

Нитролиз *N*-алкилуротропиниевых солей

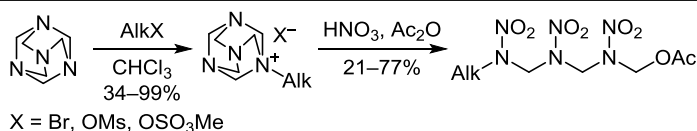
Павел С. Грибов¹, Анфиса Д. Гетманова^{1,2}, Алексей Б. Шереметев^{1*}

¹ Институт органической химии им. Н. Д. Зелинского РАН,
Ленинский пр., 47, Москва 119991, Россия; e-mail: sab@ioc.ac.ru

² Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева,
Миусская пл., 9, Москва 125047, Россия

Поступило 4.04.2022

Принято 14.04.2022

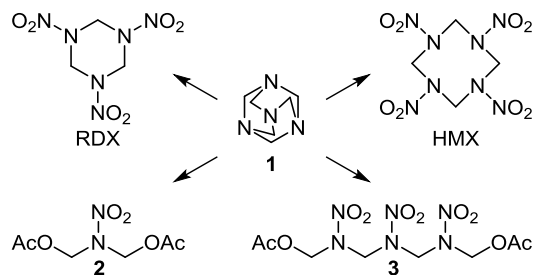


Разработан простой общий способ получения ацетатов 6-алкил-2,4,6-тринитро-2,4,6-триазагексан-1-олов обработкой доступных *N*-алкилуротропиниевых солей смесью HNO₃–Ac₂O.

Ключевые слова: *N*-алкилуротропиниевые соли, нитраминоспирты, кватернизация, нитролиз, ЯМР.

В то время как синтез гетероциклов из ациклических прекурсоров весьма распространен, реакции, при которых происходит расщепление гетероцикла с образованием полифункциональных линейных соединений, используется в практике органического синтеза значительно реже. Дешевым и доступным гетероциклическим прекурсором является уротропин (1,3,5,7-тетраазаадамантан) (**1**). Однако описан лишь узкий круг его реакций, которые используются в органическом синтезе.^{1–3} Так, нитролиз уротропина (**1**) смесью азотной кислоты с укусным ангидридом сопровождается частичной деструкцией этого каркасного соединения, приводя, в зависимости от условий, к тринитрогексагидротриазину (гексогену, RDX) или тетранитротетраметилтетрамину (октогену, HMX). В качестве побочных продуктов образуются линейные нитрамыны **2** и **3** (схема 1).^{4–6}

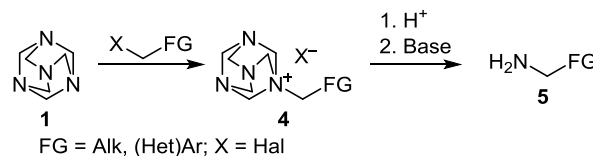
Схема 1



Кватернизированные уротропиниевые соли **4**, легко получаемые при обработке уротропина (**1**) алкилгалогенидами,

были использованы для получения широкого ассортимента *C*-функционализированных метиламинов **5** (реакция Делепина,⁷ схема 2).

Схема 2



В литературе нами обнаружено единственное упоминание о возможности деструктивного нитрования уротропиниевых солей. Так, в 1961 г. сообщалось, что обработка нитрата *N*-метилуротропина (**6a**) смесью HNO₃–Ac₂O приводит к образованию линейного нитрамина **7a** с умеренным выходом (~60%).⁸ Нитрат **6a** получали из иодида **4a** при действии AgNO₃ (схема 3). Аналогично было синтезировано соединение **7b**, содержащее *N*-этильный заместитель; выход соединения **7b**, однако, был существенно ниже (~15%).

