

Посвящается профессору Ю.Г. Гололобову

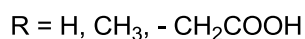
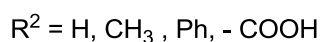
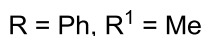
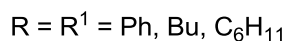
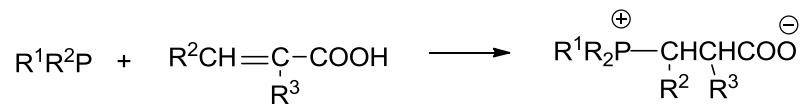
**СИНТЕЗ КАРБОКСИЛАТНЫХ ФОСФАБЕТАИНОВ НА ОСНОВЕ 3-
(ДИФЕНИЛФОСФИНО)ПРОПИОНОВОЙ КИСЛОТЫ И
НЕПРЕДЕЛЬНЫХ МОНОКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ**

**Ю.В. Бахтиярова, Р.Р. Миннуллин,
И.В. Галкина, Р.А. Черкасов, В.И. Галкин**

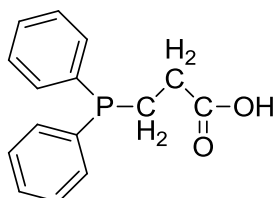
*Казанский (Приволжский) федеральный университет,
420008, Казань, ул. Кремлевская, 18; e-mail: vig54@mail.ru*

Исследованы реакции фосфорилирования 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислотой серии непредельных монокарбоновых кислот: акриловой, кротоновой, метакриловой и коричной. В результате проведенных реакций получены стабильные дикарбоксилатные фосфабетаины, структура которых установлена комплексом химических, физических и физико-химических методов исследования. Впервые изучено алкилирование 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты йодистым метилом, которое протекает легко с образованием соответствующей четвертичной фосфониевой соли.

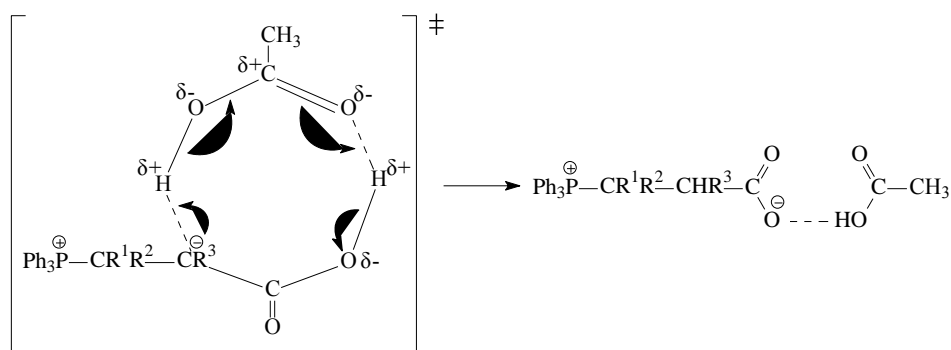
Ранее нами были описаны методы синтеза, результаты изучения строения и реакционной способности различных фосфабетаинов на основе третичных фосфинов и непредельных моно- и дикарбоновых кислот [1-10].



В настоящей работе с целью синтеза новых стабильных дикарбоксилатных фосфабетаинов на основе непредельных монокарбоновых кислот в качестве фосфорилирующего реагента - третичного фосфина мы впервые использовали 3-(дифенилфосфино)пропионовую кислоту, которая интересна тем, что содержит в своем составе помимо третичного атома фосфора еще и карбоксильную группу.



Согласно работам, проведенным в нашей исследовательской группе в области изучения кинетики и механизма взаимодействия третичных фосфинов с непредельными карбоновыми кислотами в различных реакционных средах было установлено, что процесс кватернизации атома фосфора зависит от природы растворителя и всегда требует участия третьей молекулы – протонодонора [11-14]. Интересно отметить, что карбоксильная группа субстрата не участвует в процессе кватернизации, а перенос протона осуществляется только от растворителя, либо от второй молекулы непредельной карбоновой кислоты.



Следовательно, можно было сделать предположение, что в данном случае протон карбоксильной группы фосфорилирующего реагента - 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты может выступать как дополнительный протонодонор реакционной смеси.

С этой целью были проведены реакции 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты с рядом монокарбоновых кислот, а именно с акриловой, кротоновой, метакриловой и коричной. Все изученные реакции приводят к образованию стабильных целевых продуктов I-IV. Характеристики полученных в этих реакциях дикарбоксилатных фосфабетаинов представлены в таблице 1. Строение доказано комплексом физических и физико-химических методов: ИК- и ЯМР ^1H , ^{31}P , ^{13}C -спектроскопией, ДСК-ТГ. Состав продуктов подтвержден данными элементного анализа, которые представлены в таблице 2.

