

Химия гетероциклических соединений 2015, 51(3), 295-298



2-Галоген-2-органил-4Н-бензо[d][1,3,2]диоксасилин-4-оны

Сергей В. Басенко¹*, Лев Е. Зеленков¹

¹ Иркутский институт химии им. А. Е. Фаворского СО РАН, ул. Фаворского, 1, Иркутск, 664033, Россия; e-mail: sv basenko@irioch.irk.ru Поступило 10.12.2014 Принято 24.01.2015



Разработан оригинальный метод получения ранее неизвестных циклических кремнийорганических эфиров салициловой кислоты, содержащих галоген при атоме кремния. Он основан на проводимой в мягких условиях реакции триметилсилилового эфира 2-(триметилсилокси)бензойной кислоты с органилгалогенсиланами RR¹SiXY, где R, R¹ = Cl, Me, CH=CH₂, Ph; X, Y = Cl, F.

Ключевые слова: 4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-оны, кремнийорганические эфиры, органилфторсиланы, органилхлорсиланы, салициловая кислота, циклические эфиры.

Салициловая кислота, ее эфиры и другие производные представляют огромный теоретический и практический интерес, ввиду их высокой биологической активности и широкого применения в медицинской практике в качестве противовоспалительных, жаропонижающих, анальгезирующих, противомикробных, антисептических, кератолитических и противотуберкулезных препаратов.¹⁻⁴

Кремнийорганические производные салициловой кислоты, в частности ее циклические эфиры – 4*H*-бензо-[d][1,3,2]диоксасилин-4-оны, давно⁵⁻¹⁸ и по сей день¹⁹⁻³¹ привлекают внимание исследователей. Это, прежде всего, обусловлено указанными выше полезными свойствами самой салициловой кислоты, а также изменениями этих свойств, вызванными кремнийорганическим Действительно, благодаря заместителем. таким изменениям 4H-бензо[d][1,3,2]диоксасилин-4-оны было предложено использовать в самых различных областях. Они применяются в медицине как активные компоненты гигиенических средств, косметических композиций и полимерных материалов наружного применения с противовоспалительным, противомикробным, регенерирующим и увлажняющим действием;^{27,28,32,33} в технике – как средства контроля заряда,¹⁹ как компоненты электролитов, повышающих долговечность аккумуляторов,²¹ как главные компоненты при создании пористых мембран для электрохимических ячеек,²² как элементы при создании электростатических чернил;^{34,35} в химии и химической промышленности - как ингредиенты для создания катализаторов полимеризации олефинов,²⁰ как компоненты при создании композитных материалов (в том числе и нанокомпозитов)²³ и пр.

В то же время, несмотря на сказанное выше, циклические кремнийорганические эфиры салициловой кислоты, содержащие галоген у атома кремния, не известны, хотя наличие легко уходящей группы (галогена) открывает перспективы функционализации указанных эфиров.

4H-бензо[d][1,3,2]диоксасилин-4-онов Синтез с алкильными, алкоксильными или арильными заместителями при атоме кремния был ранее осуществлен следующими методами: обработкой салициловой кисгексаметилциклотрисилтианом,¹⁴ кипячением лоты салициловой кислоты и диорганилдихлорсиланов в пиридина, 12,15,36,37 присутствии триэтиламина,17 *N*-метилморфолина.^{7,9,29} обработкой салициловой кисалкоксисиланами или хлорсиланами, 5,13,16,18 лоты взаимодействием гидридсиланов с салициловой кислотой, 24,26 а также взаимодействием салициловой кислоты с дивинилоксидиорганил-10 или диорганилдицианосиланами.⁸ Получить 2-галоген-2-органил-4*H*-бензо[*d*]-[1,3,2]диоксасилин-4-оны ни одним из представленных методов не удавалось.

В настоящей работе разработан метод синтеза указанных выше соединений реакцией органилтрихлорсилана с триметилсилил-2-(триметилсилокси)бензоатом (1) (мольное соотношение 1:1, 20–25 °C) с выходами 93–95% (схема 1). Полученные циклические эфиры **2а–с** представляют собой бесцветные масла или аморфные вещества, растворимые в большинстве органических растворителей, легко гидролизующиеся на воздухе.

Предложенный метод удобен и для получения 2,2-диорганил-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-онов. Так, при

Схема 1



реакции силилового эфира 1 с винил(метил)дихлорсиланом (мольное соотношение 1:1, 20–25 °C) образуется 2-винил-2-метил-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-он (**3**) с выходом 96% (схема 2).

