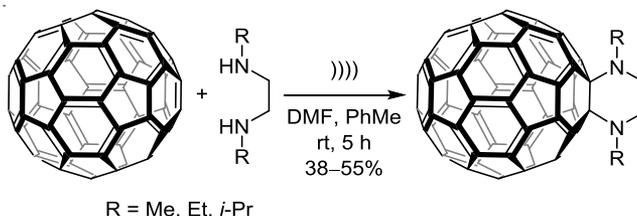


## Сонохимический синтез 1',4'-диалкил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллеренов

Земфира С. Кинзябаева<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Институт нефтехимии и катализа  
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,  
пр. Октября, 141, Уфа 450075, Россия; e-mail: zefa5@rambler.ru

Поступило 28.01.2021  
Принято после доработки 30.03.2021



Впервые разработан селективный и эффективный способ синтеза 1',4'-диалкил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллеренов (алкил = метил, этил, изопропил), основанный на реакции фуллерена C<sub>60</sub> с *N*-замещенными этилендиаминами в среде PhMe–ДМФА под действием ультразвука.

**Ключевые слова:** вторичные ациклические диамины, пиперазиновые аддукты фуллерена, реакции [4+2]-циклоприсоединения фуллерена C<sub>60</sub>, селективные сонохимические реакции, ультразвук.

Молекула фуллерена C<sub>60</sub> построена из 12 пятичленных и 20 шестичленных циклов и содержит большое количество эквивалентных реакционных центров: тридцать связей между шестичленными циклами ([6,6]-связи, двойные связи) и шестьдесят связей между шести- и пятичленными циклами ([6,5]-связи, одинарные связи). Электрофильные двойные [6,6]-связи фуллерена C<sub>60</sub> легко вступают в реакции нуклеофильного, радикального и циклоприсоединения.<sup>1</sup> Реакции [n+2]-циклоприсоединения (n = 1–4) по [6,6]-связям, в том числе гетероциклических систем с участием атома азота, являются энергетически более выгодными, нежели присоединение по [6,5]-связям.<sup>1,2</sup> Конденсированные азотистые гетероциклы фуллерена C<sub>60</sub> проявляют широкий диапазон фото-, электрохимических, физических и химических свойств, которые могут быть использованы в различных областях медицины,<sup>3–6</sup> электронике,<sup>7</sup> нелинейной оптике и фотопреобразованиях солнечной энергии.<sup>8</sup>

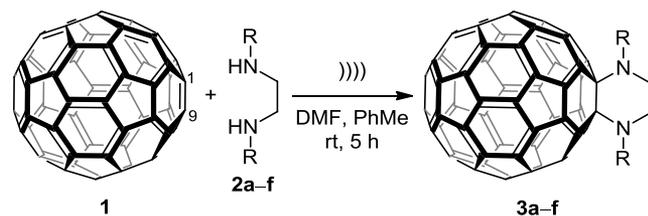
Из-за высокой реакционной способности аминов в реакциях нуклеофильного присоединения к фуллерену C<sub>60</sub> этот процесс протекает сложно, и состав продуктов реакции зависит от условий ее проведения. В большинстве реакций фуллерена C<sub>60</sub> с аминами образуются полиаддукты.<sup>9</sup> В реакциях фуллерена C<sub>60</sub> с 1,2-диаминами, даже при больших избытках последних, наличие короткого диметиленового мостика позволяет получить исключительно 1,2-моноаддукты пиперазинофул-

леренов.<sup>10–14</sup> Реакции нуклеофильного и радикального [4+2]-циклоприсоединения с вицинальными первичными<sup>10</sup> и вторичными<sup>2,11–14</sup> диаминами проведены с использованием каталитической,<sup>10,13</sup> термической<sup>2,11–13</sup> и фотохимической<sup>14</sup> активаций. В литературе нет примеров получения моноциклических пиперазинофуллеренов под действием ультразвука.

