ³J = 7.5, H-2,6 Ph); 7.87 (1H, д, ³J = 8.2, H-4); 8.03–8.10 (3H, м, H-5, H-2,6 Ph); 9.08 (1H, д. д., ³J = 3.9, ⁴J = 1.7, H-7). Спектр ЯМР ¹³C–{¹H}, δ , м. д. (J, Гц): 39.8 (CH₂CH); 41.0 (д, ¹J_{CP} = 69.7, CH₂CH); 121.3 (C-4a); 121.6 (C-6); 123.8 (C-3); 124.8 (д, ⁴J_{CP} = 2.8, C-5'); 126.5 (д, ⁴J_{CP} = 2.8, C-4'); 127.7 (д, ³J_{CP} = 6.6, C-3'); 128.1 (д, ³J_{CP} = 11.6, C-3,5 Ph); 128.8 (д, ³J_{CP} = 11.6, C-3,5 Ph); 131.0 (д, ²J_{CP} = 8.8, C-2,6 Ph); 131.3 (д, ¹J_{CP} = 95.1, C-1 Ph); 131.5 (д, ⁴J_{CP} = 3.9, C-4 Ph); 131.5 (д, ²J_{CP} = 8.3, C-2,6 Ph); 131.7 (д, ¹J_{CP} = 100.6, C-1 Ph); 131.8 (д, ⁴J_{CP} = 2.8, C-4 Ph); 136.9 (C-4); 137.0 (C-5); 137.3 (д, ²J_{CP} = 6.1, C-2'); 153.3 (уш. с, C-7); 155.7 (C-8a); 163.1 (д, ³J_{CP} = 13.3, C-2). Спектр ЯМР ³¹P–{¹H}, δ , м. д.: 32.6. Найдено, %: С 70.97; Н 4.83; N 6.35; P 7.12; S 7.34. C₂₆H₂₁N₂O₂PS. Вычислено, %: С 70.89; Н 4.81; N 6.36; P 7.03; S 7.28.

2-[[2-Дифенилфосфорил-2-(фуран-2-ил)]этил]-1,8-нафтиридин (1d) получают из 1.01 г (2.98 ммоль) фосфорилкетона **5d** и 0.37 г (3.03 ммоль) альдегида **6**. Время реакции 8 ч. Выход 0.66 г (52%), белый кристаллический порошок, т. пл. 215–216 °С (CHCl₃–гексан, 1:5). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1607, 1549, 1503, 1436 (Ph), 1178 (P=O), 1148, 1122, 1101, 856, 812, 750, 728, 699, 549, 526. Спектр КР, ν , см⁻¹: 1609, 1594, 1551, 1496, 1374, 1002 (Ph), 822, 797, 783, 732, 690, 645, 618, 537. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Гц): 3.65 (1H, д. д. д., ²J = 14.6, ³J = 4.4, ³J_{HP} = 7.8) и 3.78 (1H, д. д. д., ²J = 14.6, ³J = 11.0, ³J_{HP} = 7.7, CH₂CH); 4.96 (1H, д. д. д., ³J = 4.4, ³J = 11.0, ²J_{HP} = 8.3, CH₂CH); 6.04–6.07 (2H, м, H-3',4'); 7.10–7.12 (1H, м, H-5'); 7.20 (1H, д, ³J = 8.3, H-3); 7.31–7.37 (2H, м, H-3,5 Ph); 7.39–7.49 (5H, м, H-6, H-3,4,5,4' Ph); 7.58–7.65 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.92 (1H, д, ³J = 8.3, H-4); 7.96–8.03 (2H, м, H-2,6 Ph); 8.07 (1H, д. д., ³J = 8.1, ⁴J = 1.9, H-5); 9.06 (1H, д. д., ³J = 4.3, ⁴J = 1.9, H-7). Спектр ЯМР ¹H–{³¹P}, δ , м. д. (J, Гц): 3.66 (1H, д. д., ²J = 14.6, ³J = 4.0) и 3.77 (1H, д. д., ²J = 14.6, ³J = 11.0, CH₂CH); 4.96 (1H, д. д., ³J = 4.4, ³J = 10.9, CH₂CH); 6.04–6.08 (2H, м, H-3',4'); 7.10–7.12 (1H, м, H-5'); 7.20 (1H, д, ³J = 8.2, H-3); 7.34 (2H, т, ³J = 7.4, H-3,5 Ph); 7.38–7.49 (5H, м, H-6, H-3,4,5,4' Ph); 7.59–7.64 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.91 (1H, д, ³J = 8.3, H-4); 7.96–8.02 (2H, м, H-2,6 Ph); 8.07 (1H, д. д., ³J = 8.1, ⁴J = 1.7, H-5); 9.06 (1H, д. д., ³J = 4.2, ⁴J = 2.0, H-7). Спектр ЯМР ¹³C–{¹H}, δ , м. д. (J, Гц): 36.6 (CH₂CH); 40.2 (д, ¹J_{CP} = 69.0, CH₂CH); 109.4 (д, ³J_{CP} = 5.9, C-3'); 110.4 (д, ⁴J_{CP} = 2.2, C-4'); 121.3 (C-4a); 121.6 (C-6); 123.4 (C-3); 128.1 (д, ³J_{CP} = 12.5, C-3,5 Ph); 128.7 (д, ³J_{CP} = 11.7, C-3,5 Ph); 131.1 (д, ²J_{CP} = 9.5, C-2,6 Ph); 131.3 (д, ¹J_{CP} = 95.4, C-1 Ph); 131.5 (д, ²J_{CP} = 8.8, C-2,6 Ph); 131.6 (д, ⁴J_{CP} = 2.9, C-4 Ph); 131.6 (д, ¹J_{CP} = 100.5,

C-1 Ph); 131.8 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.2$, C-4 Ph); 136.9 (C-5); 137.0 (C-4); 141.9 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.9$, C-5'); 149.0 (д, $^2J_{\text{CP}} = 7.3$, C-2'); 153.3 (C-7); 155.7 (C-8a); 163.2 (д, $^3J_{\text{CP}} = 13.2$, C-2). Спектр ЯМР $^{31}\text{P}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д.: 31.8. Найдено, %: C 73.50; H 4.94; N 6.61; P 7.39. $\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{O}_2\text{P}$. Вычислено, %: C 73.57; H 4.99; N 6.60; P 7.30.

