

ЖУРНАЛ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

том 52
выпуск 10
2016



САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
«НАУКА»

1-БРОМ-1-НИТРО-3,3,3-ТРИФТОРПРОПЕН: СИНТЕЗ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ С ФЕНИЛАЗИДОМ

© Н.А.Анисимова,^{1,2} Е.К.Слободчикова,¹ А.А.Кузаева,³
Е.В.Стукань,¹ И.Ю.Багрянская,^{4,5} В.М.Берестовицкая¹

¹Российский государственный педагогический университет им. А.И.Герцена
191186, Санкт-Петербург, наб. р. Мойки, 48; e-mail: kohrgpu@yandex.ru

²Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна

³Санкт-Петербургский горный университет

⁴Новосибирский институт органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН

⁵Национальный исследовательский университет – Новосибирский государственный университет

Поступила 23 мая 2016 г.

Усовершенствован способ получения 1-нитро-3,3,3-трифторпропена и на его основе синтезирован новый представитель гем-бромнитроалкенов – 1-бром-1-нитро-3,3,3-трифторпропен; его взаимодействие с фенилазидом привело к смеси двух региоизомерных триазолов, из которой выделен индивидуальный 5-нитро-4-трифторметил-N-фенил-1,2,3-триазол.

Химия функционализированных непредельных нитросоединений – интенсивно развивающееся фундаментальное направление современной органической химии [1–3], а сами сопряженные нитроалкены являются перспективными синтонами и строительными блоками при получении широкого спектра органических соединений, в том числе циклических структур, конструируемых на основе реакций циклоприсоединения [4–7].

Введение в структуру нитроалкенов тригалогенметильной группы в вицинальное положение по отношению к нитрогруппе существенно расширяет диапазон их синтетических возможностей и придаёт им ряд важных практически значимых свойств. Достаточно отметить, что производные карбо- и гетероциклических систем, содержащие группы CF₃, CCl₃ или CBr₃, проявляют широкий спектр биологической активности; в частности, производные пиррола и циклогексена с группой CF₃ обладают антимикробной и энзиматической активностью [8–11].

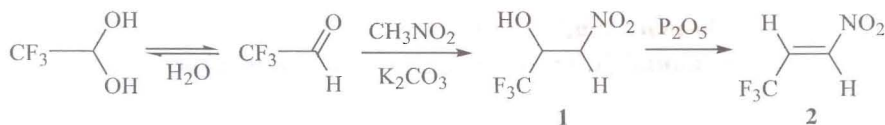
Важно и то, что на базе 1-нитро-3,3,3-трифторпропена получен новый класс пептидомиметиков, содержащих вместо природной пептидной связи C(=O)NH стереогенную группу CH(CF₃)NH, что позволяет избежать некоторых фармакологических недостатков пептидов (биодоступность, неустойчивость к ферментативному гидролизу) и сохранить свойства природных пептидов [12]. Выявленный «эффект фтора» является важным для медицинской

химии при разработке новых лекарственных препаратов (пептидомиметики) на основе пептидов.

На фоне 1-нитро-3,3,3-трифторпропена еще более перспективным представляется синтетический потенциал его аналога, содержащего наряду с группой CF₃ атом брома, находящийся в гем-положении по отношению к группе NO₂. До настоящего времени из ряда 1-бром-1-нитро-3,3,3-тригалогенпропенов были известны только представители, содержащие группы CCl₃ и CBr₃. Бромнитроэтен с заместителем CCl₃ получен в виде *E*-изомера из соответствующего нитроалкена методом «галогенирования–дегидрогалогенирования» [13, 14]. По аналогичной методике недавно синтезирован 1,3,3,3-тетрабром-1-нитропропен, выделенный в виде двух геометрических *Z*- и *E*-изомеров [15].

Целью настоящего исследования явилась разработка метода синтеза 1-бром-1-нитро-3,3,3-трифторпропена. Для его получения в качестве предшественника использовали 1-нитро-3,3,3-трифторпропен, синтез которого осуществляли конденсацией гидрата трифторуксусного альдегида с нитрометаном [16]. Гидрат фторала предварительно получали восстановлением этилового эфира трифторуксусной кислоты тетрагидридоборатом натрия [17]. Взаимодействием фторальгидрата с нитрометаном выделяли 3-нитро-1,1,1-трифторпропан-2-ол **1**. Нам удалось усовершенствовать литературные методики [17, 18] путем использования в качестве растворителя этанола

