

СИНТЕЗ НОВЫХ СИММЕТРИЧНЫХ ДИАМИДОФОСФАТОВ НА ОСНОВЕ *мета*-ФЕНИЛЕНДИАМИНА В УСЛОВИЯХ МИКРОВОЛНОВОГО ОБЛУЧЕНИЯ

© 2023 г. А. Б. Куандыкова¹, Б. Ж. Джиембаев¹, А. Р. Бурилов², Н. И. Акылбеков^{3,*},
Е. А. Чугунова², А. Б. Добрынин², Г. М. Абызбекова³

¹ Казахский национальный женский педагогический университет, ул. Айтеке би 99, Алматы, 050000 Казахстан

² Институт органической и физической химии имени А. Е. Арбузова, Федеральный исследовательский центр
«Казанский научный центр Российской академии наук», Казань, 420088 Россия

³ Кызылординский университет имени Коркыт Ата, Кызылорда, 120014 Казахстан

*e-mail: nurgali_089@mail.ru

Поступило в редакцию 15 мая 2023 г.

После доработки 15 мая 2023 г.

Принято к печати 17 мая 2023 г.

В результате реакции *мета*-фенилендиамин с диалкилфосфитами в присутствии CCl₄ и триэтиламина (реакция Атертона–Тодда), реализуемой при микроволновом облучении, были получены новые дифосфорилированные амидофосфаты. Структура всех амидофосфатов установлена на основании данных ЯМР ³¹P, ¹H, ¹³C, ИК спектроскопии и масс-спектрометрии, а также данных РСА и элементного анализа.

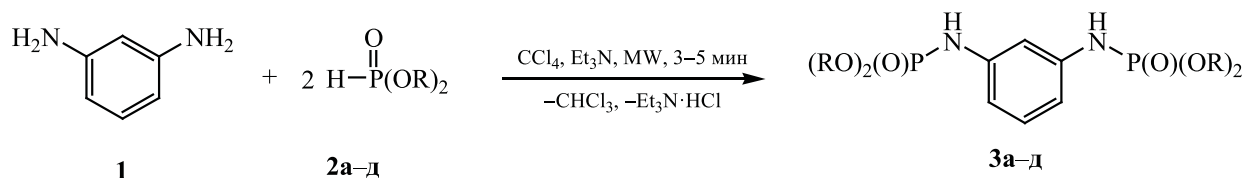
Ключевые слова: *мета*-фенилендиамин, реакция Атертона–Тодда, диалкилфосфиты, микроволновое облучение

DOI: 10.31857/S0044460X23050098, **EDN:** FLPBDV

Исследования в области методов синтеза новых функционально замещенных производных амидофосфатов ароматического ряда, установление их строения, а также поиск в их ряду перспективных биологически активных соединений являются современными и актуальными [1–8]. Впечатляющие успехи, достигнутые в области синтеза и изучения свойств амидов четырехкоординированного атома фосфора, во многом обусловлены уникальному набору химических свойств [5, 6, 9–13] и широкому спектру их биологической активности: от пестицидов до противоопухолевых препаратов [3, 4, 14]. Разнообразная биологическая активность амидофосфатов во многом определяется природой связи фосфор–азот: способностью молекул со связью P–N встраиваться в структуры при-

родных нуклеотидов, их высокая алкилирующая способность, а также склонность к спонтанному и ферментативному гидролизу [2, 3, 10, 14]. Одним из наиболее перспективных методов синтеза амидофосфатов является реакция Атертона–Тодда: взаимодействие гидрофосфорильных соединений с четыреххлористым углеродом в различных экспериментальных условиях [1, 4–6, 9, 11–13, 15]. Несмотря на то, что эта реакция была открыта в 1945 году, в последние годы наблюдается стремительный рост публикаций, посвященных различным синтетическим вариациям этой реакции. Известны работы по фосфорилированию аминов, их гидрохлоридов, в условиях межфазного катализа с использованием в качестве катализаторов тетраалкиламмонийбромидов [6, 12], использова-

Схема 1.



R = Me (**а**), Et (**б**), Pr (**в**), *i*-Pr (**г**), Ph (**д**).

ние наночастиц $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{MgO}$ [16], трихлоризоциануровой кислоты [17] в качестве эффективных реагентов также позволяет существенно повысить выход целевых продуктов реакции. В настоящее время в литературе имеются всего две публикации по синтезу диалкиламидофосфатов с использованием микроволнового облучения [5, 9].

Мало изученными остаются фосфорорганические производные диаминов ароматического ряда, имеющих различные заместители как в ароматическом цикле, так и у атома фосфора [3–6]. В литературе практически отсутствуют данные о фосфорилировании *мета*-фенилендиамина. В связи с этим дальнейшее развитие методов синтеза замещенных амидофосфатов, установление строения и изучение их биологических свойств является важной и актуальной задачей.

В данной работе нами впервые осуществлено фосфорилирование *мета*-фенилендиамина

в условиях реакции Атертона–Тодда. Фосфорилирование проводили в среде CCl_4 при мольном соотношении реагентов *мета*-фенилендиамин:диалкилфосфит:триэтиламин = 1:2:2 с дальнейшим микроволновым облучением реакционной смеси в течение 3–5 мин. При этом с выходами, близкими к количественному (95–98%), были выделены и охарактеризованы новые симметричные N,N-бисамидофосфаты **3a–д** (схема 1).