2-[(2-Дифенилфосфорил)гепт-1-ил]-1,8-нафтиридин (1e) получают из 0.68 г (1.96 ммоль) фосфорилкетона **5e** и 0.26 г (2.13 ммоль) альдегида **6**. Время реакции 8 ч. Выход 0.58 г (63%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 194–195 °С (EtOAc–циклогексан, 1:4). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1609, 1549, 1500, 1454, 1438 (Ph), 1371, 1307, 1263, 1179 (P=O), 1118, 1102, 1073, 854, 794, 780, 758, 714, 700, 566, 543. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1610, 1594, 1576, 1550, 1374, 1045, 1031, 1000 (Ph), 782, 693, 617, 536. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.64 (3H, т, $^3J = 6.8$, CH_3); 0.92–1.08 (4H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 1.10–1.36 (2H, м, $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3$); 1.55–1.77 (2H, м, $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$); 3.31 (1H, д, д, д, $^2J = 15.3$, $^3J = 8.2$, $^3J_{\text{HP}} = 12.8$) и 3.43 (1H, д, д, д, $^2J = 15.3$, $^3J = 5.4$, $^3J_{\text{HP}} = 12.0$, CH_2CH); 3.67–3.73 (1H, м, CH_2CH); 7.15–7.20 (2H, м, H-3,5 Ph); 7.22 (1H, д, $^3J = 8.3$, H-3); 7.20–7.24 (1H, м, H-4 Ph); 7.44 (1H, д, д, $^3J = 8.0$, $^3J = 4.4$, H-6); 7.42–7.49 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.79–7.84 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.90 (1H, д, $^3J = 8.0$, H-4); 7.86–7.91 (2H, м, H-2,6 Ph); 8.10 (1H, д, д, $^3J = 8.0$, $^4J = 1.8$, H-5); 9.10 (1H, д, д, $^3J = 4.2$, $^4J = 2.0$, H-7). Спектр ЯМР $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 0.65 (3H, т, $^3J = 6.7$, CH_3); 0.92–1.10 (4H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 1.10–1.40 (2H, м, $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3$); 1.54–1.79 (2H, м, $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$); 3.31 (1H, д, д, $^2J = 15.3$, $^3J = 8.2$) и 3.43 (1H, д, д, $^2J = 15.3$, $^3J = 5.4$, CH_2CH); 3.66–3.74 (1H, м, CH_2CH); 7.15–7.20 (2H, м, H-3,5 Ph); 7.22 (1H, д, $^3J = 8.5$, H-3); 7.20–7.25 (1H, м, H-4 Ph); 7.44 (1H, д, д, $^3J = 7.8$, $^3J = 4.2$, H-6); 7.43–7.50 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.80–7.84 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.87–7.91 (2H, м, H-2,6 Ph); 7.90 (1H, д, $^3J = 8.4$, H-4); 8.10 (1H, д, д, $^3J = 8.1$, $^4J = 1.9$, H-5); 9.10 (1H, д, д, $^3J = 4.2$, $^4J = 1.9$, H-7). Спектр ЯМР $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 13.8 (CH_3); 22.1 (CH_2CH_3); 27.2 (д, $^3J_{\text{CP}} = 8.9$, $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3$); 28.2 ($\text{CH}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$); 31.7 ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$); 36.0 (д, $^1J_{\text{CP}} = 70.8$, CH_2CH); 36.8 (CH_2CH); 121.2 (C-4a); 121.5 (C-6); 123.7 (C-3); 128.2 (д, $^3J_{\text{CP}} = 11.1$, C-3,5 Ph); 128.5 (д, $^3J_{\text{CP}} = 11.0$, C-3,5 Ph); 130.9 (д, $^2J_{\text{CP}} = 8.8$, C-2,6 Ph); 131.0 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.2$, C-4 Ph); 131.0 (д, $^2J_{\text{CP}} = 8.8$, C-2,6 Ph); 131.4 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.2$, C-4 Ph); 132.7 (д, $^1J_{\text{CP}} = 94.0$, C-1 Ph); 132.9 (д, $^1J_{\text{CP}} = 94.9$, C-1 Ph); 136.8 (C-5); 136.9 (C-4); 153.3 (C-7); 155.7 (C-8a); 164.3 (д, $^3J_{\text{CP}} = 9.9$, C-2). Спектр ЯМР $^{31}\text{P}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д.: 36.4. Найдено, %: C 75.54; H 6.77; N 6.56; P 7.24. $\text{C}_{27}\text{H}_{29}\text{N}_2\text{OP}$. Вычислено, %: C 75.68; H 6.82; N 6.54; P 7.23.