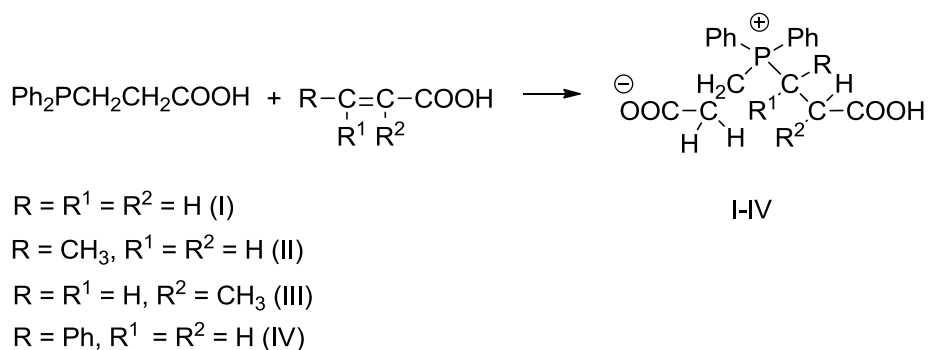


Таблица 1

Характеристика фосфабетаинов I - IV

Кислоты	ИК, ν см ⁻¹	ЯМР ^{31}P , м.д.п.	Тпл., °С	Растворимость

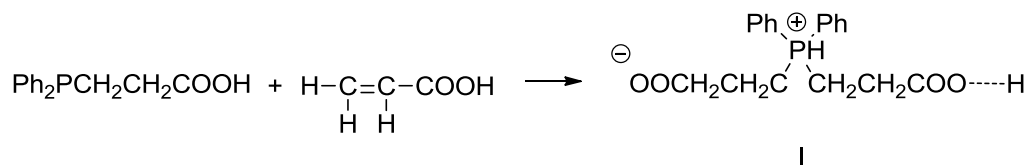
I	CH ₂ =CH-COOH	1680	28.4	221	H ₂ O, C ₂ H ₅ OH (t)
II	CH ₃ CH=CH-COOH	1630, 1710	35	176	H ₂ O, CH ₃ CN
III	CH ₂ =C(CH ₃)COOH	1620, 1680	27.1	79	H ₂ O, CH ₃ CN
IV	Ph-CH=CH-COOH	1590, 1700	31.2	193	H ₂ O, C ₂ H ₅ OH (t)

Таблица 2

Данные элементного анализа фосфобетаинов I - IV

	Вычислено, %	Найдено, %
I	C - 65.05; H - 5.85; P - 8.84	C - 65.27; H - 5.50; P - 9.09
II	C - 65.30; H - 5.50; P - 8.76	C - 65.43; H - 5.34; P - 8.84
III	C - 69.30; H - 5.13; P - 7.89	C - 69.48; H - 5.19; P - 7.76
IV	C - 70.40; H - 5.66; P - 7.64	C - 70.10; H - 5.34; P - 7.94

Реакция между 3-(дифенилфосфино)пропионовой и акриловой кислотой протекает легко в течение 3-5 минут в среде этилацетата, и в течение часа в среде ацетонитрила.



Очевидно, продукт I имеет симметричное строение относительно фосфониевого центра. Исходя из ИК спектров соединения I, в области 1680 см⁻¹ имеется одна уширенная полоса поглощения. Следовательно, продукт реакции не содержит карбоксилатной группы в чистом виде, стабильно проявляющейся около 1600 см⁻¹. Скорее всего, отрицательный заряд делокализован по двум карбоксильным группам двух соседних молекул и, таким образом, единственный протон равноудален от атомов кислорода обеих карбоксильных групп.

Спектры ЯМР ¹H и ¹³C дикарбоксилатного фосфобетаина I представлены на рис.1 и 2 соответственно.

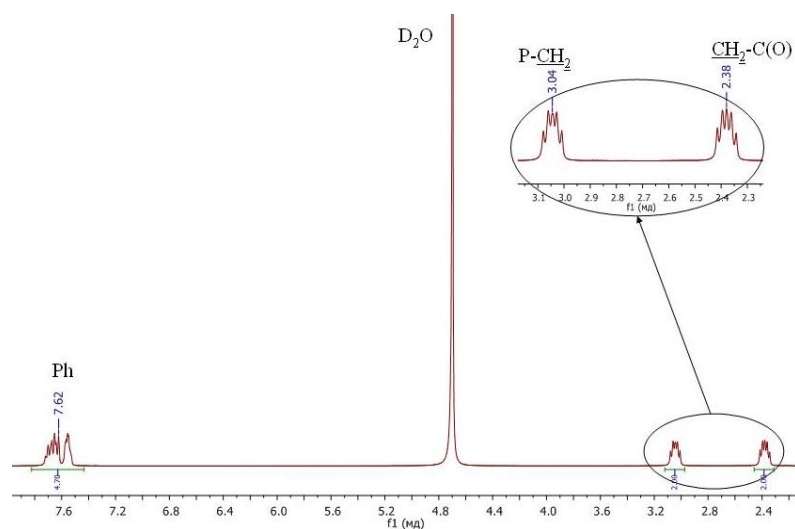


Рис. 1. Спектр ЯМР ^1H соединения I (D_2O , 400 МГц).

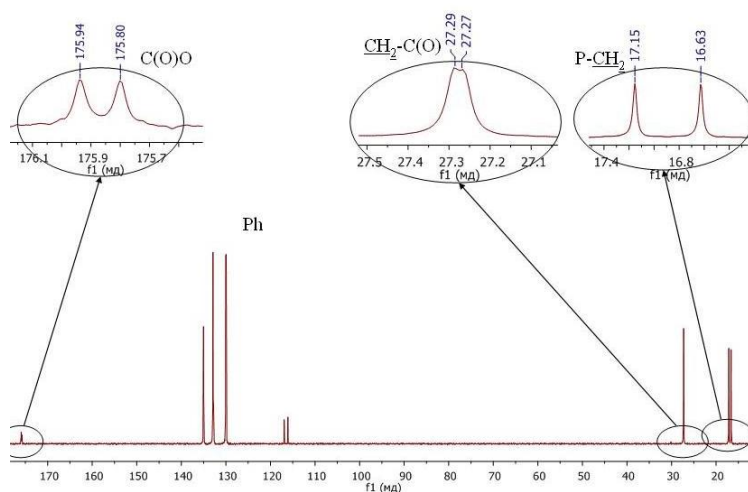
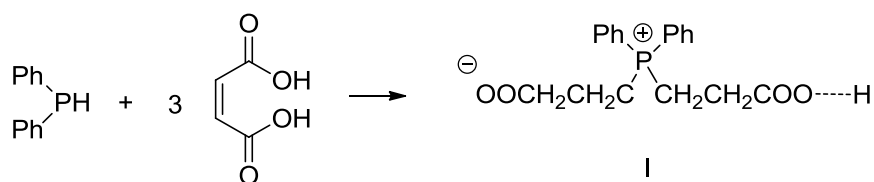


Рис. 2. Спектр ЯМР ^{13}C соединения I (D_2O , 100,6 МГц).