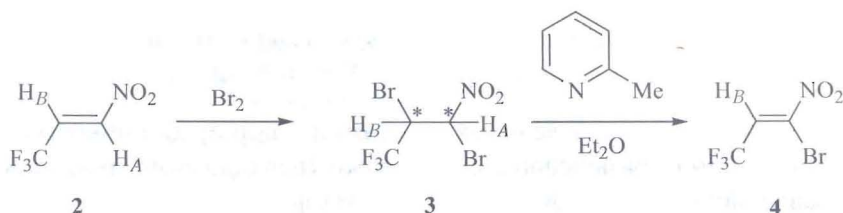
вместо ТГФ [17] при получении фторальгидрата и изменения соотношения реагентов при конденсации фторальгидрата с нитрометаном 1:1 (вместо фторальгидрат–нитрометан 1:2 [18]); это позволило



1-Бром-1-нитро-3,3,3-трифторпропен **4** получен в две стадии: 1) бромирование нитроалкена **2** молекулярным бромом на холоду ($-20 \div -10^\circ\text{C}$) в течение 2 сут; образовавшийся дибромид **3** выделен в виде смеси двух диастереомеров **3a, b** в соотношении 4:1; 2) дегидрогалогенирование дибромидов **3a, b** проводили под действием α -пиколина в диэтиловом эфире; *гем*-бромнитроалкен **4** получен в виде концентриро-

увеличить выход нитроспирта **1** с 47 до 94%. Перегонка полученного нитроспирта **1** над пятиокисью фосфора приводила к образованию *E*-изомера 1-нитро-3,3,3-трифторпропена **2** с выходом 76%.

ванного эфирного раствора (по данным ЯМР ^1H , с выходом около 80%). Попытка выделения *гем*-бромнитропропена **4** в индивидуальном виде не увенчалась успехом, так как он при комнатной температуре мгновенно разлагается. Полученные впервые соединения **3a, b** и **4** представляют собой легколетучие маслообразные жидкости, являющиеся сильными лакриматорами.



Строение всех полученных в работе веществ **1–4** изучено методами ИК и УФ спектроскопии, ЯМР ^1H , ^{13}C , ^{19}F с привлечением гетероядерных экспериментов (НМҚС, НМВС) и путем сопоставления полученных характеристик с соответствующими данными ранее описанных структурно однотипных соединений, содержащих в своем составе группы CCl_3 и CBr_3 [15, 19].

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C соединений **1–4** содержат сигналы протонов и атомов углерода всех структурных фрагментов. В спектре ЯМР ^1H нитроспирта **1** магнитно неэквивалентные протоны метиленовой группы (она находится рядом с хиральным центром C^2) закономерно проявляются в виде двух сигналов: H^{A} 4.58, H^{B} 4.67 м.д. с геминальной КССВ $^2J_{\text{HH}^{\text{A}}\text{H}^{\text{B}}}$ 14.10 Гц. Метиновый протон H_B проявляется при 4.85 м.д. и связан с сигналами метиленовой группы константами $\text{ССВ } ^3J_{\text{H}_\text{B}\text{H}^{\text{A}}}$ 9.50 и $^3J_{\text{H}_\text{B}\text{H}^{\text{B}}}$ 2.60 Гц. Гидроксильная группа проявляется при 3.25 м.д. в виде уширенного синглета. В спектре ЯМР ^1H – ^{13}C НМҚС соединения **1** наблюдается корреляция сигналов метиленовых протонов (4.58 и 4.67 м.д.) с соответствующим сигналом атома C^3 (74.14 м.д.), а также метинового протона H_B (4.85 м.д.) с атомом C^2 (67.75 м.д.). Атом углерода трифторметильной группы CF_3 проявляется при 123.14 м.д. В спектре ^1H – ^{13}C НМВС соединения **1** (рис. 1) наблюдается корреляция сигналов метинового протона H_B (4.85 м.д.) с сигналами атомов C^3

(74.14 м.д.) и C^1 (123.14 м.д.), H^{A} , H^{B} (4.58 и 4.67 м.д.) с сигналами C^2 (67.75 м.д.) и C^1 (123.14 м.д.).