Схема 3

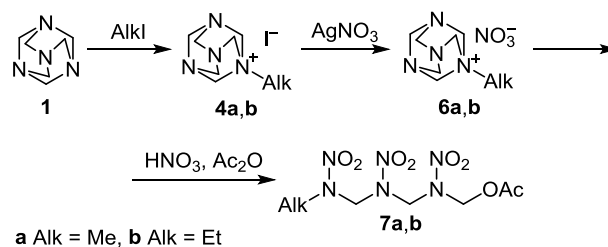
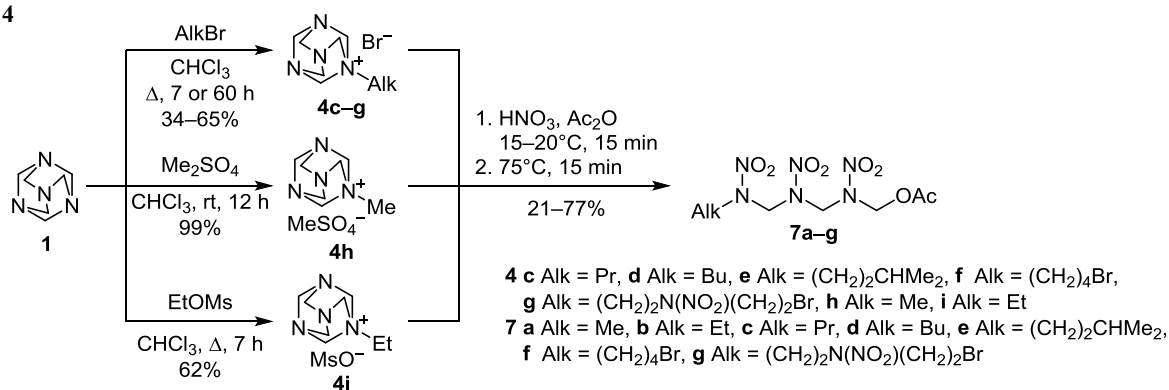


Схема 4



В продолжение нашего исследования^{9–13} разнообразных нитраминонов нами изучена возможность расширения и улучшения метода получения ацетатов нитраминоспиртов,¹⁴ представленного на схеме 3. Стадия превращения иодидов **4** в нитраты **6** с использованием AgNO₃ существенно удорожает этот процесс. Возможно ли при синтезе соединений **7** исключить стадию обмена аниона в иодидов **4** и превращения их в нитраты **6**? Для ответа на этот вопрос мы попытались провести нитрование иодидов **4a,b** различными нитрующими смесями, однако это не привело к получению желаемых продуктов **7** – образовывались многокомпонентные неразделимые смеси.

Нами обнаружено, что, в отличие от иодидов, бромиды четвертичных уротропиниевых солей подвергаются деструктивному нитрованию при обработке смесью HNO₃–Ac₂O (схема 4). Несмотря на то, что выходы очищенных алкилнитраминонов **7c–g** составляют 25–35%, простота этого протокола, доступность и дешевизна используемых бромидов делают его пригодным для получения разнообразных производных **7**.

Использование летучих метил- и этилбромидов не является удобным для синтеза уротропиниевых солей. Нами показано, что соединение **7a** удобнее получать из соли **4h**, образующейся при действии диметилсульфата на уротропин (**1**). Выход аналитически чистого образца **7a** составляет 27% против 21% в случае синтеза из соответствующего бромида. Используя мезилат **4i**, этильное производное **7b** было получено с выходом 77%, что более чем в три раза больше, чем при нитровании соответствующего бромида. Заметим, ранее уротропиниевые соли, содержащие какой бы то ни было сульфо-анион, не подвергались деструктивному нитрованию.

Таким образом, нами разработан простой метод получения ацетатов нитраминоспиртов, основанный на реакции нитролиза *N*-алкилуротропиниевых солей, сопровождающейся раскрытием гетероциклической системы и *N*-нитрованием. Показано, что результат реакции зависит от типа аниона уротропиниевой соли.

Экспериментальная часть

ИК спектры зарегистрированы на спектрометре Bruker ALPHA в таблетках KBr. Спектры ЯМР ¹H, ¹³C и ¹⁴N зарегистрированы на спектрометре Bruker AM-300

(300, 75 и 22 МГц соответственно) в ДМСО-*d*₆, внутренний стандарт ТМС для спектров ЯМР ¹H и ¹³C, MeNO₂ (0 м. д.) для спектров ЯМР ¹⁴N. Спектры соединений **4c–i** аналогичны спектрам, зарегистрированным ранее для других кватернизированных уротропиниевых солей.¹⁵ Элементный анализ выполнен на приборе PerkinElmer Series II 2400. Температуры плавления определены в плавильном блоке Gallenkamp и не исправлены. Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений осуществлен методом ТСХ на пластинах Sorbfil 60 F₂₅₄. Для колоночной хроматографии использовали силикагель Kieselgel 60 (0.04–0.063 мм).