Необходимо отметить, что дикарбоксилатный фосфобетаин I был получен ранее в 1990 году датскими учеными [15], которые синтезировали его при взаимодействии дифенилфосфина и малеинового ангидрида. Фактически в реакцию вступала малеиновая кислота, так как для раскрытия ангидридного цикла авторы использовали водный раствор щелочи. Продукт I был получен при кипячении в среде ТГФ, при соотношении исходных реагентов 1:3. В этих условиях реакция протекает с выходом 58%, строение соединения I было доказано с помощью спектров ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{31}P , состав подтвержден элементным анализом. Однако авторами в работе не указана т.пл. полученного вещества.



Очевидно, что на первой стадии этой реакции происходит присоединение дифенилфосфина по С=С связи малеиновой кислоты с последующим декарбоксилированием и первоначальным образованием 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты - исходного третичного фосфина в нашем исследовании. Затем этот фосфин реагирует со второй молекулой малеиновой кислоты также по ее С=С связи с аналогичным декарбоксилированием α-карбоксильной группы промежуточного интермедиата с образованием уже дикарбоксилатного фосфабетаина I. Третья молекула малеиновой кислоты, возможно, служит внешним протонодонором в соответствии с изученным нами и представленным выше механизмом реакции.

ЯМР спектральные характеристики на различных ядрах ^1H , ^{13}C и ^{31}P (рис. 1 и 2) дикарбоксилатных фосфабетаинов, которые были синтезированы нами и датскими авторами [15] различными способами, полностью совпали. Кроме того, полученные нами данные элементного анализа полностью подтверждают состав фосфабетаина I.

Исследование термической стабильности дикарбоксилатного фосфабетаина I проведено совмещенным методом термогравиметрии и дифференциальной сканирующей калориметрии, сопряженной с квадрупольным масс-спектрометром (ТГ-ДСК-МС). Оно подтвердило высокую термическую стабильность продукта I. На полученной дериватограмме (рис. 3) фиксируется выраженный эндоэффект с максимумом при 236°C , который сопровождается потерей массы. При разрушении фосфабетаина I происходит выделение воды и углекислого газа. В интервале температур от 30°C до 226°C потери массы не наблюдается, что говорит о стабильности данного соединения.

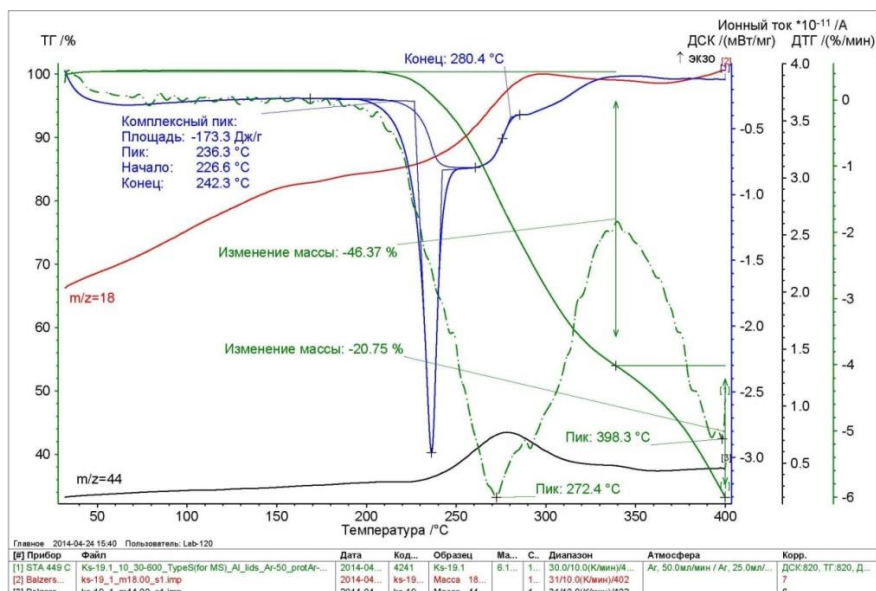
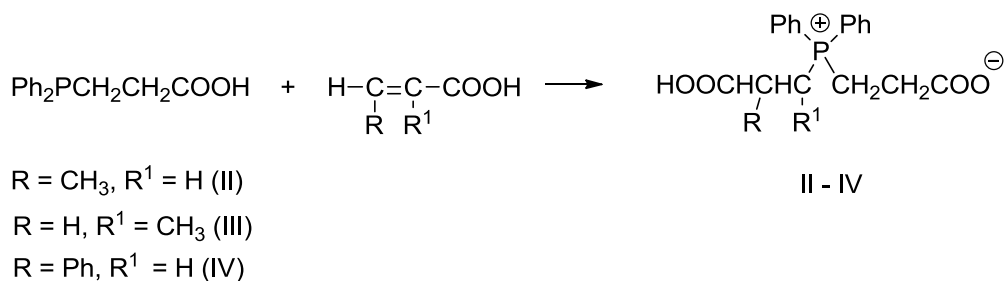


Рис. 3. Дериватограмма ДСК-ТГ фосфабетаина I.

