

О. Я. Нейланд, В. Ж. Тилика, А. А. Супе, А. С. Эджиня

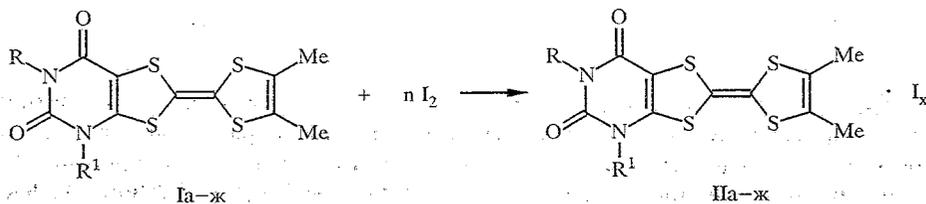
ПИРИМИДОТЕТРАТИАФУЛЬВАЛЕНЫ

3*. СИНТЕЗ И СВОЙСТВА КАТИОН-РАДИКАЛЬНЫХ СОЛЕЙ, КАТИОН-РАДИКАЛЬНЫХ БЕТАИНОВ И КОМПЛЕКСОВ С ЙОДОМ ДИМЕТИЛ[2,4-ДИОКСО(1Н,3Н)ПИРИМИДО]ТЕТРАТИАФУЛЬВАЛЕНА И ЕГО N-АЛКИЛЗАМЕЩЕННЫХ

Взаимодействие диметил [2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетраятиафульвалена и его N-алкилпроизводных с йодом приводит к образованию комплексов с различным количеством атомов йода. Окислением пиримидотетраятиафульвалена в зависимости от условий образуется бетаин катион-радикала диметил [2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетраятиафульвалена или комплекс последнего с диметил [2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетраятиафульваленом. При проведении окисления диметил [2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетраятиафульвалена и его N-метилпроизводных в присутствии хлорной кислоты образуются катион-радикальные перхлораты. Получение катион-радикальных солей обычно связывают с взаимодействием катион-радикального бетаина с кислотами.

В ряду органических проводников значительное место занимают производные тетраятиафульваленов, их катион-радикальные соли и различные комплексы [2]. Среди факторов, определяющих их электропроводящие свойства, определенное место занимает кристаллическая структура. Поэтому наш интерес связан с производными диоксопиримидотетраятиафульвалена, которые могут образовывать прочные межмолекулярные водородные связи [3]. В данной работе объектом исследования являются диметил [2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетраятиафульвален и его N-алкилпроизводные [3]. Цель настоящей работы — получение комплексов с йодом и катион-радикальных перхлоратов при окислении тетраятиафульвалена различными окислителями.

Соединение Ia и его N-алкилпроизводные Ib—ж весьма трудно-растворимы, поэтому получение их комплексов связано с определенными затруднениями. Для получения комплекса йода с соединением Ia удачной оказалась смесь растворителей сульфолан—ацетонитрил. Комплекс Ia йода с соединением Ia более растворим, чем сам тетрагидрофульвален Ia, и был



I, II a R = R¹ = H, x = 3; б R = H, R¹ = Me, x = 3; в R = H, R¹ = C₈H₁₇, x = 4;

г R = H, R¹ = C₁₆H₃₃, x = 4; д R = R¹ = Me, x = 4; е R = R¹ = C₈H₁₇, x = 6;

ж R = R¹ = C₁₆H₃₃, x = 6

* Сообщение 2 см. [1].

получен обработкой горячей суспензии соединений Ia в смеси сульфолан—ацетонитрил избытком йода. Выделяется соединение IIa с содержанием йода $x > 3$, но после кристаллизации из упомянутой смеси комплекс IIa имеет состав с содержанием йода $x = 3$.

Образование комплекса IIa наблюдается также при выдерживании соединения Ia в атмосфере, содержащей пары йода.