Коммерческие уротропин (**1**) и алкилирующие реагенты использованы без дополнительной очистки. *N,N*-Бис(2-бромэтил)нитрамин получен по литературной методике.¹⁶

Синтез *N*-алкилуротропиниевых солей 4c–f,i (общая методика). Раствор 2.80 г (20 ммоль) уротропина (**1**) и 30 ммоль этилмезилата или соответствующего алкилбромидов в 35 мл CHCl₃ кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 7 ч. Выпадение осадка соли начинается уже при нагреве реакционной смеси до кипения. Каждый час осадок отфильтровывают из кипящей реакционной смеси. Объединенный осадок промывают CHCl₃, перекристаллизовывают из EtOH и высушивают над P₂O₅.

Бромид 1-пропил-1,3,5,7-тетраазаадамantan-1-ия (4c). Выход 2.79 г (53%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 167–168°C (с разл.). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3520, 3432, 3431, 3004, 2977, 2949, 2881, 2068, 1638, 1465, 1400, 1326, 1283, 1264, 1234, 1126, 1036, 1026, 994, 956, 911, 817, 782, 737. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 0.82 (3H, т, *J* = 7.3, CH₃); 1.64–1.72 (2H, м, CH₂); 2.76–2.81 (2H, м, CH₂); 4.52 (3H, д, *J* = 12.3) и 4.62 (3H, д, *J* = 12.5, 3CH₂); 5.16 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 11.0; 12.9; 57.1; 69.8; 77.6. Найдено, %: С 41.13; Н 7.32; N 21.38. C₉H₁₉BrN₄. Вычислено, %: С 41.07; Н 7.28; N 21.29.

Бромид 1-бутил-1,3,5,7-тетраазаадамantan-1-ия (4d). Выход 2.60 г (47%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 156–158°C (с разл.) (т. пл. 156–158°C¹⁷). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3467, 3435, 2959, 2875, 1634, 1467, 1405, 1379, 1364, 1309, 1266, 1231, 1129, 1062, 1043, 993, 943, 823, 786, 757, 709. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.

(*J*, Гц): 0.93 (3H, т, *J* = 7.2, CH₃); 1.22–1.35 (2H, м, CH₂); 1.59–1.70 (2H, м, CH₂); 2.82–2.88 (2H, м, CH₂); 4.52 (3H, д, *J* = 12.4) и 4.62 (3H, д, *J* = 12.5, 3CH₂); 5.18 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 13.3; 19.6; 21.0; 55.3; 69.8; 77.5. Найдено, %: С 43.41; Н 7.70; N 20.15. C₁₀H₂₁BrN₄. Вычислено, %: С 43.33; Н 7.64; N 20.21.

Бромид 1-изопентил-1,3,5,7-тетраазаадамантан-1-ия (4e). Выход 1.98 г (34%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 187–188°C (с разл.). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3433, 2958, 2930, 2871, 2791, 2724, 2539, 1632, 1462, 1400, 1375, 1310, 1288, 1271, 1252, 1237, 1220, 1203, 1127, 1054, 1005, 977, 947, 867, 817. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 0.92 (6H, д, *J* = 5.7, 2CH₃); 1.53–1.58 (3H, м, CH₂CH); 2.83–2.89 (2H, м, NCH₂); 4.50 (3H, д, *J* = 12.3) и 4.62 (3H, д, *J* = 12.5, 3CH₂); 5.12 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 22.5; 26.4; 27.7; 54.9; 70.3; 78.1. Найдено, %: С 45.45; Н 8.02; N 19.17. C₁₁H₂₃BrN₄. Вычислено, %: С 45.37; Н 7.96; N 19.24.