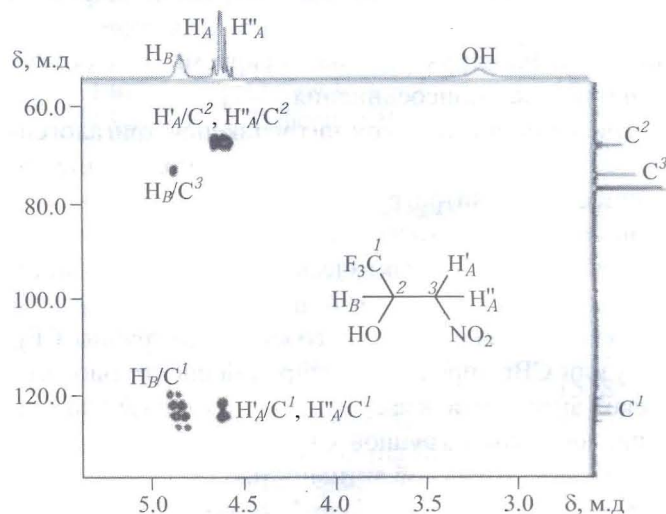


Рис. 1. Спектр ЯМР ^1H – ^{13}C НМВС 3-нитро-1,1,1-трифторпропан-2-ола **1**.

Протонный спектр нитроалкена **2** представляет собой связанную спин-спиновую систему AB . На основании численного значения КССВ $J(\text{H}_\text{A}\text{H}_\text{B})$ 13.43 Гц для нитроалкена **2** установлена *E*-конфигурация [20]. Сигнал протона H_B сдвинут в сильное поле (7.10 м.д.) по сравнению с сигналом олефинового протона H_A (7.44 м.д.) (рис. 2). Правильность

отношения сигналов H_A и H_B подтверждается расщеплением этих сигналов на ядрах фтора с характерными протон-фторными КССВ через три ($^3J_{HF}$ 6.41 Гц) и через четыре ($^4J_{HF}$ 1.22 Гц) связи.

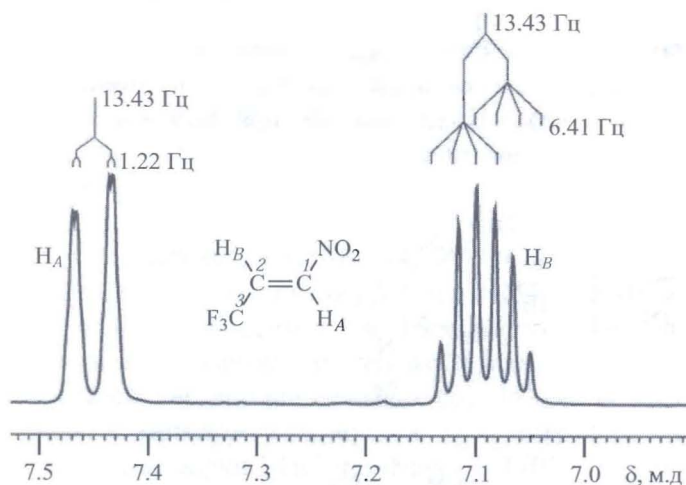


Рис. 2. Спектр ЯМР 1H 1-нитро-3,3,3-трифторпропена **2** в $CDCl_3$.

Атому C^1 в соединении **2** соответствует более слабополюный 145.48 м.д. (J_{CH} 197.26 Гц), а атому C^2 – более сильнополюный сигнал 125.74 м.д. ($^2J_{CF}$ 37.06 Гц). Сигнал атома углерода трифторметильной группы проявляется при 121.12 м.д. (J_{CF} 270.93 Гц).

Для дополнительного подтверждения независимыми методами вывода о конфигурации 1-нитро-3,3,3-трифторпропена **2** и оценки полярности молекулы были определены относительные энергии, теоретические и экспериментальные дипольные моменты для его *Z*- и *E*-изомеров. По результатам проведенных для 1-нитро-3,3,3-трифторпропена **2** квантово-химических расчетов DFTB3PW91/6-311++G(df,p) минимуму энергии соответствует *E*-изомер **2**, в котором нитрогруппа лежит в плоскости связи $C=C$. *Z*-Изомер **2** обладает высокой относительной энергией (26.1 кДж/моль) [21].