Схема 2



При реакции силилового эфира 1 с фенилфтордихлорсиланом (мольное соотношение 1:1, 20–25 °C) за 8 ч выход 2-фенил-2-фтор-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-она (4) составил 96%. Образование соединения 4 в аналогичных условиях наблюдается и с фенилдифторхлорсиланом (время реакции 24 ч, выход 98%), а также, что довольно удивительно, с фенилтрифторсиланом (выход ~50% за 24 ч и 87% за 126 ч) (схема 3).

Схема 3



Очевидно, что в рассматриваемых случаях взаимодействия фенилдифторхлор- и фенилтрифторсиланов с силиловым эфиром 1 происходит содействие со стороны функциональных групп последнего, что и приводит к наблюдаемым продуктам. В пользу этого говорит тот факт, что в реакции с триметилсилиловыми эфирами карбоновых кислот фенилтрифторсилан проявляет крайне малую активность: при кипячении в колбе с обратным холодильником в течение 7-14 ч продукты реакции не идентифицируются, 38 а при длительном выдерживании (несколько недель) реакционной смеси выход ацилокси(фенил)дифторсилана, по данным спектроскопии ЯМР ¹⁹F, не превышает 5-8%. То есть реакции замещения атомов фтора на карбоксильную группу протекают крайне медленно и лишь с участием исключительно одного атома фтора.

С помощью ЯМР-мониторинга реакционных смесей установлено, что соотношение скоростей рассмотренных в настоящей работе реакций может быть отображено следующим рядом: PhSiFCl₂ > PhSiF₂Cl > SiCl₄ > PhSiCl₃ \approx VinSiCl₃ > MeVinSiCl₂ \approx MeSiCl₃ > PhSiF₃. Как видно, прослеживается очевидная зависимость скорости реакции от электронных эффектов заместителей при атоме кремния (а, следовательно, от эффективного заряда на атоме кремния) исходного

силана и природы галогена (прочности и поляризуемости связи Si-Hal).

Образование циклических продуктов **2а–с** при реакции органилтрихлорсиланов с силиловым эфиром **1** также является неожиданным фактом, поскольку органилхлорсиланы, по нашим* и литературным данным,³⁹ не участвуют в реакциях пересилилирования с триметилсилиловыми производными спиртов и фенолов при комнатной температуре и в отсутствие катализаторов (кислот Льюиса).

Примеры пересилилирования триметилсилиловых эфиров карбоновых кислот органилтригалогенсиланами известны, хотя и немногочисленны.⁴⁰⁻⁴² Так, при взаимодействии триметилсилилбензоата с фенил-(дифтор)хлорсиланом (мольное соотношение 1:1, 20 °C, 52 ч) выход фенил(бензоилокси)дифторсилана составляет 90%, тогда как реакция с фенил(фтор)дихлорсиланом уже за 2–3 ч в тех же условиях дает 36% фенил(бензоилокси)фторхлорсилана наряду со следовыми количествами фенилди(бензоилокси)фторсилана. Выход последнего существенно возрастает при увеличении продолжительности реакции и изменении мольного соотношения реагентов.⁴¹

Хотя нам не удалось зафиксировать ациклический интермедиат изучаемой реакции, однако не вызывает сомнения, что реакция силилового эфира 1 начинается с межмолекулярного взаимодействия органилтригалогенсилана с карбонильным атомом кислорода сложноэфирного фрагмента⁴⁰ с образованием органилдигалогенсилил-2-(триметилсилокси)бензоата, который далее внутримолекулярно взаимодействует с атомом кислорода триметилсилоксигруппы, приводя к циклическому продукту.

Попытки остановить все приведенные выше реакции на стадии образования ациклического интермедиата успехом не увенчались. Также не удалось зафиксировать его образования методами спектроскопии ЯМР ¹³С, ¹⁹F и ²⁹Si. Согласно данным спектроскопии ЯМР, можно однозначно утверждать, что происходит образование исключительно циклических продуктов – 2-галоген-2-органил-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-онов.

Следует отметить, что реакция соединения 1 с тетрахлорсиланом также не останавливается на стадии образования 2,2-дихлор-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-она: независимо от мольного соотношения реагентов (1:1 или 1:2) при 20–25 °С в течение 10 ч образуется биспродукт 5 (схема 4).

Схема 4



^{*} Выдерживание PhOSiMe₃ и PhSiCl₃ в запаянной ампуле в течение месяца при 20–25 °C.