Бромид 1-(4-бромбутил)-1,3,5,7-тетраазаадамантан-1-ия (4f). Выход 4.63 г (65%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 156–158°C (с разл.) (т. пл. 140–160°C¹⁸). ИК спектр, ν, см⁻¹: 2987, 2964, 2936, 2886, 1633, 1464, 1427, 1397, 1371, 1355, 1258, 1231, 1128, 1049, 1024, 1000, 975, 941, 824, 782, 747. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.73–1.88 (4H, м, CH₂CH₂); 2.87 (2H, уш. т, *J* = 8.1, CH₂); 3.58 (2H, уш. т, *J* = 5.9, CH₂); 4.52 (3H, д, *J* = 12.4) и 4.62 (3H, д, *J* = 12.6, 3CH₂); 5.16 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 18.1; 29.5; 33.7; 54.7; 69.8; 77.7. Найдено, %: С 33.70; Н 5.58; N 15.79. C₁₀H₂₀Br₂N₄. Вычислено, %: С 33.73; Н 5.66; N 15.73.

Метилсульфонат 1-этил-1,3,5,7-тетраазаадамантан-1-ия (4i). Выход 4.27 г (62%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 154–155°C (EtOH). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3021, 2984, 2961, 2933, 2387, 2221, 1473, 1331, 1302, 1272, 1204, 1186, 1132, 1043, 1025, 996, 902, 867, 827, 783, 769. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.20 (3H, т, *J* = 7.5, CH₃); 2.34 (3H, с, CH₃); 2.83–2.91 (2H, к, *J* = 7.5, CH₂); 4.48 (3H, д, *J* = 12.3) и 4.62 (3H, д, *J* = 12.5, 3CH₂); 5.07 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 5.2; 39.8; 50.9; 69.9; 77.3. Найдено, %: С 40.94; Н 7.67; N 21.12. C₉H₂₀N₄O₃S. Вычислено, %: С 40.89; Н 7.63; N 21.20.

Бромид 1-(5-бром-3-нитро-3-азапентил)-1,3,5,7-тетраазаадамантан-1-ия (4g). Раствор 2.8 г (20 ммоль) уротропина (**1**) и 5.52 г (20 ммоль) *N,N*-бис(1-бромэтил)-нитрамина в 35 мл CHCl₃ кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 60 ч (контроль по убыли исходного нитрамина, ТСХ: *R*_f 0.73 в CH₂Cl₂). Выпадение осадка начинается сразу после нагрева реакционной смеси до кипения. По окончании выдержки выпавший осадок соли отфильтровывают, промывают CHCl₃ (3 × 10 мл) и перекристаллизовывают из EtOH. Выход 4.24 г (51%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 168–169°C (с разл.). ИК спектр, ν, см⁻¹: 2978, 2890, 2788, 2725, 2533, 2384, 1715, 1632, 1511, 1461, 1409, 1382, 1373, 1333, 1299, 1282, 1270, 1225, 1177, 1132, 1046, 1011, 992, 953, 816, 785, 748. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 3.19 (2H, т, *J* = 7.2, CH₂Br); 3.77 (2H, т, *J* = 6.6, NCH₂); 4.25–4.35 (4H, м, NCH₂CH₂N); 4.55 (3H, д, *J* = 12.4); 4.65 (3H, д, *J* = 12.6, 3CH₂); 5.28 (6H, с,

3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 28.2; 43.2; 51.1; 52.7; 69.7; 78.1. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ, м. д.: –29.5 (NO₂); –346.5 (N⁺). Найдено, %: С 28.87; Н 4.77; N 20.15. C₁₀H₂₀Br₂N₆O₂. Вычислено, %: С 28.86; Н 4.84; N 20.20.

Метилсульфат 1-метил-1,3,5,7-тетраазаадамантан-1-ия (4h). Раствор 2.8 г (20 ммоль) уротропина (**1**) и 3.78 г (30 ммоль) диметилсульфата в 35 мл CHCl₃ перемешивают при комнатной температуре в течение 12 ч. Выпавший осадок продукта промывают CHCl₃ (3 × 10 мл) и высушивают над P₂O₅. Выход 5.28 г (99%), бесцветное аморфное вещество, т. пл. 150–152°C (с разл., EtOH) (т. пл. 158°C¹⁹). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3019, 2996, 2957, 2901, 2849, 2287, 1635, 1477, 1388, 1352, 1322, 1231, 1151, 1060, 1047, 1012, 993, 959, 821, 766, 739. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 2.49 (3H, с, CH₃); 3.42 (3H, с, OCH₃); 4.43 (3H, д, *J* = 12.1) и 4.63 (3H, д, *J* = 12.5, 3CH₂); 5.07 (6H, с, 3CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 42.1; 52.9; 69.7; 79.3. Найдено, %: С 36.17; Н 6.84; N 20.97. C₈H₁₈N₄O₄S. Вычислено, %: С 36.08; Н 6.81; N 21.04.