Недавно мы сообщали о сонохимическом синтезе трициклических пиперазинофуллеренов в реакциях циклических диаминов (пиперазина, 2-метилпиперазина, 2-оксопиперазина) с фуллереном C<sub>60</sub>.<sup>15</sup> В продолжение этих исследований в результате сонохимических реакций фуллерена C<sub>60</sub> (**1**) и бифункциональных ациклических вторичных аминов (*N,N'*-диметилэтилендиамина (**2a**), *N,N'*-диэтилэтилендиамина (**2b**), *N,N'*-диизопропилэтилендиамина (**2c**)) были получены моноциклические пиперазинсодержащие аддукты **3a–c** (табл. 1).

Соединения **3a,b** синтезированы ранее с выходами 40.8 и 3.5% соответственно термическим способом:<sup>11</sup> в атмосфере азота в течение 6–7 дней проводят реакцию при 80–85°C и еще дополнительно 5–8 дней при комнатной температуре. При проведении реакции при 80°C в присутствии катализатора (Cu(OAc)<sub>2</sub> с 4-диметиламинопиридином) за 4 ч реакции выход аддукта **3a** составил 14%.<sup>13</sup> В фотохимической реакции соединения **3a** удалось получить всего за 70 мин с выходом 32%.<sup>14</sup> В данной работе получено ранее неизвестное

**Таблица 1.** Выходы аддуктов **3a–c**, продуктов взаимодействия фуллерена  $C_{60}$  (**1**) с диаминами **2a–f** под действием ультразвука



Диамин	R	Соотношение 1:диамин	Продукт	Выход, %
<b>2b</b>	Et	1:2	<b>3b</b>	16
<b>2b</b>	Et	1:10	<b>3b</b>	45
<b>2b</b>	Et	1:10*	<b>3b</b>	45
<b>2b</b>	Et	1:10**	<b>3b</b>	46
<b>2b</b>	Et	1:10***	<b>3b</b>	20
<b>2b</b>	Et	1:10* <sup>4</sup>	<b>3b</b>	3
<b>2b</b>	Et	1:10* <sup>5</sup>	<b>3b</b>	0
<b>2a</b>	Me	1:10	<b>3a</b>	55
<b>2c</b>	<i>i</i> -Pr	1:10	<b>3c</b>	38
<b>2d</b>	<i>t</i> -Bu	1:10	<b>3d</b>	0
<b>2e</b>	Ph	1:10	<b>3e</b>	0
<b>2f</b>	H	1:10	<b>3f</b>	0

\* Атмосфера аргона.

\*\* Время реакции 8 ч.

\*\*\* Температура реакции 10°C.

\*<sup>4</sup> Без воздействия ультразвука.

\*<sup>5</sup> В отсутствие ДМФА.

соединение **3c**, которое не удалось получить при термическом способе активации.<sup>11</sup>

При взаимодействии *N,N*-диалкилэтилендиаминов **2a–c** с фуллереном  $C_{60}$  (**1**) при мольном соотношении исходных соединений **1:2a–c** = 1:10 на воздухе при комнатной температуре в среде PhMe–ДМФА, 5:1 (объемное соотношение) при воздействии ультразвука (22 кГц, 20 Вт) в течение 5 ч получены циклоаддукты **3a–c** (табл. 1) с максимальными выходами целевых соединений соответственно 55, 45 и 38%. Реакцию контролировали методом ВЭЖХ. Оптимальные экспериментальные условия были определены на примере модельной реакции взаимодействия диамина **2b** с фуллереном  $C_{60}$  (**1**).

Выход продукта реакции **3b** в 45% достигнут при мольном соотношении соединений **1:2b** = 1:10 при комнатной температуре на воздухе за 5 ч. Проведение реакции в инертной атмосфере не влияет на выход продукта. При уменьшении соотношения исходных реагентов **1:2b** до 1:2 резко снижается выход продукта **3b** (16%). Увеличение времени реакции до 8 ч при соотношении исходных реагентов **1:2b** = 1:10 приводит к уменьшению селективности реакции, и к молекуле фуллерена **1** присоединяются дополнительные молекулы *N,N*-диэтилэтилендиамина (**2b**). При температуре ниже комнатной (10°C) снижается скорость реакции, выход продукта не превышает 20%. Без воздействия ультразвука выход продукта **3b** не превысил 3%. Синтез соединения **3b** проводили в среде PhMe–ДМФА, 5:1 (объемное соотношение), так как в отсут-

ствии ДМФА реакция не идет. Реакции с *N,N*'-ди-*трет*-бутилэтилендиамином (**2d**) и *N,N*'-дифенилэтилендиамином (**2e**) не идут.