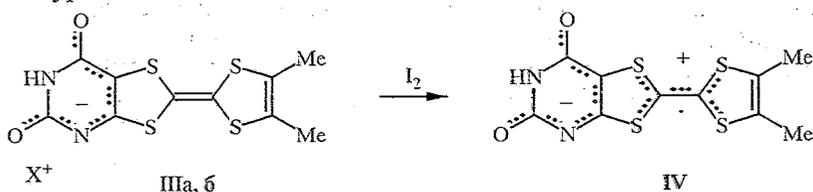
N-Алкилированные соединения Ib—ж более растворимы и их комплексы с йодом получают в растворе ацетонитрила или в смеси ацетонитрил—хлороформ. Полученные комплексы имеют различный состав, количество атомов йода в них зависит от объема заместителей при атомах азота. Так, N-метил- и N,N'-диметилпроизводные Ib,д в растворе $\text{CH}_3\text{CN}—\text{CHCl}_3$ с 10-кратным избытком йода образовали комплексы, содержащие I₃, не меняющие свой состав и при кристаллизации.

Комплексы моноалкилпроизводных Iv,г с более объемистыми заместителями (C_8H_{17} , $\text{C}_{16}\text{H}_{33}$) имели состав $\text{I} \cdot \text{I}_4$. На примере фульвалена Iv было установлено, что комплекс с таким количеством атомов йода образуется как при большом избытке йода, так и при 2-кратном избытке, только с меньшим выходом. Комплекс с 4 атомами йода был получен также при электрохимическом окислении соединения Iv в присутствии Et_4NI_3 .

Для получения комплексов йода с тетрагетрафульваленами Ie,ж, содержащими большие заместители при обоих атомах азота, требуется ~20-кратный избыток йода. Комплексы IHe,ж более растворимы и менее стабильны. Некристаллизованные продукты реакции содержат ~6 атомов йода на молекулу соединения I, но при кристаллизации из CH_3CN теряют примерно половину йода и полученное вещество уже является смесью, содержащей также свободный тетрагетрафульвален.

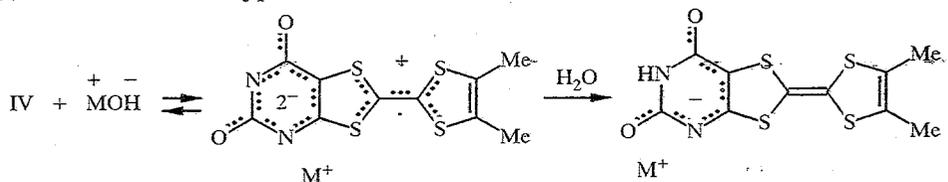
ИК спектры и электронные спектры поглощения в растворе CH_3CN комплексов II приведены в табл. 1.

Взаимодействие соединения Ia с йодом в присутствии оснований (триэтиламина) в растворе ДМФА или взаимодействие с йодом тетрабутиламмониевой соли тетрагетрафульвалена Ia в растворе CH_3CN или ДМФА приводит к образованию темно-зеленого мелкокристаллического нерастворимого осадка. По нашему мнению, в этой реакции окисляется анион Ia и получается необычная катион-радикальная внутренняя соль — бетаин IV, содержащий в молекуле катион-радикал тетрагетрафульвалена и анион от урацильной части.



IIIa X = HNEt_3 ; б X = Bu_4N

Вместо йода можно использовать и другие окислители, например, тетрацианохинодиметан. Бетаин IV практически нерастворим в воде и органических растворителях, но способен растворяться в присутствии щелочей с образованием зеленых неустойчивых растворов. Зеленая окраска быстро исчезает и образуется соль исходного соединения Ia. По-видимому, здесь протекает восстановление катион-радикала за счет электронодонорного действия дианиона урацильной части.

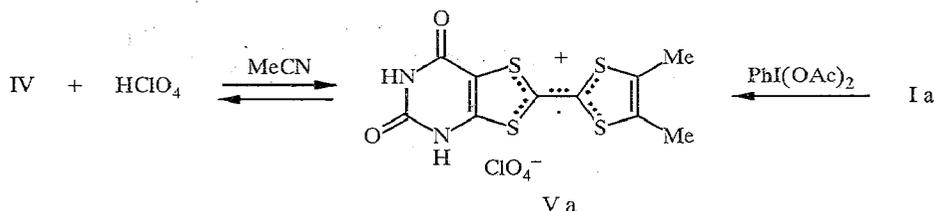


Бетаиновую структуру соединения IV подтверждают ИК спектры, в которых наблюдается интенсивное поглощение при 1622, 1650, характерное для аниона диоксопиримидина, и исчезает поглощение карбонильных групп при 1680...1710 см⁻¹. Электронные спектры поглощения и отражения для твердого бетаина IV подтверждают присутствие катион-радикала (поглощение при 720 нм). По данным спектров ЭПР, содержание свободных радикалов в кристаллическом соединении IV составляет только 3,4%. Очевидно, бетаин IV существует в основном в виде димеров. Кроме того, если кристаллы IV тонко измельчают вместе с КВг, меняется форма спектра ЭПР (см. рис.), что можно объяснить присутствием в соединении IV радикальных пар, исчезающих при разбавлении КВг. Используя величину уширения спектра ЭПР $D = 0,9$ мТ, наблюдаемого в случае исходного IV, по уравнению [5]:

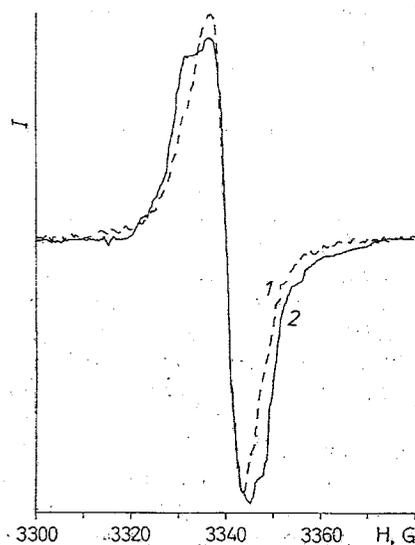
$$r = \sqrt[3]{\frac{2780}{D}}$$

можно оценить расстояние r между радикалами в парах, составляющее в нашем случае 14,5 Å.

Бетаин IV взаимодействует с кислотами (например, хлорной) с образованием катион-радикальных солей (например, перхлората Va).



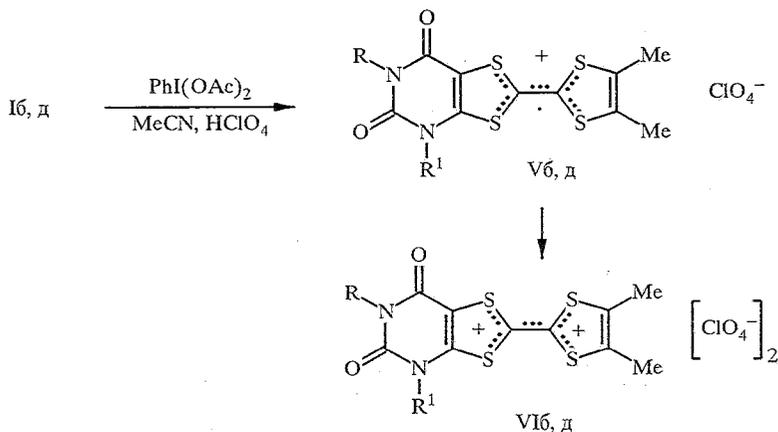
Нам удалось разработать методику окисления до катион-радикальной соли также самого тетрагидрофульвалена Ia. В качестве окислителей можно использовать фенилодозилдиацетат или гексацианоферрат (III) калия. Перхлорат Va представляет собой черно-зеленые кристаллы, которые в пламени разлагаются со взрывом, слабо растворяются в органических растворителях и воде, давая темно-зеленые растворы. При нагревании растворов происходит частичное образование нерастворимого бетаина IV,



ЭПР спектр бетаина катион-радикала диметил [2,4-диоксо (1H,3H)пиримидо]-тетрагидрофульвалена IV: 1 — разбавленного КВг, 2 — в чистом виде

по-видимому, вследствие ионизации перхлората Va как NH-кислоты. Нагревание водных и спиртовых растворов вызывает исчезновение зеленой окраски и образование желто-коричневых растворов и осадка, по-видимому, за счет восстановления катион-радикала в соединение Ia и других параллельно протекающих необратимых изменений в системе тетрагидрофульвалена.

Получены также перхлораты Vб,д N-метил- и N,N'-диметилпроизводных соединений Ib,д прямым окислением PhI(OAc)₂ или K₃Fe(CN)₆ в присутствии хлорной кислоты в растворе CH₃CN.



V, VIб R = H. R¹ = Me; д R = R¹ = Me

Перхлораты Vб,д представляют собой кристаллы почти черного цвета, у перхлората Vд имеется фиолетовый оттенок, их растворы темно-зеленого цвета.