Синтез нитраминов 7a–g деструктивным нитрованием солей 4c–i (общая методика). При интенсивном перемешивании и температуре 15–20°C к смеси 2.6 мл (63.0 ммоль) 100% HNO₃ и 2.4 мл (25.9 ммоль) As₂O добавляют в течение 15 мин раствор (суспензию) ~7.0 ммоль соли 4c–i в минимальном количестве (3–20 мл) AsOH. По окончании дозировки смесь нагревают в течение 15 мин до 75°C и выдерживают в течение 15 мин при этой температуре, после чего охлаждают до 20°C и выливают в 40 мл ледяной H₂O. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают H₂O (2 × 10 мл), 5 мл холодного EtOH, 5 мл Et₂O и перекристаллизовывают из подходящего растворителя.

(2,4,6-Тринитро-2,4,6-триазагептан-1-ил)ацетат (7a). Выход 0.43 г (21%), бесцветные кристаллы, т. пл. 151–153°C (AcOH) (т. пл. 151–153°C⁸), *R*_f 0.2 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3064, 3015, 2957, 1747, 1566, 1524, 1444, 1418, 1375, 1282, 1254, 1238, 1222, 1198, 1137, 1100, 1028, 1012, 968, 938. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д.: 2.06 (3H, с, COCH₃); 3.44 (3H, с, NCH₃); 5.74 (2H, с, CH₂O); 5.79 (2H, с, CH₂NCH₃); 5.88 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 21.0; 65.4; 66.8, 72.6; 170.6. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ, м. д.: –32.4; –28.4 (NO₂). Найдено, %: С 24.39; Н 4.12; N 28.28. C₆H₁₂N₆O₈. Вычислено, %: С 24.33; Н 4.08; N 28.37.

(2,4,6-Тринитро-2,4,6-триазаоктан-1-ил)ацетат (7b). Выход 1.67 г (77%), бесцветные кристаллы, т. пл. 125–127°C (EtOH) (т. пл. 132–133°C⁸), *R*_f 0.25 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3052, 2993, 2946, 1749, 1561, 1449, 1419, 1371, 1281, 1219, 1187, 1132, 1103, 1025, 966, 938, 765. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.22 (3H, т, *J* = 6.9, CH₃); 2.07 (3H, с, COCH₃); 3.86–3.93 (2H, к, *J* = 6.9, NCH₂CH₃); 5.77 (2H, с, CH₂O); 5.80 (2H, с, NCH₂NCH₂CH₃); 5.89 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 11.6; 20.4; 47.8; 64.9; 65.6; 72.1; 170.1. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ, м. д.: –32.5 (NO₂). Найдено, %: С 27.12; Н 4.56; N 26.99. C₇H₁₄N₆O₈. Вычислено, %: С 27.10; Н 4.55; N 27.09.

(2,4,6-Тринитро-2,4,6-триазанонан-1-ил)ацетат (7c). Выход 0.82 г (36%), бесцветные кристаллы, т. пл. 113–

114°C (EtOH) (т. пл. 115–116°C²⁰), R_f 0.3 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3062, 3037, 2967, 2938, 2879, 1754, 1739, 1565, 1448, 1419, 1386, 1367, 1279, 1256, 1221, 1184, 1135, 1098, 1052, 1016, 1003, 934, 767. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 0.90 (3H, т, $J = 7.4$, CH₃); 1.61–1.74 (2H, м, CH₂CH₃); 2.07 (3H, с, COCH₃); 3.81 (2H, т, $J = 7.4$, NCH₂CH₂CH₃); 5.80 (2H, с, CH₂O); 5.81 (2H, с, NCH₂N(CH₂)₂CH₃); 5.90 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 10.8; 19.5; 20.5; 53.9; 64.9; 65.6; 72.1; 170.0. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ , м. д.: –32.8 (NO₂). Найдено, %: C 29.68; H 5.04; N 25.86. C₈H₁₆N₆O₈. Вычислено, %: C 29.63; H 4.97; N 25.92.