Таким образом, предложен эффективный метод получения как уже известных 2,2-диорганил-4*H*-бензо-[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-онов, так и ранее неизвестных 2-галоген-2-органил-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-онов. Этот метод позволяет получать указанные соединения в мягких условиях с практически количественными препаративными выходами, благодаря отсутствию растворителей и катализаторов.

Экспериментальная часть

ИК спектры зарегистрированы на спектрометре Specord IR 75 в KBr (соединение 5) и в тонком слое (остальные соединения). Спектры ЯМР ¹H, ¹³C, ¹⁹F и ²⁹Si зарегистрированы на приборе Bruker DPX 400 (400, 100, 80 и 162 МГц соответственно) в CDCl₃, внутренний стандарт для ядер ¹H, ¹³C и ²⁹Si – TMC, для ядер ¹⁹F – CFCl₃. Масс-спектры зарегистрированы на спектрометре Shimadzu GCMSSQP5050A, температура инжектора 200–250 °C, газ-носитель гелий, температура детектора 200 °C, квадрупольный масс-анализатор, ионизация ЭУ (70 эВ). Элементный анализ (C, H) проведен на анализаторе FLASH EA 1112 Series. Анализ содержания галогенов и кремния проведен по методике Гельман.⁴³ Температуры плавления определены на приборе Кофлера.

ЯМР-мониторинг реакционных смесей осуществлен на основании интегральных интенсивностей сигналов Me₃SiCl и силилового эфира **1** в спектрах ЯМР ¹H, а также сигналов в спектрах ЯМР ²⁹Si сразу после смешения реагентов, а затем через каждые 0.5-1 ч в течение 8-10 ч.

Тетрахлорсилан, метилтрихлорсилан, винилтрихлорсилан, фенилтрихлорсилан и винил(метил)дихлорсилан – промышленные продукты, очищенные перегонкой. Фенилтрифторсилан получен по известной методике.⁴⁴ Смешанные фенил(хлор)фторсиланы PhSiF_{3-n}Cl_n с n = 1-2получены обменной реакцией PhSiF₃ с PhSiCl₃.⁴⁵ Триметилсилил-2-(триметилсилокси)бензоат (1) синтезирован по литературной методике.⁴⁶

2-Метил-2-хлор-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-4-он (2а). Смесь 1.49 г (0.01 моль) MeSiCl₃ и 2.72 г (0.01 моль) триметилсилил-2-(триметилсилокси)бензоата (1) выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч. Из полученной смеси с выходом, близким к количественному, отгоняют Me₃SiCl (т. кип. 57 °C), остаток (продукт реакции) очищают вакуумной перегонкой. Выход 0.20 г (95%), бесцветное масло, т. кип. 104–105 °С (2 мм рт. ст.), n_D^{20} 1.5304. ИК спектр, v, см⁻¹: 1743 (С=О). Спектр ЯМР ¹Н, б, м. д.: 0.86 (3Н, с, СН₃); 6.86–7.01 (1Н, м, Н-8); 7.02–7.13 (1Н, м, Н-7); 7.40-7.57 (1Н, м, Н-6); 7.85-8.00 (1Н, м, Н-5). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 0.2; 116.9; 120.3; 123.6; 132.4; 136.7; 154.8; 158.6. Спектр ЯМР ²⁹Si, б, м. д.: –17.0. Масс-спектр, m/z (I_{OTH} , %): 214 [M]⁺ (100), 199 [M–CH₃]⁺ (3), 186 [M–CO]⁺ $(5), 170 [M-COO]^+ (48), 155 [M-Me-COO]^+ (45), 134 (17),$ 120 [С₆H₄COO]⁺ (8), 92 [С₆H₄O]⁺ (28). Найдено, %: С 45.00; Н 3.64; Cl 16.02; Si 13.16. C₈H₇ClO₃Si. Вычислено, %: C 44.76; H 3.29; Cl 16.51; Si 13.08.