Об образовании дибромидов в виде смеси диастереомеров **3a**, **b** свидетельствует удвоение сигналов протонов, атомов углерода и фтора в его спектрах ЯМР 1H , ^{13}C , ^{19}F (рис. 3); соотношение **3a**/**3b** 4:1 (стереоизомер с меньшими значениями химических сдвигов обозначен **a**, с большими – **b**). Спектр ЯМР 1H , δ , м.д., диастереомер **a**: 6.15 (H_A), 4.95 (H_B); диастереомер **b**: 6.40 (H_A), 5.25 м.д. (H_B). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м.д., диастереомер **a**: –121.70 к (C^1 , $^1J_{CF}$ 279.23 Гц), 44.28 к (C^2 , $^2J_{CF}$ 33.23, $^1J_{CH}$ 162.45 Гц), (C^3 , 73.23 д, $^1J_{CH}$ 180.59 Гц); диастереомер **b**: 126.00 к (C^1 , $^1J_{CF}$ 277.96 Гц), 47.20 к (C^2 , $^2J_{CF}$ 32.59 Гц), 78.89 д, (C^3 , $^1J_{CH}$ 177.30 Гц). Спектр ЯМР ^{19}F , δ , м.д., диастереомер **a**: –65.00 с; диастереомер **b**: –68.80 с.

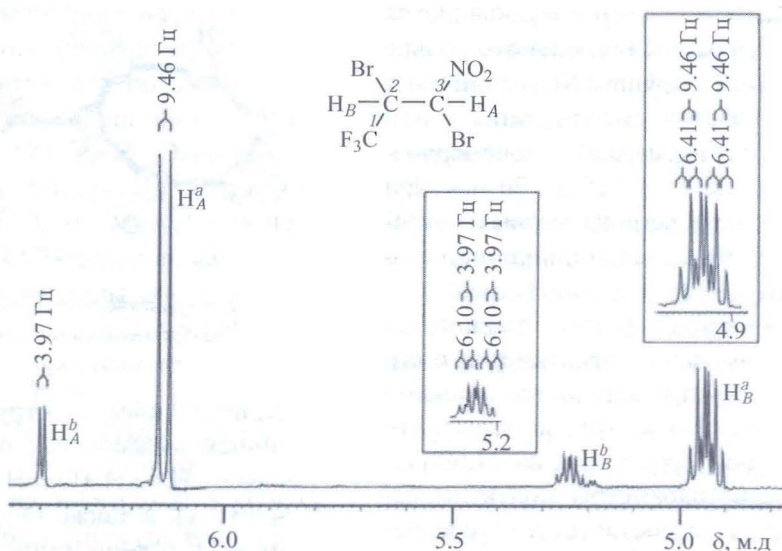


Рис. 3. Спектр ЯМР 1H дибромидов **3a**, **b**.

В ИК спектре соединений **3a**, **b** поглощение сопряженной нитрогруппы проявляется в виде двух полос 1581 и 1350 cm^{-1} . Полосы поглощения нитрогруппы соединения **2** находятся при 1555 и 1307 cm^{-1} , а бромнитроалкена **4** – при 1567 и 1304 cm^{-1} .

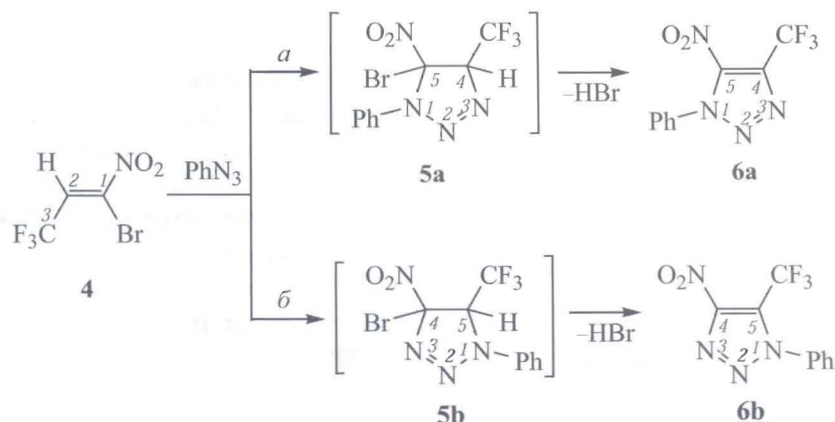
Сопоставление спектров ЯМР 1H , ^{13}C бромнитропропена **4** с таковыми для нитропропена **2** и струк-

турно однотипных бромнитропропенов, содержащих группы CCl_3 и CBr_3 [19, 21], позволили приписать соединению **4** *Z*-конфигурацию (*транс*-ориентация трифторметильной и нитрогрупп): в его спектре ЯМР 1H сигнал олефинового протона проявляется при 7.70 м.д. с протон-фторной константой $^3J_{HF}$ 6.46 Гц. Спектры ЯМР ^{13}C , ^{19}F этого соединения содержат

все сигналы атомов углерода и фтора, δ , м.д.: 138.0 [C^1 , $^3J(C^1F)$ 7.22 Гц], 125.53 [C^2 , $^1J(C^2H)$ 174.04, $^3J(C^2F)$ 38.98 Гц], 120.63 [C^3 , $^1J(C^3F)$ 271.57 Гц], -61.0 (^{19}F).