При получении перхлоратов V наблюдается своеобразное явление — возникновение красной окраски, которая переходит в зеленую. Мы склонны объяснить это дальнейшим окислением при избытке окислителя и образованием диперхлоратов VI красного цвета. Их можно осадить из раствора в CH₃CN диэтиловым эфиром в виде красных кристаллов, но выделить их в чистом виде нам не удалось. Они чрезвычайно легко восстанавливаются до соли V и стабильны только в растворе в присутствии избытка окислителя. УФ спектр соединения VI характеризуется поглощением при 360 и 485 нм.

Циклическая вольтамперометрия перхлоратов Va,б,д в ацетонитриле показывает две обратимые ступени окисления (табл. 2). Очевидно, катион-радикальная система соединений очень легко восстанавливается на катоде и полученные значения E_{окс} и E_{вос} соответствуют самим тетрагидрофульваленам Ia,б,д (табл. 2). Таким образом, появилась возможность определять E_{окс} и E_{вос} этих соединений в ацетонитриле, что из-за их малой растворимости сделать прямым путем [4] не удалось.

Расчеты спектра ЭПР перхлората Va показывают, что благодаря объемистому аниону ClO₄ молекулы катион-радикалов более отдалены друг от друга, чем в бетаине IV, и количество свободных радикалов составляет 43 ± 2%.

В УФ спектрах перхлоратов V наблюдается характерное поглощение катион-радикальной системы при 720 нм (табл. 1). Эта полоса поглощения имеется также и у всех комплексов тетрагидрофульваленов с йодом IIа—ж в растворе ацетонитрила. При сопоставлении величины ε поглощения при 720 нм перхлоратов и йодных комплексов аналогичных соединений Ib,д определена доля катион-радикалов в комплексах тетрагидрофульвалена с йодом, которая для комплексов IIб,д в растворе ацетонитрила составляет

Характеристика синтезированных соединений

Соединение	Брутто-формула	ИК спектр, см ⁻¹ , в областях 1500...1800 и 2400...3600 см ⁻¹	УФ спектр, λ_{\max} нм (ε), в CH ₃ CN	Выход, %
Па	C ₁₀ H ₈ I ₃ N ₂ O ₂ S ₄	1558 (40), 1626 (63), 1670 (55), 1714 (53), 2940, 3150	291 (39000), 361 (8950), 455 (8100), 718 (3600)*	40
Пб	C ₁₁ H ₁₀ I ₃ N ₂ O ₂ S ₄	1558 (51), 1694 (70), 2854, 2930, 3163, 3443	292 (56000), 362 (29000), 435 пл (8800), 460 пл (8700), 718 (4600)	50
Пв	C ₁₈ H ₂₄ I ₄ N ₂ O ₂ S ₄	1543 (40), 1652 пл (45), 1684 (67), 2860, 2920, 2980	291 (41000), 362 (19500), 442 (7250), 466 (7500), 525 пл (2000), 718 (4400)	60
Пг	C ₂₆ H ₄₀ I ₄ N ₂ O ₂ S ₄	1543 (43), 1652 (48), 1681 (86), 2865, 2920, 2950	292 (39000), 361 (20100), 440 пл (3100), 465 пл (3200), 530 пл (2000), 719 (2900)	66
Пд	C ₁₂ H ₁₂ I ₃ N ₂ O ₂ S ₄	1570 (72), 1650 (79), 1726 (57), 2860, 2930	290 (56300), 362 (25700), 440 (5130), 462 (5250), 530 пл (2080), 718 (2570)	64
Пе	C ₂₆ H ₄₀ I ₆ N ₂ O ₂ S ₄	1568 (56), 1594 (57), 1658 (91), 1692 (74), 1714 (65), 2860, 2920, 2960	293 (72400), 362 (35000), 470 пл (9000), 718 (4900)	35
Пж	C ₄₂ H ₇₂ I ₆ N ₂ O ₂ S ₄	1538 (46), 1668 (74), 1682 (58), 1724 (78), 2860, 2930	291 (72600), 362 (36000), 460 пл (10000), 720 (5300)	30
IV	C ₁₀ H ₇ N ₂ O ₂ S ₄	1550 (35), 1624 (76), 1650 (75), 2800, 2850, 2950, 3100	409 (1350), 720 (1250)* ²	
Va	C ₁₀ H ₈ ClN ₂ O ₆ S ₄	1560 (62), 1676 (85), 1722 (77), 1750 (68), 2840, 3050, 3170, 3270	260 (10300), 463 (16000), 702 (4000)* ³	50
Vб	C ₁₁ H ₁₀ ClN ₂ O ₆ S ₄	1552 (42), 1672 (72), 1714 (70), 1736 пл (60), 2924, 3120	294 (65000), 345 (16700), 401 (8400), 445 (8600), 468 (9200), 717 (5600)	35
Vд	C ₁₂ H ₁₂ ClN ₂ O ₆ S ₄	1520 (60), 1578 (65), 1652 (76), 1712 (76)	294 (6220), 334 (4200), 5405 (5000), 445 (7650), 469 (9210), 719 (5900)	35
VII		1542 (41), 1580 (50), 1622 (85), 1658 (69), 1722 (78), 2870, 2924, 3140, 3450	288 (7800), 401 (5200), 719 (3520)* ²	73