Совсем другая картина наблюдается в реакциях 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты с кротоновой, метакриловой и коричной кислотами. Реакции протекают в течение суток в среде этилацетата или ацетонитрила, во всех случаях образуются белые стабильные кристаллические продукты II - IV.



В ИК спектре, отчетливо фиксируется наличие колебаний двух групп: карбоксильной при $1680\text{-}1700\text{ см}^{-1}$ и карбоксилатной при 1620 см^{-1} .

Таблица 3

ИК спектры дикарбоксилатных фосфабетаинов II - IV

№	Кислоты	Частоты, см^{-1}			
		$\nu(\text{C-O}^-)$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C-O})$	$\beta(\text{COH})$
II	$\text{CH}_3\text{CH}=\text{CH}-\text{COOH}$	1620	1700	1090	1210, 1355
III	$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COOH}$	1620	1710	1100	1260, 1360
IV	$\text{Ph}-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOH}$	1620	1680	1100	1270, 1350

По данным ЯМР ^{13}C спектроскопии во всех трех соединениях II - IV присутствуют два сигнала в области 175-180 м.д., которые расщепляются ядром атома фосфора, что также доказывает наличие двух групп: карбоксильной и карбоксилатной. В соединении I присутствует только один сигнал в области 175 м.д. в виде дублета (рис. 2). Это связано с тем, что молекула I обладает симметрией относительно фосфониевого центра и соответствующие атомы углерода являются магнитно эквивалентными. В спектре ЯМР ^1H соединения, например III (рис. 4) присутствуют сигналы всех групп протонов. В дополнение к этому, элементный анализ полностью подтверждает состав полученных нами соединений (табл. 2).

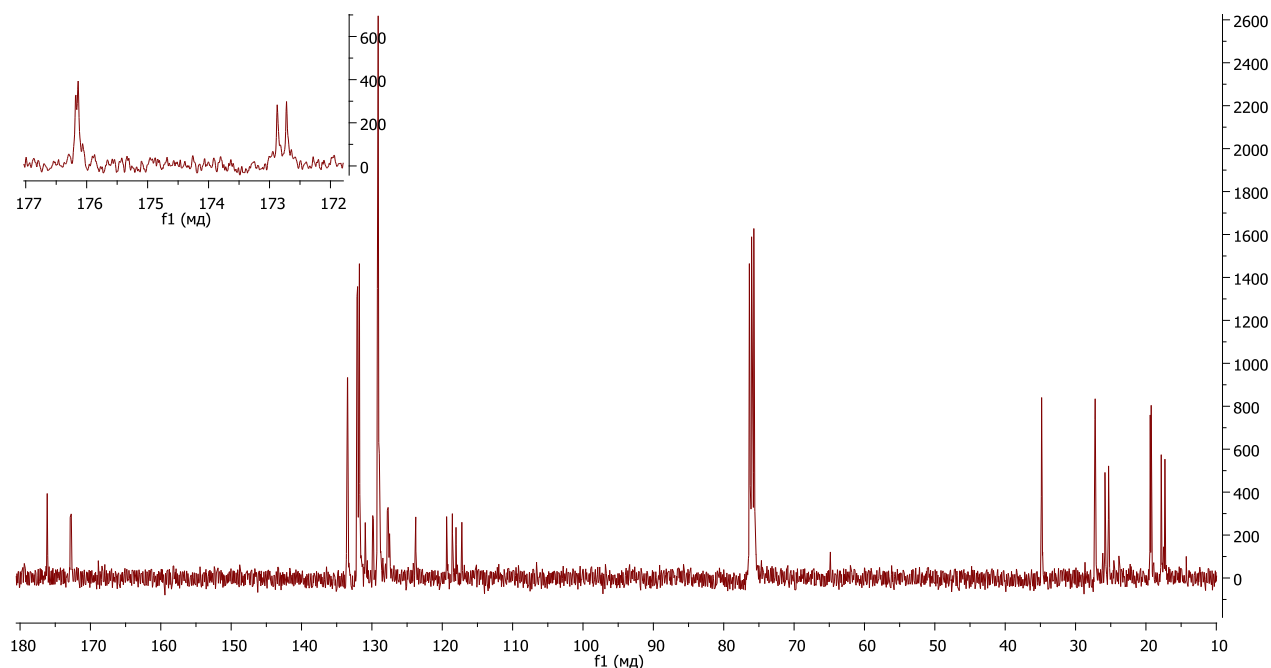


Рис. 4. Спектр ЯМР ^{13}C соединения III (CDCl_3 , 100,6 МГц).

Таким образом, нами синтезировано четыре новых дикарбоксилатных фосфабетаина на основе 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты и ряда непредельных монокарбоновых кислот. Данные соединения охарактеризованы и их структура полностью доказана.

Также ранее мы сообщали [3-6, 16], что фосфабетаины близкой структуры с различными заместителями у атома фосфора легко вступают в

реакции алкилирования с галоидными алкилами. Состав и строение образующихся фосфониевых солей были доказаны методами элементного анализа, ЯМР и ИК спектроскопии и данными рентгеноструктурного анализа. В настоящем исследовании мы провели реакцию алкилирования соединения I йодистым метилом. При этом в качестве растворителя использовали непосредственно сам йодистый метил, но дикарбоксилатный фосфатаин в нем растворялся ограниченно. Однако, после добавления в реакционную смесь небольшого количества этанола фосфатаин полностью растворился. В ходе реакции наблюдалось декарбоксилирование, реакционная смесь в виде маслообразного продукта приобрела красный цвет. В ЯМР ^{31}P полученной соли фосфония наблюдается сигнал четвертичного атома фосфора в области 24 м.д. Кроме того, в ЯМР спектрах ^1H и ^{13}C присутствуют сигналы всех групп протонов и атомов углерода соответственно (рис. 5 и 6). Факт декарбоксилирования в ходе реакции косвенно подтверждает наличие двух карбоксильных групп в исходном соединении V.