Соединение **2d** содержит электронодонорные метильные группы, которые увеличивают нуклеофильность вторичного атома азота. Однако пространственный объем молекулы **2d** оказывает решающее влияние и не позволяет адденду присоединиться к каркасу фуллерена. Электроноакцепторный эффект фенильного заместителя при атоме азота в соединении **2e** понижает его нуклеофильность, что существенно сказывается на его реакционной способности и не позволяет получить соответствующий циклоаддукт **3e**. Реакция с этилендиамином (**2f**), в отличие от реакции с участием диаминов **2d,e**, приводит к 100% конверсии фуллерена, но селективность реакции низкая, и полученная смесь продуктов растворяется только в полярных растворителях (ДМСО, ДМФА); разделить смесь и идентифицировать продукты не удалось.

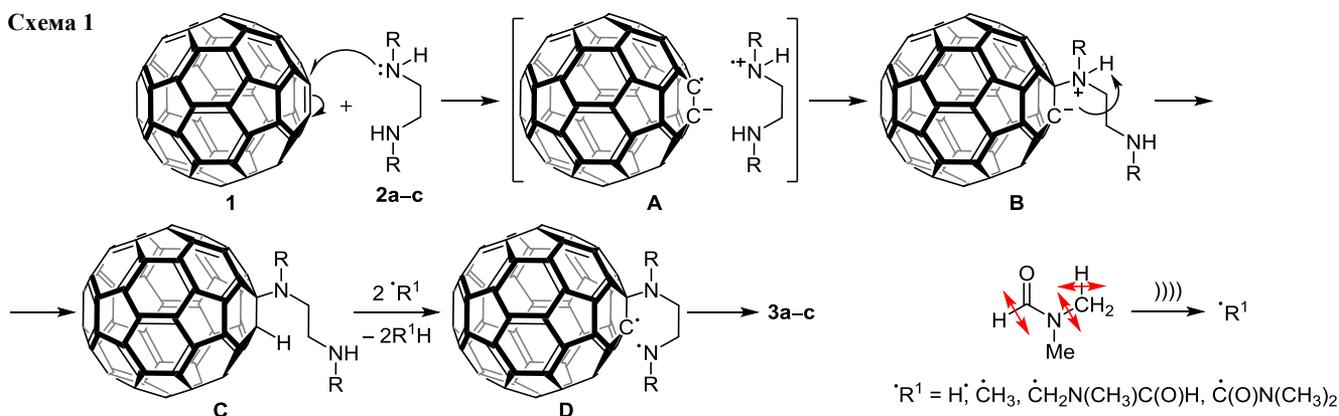
Методом препаративной ВЭЖХ из реакционного раствора выделены фракции продуктов реакции. Выделенные и хроматографически очищенные соединения **3a–c** являются твердыми веществами темно-коричневого цвета. Их структуры подтверждены с помощью одно- и двумерных (COSY, <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HSQC, <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC) методик ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C, УФ, ИК спектроскопии, состав соединений определен из данных масс-спектрометрии MALDI TOF/TOF. Данные спектров ИК и ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C соединений **3a,b** соответствуют литературным данным.<sup>2,11,14</sup>