Убедительным подтверждением способности бромнитроалкена **4** проявлять себя как активный диполярнофил явилось образование продуктов 1,3-диполярного циклоприсоединения **6a**, **b** в результате его взаимодействия с фенилазидом. Реакция при комнатной температуре через 14 сут завершилась об-

разованием смеси региоизомерных триазолов **6a**, **b** в соотношении 5:1. Первоначально образующиеся триазилины **5a**, **b** зафиксированы лишь спектрально (при хроматографировании на силикагеле они подвергались дегидрогалогенированию). В спектре ЯМР 1H реакционной смеси им принадлежат характерные расщепленные сигналы метиновых протонов H^4 (изомер **5a**) и H^5 (изомер **5b**) при 5.19 и 4.64 м.д. соответственно.



О получении региоизомерных нитротриазолов **6a**, **b** свидетельствует присутствие в спектре ЯМР 1H этих соединений только сигналов магнитно неэквивалентных бензольных колец в диапазоне 7.18–7.68 м.д., проявляющихся в виде трех мультиплетов для каждого изомера. Протоны бензольного кольца триазола **6a** под действием группы NO_2 сдвинуты в слабое поле и проявляются мультиплетами при 7.50, 7.62 и 7.68 м.д., а для изомера **6b** закономерно – более сильнополюсными при 7.18, 7.25 и 7.36 м.д. При хроматографировании смеси региоизомерных нитротриазолов **6a**, **b** изомер **6a** выделен в индивидуальном виде.

По данным РСА, триазольный цикл соединения **6a** плоский, нитрогруппа лежит практически в его плоскости [двугранный угол между их плоскостями составляет $8.2(4)^\circ$]. Бензольное кольцо вывернуто из плоскости триазольного фрагмента на $74.69(7)^\circ$ (рис. 4). Геометрические параметры молекулы соединения **6a** в пределах 3σ соответствуют средне-статистическим величинам [22].*

Геометрия триазольного цикла близка к геометрии его ближайших аналогов, найденных в Кембриджском банке структурных данных: 1-(*n*-метоксифенил)-4-трифторметилтриазол (рефкод KIBBUS) [23], 4-(хлорметил)-1-(4-метоксифенил)-5-(4-нитрофенил)-1*H*-1,2,3-триазол (рефкод SUMWAZ) [24].

*Таблицы с геометрическими параметрами молекулы соединения триазола **6a** можно получить от авторов по e-mail.

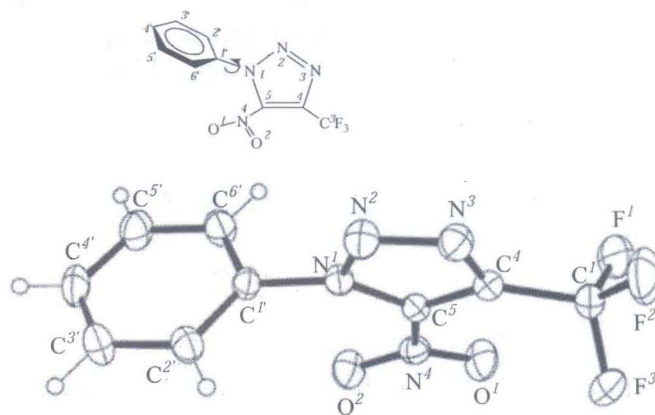


Рис. 4. Пространственное строение 4-нитро-5-трифторметил-*N*-фенил-1,2,3-триазола **6a** по данным РСА.

Кристаллическая структура **6a** характеризуется наличием межмолекулярных укороченных контактов $NO_2 \cdots H-C_6H_4$ ($O^2 \cdots H$ 62.63 Å), $C^3F \cdots FC^3$ [$C^3 \cdots F^2$ 2.745(3) Å], а также $O \cdots \pi$ взаимодействием между атомом O^2 и π -системой бензольного кольца соседней молекулы [расстояние $O^2 \cdots$ центрoид 3.164(2) Å].

Таким образом, в результате выполненного исследования разработан метод синтеза ранее неизвестного 1-бром-1-нитро-3,3,3-трифторпропена и усовершенствован способ получения его предшественника – 1-нитро-3,3,3-трифторпропена; на примере реакции первого с фенилазидом проиллюстрирована возможность изучения химических превращений этого легколетучего и обладающего лакриматорны-

ми свойствами бромнитропропена в эфирном растворе без выделения в индивидуальном виде.