* Спектр снят в растворе сульфонал—ацетонитрил, 2 : 1.

*² Спектр поглощения в таблетке KBr.*³ Спектр снят в растворе ацетонитрила, содержащем HClO₄.

соответственно 80 и 40 %. Это означает, что имеется равновесие между неокисленной и окисленной формами.

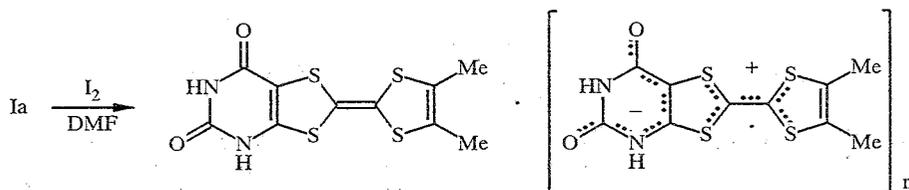
Для получения растворов соединений Ia наиболее эффективным является ДМФА, однако выделить перхлораты V в ДМФА не удастся. Этот растворитель можно успешно применять для получения бетаина IV из солей Ia, но взаимодействие самого тетраиафульвалена Ia в растворе ДМФА с йодом привело к неожиданному результату — осаждалось мелкокристал-

Таблица 2

Данные циклической вольтамперометрии соединений Ia, б, д

Соединение	E ₁ ^{окс} (V)	E ₂ ^{окс} (V)	E ₁ ^{вос} (V)	E ₂ ^{вос} (V)
Ia	0,72	0,94	0,57	0,84 [1]
Iб	0,67	1,00	0,60	0,87
Iд	0,70	0,92	0,58	0,88

лическое труднорастворимое зеленое вещество, которое не являлось бетаином IV.



Судя по данным ИК спектров и спектров диффузного отражения, вещество является комплексом бетаина IV и фульвалена Ia, где $n = 4...6$. Для приблизительной оценки состава использованы максимумы поглощения в ИК спектре при 1338 (бетаин IV) и 1712 см^{-1} (тетрафульвален Ia).

При электрохимическом окислении соединения Ia в смеси ДМФА— CH_3CN (3 : 1) также образуется комплекс VII.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры сняты на приборе Spesord IR-75 для суспензий в парафиновом масле и гексахлорбутадие, ЭСП — на Spesord UV-vis. Вольтамперограммы сняты на потенциостате Пи-50-1 по трехэлектродной схеме. Рабочий электрод стеклографитовый, электрод сравнения — насыщенный Ag/AgCl , фоновый электролит Bu_4NClO_4 (0,1 моль/л), скорость развертки потенциала 200 мВ/сек.

Комплекс диметил[2,4-диоксо(1H,3H)пиримидо]тетрафульвалена с йодом (Па). Суспендируют 0,32 г (1 ммоль) фульвалена Ia в 23 мл сульфолана. Смесь нагревают до 80 °С, добавляют 13 мл ацетонитрила, содержащего 1 г (8 ммоль) йода, и кипятят 1 мин. Раствор фильтруют горячим. На фильтре остается черный осадок (0,3 г), содержащий 48,5% йода. Из фильтрата после охлаждения выпадает комплекс Па (0,35 г, 50%). К фильтрату добавляют 10 мл ацетонитрила и через 24 ч (0 °С) получают еще 0,03 г Па. Кристаллизуют 0,38 г комплекса Па из смеси 12 мл сульфолана и 6 мл ацетонитрила, получают 0,28 г комплекса Па в виде мелких черных игол. Найдено, %: С 17,30, Н 0,82, N 3,93, S 16,63, I 53,15. $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: С 17,23, Н 1,16, N 4,02, S 18,40, I 54,61.