В масс-спектре соединения **3b** зарегистрирован пик молекулярного иона с *m/z* 834.1163 (2%) [ $C_{60}(C_2H_5NCH_2CH_2NC_2H_5)]^+$  и фрагментный ионный пик с *m/z* 720.0000 (100%) [ $C_{60}]^+$ , обусловленный отщеплением *N*-замещенного пиперазинового фрагмента. В экспериментах <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C HMBC сигнал метиленовых протонов *N*-этильного заместителя соединения **3b** при 3.96 м. д. коррелирует с сигналом атома углерода метильной группы при 15.4 м. д., с сигналом атомов углерода метиленовых групп пиперазинового цикла при 43.3 м. д. и с сигналом *sp*<sup>3</sup>-гибридизованного атом углерода C-1 или C-9 фуллеренового каркаса при 81.0 м. д. Сигнал протонов метиленовых групп пиперазинового цикла при 4.04 м. д. коррелирует с сигналом атомов углерода этих же групп при 43.3 м. д., с сигналом атомов углерода метиленовой группы этильного заместителя при 49.3 м. д. и с сигналом *sp*<sup>3</sup>-гибридизованного атома углерода C-1 или C-9 фуллеренового каркаса при 81.0 м. д.

УФ спектр соединения **3b** содержит максимум поглощения при 422 нм, который характерен для [6,6]-моноаддуктов фуллерена  $C_{60}$  (**1**).<sup>16,17</sup> В ИК спектре соединения **3b** присутствуют полосы, соответствующие фуллереновому каркасу при 525, 575, 1193 и 1428 см<sup>-1</sup>, колебаниям групп CH<sub>2</sub> при 1453 и 2858–2958 см<sup>-1</sup> и связям C–N при 1138 см<sup>-1</sup>.

Вероятный механизм образования циклоаддуктов **3a–c** приведен на схеме 1. Известно, что взаимодействие аминов с фуллереном  $C_{60}$  (**1**) в отсутствие окислителей проходит ступенчато и сопровождается одноэлектронным переносом от молекулы амина на каркас фуллерена с образованием анион-радикала  $C_{60}^{\cdot-}$ , который

Схема 1



впервые экспериментально был зарегистрирован методами ЭПР и УФ спектроскопии в ИК области.<sup>9,18</sup> Далее для стерически затрудненных вторичных аминов, например, азакраун-эфиров,<sup>19</sup> происходят ковалентное связывание с фуллереном и внутримолекулярный перенос протона с образованием продукта гидроаминирования фуллерена.

Механизмы реакций фуллерена  $\text{C}_{60}$  (**1**) с участием диаминов, которые приводят к моноциклическим циклоаддуктам, экспериментально не изучены. Образование нейтральных и ионных радикальных интермедиатов предполагают на основании второстепенных данных: мотива присоединения адденда, влияния природы катализатора и инициатора. Так, в каталитической реакции синтеза соединения **3a** интермедиатом является азот-центрированный радикал диамина, который образуется в результате окислительного дегидрирования исходного диамина и, присоединяясь к каркасу фуллерена  $\text{C}_{60}$  (**1**), приводит к образованию фуллеренильного радикала.<sup>13</sup> При фотохимической активации синтеза соединения **3a** в качестве интермедиата предполагают образование анион-радикала  $\text{C}_{60}^{\cdot-}$ .<sup>14</sup> Ранее мы прямым методом ЭПР доказали факт переноса электрона в сонохимической реакции от молекулы пиперазина на каркас фуллерена с образованием анион-радикала  $\text{C}_{60}^{\cdot-}$ ,<sup>15</sup> имеющего характерный зеленый цвет.<sup>15,18</sup> В представленной работе в сонохимической реакции ациклических аминов **3a–c** с фуллереном  $\text{C}_{60}$  (**1**) на первых секундах реакции тоже происходит образование раствора зеленого цвета  $\text{C}_{60}^{\cdot-}$  (ионная пара **A**, схема 1). Далее в результате рекомбинации интермедиата **A** и катион-радикала амина происходит образование биполярного иона **B**, который в результате внутримолекулярного переноса протона от атома азота к атому углерода фуллерена  $\text{C}_{60}$  (**1**) приводит к образованию нейтрального продукта **C** (схема 1). Подобные продукты гидроаминирования образуются при использовании в реакции с фуллереном  $\text{C}_{60}$  аминов, имеющих объемные заместители.<sup>19</sup>