(2,4,6-Тринитро-2,4,6-триазадекан-1-ил)ацетат (7d). Выход 0.59 г (25%), бесцветные кристаллы, т. пл. 127–128°C (EtOH) (т. пл. 116°C²¹), R_f 0.25 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3040, 2962, 2935, 2875, 2361, 2341, 1746, 1589, 1566, 1531, 1453, 1417, 1369, 1281, 1210, 1139, 1109, 1060, 1021, 989, 961, 940, 857, 765. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 0.91 (3H, т, $J = 7.3$, CH₃); 1.24–1.37 (2H, м, CH₂CH₂CH₃); 1.57–1.67 (2H, м, CH₂CH₂CH₃); 2.06 (3H, с, COCH₃); 3.83 (2H, т, $J = 7.6$, NCH₂CH₂); 5.78 (2H, с, CH₂O); 5.79 (2H, с, NCH₂N(CH₂)₃CH₃); 5.88 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 14.0; 19.8; 21.0; 28.7; 52.7; 65.5; 66.1; 72.6; 170.6. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ , м. д.: –32.1 (NO₂). Найдено, %: C 32.05; H 5.41; N 24.92. C₉H₁₈N₆O₈. Вычислено, %: C 31.96; H 5.36; N 24.84.

(9-Метил-2,4,6-тринитро-2,4,6-триазадекан-1-ил)ацетат (7e). Выход 0.59 г (24%), бесцветные кристаллы, т. пл. 140–142°C (EtOH), R_f 0.2 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3039, 2960, 2933, 2875, 1746, 1590, 1566, 1530, 1453, 1416, 1369, 1281, 1209, 1178, 1141, 1106, 1069, 1019, 989, 960, 939, 858, 765. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 0.91 (6H, д, $J = 7.4$, 2CH₃); 1.49–1.63 (3H, м, CH₂CH); 2.06 (3H, с, COCH₃); 3.84 (2H, т, $J = 7.5$, NCH₂CH₂); 5.78 (2H, с, CH₂O); 5.79 (2H, с, NCH₂NCH₂CH₂); 5.88 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 20.9; 22.7 (2C); 25.9; 51.5; 65.5; 66.1; 72.6; 170.6. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ , м. д.: –32.1 (NO₂). Найдено, %: C 34.17; H 5.80; N 23.77. C₁₀H₂₀N₆O₈. Вычислено, %: C 34.09; H 5.72; N 23.85.

(10-Бром-2,4,6-тринитро-2,4,6-триазадекан-1-ил)ацетат (7f). Выход 0.76 г (26%), бесцветные кристаллы, т. пл. 110–112°C (MeOH), R_f 0.4 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3040, 2963, 1745, 1590, 1566, 1528, 1453, 1416, 1369, 1285, 1256, 1206, 1144, 1106, 1020, 989, 959, 939, 858, 765. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 1.79–1.86 (4H, м, CH₂CH₂); 2.07 (3H, с, COCH₃); 3.57 (2H, т, $J = 5.9$, CH₂Br); 3.89 (2H, т, $J = 6.6$, NCH₂CH₂); 5.79 (2H, с, CH₂O); 5.81 (2H, с, NCH₂NCH₂CH₂); 5.90 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 20.5; 25.1; 29.4; 34.3; 51.6; 64.9; 65.7; 72.1; 170.0. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ , м. д.: –32.7 (NO₂). Найдено, %: C 26.00; H 4.15; N 20.06. C₉H₁₇BrN₆O₈. Вычислено, %: C 25.91; H 4.11; N 20.15.