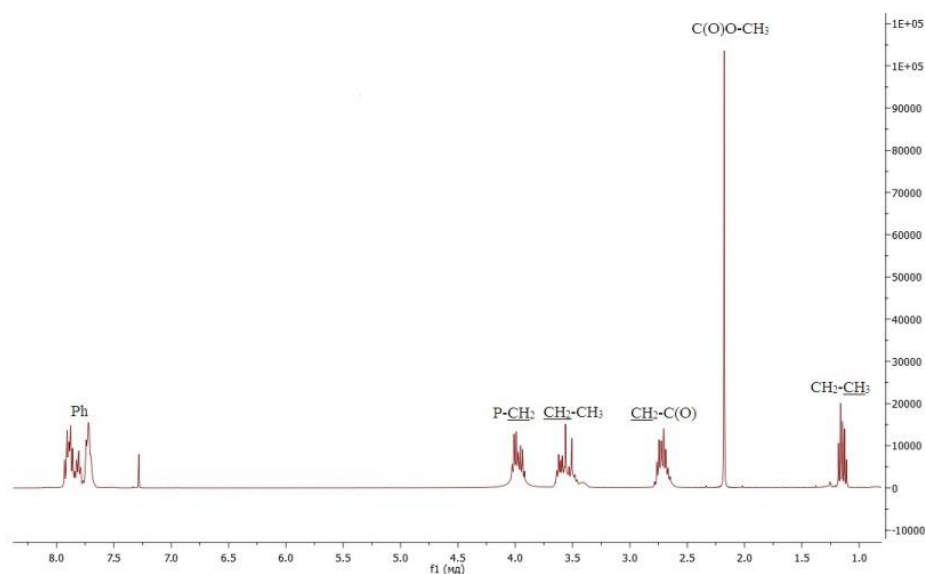
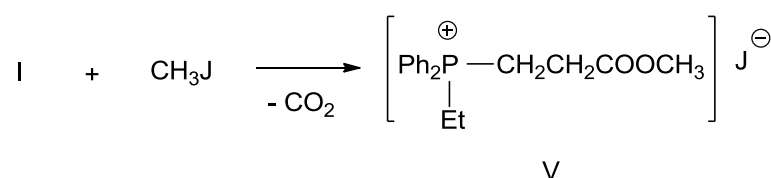


Рис. 5. Спектр ЯМР ^1H соединения V (CDCl_3 , 400 МГц).

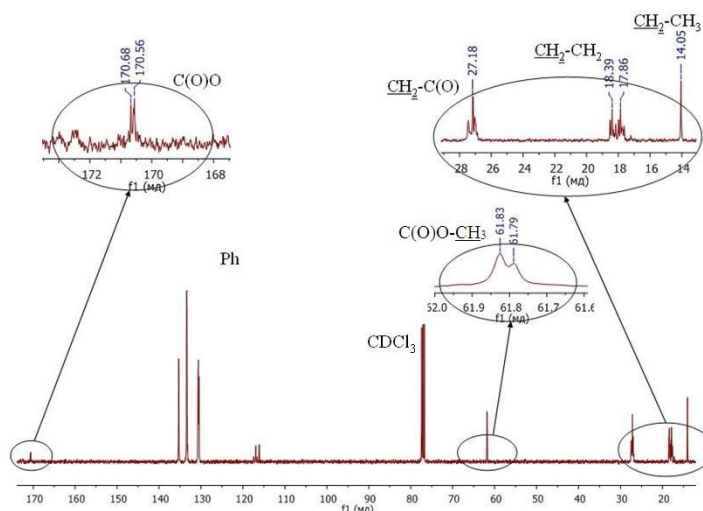
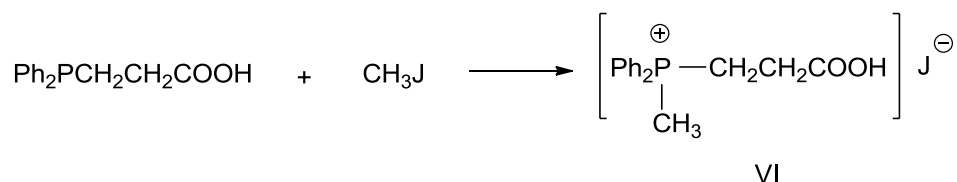


Рис. 6. Спектр ЯМР ^{13}C соединения V (CDCl_3 , 100,6 МГц).

Особый интерес вызвала реакция алкилирования самого фосфорилирующего реагента - 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты йодистым метилом. В результате этого взаимодействия образовалась соответствующая фосфониевая соль - карбоксиэтилметилдифенилфосфоний йодид VI, которая представляет собой кристаллический продукт желтого цвета с т.пл. 138°C .



Состав и строение образующейся фосфониевой соли было доказано методами элементного анализа, ЯМР, ^1H , ^{13}C , ^{31}P и ИК спектроскопии.