В изучаемой реакции образование циклических продуктов не происходит в отсутствие ДМФА. Подобный экспериментальный факт был зафиксирован нами ранее в сонохимической реакции циклических диаминов с фуллереном  $\text{C}_{60}$  (**1**).<sup>15</sup> Вероятно, либо ДМФА, либо продукты его сонолиза являются активными участниками реакции. Химические эффекты ультразвука связаны с кавитацией, в результате которой в растворе

образуются высокие концентрации чрезвычайно реакционноспособных радикалов и ионов.<sup>20</sup> При сонолизе ДМФА образуются радикалы ( $\cdot\text{C}\text{H}_3$ ,  $\cdot\text{C}\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_3)\text{C}(\text{O})\text{H}$ ,  $\cdot\text{C}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ) (схема 1), которые идентифицированы с применением радикальной ловушки (*N*-трет-бутил- $\alpha$ -фенилнитрона).<sup>21</sup> Вероятно, эти радикалы отщепляют атомы водорода от интермедиата **C** с образованием бирадикала **D**, последующая внутримолекулярная циклизация которого и приводит к продуктам **3a–c**. При замене ДМФА на ДМСО также образуются соответствующие циклоаддукты, выходы которых несколько ниже, чем при использовании ДМФА.

Таким образом, впервые разработан сонохимический способ синтеза *N*-замещенных пиперазинсодержащих моноаддуктов фуллерена  $\text{C}_{60}$ . Несомненным преимуществом совместного воздействия ультразвука и ДМФА, по сравнению с фото-, термо- и каталитическими способами активации химических реакций, является возможность получения ранее неизвестного соединения 1',4'-диизопропил-1',4',5',6'-тетрагидропиперазино-[2',3':1,9]( $\text{C}_{60}$ - $I_h$ )[5,6]фуллерена. Для синтеза известных соединений применение ультразвука позволяет сочетать мягкие условия (комнатная температура, присутствие воздуха) со значительным увеличением выхода продуктов и сокращением времени реакций. Предложен возможный механизм образования конечных циклоаддуктов фуллерена.

### Экспериментальная часть

ИК спектры записаны на приборе Bruker Vertex 70V в пленке из раствора  $\text{CHCl}_3$ . УФ-видимые спектры растворов ( $2.3 \cdot 10^{-5}$  М) в  $\text{CHCl}_3$  зарегистрированы на спектрометре PerkinElmer Lambda 750 (длина оптического пути 0.1 и 1 см). Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 500 (500 и 125 МГц соответственно). В качестве растворителя использованы  $\text{CDCl}_3$ - $\text{CS}_2$ , 3:1, а внутреннего стандарта – ТМС. Масс-спектры высокого разрешения записаны на приборе Bruker MALDI TOF/TOF Autoflex-III с лазерной десорбцией и регистрацией положительных ионов в отражательном режиме. В качестве матрицы использован *транс*-2-[3-(4-трет-бутилфенил)-2-метилпропен-2-илиден]малонитрил. Анализ ВЭЖХ проведен на хроматографе Hewlett Packard-1090 с УФ детектором ( $\lambda_{\text{макс}}$  340 нм) и колонкой Waters Buckyprep 4.6  $\times$  250 мм при температуре колонки 30°C, подвижная фаза – PhMe, скорость потока 1.0 мл/мин. Продукты реакций

разделены методом препаративной ВЭЖХ на хроматографе Altex-330 с УФ детектором ( $\lambda_{\text{max}}$  340 нм) с металлической колонкой Waters Cosmosil Вискупрегс 10 × 250 мм при комнатной температуре, подвижная фаза – PhMe, скорость потока 2.0 мл/мин.

В качестве источника ультразвуковых колебаний использован диспергатор ультразвуковой УЗДН-2Т (22 кГц, 20 Вт) с пьезоэлектрическим преобразователем и погружным титановым волноводом (диаметр излучающей поверхности 12 мм). Реакции проведены в стеклянном реакторе (100 × 35 мм), снабженным термостатируемой рубашкой для поддержания комнатной температуры.