2-[(2-Дизопропилфосфорил-2-фенил)этил]-1,8-нафтиридин (1f) получают из 0.56 г (2.00 ммоль) фосфорилкетона **5f** и 0.26 г (2.13 ммоль) альдегида **6**. Время реакции 9 ч. Выход 0.55 г (75%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 205–206 °С (CHCl_3 –гексан, 1:4). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1605, 1548, 1501, 1454, 1145 (P=O), 887, 857, 816, 780, 748, 702, 634, 542. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1604, 1584, 1550, 1454, 1372, 1038, 1004 (Ph), 783, 751, 537. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.88 (3H, д, д, $^3J = 7.3$, $^3J_{\text{HP}} = 15.1$) и 1.44 (3H, д, д, $^3J = 7.4$,

$^3J_{\text{HP}} = 14.8$, $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.10 (3H, д, д, $^3J = 7.3$, $^3J_{\text{HP}} = 14.5$) и 1.47 (3H, д, д, $^3J = 7.2$, $^3J_{\text{HP}} = 14.5$, $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.85 (1H, д, септ, $^3J = 7.4$, $^2J_{\text{HP}} = 14.8$, CHMe_2); 2.39 (1H, д, септ, $^3J = 7.2$, $^2J_{\text{HP}} = 14.4$, CHMe_2); 3.68 (1H, д, д, д, $^2J = 14.2$, $^3J = 11.7$, $^3J_{\text{HP}} = 5.3$) и 3.79 (1H, д, д, д, $^2J = 14.3$, $^3J = 3.4$, $^3J_{\text{HP}} = 5.8$, CH_2CH); 4.12 (1H, д, д, д, $^3J = 11.5$, $^3J = 3.6$, $^2J_{\text{HP}} = 5.3$, CH_2CH); 6.93 (1H, д, $^3J = 8.2$, H-3); 7.10 (1H, т, $^3J = 6.9$, H-4 Ph); 7.15 (1H, т, $^3J = 7.4$, H-3,5 Ph); 7.39–7.43 (3H, м, H-6, H-2,6 Ph); 7.83 (1H, д, $^3J = 8.2$, H-4); 8.06 (1H, д, д, $^3J = 8.0$, $^4J = 1.8$, H-5); 9.07 (1H, д, д, $^3J = 4.1$, $^4J = 1.9$, H-7). Спектр ЯМР $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 0.88 (3H, д, $^3J = 7.4$) и 1.44 (3H, д, $^3J = 7.4$, $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.10 (3H, д, $^3J = 7.3$) и 1.47 (3H, д, $^3J = 7.3$, $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$); 1.85 (1H, септ, $^3J = 7.3$, CHMe_2); 2.40 (1H, септ, $^3J = 7.4$, CHMe_2); 3.68 (1H, д, д, $^2J = 14.2$, $^3J = 11.6$) и 3.79 (1H, д, д, $^2J = 14.2$, $^3J = 3.5$, CH_2CH); 4.12 (1H, д, д, $^3J = 11.6$, $^3J = 3.4$, CH_2CH); 6.93 (1H, д, $^3J = 8.2$, H-3); 7.10 (1H, т, м, $^3J = 7.2$, H-4 Ph); 7.15 (1H, т, м, $^3J = 7.2$, H-3,5 Ph); 7.38–7.44 (3H, м, H-6, H-2,6 Ph); 7.83 (1H, д, $^3J = 8.2$, H-4); 8.06 (1H, д, д, $^3J = 8.1$, $^4J = 2.0$, H-5); 9.07 (1H, д, д, $^3J = 3.8$, $^4J = 1.2$, H-7). Спектр ЯМР $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 16.0 (д, $^2J_{\text{CP}} = 2.2$, CH_3); 16.5 (д, $^2J_{\text{CP}} = 1.7$, CH_3); 17.2 (д, $^2J_{\text{CP}} = 2.8$, CH_3); 17.7 (д, $^2J_{\text{CP}} = 2.2$, CH_3); 26.6 (д, $^1J_{\text{CP}} = 63.0$, CHMe_2); 26.7 (д, $^1J_{\text{CP}} = 59.7$, CHMe_2); 39.8 (CH_2CH); 41.8 (д, $^1J_{\text{CP}} = 55.8$, CH_2CH); 121.1 (C-4a); 121.5 (C-6); 123.6 (C-3); 126.9 (д, $^5J_{\text{CP}} = 1.7$, C-4 Ph); 128.4 (уш. с, C-3,5 Ph); 129.8 (д, $^3J_{\text{CP}} = 5.0$, C-2,6 Ph); 136.6 (C-4); 137.0 (C-5); 137.2 (д, $^2J_{\text{CP}} = 5.0$, C-1 Ph); 153.3 (C-7); 155.8 (C-8a); 163.8 (д, $^3J_{\text{CP}} = 12.7$, C-2). Спектр ЯМР $^{31}\text{P}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д.: 56.5. Найдено, %: C 72.19; H 7.49; N 7.64; P 8.49. $\text{C}_{22}\text{H}_{27}\text{N}_2\text{OP}$. Вычислено, %: C 72.11; H 7.43; N 7.64; P 8.45.