Комплекс диметил[N-октил-2,4-диоксо(1H,3H)пиримидо]тетрафульвалена с йодом (Пв). А. К горячему раствору 0,17 г (0,4 ммоль) фульвалена Ib в 15 мл хлороформа добавляют 20 мл ацетонитрила, содержащего 0,5 г (4 ммоль) йода. Выпавший черный осадок (0,35 г) отфильтровывают, промывают ацетонитрилом. После кристаллизации из ацетонитрила получают 0,2 г комплекса Пв в виде черных мелких игол. Найдено, %: С 23,69, Н 2,35, N 3,05, S 13,40, I 55,02. $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{I}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: С 23,09, Н 2,58, N 2,99, S 13,70, I 54,22.

Б. В 20 мл смеси ацетонитрил—хлороформ, 1 : 1, растворяют 0,02 г (0,05 ммоль) фульвалена Ib и 0,13 г (0,25 ммоль) Et_3NI_3 и проводят электрокристаллизацию на Pt-аноде в режиме постоянного тока (10 мкА) при комнатной температуре. Через 72 ч на аноде образуются черные кристаллы комплекса Пв (0,015 г, 20%).

Комплексы Пб, г, д получают аналогично по методу А.

Пб. Найдено, %: С 18,30, Н 1,47, N 3,78, S 17,75, I 51,6. $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: С 18,58, Н 1,42, N 3,94, S 18,03, I 53,53.

Пг. Найдено, %: С 29,60, Н 3,89, N 2,51, S 11,97, I 49,20. $\text{C}_{26}\text{H}_{40}\text{I}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: С 29,78, Н 3,85, N 2,67, S 12,23, I 48,42.

Пд. Найдено, %: С 20,14, Н 1,28, N 3,86, S 17,72, I 52,07. $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: С 19,87, Н 1,67, N 3,86, S 17,69, I 52,49.

Комплекс [N,N'-диоктил-2,4-диоксо(1H,3H)пиримидо]тетрафульвалена с йодом (Пе). К горячему (70...75 °С) раствору 0,2 г (0,4 ммоль) фульвалена Ic, к в 20 мл ацетонитрила добавляют 10 мл ацетонитрила, содержащего 1 г (8 ммоль) йода, и фильтруют. После охлаждения из фильтрата выделяют 0,19 г (36%) черных кристаллов с содержанием йода 57%. После кристаллизации из ацетонитрила получают смесь веществ с содержанием йода 35%.

Аналогично получают комплекс Пж.

Бетаин катион-радикала диметил[2,4-диоксо(1H,3H)пиримидо]тетрафульвалена (IV). К раствору 0,28 г (0,5 ммоль) тетрабутиламмониевой соли Пб в 50 мл ацетонитрила добавляют

10 мл ацетонитрила, содержащего 3 ммоль йода. Осадок отфильтровывают и промывают ацетонитрилом. Получают 0,14 г бетаина IV в виде зеленого мелкого порошка с $T_{пл} > 300$ °С. Найдено, %: С 38,37, Н 2,20, N 8,74, S 40,51. $C_{10}H_7N_2O_2S_4$. Вычислено, %: С 38,08, Н 2,24, N 8,88, S 40,66.

Перхлорат катион-радикала диметил[2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетрагидрофульвалена (Va). А. Суспендируют в 100 мл ацетонитрила 0,3 г (1 ммоль) фульвалена Ia, добавляют 5 мл $HClO_4 - CH_3COOH$ (полученного из 1,2 мл 55% $HClO_4$ и 4,2 мл уксусного ангидрида) и при перемешивании небольшими порциями в течение ~20 мин добавляют раствор 0,15 г (0,5 ммоль) фенилдогидозилдиацетата в 3 мл ацетонитрила. Раствор нагревают и горячим фильтруют. Из фильтрата при охлаждении выделяют 0,02 г соли Va в виде черно-зеленых мелких игл.