В работе использован фуллерен C<sub>60</sub> (**1**) (99%, ООО "НеоТехПродукт", Санкт-Петербург); N,N'-диметилендиамин (**2a**) (98%), N,N'-диэтилэтилендиамин (**2b**) (99%), N,N'-диизопропилэтилендиамин (**2c**) (99%), N,N'-ди-трет-бутилэтилендиамин (**2d**) (98%), N,N'-дифенилэтилендиамин (**2e**) (98%) фирмы Sigma-Aldrich; PhMe, ДМФА марки "хч", этилендиамин (**2f**) марки "чда" (АО "Реахим Лтд").

**Синтез 1',4'-диалкил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллеренов 3a–c** (общая методика). К раствору 90 мг (0.125 ммоль) фуллерена **1** в 30 мл PhMe добавляют 1.25 ммоль диамина (0.135 мл диамина **2a**, 0.18 мл диамина **2b** или 0.23 мл диамина **2c**) и 6 мл ДМФА. Полученную смесь помещают в реактор с охлаждающей рубашкой и подвергают воздействию ультразвука 22 кГц (20 Вт) на воздухе при комнатной температуре в течение 5 ч. Исходный темно-фиолетовый раствор приобретает темно-коричневый цвет. После реакции раствор пропускают через колонку, заполненную небольшим слоем (~4 см) силикагеля. Продукт реакции выделяют с помощью препаративной ВЭЖХ. После удаления растворителя при пониженном давлении получают темно-коричневые порошки соединений **3a–c**.

**1',4'-Диметил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллерен (3a)**. Выход 55 мг (55%), т. пл. >300°C. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 732, 1050, 1183, 1431, 1446, 1465, 2796, 2842, 2878, 2942. УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 257 (5.07), 328 (4.55), 408 (3.78), 423 (3.64). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д.: 3.02 (6H, с, 2CH<sub>3</sub>); 3.98 (4H, с, (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 47.4; 52.3; 80.5 (C-1,9); 136.8; 139.9; 141.6; 142.4; 142.9; 143.0; 144.2; 144.9; 145.9; 146.4; 146.8; 151.9. Найдено,  $m/z$ : 806.0839 [M]<sup>+</sup>. C<sub>64</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>. Вычислено,  $m/z$ : 806.0839.

**1',4'-Диэтил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллерен (3b)**. Выход 47 мг (45%), т. пл. >300°C. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 525, 575, 1138, 1193, 1428, 1453, 1512, 1632, 2858, 2922, 2958. УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 257 (5.07), 327 (4.55), 408 (3.78), 422 (3.64). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (J, Гц): 1.53 (6H, т, J = 6.8, 2CH<sub>3</sub>); 3.96 (4H, к, J = 6.8, 2CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>); 4.04 (4H, с, (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 15.4 (CH<sub>3</sub>); 43.3 ((CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>); 49.3 (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>); 81.0 (C-1,9); 137.1; 137.7; 139.1; 141.6; 141.7; 142.5; 142.8; 143.0; 143.2; 145.0; 145.5; 145.7; 145.8; 145.9; 146.3; 146.6; 148.3; 152.9. Найдено,  $m/z$ : 834.1163 [M]<sup>+</sup>. C<sub>66</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>. Вычислено,  $m/z$ : 834.1151.

**1',4'-Диизопропил-1',4',5',6'-тетрагидропиразино[2',3':1,9](C<sub>60</sub>-I<sub>h</sub>)[5,6]фуллерен (3c)**. Выход 41 мг (38%), т. пл. >300°C. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 474, 525, 575,

591, 1080, 1149, 1180, 1193, 1385, 1435, 1463, 1506, 1633, 2852, 2920, 2959. УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$ , нм (lg  $\epsilon$ ): 258 (5.07), 332 (4.55), 404 (3.78), 424 (3.64). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (J, Гц): 1.31 (12H, д, J = 7.1, 4CH<sub>3</sub>); 3.46–3.59 (2H, м, 2CH); 4.10 (4H, с, (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 26.2; 46.3; 51.2; 78.0 (C-1,9); 135.1; 137.2; 140.2; 141.8; 142.9 (2C); 143.0; 143.9; 144.9; 145.5; 145.9; 146.3; 146.6; 151.9. Найдено,  $m/z$ : 862.1465 [M]<sup>+</sup>. C<sub>68</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>. Вычислено,  $m/z$ : 862.1465.