Таким образом, изученные реакции алкилирования позволяют присоединять различные радикалы к третичному атому фосфора, образуя соответствующие фосфониевые соли. Ранее нами было показано [17], что при переходе от низших к высшим алкильным заместителям, начиная с 10 и до 18 атомов углерода, возрастает биологическая активность солей фосфония, что открывает широкие возможности синтеза новых биологически активных веществ и будет предметом дальнейших исследований.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{31}P регистрировали на приборе Bruker Avance-400. Химические сдвиги определялись относительно внешних стандартов в CDCl_3 .

ИК-спектры снимали на приборе ИК-Фурье-спектрометр IR Prestige-21 в диапазоне $400\text{-}3700\text{ см}^{-1}$ в вазелиновом масле и в жидкой пленке между пластинами KBr.

Индивидуальность и термическая устойчивость синтезированных соединений изучена совмещенным методом ТГ-ДСК. Дериватограммы записаны на синхронном микротермоанализаторе STA 449C Jupiter (Netzsch, Германия), сопряженном с квадрупольным масс-спектрометром QMS 403C Aeolos (Netzsch, Германия), со скоростью нагрева образца 10°C в минуту в среде аргона.

Синтез 3-((2-карбоксиэтил)дифенилфосфоранил)пропаноата I.

К раствору 0.3 г (0.0012 моль) тридифенилфосфинпропановой кислоты в 5 мл ацетонитрила при комнатной температуре и постоянном перемешивании прикапывали раствор 0.08 г (0.0012 моль) акриловой кислоты в 3 мл того же растворителя. После завершения реакции выпавший белый порошок продукта I многократно промывали абсолютным диэтиловым эфиром от исходных соединений и высушивали в вакууме, т.пл. 236°C . Выход: 0.458 г (80.86%). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1680 (COO^-). Спектр ЯМР ^1H (D_2O), δ , м.д.: фосфабетаин I: 2.38-2.45 м (4H, $\text{CH}_2\text{-C(O)}$), 3.04-3.11 м (4H, P-CH_2), 7.57-7.76 м (10H, Ar-P). Спектр ЯМР ^{13}C (D_2O), δ_{C} , м.д.: 16.73 ($^1J_{\text{P-C}}$ 53 Гц), 27.28 ($^2J_{\text{P-C}}$ 3 Гц), 175.87 ($^3J_{\text{P-C}}$ 14.5 Гц), 116.51 ($^1J_{\text{P-C}}$ 85 Гц), 129.99 ($^2J_{\text{P-C}}$ 13 Гц), 132.86 ($^3J_{\text{P-C}}$ 10 Гц), 135.03 ($^4J_{\text{P-C}}$ 3 Гц). Спектр ЯМР ^{31}P (D_2O), δ_{P} , м.д.: 26.5. Найдено, %: C 66.27; H 5.50; P 9.09. $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{O}_4\text{P}$. Вычислено, %: C 65.45; H 5.85; P 9.39.

Синтез 3-((2-карбоксипропил)дифенилфосфонио)пропаноата II.

К раствору 0,5 г (0,0016 моль) 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты в 5 мл ацетонитрила прикапывали раствор 0,17 г (0,0016 моль) кротоновой кислоты в 3 мл ацетонитрила. Реакционную смесь выдержали при комнатной температуре в течение недели, после чего на стенках колбы образовались кристаллы II, которые промыли на воронке Шотта диэтиловым эфиром, высушили в вакууме. Кристаллы имеют т.пл. 176°C, бесцветные. Структура продукта II подтверждена методами ИК, ЯМР ^{31}P , ^{13}C и ^1H спектроскопии. Выход: 0.496 г (74.03 %). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1630 с (COO^-), 1710 с (COOH). Спектр ЯМР ^1H (D_2O , δ , м.д.): 1.09-1.16 д.д. (3H, CH_3), 1.9-1.99 м (2H, P- CH_2), 2.29-2.43 м (1H, P- CH), 2.56-2.68 м (2H, P- CH-CH_2), 3.00-3.07 м (2H, P- $\text{CH}_2\text{-CH}_2$), 7.38-7.76 м (10H, Ar-P). Спектр ЯМР ^{13}C (D_2O), δ_{C} , м.д.: 12.5 (CH-CH_3 , $^2J_{\text{CP}}$ 2 Гц), 15.96 (P- CH_2 , $^1J_{\text{CP}}$ 52 Гц), 23.56 (P- CH-CH_3 , $^1J_{\text{CP}}$ 72 Гц), 26.30 (P- $\text{CH}_2\text{-CH}_2$, $^2J_{\text{CP}}$ 3 Гц), 27.05 (P- CH-CH_2 , $^2J_{\text{CP}}$ 3 Гц), 175.3 (C(O)O , $^3J_{\text{CP}}$ 17 Гц), 176.42 (C(O)O , $^3J_{\text{CP}}$ 15 Гц) 114.26 ($^1J_{\text{CP}}$ 84 Гц), 129.75 ($^2J_{\text{CP}}$ 12 Гц), 130.08 ($^3J_{\text{CP}}$ 11 Гц), 132.93 ($^4J_{\text{CP}}$ 3 Гц). Спектр ЯМР ^{31}P (D_2O , δ , м.д.): 33.48 м.д. Найдено, %: С 65.43, Н 5.34, Р 8.84. $\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{O}_4\text{P}$. Вычислено, %: С 65.30, Н 5.50, Р 8.76.

Синтез 3-((1-карбоксипропан-2-ил)дифенилфосфино)пропаноата III.