Экспериментальная часть

Физико-химические исследования соединений **1–5** выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования факультета химии Российского государственного педагогического университета им. А.И.Герцена.

Спектры ЯМР ^1H , $^{13}\text{C}\{-^1\text{H}\}$, $^1\text{H}\text{--}^{13}\text{C}$ NMBC получены на спектрометре Jeol ECX400A(399.78) с использованием сигнала остаточных протонов в качестве внутреннего стандарта. ИК спектры получены на спектрометре Shimadzu IR Prestige-21 в хлороформе.

Выделение индивидуальных соединений осуществляли методом колоночной хроматографии на силикагеле марки Macherey-Nagel L 140/270 μ при соотношении вещество–носитель в среднем 1:10 (по массе), элюотропный ряд растворителей по Траппе [25]. Для ТСХ использовали пластины Silufol UV 254, элюент – смесь гексан–ацетон, 2:1; проявляли парами иода или УФ облучением. Соотношение диастереомеров **3a/3b** и региоизомеров **5a/5b** определяли методом ЯМР ^1H .

Гидрат фторалей получали по модифицированной нами методике [17].

РСА монокристалла соединения **6a** проведен в группе рентгеноструктурного анализа Химического сервисного Центра коллективного пользования на базе Новосибирского института органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН. Эксперимент проводили при комнатной температуре на дифрактометре Bruker Карра APEX II (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор, CCD-детектор, максимальный угол 2θ 52.0°). Монокристаллы соединения **6a** моноклинные: a 11.4132(6), b 5.2817(2), c 9.1242(5) Å, β 111.517(2)°, V 511.69(4) Å³, пространственная группа P_2 , Z 2, $\text{C}_9\text{H}_5\text{F}_3\text{N}_4\text{O}_2$, $d_{\text{выч.}}$ 1.676 г/см³, μ 0.158 мм^{–1}, размер образца 0.30×0.30×0.04 мм. Измерили интенсивности 1878 независимых отражений. Введена поправка на поглощение по программе SADABS (трансмиссия 0.68–0.75) [26]. Структуру расшифровывали прямым методом по программе SHELXS-97 [27] и уточняли в анизотропно-изотропном (для H) приближении по программе SHELXL-97 [27]. Позиции атомов водорода рассчитаны геометрически, параметры атомов водорода уточняли в модели *наездника*. Окончательные параметры уточнения wR_2 0.1049, S 1.13 для всех 1878 отражений, 163 параметра уточнения (R 0.0436 для 1836 отражений с $F > 4\sigma$). CIF файл, содержащий полную информацию

по исследованной структуре, депонирован в Кембриджской базе структурных данных, CCDC 1472942.

3-Нитро-1,1,1-трифторпропан-2-ол (1). Смесь 46.15 г (0.239 моль) 60%-ного водного раствора гидрата фторалей, 14.58 г (0.239 моль, 12.8 мл) нитрометана и 1.99 г (0.019 моль) карбоната натрия энергично перемешивали при 60°C до появления оранжевой окраски. Раствор выдерживали при этой температуре 5 ч, затем обрабатывали диэтиловым эфиром (2×50 мл). Эфирные фракции объединяли и сушили сульфатом магния. Остаток, полученный после упаривания на ротаторном испарителе, перегоняли при т.кип. 85–86°C (18 мм рт.ст) и получили 35.72 г (94%) оранжевого маслообразного вещества, представляющего собой, по данным ЯМР ^1H , соединение **1**, R_f 0.70 {т.кип. 84°C (17 мм рт.ст), выход 47% [18]}. ИК спектр (CHCl_3), ν , см^{–1}: 3603 (ОН), 1568, 1384 (NO_2).

1-Нитро-3,3,3-трифторпропен (2). 35.72 г (0.225 моль) соединения **1** перегоняли над P_2O_5 (36.35 г, 0.256 моль) при атмосферном давлении. Выход 24.11 г (76%), желто-зеленая жидкость (сильный лакриматор), т.кип. 85–88°C (т.кип. 89–90°C, выход 68% [17]). ИК спектр (CHCl_3), ν , см^{–1}: 1680 ($\text{C}=\text{C}$), 1555, 1307 (NO_2).