Файл сопроводительных материалов, содержащий спектры ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C и масс-спектры соединений **3a–c**, а также спектр <sup>1</sup>H–<sup>13</sup>C НМВС и УФ спектр соединения **3b**, доступен на сайте журнала <http://hgs.osi.lv>.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 19-03-00716a).

### Список литературы

- Hirsch, A. *Synthesis* **1995**, 895.
- Kampe, K.-D.; Egger, N.; Vogel, M. *Angew. Chem., Int. Ed.* **1993**, 32, 1174.
- Bosi, S.; Da Ros, T.; Spalluto, G.; Prato, M. *Eur. J. Med. Chem.* **2003**, 38, 913.
- Da Ros, T.; Prato, M. *Chem. Commun.* **1999**, 663.
- Kazakova, A. V.; Androsov, D. V.; Konev, A. S.; Khlebnikov, A. F. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2020**, 56, 875. [Химия гетероцикл. соединений **2020**, 56, 875.]
- Satoh, M.; Takayanagi, I. *J. Pharmacol. Sci.* **2006**, 100, 513.
- Li, Y.; Mao, Z.; Xu, J.; Yang, J.; Guo, Z.; Zhu, D.; Li, J.; Yin, B. *Chem. Phys. Lett.* **1997**, 265, 361.
- Lu, B.; Zhang, J.; Li, J.; Yao, J.; Wang, M.; Zou, Y.; Zhu, S. *Tetrahedron* **2012**, 68, 8924.
- Hirsch, A.; Li, Q.; Wudl, F. *Angew. Chem., Int. Ed.* **1991**, 30, 1309.
- Dzhemilev, U. M.; Ibragimov, A. G.; Tuktarov, A. R.; D'yakov, V. A.; Pudas, M.; Bergmann, U. *Russ. J. Org. Chem.* **2007**, 43, 375. [Журн. орган. химии **2007**, 43, 377.]
- Kampe, K.-D.; Egger, N. *Liebigs Ann. Chem.* **1995**, 115.
- Maggini, M.; Scorrano, G.; Bianco, A.; Toniolo, C.; Prato, M. *Tetrahedron Lett.* **1995**, 36, 2845.
- Lu, X.-W.; Xing, M.-L.; Miao, C.-B.; Li, J.-X.; Sun, X.-Q.; Yang, H.-T. *Org. Biomol. Chem.* **2015**, 13, 8405.
- Wang, N.-X. *Tetrahedron* **2002**, 58, 2377.
- Kinzyabaeva, Z. S.; Dmitriev, A. M.; Sabirov, D. Sh. *Fullerenes, Nanotubes, Carbon Nanostruct.* **2021**. DOI: 10.1080/1536383X.2021.1873782.
- Kinzyabaeva, Z. S.; Sabirov, D. S. *Ultrason. Sonochem.* **2020**, 67, 105169.
- Isaacs, L.; Wehrsig, A.; Diederich, F. *Helv. Chim. Acta* **1993**, 76, 1231.
- Wudl, F.; Hirsch, A.; Khemani, K. C.; Suzuki, T.; Allemand, P.-M.; Koch, A.; Eckert, H.; Srdanov, G.; Webb, H. M. *Fullerenes. Synthesis, Properties, and Chemistry of Large Carbon Clusters*; Hammond, G. S.; Kuck, V. J., Eds.; American Chemical Society: Washington, 1992, p 161.
- Davey, S. N.; Leigh, D. A.; Moody, A. E.; Tetler, L. W.; Wade, F. A. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1994**, 397.
- Suslick, K. S. In *Ultrasound: its Chemical, Physical, and Biological Effects*; Suslick, K. S., Ed.; VCH: New York, 1988, p. 123.
- Misik, V.; Riesz, P. *J. Phys. Chem.* **1994**, 98, 1634.