2-Винил-2-хлор-4*H***-бензо[***d***][1,3,2]диоксасилин-4-он (2b)** получают аналогично из силилового эфира 1 и винилтрихлорсилана. Время реакции 24 ч. Выход 0.21 г (93%), бесцветное масло, т. кип. 117–118 °С (2 мм рт. ст.), n_D^{20} 1.5468. ИК спектр, v, см⁻¹: 1745 (С=О). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Hz): 6.35 (1H, д. д, ${}^{3}J_{µµc}$ = 14.6, ${}^{3}J_{mpanc}$ = 20.4, SiC<u>H</u>=CH₂); 6.65 (1H, д. д, ${}^{2}J_{ceM}$ = 5.3, ${}^{3}J_{mpanc}$ = 14.1) и 6.58 (1H, д. д, ${}^{2}J_{ceM}$ = 5.3, SiCH=C<u>H₂</u>); 7.16–7.29 (4H, м, H Ar). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 117.0; 120.2; 123.5; 125.9; 132.4; 136.4; 143.1; 154.7; 157.3. Спектр ЯМР ²⁹Si, δ , м. д.: –34.0. Массспектр, *m/z* (I_{OTH} , %): 226 [M]⁺ (53), 198 [M–CO]⁺ (5), 182 [M–COO]⁺ (82), 181 (100), 155 [M–Vin–COO]⁺ (24), 134 (5), 120 [C₆H₄COO]⁺ (6), 92 [C₆H₄O]⁺ (39). Найдено, %: С 48.07; H 3.07; Cl 15.43; Si 12.38. C₉H₇ClO₃Si. Вычислено, %: C 47.69; H 3.11; Cl 15.64; Si 12.39.

2-Фенил-2-хлор-4*H*-бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин-**4-он (2с)** получают аналогично из силилового эфира 1 и фенилтрихлорсилана. Время реакции 24 ч. Выход 0.26 г (95%), бесцветное масло, т. кип. 168–169 °С (2 мм рт. ст.), n_D^{20} 1.5788. ИК спектр, v, см⁻¹: 1743 (С=О). Спектр ЯМР ¹Н, δ , м. д.: 7.10–7.16 (1H, м, H-6); 7.17– 7.25 (1H, м, H-8); 7.50–7.68 (4H, м, H-7, H-3,4,5 Ph); 7.82–7.91 (2H, м, H-2,6 Ph); 8.08–8.16 (1H, м, H-5). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 117.3; 120.3; 123.4; 128.8; 132.5; 133.4; 134.5; 134.9; 136.3; 155.1; 157.3. Спектр ЯМР ²⁹Si, δ , м. д.: –32.7. Найдено, %: С 56.44; H 3.49; Cl 12.54; Si 9.98. С₁₃H₉ClO₃Si. Вычислено, %: С 56.42; H 3.28; Cl 12.81; Si 10.15.

2-Винил-2-метил-4*H***-бензо**[*d*][1,3,2]диоксасилин-**4-он (3)** получают аналогично из силилового эфира 1 и винил(метил)дихлорсилана. Время реакции 24 ч. Выход 96%, бесцветное масло, т. кип. 114–116 °С (2 мм рт. ст.) (т. кип. 129–131 °С (4 мм рт. ст.)¹⁵). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 0.44 (3H, с, CH₃); 5.93–6.11 (3H, м, CH=CH₂); 6.72–6.79 (1H, м, H-8); 6.88–6.91 (1H, м, H-7); 7.25–7.35 (1H, м, H-6); 7.78–7.83 (1H, м, H-5). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: –3.34; 117.4; 120.2; 122.4; 130.7; 132.3; 135.9; 139.2; 156.1; 159.4. Спектр ЯМР ²⁹Si, δ, м. д.: –6.2.

2-Фенил-2-фтор-4*H***-бензо[***d***][1,3,2]диоксасилин-4-он** (**4**) получают аналогично из силилового эфира **1** и фенилфтордихлорсилана (метод I, время реакции 24 ч) или фенилтрифторсилана (метод II, время реакции 126 ч). Выход 96% (метод I), 98% (метод II), 87% (метод III), бесцветное масло, т. кип. 143–144 °С (2 мм рт. ст.), n_D^{20} 1.5607. ИК спектр, v, см⁻¹: 1745 (С=О). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 7.25–7.31 (1H, м, H-6); 7.32–7.39 (1H, м, H-8); 7.67–7.98 (7H, м, H-5,7, H Ph). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 117.2; 120.1; 123.4; 128.8; 132.5; 133.4; 134.5; 134.9; 136.3; 155.1; 157.4. Спектр ЯМР ¹⁹F, δ, м. д. (*J*, Гц): –130.7 (д, *J*_{FSi} = 283.1). Спектр ЯМР ²⁹Si, δ, м. д.: –59.1. Найдено, %: С 60.41; H 3.29; F 7.64; Si 10.99. C₁₃H₉FO₃Si. Вычислено, %: С 59.99; H 3.49; F 7.30; Si 10.79.