(11-Бром-2,4,6,9-тетранитро-2,4,6,9-тетраазаундекан-1-ил)ацетат (7g). Выход 0.77 г (23%), бесцветные кристаллы, т. пл. 151–152°C (EtOH), R_f 0.21 (CH₂Cl₂). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3051, 3031, 2929, 1748, 1572, 1513, 1457, 1446, 1421, 1364, 1280, 1255, 1213, 1146, 1106, 1078, 1020, 965, 944, 825, 763. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J , Гц): 2.07 (3H, с, COCH₃); 3.73 (2H, т, $J = 6.3$, CH₂Br); 4.08–4.29 (6H, м, 3CH₂); 5.78 (2H, с, CH₂O); 5.81 (2H, с, NCH₂NCH₂CH₂); 5.89 (2H, с, NCH₂N). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 20.5; 28.2; 49.3; 49.6; 52.8; 64.9; 65.9; 72.0; 170.1. Спектр ЯМР ¹⁴N, δ , м. д.: –29.2 (NO₂). Найдено, %: C 22.69; H 3.65; N 23.39. C₉H₁₇BrN₈O₁₀. Вычислено, %: C 22.65; H 3.59; N 23.48.

Файл сопроводительных материалов, содержащий спектры ЯМР ¹H, ¹³C и ¹⁴N синтезированных соединений, доступен на сайте журнала <http://hgs.osi.lv>.

Список литературы

- Kuznetsov, A. I.; Zefirov, N. S. *Russ. Chem. Rev.* **1989**, *58*, 1033.
- Кузнецов, А. И. В кн. *Успехи химии алмадана*; Химия: Москва, 2007, с. 194.
- Kaur, N.; Kishore, D. *J. Iran. Chem. Soc.* **2013**, *10*, 1193.
- Райт, Д. Ф. В кн. *Химия нитро- и нитрозогрупп*; Фойер, Г. М., Ред.; Мир: Москва, 1972, т. 1, с. 467.
- Орлова, Е. Ю. *Химия и технология бризантных взрывчатых веществ*; Химия: Ленинград, 1981, 3-е изд.
- Орлова, Е. Ю.; Орлова, Н. А.; Жилин, В. Ф.; Збарский, В. Л.; Шутов, Г. М.; Витковская, Л. И. *Октоген – термостойкое взрывчатое вещество*; Недра: Москва, 1975.
- Вацуро, К. В.; Мищенко, Г. Л. *Именные реакции в органической химии*; Химия: Москва, 1976, с. 167.
- Denkstein, J.; Kadeřábek, V. *Coll. Czech. Chem. Commun.* **1961**, *26*, 1373.
- Suponitsky, K. Yu.; Lyssenko, K. A.; Antipin, M. Yu.; Aleksandrova, N. S.; Sheremetev, A. B.; Novikova, T. S. *Russ. Chem. Bull.* **2009**, *58*, 2129.
- Sheremetev, A. B.; Aleksandrova, N. S.; Suponitsky, K. Yu.; Antipin, M. Yu.; Tartakovskii, V. A. *Mendeleev Commun.* **2010**, *20*, 249.
- Sheremetev, A. B.; Aleksandrova, N. S.; Bykov, A. A.; Struchkova, M. I. *Mendeleev Commun.* **2010**, *20*, 348.
- Sinditskii, V. P.; Smirnova, A. D.; Serushkin, V. V.; Aleksandrova, N. S.; Sheremetev, A. B. *ChemistrySelect* **2020**, *5*, 13868.
- Gribov, P. S.; Mikhailova, M. V.; Kon'kova, T. S.; Matyushin, Y. N.; Sheremetev, A. B. *Mendeleev Commun.* **2022**, *32*, 218.
- Gafarov, A. N.; Shakirova, G. T. *Russ. Chem. Bull.* **2009**, *58*, 2001.
- Farminer, A. R.; Webb, G. A. *Org. Magn. Reson.* **1976**, *8*, 102.
- Гафаров, А. Н.; Шакирова, Г. Т. Патент СССР 612928.
- Schulte, K. E.; Goes, M. *Arch. Pharm.* **1957**, *290*, 118.
- Brown, R. F.; van Gulick, N. M. *J. Am. Chem. Soc.* **1955**, *77*, 1083.
- Hahn, F. L.; Walter, H. *Chem. Ber.* **1921**, *54*, 1532.
- Reed, R. *J. Am. Chem. Soc.* **1958**, *80*, 439.
- Tartakovskiy, V. A.; Ermakov, A. S.; Sigai, N. V.; Vinogradov, D. B. *Russ. Chem. Bull.* **2000**, *49*, 1082.