2-[(2-Дифенилфосфорил)этил]-1,6-нафтиридин (2a) получают из 2.15 г (7.90 ммоль) фосфорилкетона **5a** и 1.03 г (8.43 ммоль) альдегида **7**. Время реакции 8 ч. Выделяют многократной кристаллизацией из смеси соединений **2a** и **8**. Выход 0.31 г (11%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 173–174 °С (EtOAc). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1613, 1591, 1557, 1483, 1467, 1437 (Ph), 1401, 1229, 1179 (P=O), 1119, 1108, 969, 944, 854, 775, 755, 726, 695, 546. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1610, 1590, 1571, 1559, 1468, 1373, 1352, 1341, 1156, 1026, 995 (Ph), 789, 684, 675, 614, 536. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.91–2.99 (2H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 3.33–3.40 (2H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 7.38 (1H, д, $^3J = 8.5$, H-3); 7.43–7.47 (4H, м, H-3,5 Ph); 7.48–7.52 (2H, м, H-4 Ph); 7.77–7.83 (5H, м, H-8, H-2,6 Ph); 8.12 (1H, д, $^3J = 8.5$, H-4); 8.72 (1H, д, $^3J = 5.9$, H-7); 9.19 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР $^1\text{H}\{-^{31}\text{P}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 2.91–3.00 (2H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 3.32–3.42 (2H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 7.38 (1H, д, $^3J = 8.4$, H-3); 7.42–7.47 (4H, м, H-3,5 Ph); 7.48–7.53 (2H, м, H-4 Ph); 7.77–7.84 (5H, м, H-8, H-2,6 Ph); 8.12 (1H, д, $^3J = 8.4$, H-4); 8.72 (1H, д, $^3J = 5.9$, H-7); 9.19 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 28.3 (д, $^1J_{\text{CP}} = 71.9$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 30.8 (д, $^2J_{\text{CP}} = 1.1$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{P}$); 121.7 (C-8); 122.5 (C-4a); 123.2 (C-3); 128.7 (д, $^3J_{\text{CP}} = 11.6$, C-3,5 Ph); 130.8 (д, $^2J_{\text{CP}} = 9.4$, C-2,6 Ph); 131.8 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.2$, C-4 Ph); 132.7 (д, $^1J_{\text{CP}} = 99.5$, C-1 Ph); 135.8 (C-4); 147.0 (C-7); 150.1 (C-8a); 152.4 (C-5); 165.6 (д, $^3J_{\text{CP}} = 13.8$, C-2). Спектр ЯМР $^{31}\text{P}\{-^1\text{H}\}$,

δ , м. д.: 32.0. Найдено, %: С 74.01; Н 5.14; N 7.76; Р 8.57. $C_{22}H_{19}N_2OP$. Вычислено, %: С 73.73; Н 5.34; N 7.82; Р 8.64.

2-[(2-Дифенилфосфорил-2-фенил)этил]-1,6-нафтиридин (2b) получают из 0.87 г (2.50 ммоль) фосфорилкетона **5b** и 0.31 г (2.53 ммоль) альдегида **7**. Время реакции 12 ч. Выход 0.82 г (76%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 183–184 °С (MeCN, затем из EtOAc). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1613, 1592, 1557, 1483, 1438 (Ph), 1400, 1175 (P=O), 1120, 1102, 1071, 845, 754, 724, 716, 697, 593, 549. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1605, 1593, 1559, 1376, 1193, 1001 (Ph), 791, 692, 617, 542. Спектр ЯМР 1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.72 (1H, д. д. д. $^2J = 15.0$, $^3J = 5.8$, $^3J_{HP} = 8.9$) и 3.74 (1H, д. д. д. $^2J = 14.9$, $^3J = 8.8$, $^3J_{HP} = 8.8$, CH_2CH); 4.55 (1H, д. д. д. $^3J = 6.0$, $^3J = 8.9$, $^2J_{HP} = 6.7$, CH_2CH); 7.02–7.11 (3H, м, H-3,4,5 CPh); 7.09 (1H, д. $^3J = 8.4$, H-3); 7.21–7.27 (2H, м, H-3,5 PPh); 7.29–7.36 (3H, м, H-2,6 CPh, H-4 PPh); 7.43–7.54 (5H, м, H PPh); 7.83 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-8); 7.91 (1H, д. д. $^3J = 8.4$, $^4J = 0.6$, H-4); 7.99–8.07 (2H, м, H-2,6 PPh); 8.70 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-7); 9.09 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР 1H - $\{^{31}P\}$, δ , м. д. (J , Гц): 3.72 (1H, д. д. $^2J = 15.1$, $^3J = 5.8$) и 3.74 (1H, д. д. $^2J = 14.9$, $^3J = 8.9$, CH_2CH); 4.55 (1H, д. д. $^3J = 6.0$, $^3J = 8.7$, CH_2CH); 7.02–7.07 (1H, м, H-4 CPh); 7.08 (2H, т. $^3J = 7.3$, H-3,5 CPh); 7.09 (1H, д. $^3J = 8.4$, H-3); 7.24 (2H, т. $^3J = 7.5$, H-3,5 PPh); 7.29–7.36 (3H, м, H-4 PPh, H-2,6 CPh); 7.43–7.53 (5H, м, H PPh); 7.83 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-8); 7.91 (1H, д. $^3J = 8.4$, H-4); 8.00–8.07 (2H, м, H-2,6 PPh); 8.70 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-7); 9.09 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР ^{13}C - $\{^1H\}$, δ , м. д. (J , Гц): 39.1 (CH_2CH); 45.6 (д. $^1J_{CP} = 67.5$, CH_2CH); 121.7 (C-8); 122.3 (C-4a); 123.9 (C-3); 127.0 (д. $^5J_{CP} = 2.2$, C-4 CPh); 128.0 (д. $^3J_{CP} = 11.7$, C-3,5 PPh); 128.2 (д. $^4J_{CP} = 2.2$, C-3,5 CPh); 128.7 (д. $^3J_{CP} = 11.7$, C-3,5 PPh); 129.9 (д. $^3J_{CP} = 5.1$, C-2,6 CPh); 131.0 (д. $^2J_{CP} = 8.8$, C-2,6 PPh); 131.3 (д. $^4J_{CP} = 2.2$, C-4 PPh); 131.4 (д. $^2J_{CP} = 8.8$, C-2,6 PPh); 131.7 (д. $^1J_{CP} = 94.6$, C-1 PPh); 131.7 (д. $^4J_{CP} = 2.2$, C-4 PPh); 132.0 (д. $^1J_{CP} = 100.5$, C-1 PPh); 135.3 (C-4); 135.6 (д. $^2J_{CP} = 5.1$, C-1 CPh); 146.8 (C-7); 150.1 (C-8a); 152.4 (C-5); 164.5 (д. $^3J_{CP} = 12.5$, C-2). Спектр ЯМР ^{31}P - $\{^1H\}$, δ , м. д.: 33.2. Найдено, %: С 77.27; Н 5.24; N 6.31; Р 7.09. $C_{28}H_{23}N_2OP$. Вычислено, %: С 77.41; Н 5.34; N 6.45; Р 7.13.