4*H*,4'*H*-2,2'-Спиробис[бензо[*d*][1,3,2]диоксасилин]-4,4'-дион (5) получают аналогично из силилового эфира 1 и SiCl₄. Время реакции 10 ч, продукт очищают промыванием пентаном и последующим вакуумированием. Выход 90%, бесцветный аморфный порошок, т. пл. 248–250 °С. ИК спектр, v, см⁻¹: 1746 (C=O). Спектр ЯМР ¹Н, δ , м. д.: 6.98–7.04 (1H, м, H-8); 7.22– 7.31 (1H, м, H-7); 7.54–7.63 (1H, м, H-6); 7.91–8.03 (1H, м, H-5). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д.: 117.9; 119.3; 127.5; 131.0; 136.5; 162.6; 174.1. Спектр ЯМР ²⁹Si, δ , м. д.: – 93.5. Найдено, %: С 55.72; H 2.86; Si 9.68. С₁₄H₈O₆Si. Вычислено, %: С 56.00; H 2.69; Si 9.35.

Работа выполнена при финансовой поддержке Совета по грантам Президента РФ (грант НШ-3649.2014.3). Основные результаты получены с использованием материально-технической базы Байкальского аналитического центра коллективного пользования СО РАН.

Авторы благодарят И. А. Гебель и Д. А. Шабалина за помощь в работе.

Список литературы

- Tilo Grosser, E. S.; FitzGerald, G. A. In *Goodman and Gilman's* the Pharmacological Basis of Therapeutics; Brunton, L. L., Ed.; McGraw-Hill Co.: New York, 2011, p 977.
- Hawley, S. A.; Fullerton, M. D.; Ross, F. A.; Schertzer, J. D.; Chevtzoff, C.; Walker, K. J.; Peggie, M. W.; Zibrova, D.; Green, K. A.; Mustard, K. J.; Kemp, B. E.; Sakamoto, K.; Steinberg, G. R.; Hardie, D. G. *Science* **2012**, *336*, 918.
- 3. Madan, R. K.; Levitt, J. J. Am. Acad. Dermatol. 2014, 70, 788.
- Lipster, D.; Kragballe, K.; Saurat, J. H. In *Dermatology*; Bolognia, J. L.; Rapini, R. P., Eds.; Elsevier Limited: Philadelphia, 2003, p 2062.
- Arya, P.; Corriu, R. J. P.; Gupta, K.; Lanneau, G. F.; Yu, Z. J. Organomet. Chem. 1990, 399, 11.
- Wang, M.; Zhang, D.; Li, G.; Xie, Q. Gaodeng Xuexiao Huaxue Xuebao 1988, 9, 410; Chem. Abstr. 1989, 110, 114922.
- 7. Brooks, C. J. W.; Cole, W. J. J. Chromatogr. 1988, 441, 13.
- 8. Mai, K.; Patil, G. J. Org. Chem. 1986, 51, 3545.
- 9. Brooks, C. J. W.; Cole, W. J. Analyst 1985, 110, 587.
- Kita, Y.; Yasuda, H.; Sugiyama, Y.; Fukata, F.; Haruta, J.-i.; Tamura, Y. *Tetrahedron Lett.* **1983**, *24*, 1273.
- 11. Femi-Onadeko, B. Niger. J. Pharm. 1981, 12, 320.
- 12. Cragg, R. H.; Lane, R. D. J. Organomet. Chem. 1981, 212, 301.
- 13. Narian, R. P.; Kaur, A. J. J. Indian Chem. Soc. A 1978, 16A, 355.
- Бабурина, В. А.; Лебедев, Е. П. Журн. общ. химии 1976, 46, 1782.
- Lukasiak, J.; Radecki, A.; Halkiewicz, J. Roczniki Chemii 1974, 48, 1099.
- 16. Mehrotra, R. C.; Narian, R. P. J. Indian Chem. Soc. 1968, 6, 110.
- 17. Wieber, M.; Schmidt, M. Chem. Ber. 1963, 96, 1561.
- 18. Mehrotra, R. C.; Pant, B. C. J. Indian Chem. Soc. 1963, 40, 623.
- Yasumatsu, M.; Inoue, K.; Kosaki, S. JP Patent 2013068944; Chem. Abstr. 2013, 158, 581369.
- Yi, J.; Cui, C.; Li, H.; Li, Z.; Yin, B.; Cui, L.; Zhang, J.; Wang, L. WO Patent 2012142733; *Chem. Abstr.* 2012, *157*, 634798.