К раствору 0,5 г (0,0019 моль) 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты в 5 мл ацетонитрила прикапывали раствор 0,17 г (0,0020 моль) метакриловой кислоты. Реакционную смесь выдерживали в течение недели при комнатной температуре. Растворитель отогнали в вакууме. Образовалось кристаллическое вещество III. Осадок промыли диэтиловым эфиром, сушили на воронке Шотта т.пл. 79°C. Строение продукта III подтверждено методами ИК, ЯМР ^{31}P , ^{13}C и ^1H спектроскопии. Выход (0.453 г) 67.16%. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1620 (COO^-), 1680 (COOH). Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3) δ , м.д.: 1.15 д (3H, CH_3), 2.37-2.49 м (1H, $\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)$), 2.54 д (2H, P- $\text{CH}_2\text{-CH}$), 2.61 м (2H, P- CH_2CH_2), 3.28 м (2H, $\text{CH}_2\text{-C(O)}$), 7.49-7.74 м (10H, Ph-P), 8.5 уш.с (1H, OH). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3) δ_{C} , м. д: 17.56 ((P- CH_2CH_2), $^1J_{\text{PC}}$ 52 Гц), 25.56 ((P- CH_2CH), $^1J_{\text{PC}}$ 51 Гц), 19.32 ((P- CH_2CH), $^2J_{\text{PC}}$ 9 Гц), 27.21 ((P- CH_2CH_2), $^2J_{\text{P-C}}$ 3 Гц), 34.8 (CH_3), 172.80 (C(O)O ,

$^3J_{PC}$ 3.75 Гц), 176.16 (C(O)O, $^3J_{PC}$ 15.27 Гц), 116.51 ($^1J_{PC}$ 85 Гц), 129.99 ($^2J_{PC}$ 13 Гц), 132.86 ($^3J_{PC}$ 10 Гц), 135.03 ($^4J_{PC}$ 3 Гц). Спектр ЯМР ^{31}P (CDCl₃) δ_P , м. д.: 27,1. Найдено, %: С 69.48, Н 5.19, Р 7.76. C₁₉H₂₁O₄P. Вычислено, %: С 69.70, Н 5.13, Р 7.89.

Синтез 3-((2-карбокси-2-фенилэтил)дифенилфосфио)пропаноата IV.

К раствору 0,3 г (0,0012 моль) 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты в 5 мл этилацетата прикапывали раствор 0,17 г (0,0012 моль) коричной кислоты в 3 мл этилацетата. Реакционную смесь выдержали при комнатной температуре в течение двух дней, после чего выпал осадок белого цвета IV. Осадок промыли диэтиловым эфиром и высушили в вакууме. Выход (0.512 г) 76.12%, т. пл. 193-197°C. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1590 (COO⁻), 1700 (COOH). Спектр ЯМР 1H (D₂O) δ , м.д.: 3.61-3.72 м (1H, P-CH(Ph)), 3.52 д.д. (2H, P-CH-CH₂), 2.58 м (2H, P-CH₂CH₂), 3.44 м (2H, P-CH₂CH₂), 7.35-7.81 м (15H, Ph).

Спектр ЯМР ^{13}C (D₂O) δ_C , м. д: 16.75 (PCH₂CH₂), 27.03 (PCH₂CH₂), 65.72 (PCHCH₂), 35.27 (PCHCH₂), 174.50 (C(O)O), 177.16 (C(O)O). Спектр ЯМР ^{31}P (H₂O) δ_P , м. д.: 30,77. Найдено, %: С 70.1, Н 5.34, Р 7.94. C₁₉H₂₁O₄P. Вычислено, %: С 70.4, Н 5.66, Р 7.64.

Синтез этил(3-метокси-3-оксопропил)дифенилфосфоний иодид V.

К раствору 0.4 г (0.0012 моль) бетаина I в 1.5 мл этилового спирта добавили 0.07 мл (0.0012 моль) йодистого метила. Реакционную смесь выдерживали при комнатной температуре в течение двух недель, после чего она приобрела красный цвет. В ходе реакции наблюдалось декарбоксилирование. Растворитель удалили в вакууме. Продукт является маслом. Спектр ЯМР 1H (CDCl₃), δ , м. д.: 1.14 т (3H, P-CH₂-CH₃), 2.18 с (3H, C(O)-CH₃), 2.71 т (2H, P-CH₂-CH₂), 3.55 кв. (2H, P-CH₂-CH₃), 3.97 т (2H, CH₂-C(O)), 7.65-7-87 м (10H, PhP). Спектр ЯМР ^{13}C (D₂O), δ_C , м. д.: 14.05 (PCH₂CH₃), 17.81 (PCH₂CH₃), 18.39 (PCH₂CH₂), 27.17 (PCH₂CH₂), 61.81 (OCH₃), 116.51 (PhP, $^1J_{PC}$ 84 Гц), 130.58 (PhP, $^2J_{PC}$ 20 Гц), 133.41 (PhP, $^3J_{P-C}$ 9 Гц), 135.29 (PhP, $^4J_{P-C}$ 2 Гц), 170.62 (C(O)O). Спектр ЯМР ^{31}P (H₂O), δ_P , м. д.: 27.37.

(2-Карбоксиэтил)(метил)дифенилфосфониум иодид VI.