2-[(2-Дифенилфосфорил)гепт-1-ил]-1,6-нафтиридин (2c). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1613, 1591, 1558, 1483, 1467, 1437 (Ph), 1403, 1374, 1339, 1311, 1232, 1179 (P=O), 1116, 844, 715, 700, 636, 568, 551, 542. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1614, 1594, 1559, 1469, 1375, 1340, 1030, 1000 (Ph), 791, 676, 618, 542.

транс-2-[(2-Дифенилфосфорил)винил]-1,8-нафтиридин (3). К раствору 0.36 г (2.94 ммоль) альдегида **6** и 0.74 г (2.74 ммоль) фосфорилкетона **9** в 5 мл EtOH добавляют 8 мг (0.14 ммоль) КОН в виде 20% водного раствора. Смесь кипятят в течение 3 ч, выпавший при охлаждении осадок перекристаллизовывают из EtOH и высушивают в вакууме (120 °С, 12 мм рт. ст.) в течение 2 ч. Выход 0.43 г (44%), белый кристаллический порошок, т. пл. 269–270 °С (EtOH). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1610, 1596, 1547, 1501, 1437 (Ph), 1185 (P=O), 1119, 1103, 994, 838, 822, 807, 778, 750, 743, 722, 693, 580,

549, 524, 517. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1608 (C=C), 1592, 1376, 1274, 998 (Ph), 776, 691, 614, 533. Спектр ЯМР 1H , δ , м. д. (J , Гц): 7.44–7.50 (5H, м, H-6, H-3,5 Ph); 7.51–7.55 (2H, м, H-4 Ph); 7.62 (1H, д. $^3J = 8.3$, H-3); 7.76–7.82 (4H, м, H-2,6 Ph); 7.82 (1H, д. д. $^3J = 16.9$, $^3J_{HP} = 18.3$, $CH=CHP$); 8.01 (1H, д. д. $^3J = 16.7$, $^2J_{HP} = 24.7$, $CH=CHP$); 8.19 (1H, д. д. $^3J = 8.1$, $^4J = 2.0$, H-5); 8.24 (1H, д. $^3J = 8.2$, H-4); 9.13 (1H, д. д. $^3J = 4.1$, $^4J = 2.1$, H-7). Спектр ЯМР 1H - $\{^{31}P\}$, δ , м. д. (J , Гц): 7.44–7.51 (5H, м, H-6, H-3,5 Ph); 7.51–7.57 (2H, м, H-4 Ph); 7.63 (1H, д. $^3J = 8.3$, H-3); 7.77–7.82 (4H, м, H-2,6 Ph); 7.82 (1H, д. $^3J = 17.4$, $CH=CHP$); 8.01 (1H, д. $^3J = 16.8$, $CH=CHP$); 8.20 (1H, д. д. $^3J = 8.1$, $^4J = 1.7$, H-5); 8.24 (1H, д. $^3J = 8.2$, H-4); 9.13 (1H, д. д. $^3J = 4.1$, $^4J = 1.9$, H-7). Спектр ЯМР ^{13}C - $\{^1H\}$, δ , м. д. (J , Гц): 122.5 (C-6); 122.9 (C-4a); 123.0 (C-3); 128.2 (д. $^1J_{CP} = 99.5$, $CH=CHP$); 128.7 (д. $^3J_{CP} = 12.2$, C-3,5 Ph); 131.4 (д. $^2J_{CP} = 9.9$, C-2,6 Ph); 132.1 (д. $^4J_{CP} = 2.2$, C-4 Ph); 132.5 (д. $^1J_{CP} = 105.0$, C-1 Ph); 136.9 (C-5); 138.4 (C-4); 145.2 (д. $^2J_{CP} = 3.3$, $CH=CHP$); 154.5 (C-7); 155.8 (C-8a); 160.0 (д. $^3J_{CP} = 17.7$, C-2). Спектр ЯМР ^{31}P - $\{^1H\}$, δ , м. д.: 23.8. Найдено, %: С 74.11; Н 4.80; N 7.65; Р 8.64. $C_{22}H_{17}N_2OP$. Вычислено, %: С 74.15; Н 4.81; N 7.86; Р 8.69.