Б. Суспендируют в 100 мл ацетонитрила 0,31 г (1 ммоль) бетаина IV и небольшими порциями добавляют 10,3 мл (10 ммоль) безводной $HClO_4$ в уксусной кислоте (приготовлено из 2,4 мл 55% $HClO_4$ и 8,4 мл уксусного ангидрида). Образовавшийся зеленый раствор нагревают до кипения, горячим фильтруют и оставляют на 24 ч при 0 °С. Получают 0,2 г черно-зеленых кристаллов Va. Найдено, %: С 28,69, Н 1,86, N 6,53, S 30,74. $C_{10}H_8ClN_2O_6S_4$. Вычислено, %: С 28,88, Н 1,94, N 6,74, S 30,84, Cl 8,53.

Перхлорат катион-радикала диметил[1-N-метил-2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетрагидрофульвалена (Vб). К суспензии 0,06 г (0,2 ммоль) фульвалена Ib в 5 мл ацетонитрила добавляют 0,14 мл смеси хлорная кислота—уксусная кислота (содержащей 0,25 ммоль хлорной кислоты) и затем по каплям добавляют раствор 0,03 г (0,1 ммоль) фенилдогидозилдиацетата в 2 мл ацетонитрила. Фульвален Ib растворяется с образованием зеленого раствора. Смесь нагревают до кипения, фильтруют. Из фильтрата получают 0,03 г черных кристаллов соли Vб. Найдено, %: С 30,62, Н 2,27, N 6,40, S 29,70, Cl 8,70. $C_{11}H_{10}ClN_2O_6S_4$. Вычислено, %: С 30,73, Н 2,34, N 6,52, S 29,83, Cl 8,25.

Перхлорат катион-радикала диметил[1,3-N,N'-диметил-2,3-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетрагидрофульвалена (Vд). К суспензии 0,07 г (0,2 ммоль) фульвалена Id в 5 мл ацетонитрила добавляют 0,15 мл (0,27 ммоль) хлорной кислоты в уксусной кислоте (приготовлено из 55% $HClO_4$ и уксусного ангидрида). К раствору небольшими порциями добавляют 0,02 г (0,06 ммоль) фенилдогидозилдиацетата в 1 мл ацетонитрила. Раствор сначала окрашивается в красный цвет, затем становится зелено-коричневым. Нагревают до кипения, фильтруют. После охлаждения получают 0,03 г фиолетовых кристаллов Vд. Найдено, %: С 32,17, Н 2,49, N 6,29, S 28,62, Cl 7,86. $C_{12}H_{12}ClN_2O_6S_4$. Вычислено, %: С 32,46, Н 2,72, N 6,31, S 28,89, Cl 7,99.

Комплекс бетаина катион-радикала диметил[2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетрагидрофульвалена и диметил[2,4-диоксо(1Н,3Н)пиримидо]тетрагидрофульвалена (VII). А. Растворяют при нагревании в 32 мл диметилформамида 0,31 г (1 ммоль) фульвалена Ia и при 80 °С добавляют 6 мл раствора ацетонитрил—диметилформамид, 1 : 2, содержащего 6 ммоль йода. Выпавший зеленый осадок отфильтровывают, промывают ДМФА, затем ацетонитрилом. Получают 0,23 г комплекса VII. $T_{пл} > 250$ °С.

Б. В электролитическую ячейку с Pt электродами погружают 0,06 г фульвалена Ia и 0,2 г Vc_4NHClO_4 в 15 мл ДМФА и 5 мл ацетонитрила. В режиме постоянного тока (10 мкА) при комнатной температуре проводят электрокристаллизацию. Через 48 ч на аноде образуется 0,01 г темно-зеленого комплекса VII. Найдено, %: С 37,96, Н 2,10, N 8,71, S 40,60.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нейланд О. Я., Тилика В. Ж., Эджиня А. С. // ХГС. — 1994. — № 9. — С. 1285.
2. Bryce M. R. // Chem. Soc. Rev. — 1991. — Vol. 20. — P. 355.
3. Neilands O., Belyakov S., Tilika V., Edžina A. // J. Chem. Soc. Chem. Commun. — 1995. — N 3. — P. 325.
4. Нейланд О. Я., Тилика В. Ж., Эджиня А. С. // ХГС. — 1992. — № 8. — С. 1122.
5. Пшежецкий С. Я., Котлов А. Г., Милнчук В. К., Рогинский В. А., Тупиков В. И. ЭПР свободных радикалов в радиационной химии. — М.: Химия, 1972. — С. 447.
6. Иванов А. П. Оптика рассеивающих сред. — Минск: Наука и техника, 1969. — С. 98.