- 21. Ihara, M.; Yamaguchi, H.; Kubota, T. JP Patent 2009054287; *Chem. Abstr.* **2009**, *150*, 286979.
- Hildebrandt, N.; Lange, A.; Leitner, K.; Hanefeld, P.; Staudt, C. WO Patent 2011000858; *Chem. Abstr.* 2011, 154, 114632.
- Koenig, H. M.; Haehnle, H.-J.; Lange, A.; Nozari, S.; Cox, G.; Dyllick-Brenzinger, R.; Spange, S.; Loeschner, T. WO Patent 2010112581; *Chem. Abstr.* 2010, *153*, 481674.
- Xu, C.; Fang, F. CN Patent 1935813; Chem. Abstr. 2007, 147, 402088.
- 25. Seiler, O.; Burschka, C.; Fenske, T.; Troegel, D.; Tacke, R. *Inorg. Chem.* **2007**, *46*, 5419.
- Narula, S. P.; Puri, M.; Garg, N.; Puri, J. K.; Chadha, R. K. Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem. 2007, 182, 569.
- 27. Benz, M. E. US Patent 20040228902; Chem. Abstr. 2004, 141, 416042.
- Tacke, R.; Richter, I. WO Patent 03061640; Chem. Abstr. 2003, 139, 154995.
- Seiler, O.; Burschka, C.; Penka, M.; Tacke, R. Silicon Chem. 2002, 1, 355.
- Pandey, H.; Joshi, D.; Pant, D.; Chandra, M. Chem. Environ. Res. 2001, 10, 227.
- Narula, S. P.; Meenu; Anand, R. D.; Puri, J. K.; Shankar, R. Main Group Met. Chem. 2000, 23, 405.
- Seguin, M.-C.; Gueyne, J.; Nicolay, J.-F.; Franco, A. WO Patent 9610574; *Chem. Abstr.* 1996, 125, 67738.
- 33. Zaveri, C. WO Patent 9855082; Chem. Abstr. 1999, 130, 57001.
- 34. Okubo, N.; Toyama, K.; Tamura, O.; Suzuki, S.; Okawa, Y. JP Patent 10010785; *Chem. Abstr.* **1998**, *128*, 174106.
- 35. Ishii, Y. JP Patent 03276166; Chem. Abstr. 1992, 116, 224720.
- Narula, S. P.; Shankar, R.; Meenu; Anand, R. D. *Polyhedron* 1999, 18, 2055.
- 37. Tacke, R.; Heermann, J.; Pülm, M.; Richter, I. Organometallics 1998, 17, 1663.
- Basenko, S. V.; Voronkov, M. G.; Zelenkov, L. E.; Albanov, A. I.; Gebel' I. A. Russ. J. Gen. Chem. 2009, 79, 157. [Журн. общ. химии 2009, 79, 161.]
- Denmark, S. E.; Stavenger, R. A.; Winter, S. B. D.; Wong, K.-T.; Barsanti, P. A. J. Org. Chem. 1998, 63, 9517.
- 40. Mirskov, R. G.; Basenko, S. V.; Vitkovskii, V. Yu.; Gebel', I. A.; Yarosh, N. K.; Voronkov, M. G. Bull. Acad. Sci. USSR, Div. Chem. Sci. 1989, 38, 597. [*U36. AH CCCP, Cep. xum.* 1989, 671.]
- Basenko, S. V.; Zelenkov, L. E.; Voronkov, M. G.; Albanov, A. I.; Shabalin, D. A. *Russ. J. Gen. Chem.* 2011, *81*, 2487. [Журн. общ. химии 2011, *81*, 2039.]
- Basenko, S. V.; Voronkov, M. G.; Zelenkov, L. E.; Albanov, A. I. Dokl. Chem. 2011, 439, 219. [Докл. АН 2011, 439, 485.]
- Гельман, Н. Э. Методы количественного органического элементного микроанализа; Химия: Москва, 1987, 296 с.
- 44. Соколов, Б. А.; Гришко, А. Н.; Лаврова, К. Ф.; Коган, Г. И. Синтез и свойства мономеров; Наука: Москва, 1964, с. 152.
- Basenko, S. V.; Zelenkov, L. E.; Voronkov, M. G.; Albanov, A. I. Russ. J. Gen. Chem. 2010, 80, 242. [Журн. общ. химии 2010, 80, 217.]
- 46. Choby, E. G., Jr.; Neuworth, M. B. J. Org. Chem. 1966, 31, 632.