транс-2-[(2-Дифенилфосфорил)винил]-1,6-нафтиридин (4) получают аналогично соединению **3** из 0.22 г (1.80 ммоль) альдегида **7** и 0.46 г (1.70 ммоль) фосфорилкетона **9**. После нагревания в течение 3 ч растворитель упаривают в вакууме, твердый остаток обрабатывают, как описано в методике получения соединения **3**. Выход 0.24 г (40%), белый мелкокристаллический порошок, т. пл. 204–206 °С (EtOAc). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1611, 1587, 1550, 1483, 1438 (Ph), 1400, 1234, 1196, 1183 (P=O), 1160, 1120, 1099, 1071, 1001, 829, 785, 755, 739, 721, 693, 561, 547, 530, 523, 513. Спектр КР, ν , cm^{-1} : 1620, 1610 (C=C), 1591, 1574, 1554, 1371, 1332, 1184, 1161, 1029, 1002 (Ph), 790, 693, 617, 540. Спектр ЯМР 1H , δ , м. д. (J , Гц): 7.49–7.54 (4H, м, H-3,5 Ph); 7.55–7.59 (2H, м, H-4 Ph); 7.68 (1H, д. $^3J = 8.5$, H-3); 7.76 (1H, д. д. $^3J = 17.0$, $^3J_{HP} = 18.6$, $CH=CHP$); 7.80 (1H, д. д. $^3J = 17.0$, $^3J_{HP} = 22.9$, $CH=CHP$); 7.79–7.84 (4H, м, H-2,6 Ph); 7.88 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-8); 8.33 (1H, д. $^3J = 8.5$, H-4); 8.76 (1H, д. $^3J = 5.9$, H-7); 9.28 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР 1H - $\{^{31}P\}$, δ , м. д. (J , Гц): 7.51 (4H, т. $^3J = 7.3$, H-3,5 Ph); 7.55–7.60 (2H, м, H-4 Ph); 7.68 (1H, д. $^3J = 8.4$, H-3); 7.76 (1H, д. $^3J = 17.0$, $CH=CHP$); 7.81 (1H, д. $^3J = 16.7$, $CH=CHP$); 7.80–7.84 (4H, м, H-2,6 Ph); 7.89 (1H, д. $^3J = 6.0$, H-8); 8.33 (1H, д. $^3J = 8.5$, H-4); 8.77 (1H, д. $^3J = 6.0$, H-7); 9.28 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР ^{13}C - $\{^1H\}$, δ , м. д. (J , Гц): 122.1 (C-8); 122.8 (C-3); 123.3 (C-4a); 128.8 (д. $^3J_{CP} = 12.2$, C-3,5 Ph); 128.9 (д. $^1J_{CP} = 98.4$, $CH=CHP$); 131.5 (д. $^2J_{CP} = 9.9$, C-2,6 Ph); 132.2 (д. $^1J_{CP} = 107.3$, C-1 Ph); 132.2 (д. $^4J_{CP} = 2.2$, C-4 Ph); 136.9 (C-4); 145.5 (д. $^2J_{CP} = 3.3$, $CH=CHP$); 147.4 (C-7); 150.4 (C-8a); 152.8 (C-5); 157.1 (д. $^3J_{CP} = 17.7$, C-2). Спектр ЯМР ^{31}P - $\{^1H\}$, δ , м. д.: 23.8. Найдено, %: С 74.05; Н 4.74; N 7.77; Р 8.55. $C_{22}H_{17}N_2OP$. Вычислено, %: С 74.15; Н 4.81; N 7.86; Р 8.69.

3-[(Дифенилфосфорил)метил]-2-метил-1,6-нафтиридин (8) получают после выделения из реакционной

смеси соединения **2a**. Остаток, полученный после упаривания объединенных фильтратов, многократно перекристаллизовывают. Выход 50 мг (2%), белое кристаллическое вещество, т. пл. 199–200 °С (EtOAc–гексан). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1617, 1586, 1559, 1479, 1439, 1401, 1234, 1212, 1186, 1168, 1135, 1121, 1108, 1093, 1070, 944, 915, 831, 819, 742, 719, 691, 577, 543, 517, 506, 478, 460. Спектр КР, ν , см^{-1} : 1616, 1590, 1575, 1558, 1400, 1371, 1361, 1025, 996 (Ph), 741, 682, 663, 615, 438. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.65 (3H, с, CH_3); 3.86 (2H, д, $^2J_{\text{HP}} = 13.5$, CH_2); 7.47–7.54 (4H, м, H-3,5 Ph); 7.57–7.63 (2H, м, H-4 Ph); 7.69–7.76 (4H, м, H-2,6 Ph); 7.79 (1H, д, $^3J = 6.0$, H-8); 7.88 (1H, д, $^4J_{\text{HP}} = 2.8$, H-4); 8.68 (1H, д, $^3J = 5.9$, H-7); 9.02 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР ^1H – $\{^3\text{P}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 2.65 (3H, с, CH_3); 3.86 (2H, с, CH_2); 7.50 (4H, т, $^3J = 7.5$, H-3,5 Ph); 7.60 (2H, т, $^3J = 7.4$, H-4 Ph); 7.73 (4H, д, $^3J = 7.2$, H-2,6 Ph); 7.79 (1H, д, $^3J = 5.9$, H-8); 7.88 (1H, с, H-4); 8.68 (1H, д, $^3J = 5.9$, H-7); 9.02 (1H, уш. с, H-5). Спектр ЯМР ^{13}C – $\{^1\text{H}\}$, δ , м. д. (J , Гц): 24.4 (CH_3); 34.8 (д, $^1J_{\text{CP}} = 64.9$, CH_2); 121.2 (C-8); 122.4 (д, $^4J_{\text{CP}} = 1.6$, C-4a); 125.9 (д, $^2J_{\text{CP}} = 8.0$, C-3); 128.9 (д, $^3J_{\text{CP}} = 11.2$, C-3,5 Ph); 131.1 (д, $^2J_{\text{CP}} = 9.6$, C-2,6 Ph); 131.7 (д, $^1J_{\text{CP}} = 101.7$, C-1 Ph); 132.4 (д, $^4J_{\text{CP}} = 2.4$, C-4 Ph); 136.7 (д, $^3J_{\text{CP}} = 4.8$, C-4); 146.8 (C-7); 148.9 (д, $^5J_{\text{CP}} = 1.6$, C-8a); 152.1 (C-5); 164.0 (д, $^3J_{\text{CP}} = 4.0$, C-2). Спектр ЯМР ^{31}P – $\{^1\text{H}\}$, δ , м. д.: 28.9. Найдено, %: C 73.81; H 5.34; N 7.77; P 8.61. $\text{C}_{22}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{OP}$. Вычислено, %: C 73.73; H 5.34; N 7.82; P 8.64.