К раствору 0,5 г (0,0019 моль) 3-(дифенилфосфино)пропионовой кислоты в 1,5 мл ацетонитрила добавили 0,17 мл (0,0019 моль) йодистого метила. Реакционную смесь выдерживали при комнатной температуре в течение недели, после чего она приобрела желтый цвет. Отогнули растворитель в вакууме. Образовался осадок желтого цвета. Осадок промыли диэтиловым эфиром и высушили на воронке Шотта. Выход: 0,605 г (79,6%). т. пл. 138°C. Получить результаты ИК спектроскопии не удалось, т.к. продукт не растирался в вазелиновом масле. Спектр ЯМР ^1H (D_2O), δ , м. д.: 2.42 д (3H, P-CH_3 , $^1J_{\text{PH}}$ 13.89 Гц), 2,54-2.61 м (2H, PCH_2), 3.06-3.13 м (2H, $\text{CH}_2\text{C(O)}$), 7.55-7.73 м (10H, PhP). Спектр ЯМР ^{13}C (D_2O), δ_{C} , м. д.: 6.0 (PCH_3 , $^1J_{\text{PC}}$ 56.28 Гц), 18.0 (PCH_2 , $^1J_{\text{PC}}$ 55.5 Гц), 26.4 ($\text{CH}_2\text{-C(O)}$, $^2J_{\text{PC}}$ 1,42 Гц), 174,63 (COOH, $^3J_{\text{PC}}$ 14 Гц), 118,4 (Ph, $^1J_{\text{PC}}$ 88,38 Гц), 129.92 (Ph, $^2J_{\text{PC}}$ 12,59 Гц), 132.19 (Ph, $^3J_{\text{PC}}$ 10,45 Гц), 134,86 (Ph, $^4J_{\text{PC}}$ 3 Гц). Спектр ЯМР ^{31}P (H_2O), δ_{P} , м. д.: 23,49.

Список литературы

- [1] Галкин В.И., Бахтиярова Ю.В., Полежаева Н.А., Шайхутдинов Р.А., Клочков В.В., Черкасов Р.А. // ЖОХ. 1998. Т.68. Вып. 7. С. 1104.
- [2] Galkin V.I., Bakhtiyarova Yu.V., Polezhaeva N.A., A.V. Cherkasov R.A., Krivolapov D.B., Gubaidullin A.T., Litvinov I.A. // Phosphorus, Sulfur, Silicon, Relat Elem. 1999. Vol. 147. P. 91.
- [3] Галкин В.И., Бахтиярова Ю.В., Полежаева Н.А., Галкина И.В., Черкасов Р.А., Криволапов Д.Б., Губайдуллин А.Т., Литвинов И.А. // ЖОХ. 2002. Т. 72. Вып. 3. С. 404.
- [4] Галкин В.И., Бахтиярова Ю.В., Полежаева Н.А., Галкина И.В., Черкасов Р.А., Криволапов Д.Б., Губайдуллин А.Т., Литвинов И.А. // ЖОХ. 2002. Т. 72. Вып. 3. С. 412.
- [5] В.И.Галкин, Ю.В.Бахтиярова, Р.И. Сагдиева, И.В.Галкина, Р.А.Черкасов, Д.Б.Криволапов, А.Т.Губайдуллин, И.А.Литвинов // ЖОХ. 2006.Т. 76. Вып. 3. С. 452.
- [6] Galkin V.I., Bakhtiyarova Yu.V., Sagdieva R.I., Galkina I.V., Cherkasov R.A. // Heteroatom Chem. 2006. Vol. 17. P. 557.

- [7] *Бахтиярова Ю.В., Сагдиева Р.И., Галкина, И.В., Галкин В.И., Черкасов Р.А., Криволапов Д.Б., Губайдуллин А.Т., Литвинов И.А.* // ЖОрХ. 2007. Т. 43. Вып. 2. С. 215.
- [8] *В.И. Галкин, Д.Б. Мальцев, А.А. Собанов, В.Л. Горохов, Ю.В. Бахтиярова* // Ученые записки Казанского университета. Естественные науки. 2006. Т. 148. № 4. С. 8.
- [9] *Бахтиярова Ю.В., Бондарь М.С., Галкина И.В., Галкин В.И.* // Ученые записки Казанского университета. Естественные науки. 2008. Т. 150. Кн. 1. С. 42.
- [10] *Галкин В.И., Салин А.В., Бахтиярова Ю.В., Собанов А.А.* // ЖОХ. 2009. Т. 79. Вып. 5. С.747.
- [11] *Салин А.В., Собанов А.А., Бахтиярова Ю.В., Хабибуллин А.А., Галкин В.И.* // ЖОХ. 2010. Т. 80. Вып. 9. С. 1418.
- [12] *Salin A.V. Sobanov A.A., Bakhtiyarova Yu.V., Khabibullin A.A., Galkin V.I., Cherkasov R.A.* // Phosphorus, Sulfur, and Silicon. 2011. Vol. 186. № 4. P. 854.
- [13] *Salin A.V. Sobanov A.A., Bakhtiyarova Yu.V., Khabibullin A.A., Galkin V.I., Cherkasov R.A.* // Phosphorus, Sulfur, and Silicon. 2011. Vol. 186. № 4. P. 857.
- [14] *Салин А. В., Собанов А.А., Хабибуллин А.А., Бахтиярова Ю.В., Галкин В.И.* // ЖОХ. 2011. Т. 81. Вып. 5. С. 737.
- [15] *Van Doorn J.A., Wife R. L.* // Phosphorus, Sulfur, and Silicon. 1990. Vol. 47. P. 253.
- [16] *Galkin V.I., Bakhtiyarova Yu.V., Sagdeeva R.I., Galkina I.V., Cherkasov R.A.* // Heteroatom Chem. 2006. Vol. 17. N 6. P. 557-566.
- [17] *Galkina I.V., Bakhtiyarova Yu.V., Shulaeva M.P., Pozdeev O.K., Egorova S.N., Cherkasov R.A., Galkin V.I.* // Journal of Chemistry, Vol. 2013. Article ID 302937. Doi.org/10.1155/2013/302937