2,3-Дибром-3-нитро-1,1,1-трифторпропан (3a, b). Смесь 25.00 г (0.177 моль) алкена **2** и 28.32 г (0.177 моль) брома выдерживали 48 ч при –20°C, затем выливали на чашку Петри для удаления непрореагировавшего брома. Получили 43.16 г (81%) 2,3-дибромпроизводного **3** в виде легколетучей жидкости; по данным ЯМР ^1H , соединение **3** представляет собой смесь диастереомеров, 4:1, R_f 0.75, 0.71. Элементный анализ не проводили вследствие его повышенной летучести.

1-Бром-1-нитро-3,3,3-трифторпропен (4). К раствору 43.16 г (0.143 моль) реагента **3** в 50 мл диэтилового эфира при комнатной температуре и интенсивном перемешивании прибавляли по каплям раствор 13.34 г (0.143 моль, 14 мл) α -пиколина в 20 мл диэтилового эфира. Перемешивали 40 мин, добавляли ~20 мл воды и перемешивали еще 30 мин. Эфирный раствор отделяли и сушили сульфатом магния. После частичного удаления растворителя (~8–10 мл) на ротаторном испарителе получили 32.17 г эфирного раствора, содержащего, по данным ЯМР ^1H , ~80% нитроалкена **4** в виде легколетучего желто-зеленого маслообразного вещества (сильный лакриматор), разлагающегося при комнатной температуре (при отгонке всего эфира мгновенно разогревается и обугливается). R_f 0.51. ИК спектр (CHCl_3), ν , см^{–1}: 1567, 1304 (NO_2), 1650 ($\text{C}=\text{C}$). УФ спектр ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$),

λ , нм: 230. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м.д.: 7.70 к, $^3J_{\text{HBF}}$ 6.46 Гц. Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3), δ , м.д.: 138.0 (C^1 , $^3J_{\text{CF}}$ 7.22 Гц), 125.53 (C^2 , $^1J_{\text{CH}}$ 174.04, $^2J_{\text{CF}}$ 38.98 Гц), 120.63 (C^3 , $^1J_{\text{CF}}$ 271.57). Спектр ЯМР ^{19}F (CDCl_3), δ , м.д.: -61.0.

Все спектры получены в присутствии небольшого количества эфира. Элементный анализ не проводили вследствие повышенной летучести и разложения при комнатной температуре.

4(5)-Бром-4(5)-нитро-5(4)-трифторметил-N-фенил-1,2,3-триазаолин (5a, b) и 4(5)-нитро-5(4)-трифторметил-N-фенил-1,2,3-триазол (6a, b). К эфирному раствору, содержащему ~1.0 г (4.5 моль) соединения **4**, прибавляли 0.6 г (5 ммоль) фенилазида и выдерживали 14 сут при 20°C. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывали и получили 0.37 г (32%) смеси нитротриазолов **6a, b**, 5:1. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м.д., **6a, b**: 7.18 м, 7.29 м, 7.36 м, 7.50 м, 7.64 м, 7.68 м. Фильтрат, по данным ЯМР ^1H , — смесь триазиолов **5a, b**, 3:2 [5.19 м (1H, H^d), 4.64 м (1H, H^b)] и триазолов **6a, b**. Фильтрат упаривали и хроматографировали на силикагеле. Из гексана получили 0.51 г (44%) смеси нитротриазолов **6a, b** в соотношении 6:1. После повторного хроматографирования смеси триазолов на силикагеле из второй порции гексана (~100 мл) выделили 0.29 г (25%) соединения **6a**, т.пл. 93–95°C. ИК спектр (CHCl_3), ν , см^{-1} : 1547, 1386 (NO_2). Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м.д.: 7.50 м, 7.64 м, 7.68 м (C_6H_5). Найдено, %: С 41.82, 41.85; Н 1.93, 1.97; N 21.67, 21.71. $\text{C}_9\text{H}_5\text{F}_3\text{N}_4\text{O}_2$. Вычислено, %: С 41.86; Н 1.94; N 21.71.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания.

Авторы работы выражают благодарность Химическому сервисному центру коллективного пользования СО РАН за проведение рентгеноструктурного анализа.