Рентгеноструктурное исследование соединения 8. Кристаллы соединения **8** (M 358.38), пригодные для РСА, получены путем изотермического испарения раствора в смеси EtOAc–гексан. Рентгеноструктурное исследование проведено на дифрактометре SMART APEX II CCD (MoK α -излучение, графитовый монохроматор, ω -сканирование). Структура расшифрована прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном полноматричном приближении по F^2_{hkl} . Позиции атомов водорода рассчитаны геометрически и уточнены в изотропном приближении по модели "наездник". Все расчеты проведены по комплексу программ SHELXTL PLUS.²⁷ Полный набор рентгеноструктурных данных для соединения **8** депонирован в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 1483897).

Исследование экстракционных свойств. В качестве органического растворителя используют 1,2-дихлорэтан марки "хч" без дополнительной очистки. Растворы экстрагентов концентрации 0.01 моль/л готовят по точной навеске. Исходные водные растворы U(VI) и лантанидов(III) готовят растворением соответствующих перхлоратов в воде с последующим добавлением NH_4ClO_4 . Исходная концентрация ионов металлов – $4 \cdot 10^{-6}$ моль/л, концентрация NH_4ClO_4 – 1 моль/л. Контакт фаз осуществлен при комнатной температуре на аппарате для перемешивания со скоростью 60 об/мин в течение 1 ч, что достаточно для установления постоянных значений коэффициентов распределения. Концентрацию лантанидов(III) и U(VI) в исходных и равновесных водных растворах определяют методом масс-

спектрометрии с ионизацией пробы в индуктивно связанной плазме (ИСП-МС) с использованием масс-спектрометра X-7 (Thermo Elemental, США) по ранее описанной методике.²⁸ Содержание элементов в органической фазе определяют после экстракции 0.1 М раствором оксиэтилидендифосфоновой кислоты. Коэффициенты распределения элементов рассчитывают как отношение их концентраций в равновесных органической и водной фазах ($D_M = [\text{M}_{\text{org}}]/[\text{M}_{\text{aq}}]$). Погрешность определения D_M не больше 5%.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 14-03-00695-а).

Список литературы

- Litvinov, V. P. *Adv. Heterocycl. Chem.* **2006**, *91*, 189.
- (a) Fu, L.; Feng, X.; Wang, J.-J.; Xun, Z.; Hu, J.-D.; Zhang, J.-J.; Zhao, Y.-W.; Huang, Z.-B.; Shi, D.-Q. *ACS Comb. Sci.* **2015**, *17*, 24. (b) Zeng, L.-F.; Wang, Y.; Kazemi, R.; Xu, S.; Xu, Z.-L.; Sanchez, T. W.; Yang, L.-M.; Debnath, B.; Odde, S.; Xie, H.; Zheng, Y.-T.; Ding, J.; Neamati, N.; Long, Y.-Q. *J. Med. Chem.* **2012**, *55*, 9492. (c) Dhamodharan, V.; Harikrishna, S.; Jagadeeswaran, C.; Halder, K.; Pradeepkumar, P. I. *J. Org. Chem.* **2012**, *77*, 229. (d) Wang, H.; Wang, S.; Cheng, L.; Chen, L.; Wang, Y.; Qing, J.; Huang, S.; Wang, Y.; Lei, X.; Wu, Y.; Ma, Z.; Zhang, L.; Tang, Y. *ACS Med. Chem. Lett.* **2015**, *6*, 977. (e) Dhar, A. K.; Mahesh, R.; Jindal, A.; Devadoss, T.; Bhatt, S. *Chem. Biol. Drug Des.* **2014**, *84*, 721. (f) Mahesh, R.; Dhar, A. K.; Jindal, A.; Bhatt, S. *Chem. Biol. Drug Des.* **2014**, *83*, 583.
- (a) Griswold, A.; Bloom, S.; Lectka, T. *J. Org. Chem.* **2014**, *79*, 9830. (b) Huang, C.-Y.; Kuan, K.-Y.; Liu, Y.-H.; Peng, S.-M.; Liu, S.-T. *Organometallics* **2014**, *33*, 2831.
- (a) Lu, S.-H.; Phang, R.; Fang, J.-M. *Org. Lett.* **2016**, *18*, 1724. (b) Li, Z.; Zhao, W.; Li, X.; Zhu, Y.; Liu, C.; Wang, L.; Yu, M.; Wei, L.; Tang, M.; Zhang, H. *Inorg. Chem.* **2012**, *51*, 12444. (c) Xiao, L.; Xing, X.; Chen, Z.; Qu, B.; Lan, H.; Gong, Q.; Kido, J. *Adv. Funct. Mater.* **2013**, *23*, 1323.
- (a) Сафиулина, А. М.; Матвеева, А. Г.; Горюнов, Е. И.; Нифантьев, Э. Е.; Тананаев, И. Г. *Цветные металлы* **2012**, *46*. (b) Safulina, A. M.; Sinegribova, O. A.; Matveeva, A. G.; Goryunov, E. I.; Grigoriev, M. S.; Nifant'ev, E. E.; Tananaev I. G. *Russ. J. Inorg. Chem.* **2012**, *57*, 108. [*Журн. неорган. химии* **2012**, *57*, 115.]
- Bodrin, G. V.; Lempert, P. S.; Matveev, S. V.; Petrovskii, P. V.; Nifant'ev, E. E. *Mendeleev Commun.* **2007**, *17*, 25.
- Lempert, P. S.; Bodrin, G. V.; Pasechnik, M. P.; Matveeva, A. G.; Petrovskii, P. V.; Vologzhanina, A. V.; Nifant'ev, E. E. *Russ. Chem. Bull.* **2007**, *56*, 1911. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2007**, 1846.]
- Lempert, P. S.; Bodrin, G. V.; Belyakov, A. I.; Petrovskii, P. V.; Vologzhanina, A. V.; Nifant'ev, E. E. *Mendeleev Commun.* **2009**, *19*, 303.
- Dormer, P. G.; Eng, K. K.; Farr, R. N.; Humphrey, G. R.; McWilliams, J. C.; Reider, P. J.; Sager, J. W.; Volante, R. P. *J. Org. Chem.* **2003**, *68*, 467.
- Marco-Contelles, J.; Pérez-Mayoral, E.; Samadi, A.; do Carmo Carreiras, M.; Soriano, E. *Chem. Rev.* **2009**, *109*, 2652.
- (a) Hsiao, Y.; Rivera, N. R.; Yasuda, N.; Hughes, D. L.; Reider, P. J. *Org. Lett.* **2002**, *4*, 1243. (b) Hsiao, Y.;

- Rivera, N. R.; Yasuda, N.; Hughes, D. L.; Reider, P. J. *Org. Lett.* **2001**, 3, 1101.
12. Galkina, M. A.; Bodrin, G. V.; Goryunov, E. I.; Goryunova, I. B.; Sherstneva, A. S.; Urmambetova, J. S.; Kolotyrykina, N. G.; Il'in, M. M.; Brel, V. K.; Kochetkov, K. A. *Mendeleev Commun.* **2016**, 26, 75.
13. Reddy, K. R.; Mogilaiah, K.; Sreenivasulu, B. *Indian J. Chem., Sect. B: Org. Chem. Incl. Med. Chem.* **1989**, 28B, 362.
14. Carrano, J. T.; Wait, S. C., Jr. *J. Mol. Spectrosc.* **1973**, 46, 401.
15. Chappell, P. J.; Ross, I. G. *J. Mol. Spectrosc.* **1977**, 66, 192.
16. Matveeva, A. G.; Lempert, P. S.; Leites, L. A.; Aysin, R. R.; Vologzhanina, A. V.; Starikova, Z. A.; Passechnik, M. P.; Nifant'ev, E. E. *Inorg. Chim. Acta* **2009**, 362, 3187.
17. Hanson, K. R. *J. Am. Chem. Soc.* **1966**, 88, 2731.
18. Martin, M. L.; Mantione, R.; Martin, G. J. *Tetrahedron Lett.* **1966**, 7, 3873.
19. Brink, M. *Tetrahedron Lett.* **1969**, 10, 4055.
20. Brink, M. *Tetrahedron* **1971**, 27, 143.
21. Goryunov, E. I.; Petrovskii, P. V.; Kudryavtsev, I. Y., Zacharov, L. S.; Kabachnik, M. I. *Dokl. AN SSSR* **1985**, 281, 130. [*Докл. АН СССР*, **1985**, 281, 1378.]
22. Matveeva, A. G.; Lempert, P. S.; Passechnik, M. P.; Aysin, R. R.; Leites, L. A.; Nifant'ev, E. E. *Russ. Chem. Bull., Int. Ed.* **2009**, 58, 1416. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2009**, 1375.]
23. Гельман, Н. Э.; Терентьева, Е. А.; Шанина, Т. М.; Кипаренко, Л. М.; Резл, В. *Методы количественного органического элементного микроанализа*; Химия: Москва, 1987.
24. Goryunov, E. I.; Bodrin, G. V.; Goryunova, I. B.; Nelyubina, Yu. V.; Petrovskii, P. V.; Strelkova, T. V.; Peregudov, A. S.; Matveeva, A. G.; Passechnik, M. P.; Matveev, S. V.; Nifant'ev, E. E. *Russ. Chem. Bull.* **2013**, 62, 780. [*Изв. АН, Сер. хим.* **2013**, 779.]
25. Turner, J. A. *J. Org. Chem.* **1983**, 48, 3401.
26. Tsvetkov, E. N.; Shvets, A. A.; Korolev, B. A.; Bondarenko, N. A.; Goncharova, L. V.; Osmolovskaya, L. A. *Russ. J. Gen. Chem.* **1992**, 62, 2223. [*Журн. общ. химии* **1992**, 62, 1833.]
27. Sheldrick, G. M. *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.* **2008**, A64, 112.
28. Turanov, A. N.; Karandashev, V. K.; Baulin, V. E.; Tsvetkov, E. N. *Russ. J. Inorg. Chem.* **1995**, 40, 1926. [*Журн. неорган. химии* **1995**, 40, 1926.]