Список литературы

- Ono N. The Nitro Group in organic synthesis. N.-Y.: J. Wiley & Sons, **2001**, 373.
- Perekalin V.V., Lipina E.S., Berestovitskaya V.M., Efremov D.A. Nitroalkenes. Conjugated Nitrocompounds. L.: J. Wiley & Sons, **1994**, 265.
- Перекалин В.В., Сопова А.С., Липина Э.С. Непредельные нитросоединения. М.—Л.: Химия, **1982**, 451.
- Анисимова Н.А., Берестовицкая В.М. Функционализированные нитроалкены в реакциях диенового синтеза и 1,3-диполярного циклоприсоединения. СПб.: Астерион, **2008**, 238.
- Bigotti S., Meille V., Volonterio A., Zanda M. *J. Fluor. Chem.* **2008**, 129, 767.
- Sahu B., Gururaja G.N., Mobin S.M., Namboothiri I.N.N. *J. Org. Chem.* **2009**, 74, 2601.
- Brigmann G., Feineis D., Brückner R., Blank M., Peters K., Peters E.-M., Reichmann H., Janetzky B., Grote C., Clement H.-W., Wesenmann W. *Bioorg. Med. Chem.* **2000**, 8, 1467.
- Gao J.-R., Wu H., Xiang B., Yu W.-B., Han L., Jia Y.-X. *Highly J. Am. Chem. Soc.* **2013**, 135, 2983.
- Leroy J., Fischer N., Wakselman C. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. I* **1990**, 1281.
- Гусев Д.В., Кадыров А.А., Чкаников Н.Д., Вешкурова О.Н., Узбеков В.В., Салихов Ш.И., Дутикова Ю.В., Штиль А.А., Каложный Д.Н., Перегудов А.С., Каграманов Н.Д., Антипин М.Ю., Лысенко К.А., Смирнов А.Н., Егоров Ц.А., Рогожин Е.А. Евраз. пат. 015364 (**2009**).
- Menezes F.G., Zucco H.G. *Quim. Nova* **2010**, 33, 2233.
- Molteni M., Volonterio A., Zanda M. *Org. Lett.* **2003**, 5, 3887.
- Dornow A., Muller A. *Chem. Ber.* **1960**, 93, 32.
- Durden J.A., Heywood D.L., Sousa A.A., Spurr H.W. *J. Agr. Food Chem.* **1970**, 18, 50.
- Слободчикова Е.К., Стукань Е.В., Анисимова Н.А., Кужаева А.А., Берестовицкая В.М. *ЖОХ* **2014**, 84, 1259. [Slobodchikova E.K., Stukan' E.V., Anisimova N.A., Kuzhaeva A.A., Berestovitskaya V.M. *Russ. J. Gen. Chem.* **2014**, 84, 1259].
- Schechter H., Ley D.E., Roberson E.B. *J. Am. Chem. Soc.* **1956**, 78, 4984.
- Lee S.A. Пат. 5248832 (1993). США.
- Jasinski R. Preparatyka alifatycznych nitrozwiakow. Radom. Radomskie Towarzystwo Naukowe. **2013**, 99.
- Смирнов А.С. Дисс. ... канд. хим. н. СПб. **2008**.
- Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. Спектрометрическая идентификация органических соединений. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, **2011**, 557.
- Верещагина Я.А., Алимова А.З., Чачков Д.В., Ишмаева Э.А., Слободчикова Е.К., Берестовицкая В.М. *ЖОрХ* **2014**, 50, 1578. [Vereshchagina Ya.A., Alimova A.Z., Chachkov D.V., Ishmaeva E.A., Slobodchikova E.K., Berestovitskaya V.M. *Russ. J. Gen. Chem.* **2014**, 50, 1562].
- Allen F.H., Kenard O., Watson D.G., Bramer L., Orpen A.G., Taylor R. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. II* **1987**, 1.
- Степанова Н.П., Галишев В.А., Турбанова Е.С., Малеев А.В., Потехин К.А., Куркутова Е.Н., Стручков Ю.Т., Петров А.А. *ЖОрХ* **1989**, 25, 1613 [Stepanova N.P., Galishev V.A., Turbanova E.S., Maleev A.V., Potekhin K.A., Kurkutova E.N., Struchkov Yu.T., Petrov A.A. *Zh.Org.Khim.* **1989**, 25, 1613].
- Chen J.-H., Liu S.-R., Chen K. *Chem. Asian J.* **2010**, 5, 328.
- Костиков Р.Р., Кузнецов М.С., Новиков М.С., Соколов В.В., Хлебников А.Ф. Практикум по органическому синтезу. СПб: изд-во СПбГУ, **2009**, 257.
- SADABS, v. 2008-1, Bruker AXS, Madison, WI, USA, **2008**.
- Sheldrick G.M. SHELX-97. Programs for Crystal Structure Analysis (Release 97-2). Univ. Göttingen, Germany, **1997**.