Строение всех синтезированных соединений **3a–д** доказано комплексом физико-химических методов: спектроскопии ЯМР ^1H , ^{13}C , ^{31}P , ИК спектроскопии, РСА (рис. 1, 2), состав – данными масс-спектрометрии (ESI) и элементного анализа. Так, характерными являются полосы поглощения связи P–O–C в ИК спектрах при 989–1043 cm^{-1} . Химический сдвиг фосфора в спектрах ЯМР ^{31}P соединений **3a–д** регистрируется в интервале –6.60–5.28 м. д. В масс-спектрах присутствуют пики,

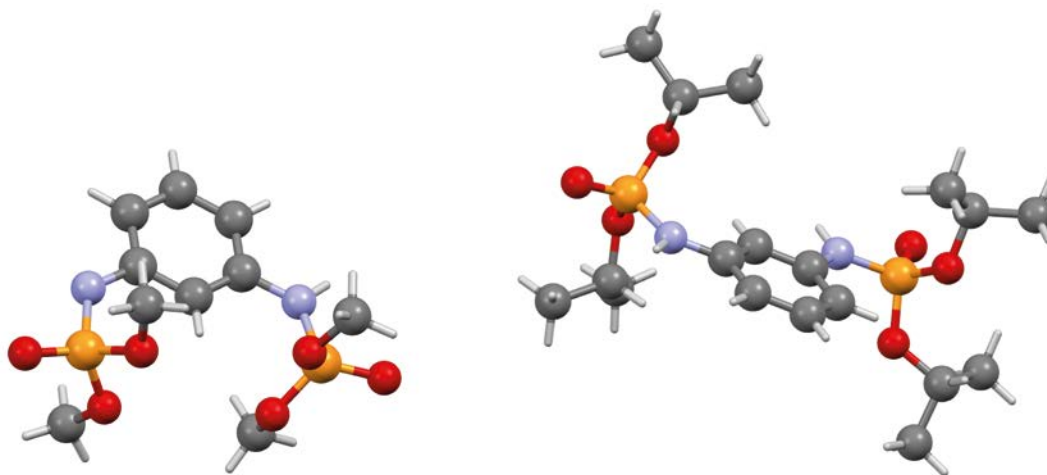


Рис. 1. Общий вид молекул соединений **3a** (а) и **3г** (б) в кристалле.

соответствующие молекулярному иону. Строение амидофосфатов **3a** и **3г** подтверждено также данными рентгеноструктурного анализа (рис. 1). Соединение **3a** имеет ромбическую кристаллическую структуру с пространственной группой *Pbcn*. Соединение **3г** имеет триклинную кристаллическую структуру с пространственной группой *P*-1.

Таким образом, нами впервые изучена реакция *мета*-фенилендиамина с диалкилфосфитами в присутствии CCl_4 и триэтиламина (реакция Атертона–Тодда), реализуемая при микроволновом облучении, позволяющая получать новые дифосфорилированные амидофосфаты в течении 3–5 мин с выходами 95–98%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{31}P записаны на спектрометрах Bruker AVANCEII-400 с рабочей частотой 400.1 МГц (^1H), 100.6 МГц (^{13}C), Bruker Avance-600 с рабочей частотой 600.1 МГц (^1H), 150.9 МГц (^{13}C) относительно сигналов остаточных протонов дейтерированного растворителя или ядер углерода дейтерорастворителя ($\text{DMCO-}d_6$). ИК спектры записаны на Фурье-спектрометре Vector 22 фирмы Bruker в интервале 400–4000 cm^{-1} . Образцы исследовали в виде таблеток в KBr. Микроволновый синтез осуществлен в микроволновом реакторе MAS-II Plus. Температуры плавления определены на приборе Boetius. Элементный анализ выполнен на приборе Carlo Erba марки EA 1108. Полноту протекания реакций и чистоту синтезированных соединений контролировали методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) на пластинах СОРБФИЛ ПТСХ-АФ-А-УФ («Сорбполимер», Краснодар), элюент – бензол–этанол (10:1), проявитель – УФ свет.

Кристаллографические данные получены на автоматическом дифрактометре BrukerD8 QUEST с детектором PHOTONICCD [графитовый монохроматор, $\lambda(\text{MoK}\alpha)$ 0.71073 Å, ω -сканирование], $2\theta < 66.4^\circ$, R_{int} 0.041. Сбор и индексирование данных, определение и уточнение параметров элементарной ячейки, коррекция абсорбции, учет систематических ошибок и определение параметров пространственной группы кристалла выполнены посредством пакета программ APEX2 [18]. Учет поглощения проводился с использованием про-

граммы SADABS [19]. Структура кристалла расшифрована и уточнена с использованием программы SHELX [20]. Параметры атомного смещения для атомов (кроме водорода) уточнены анизотропно. Атомы водорода расположены геометрически и включены в уточнение по модели *наездника*. Кристаллографические данные структур **3a** и **3г** депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (CCDC2258499 и 2258500 соответственно).

Общая методика получения соединений 3a–д. К смеси 1.08 г (0.01 моль) *мета*-фенилендиамина **1** и 2.91 мл (0.021 моль) триэтиламина в четыреххлористом углероде (50 мл) при охлаждении (0–5°C) добавляли 0.02 моля диалкилфосфита **2a–д**. Реакционную смесь доводили до комнатной температуры, после чего осуществляли микроволновое облучение (102 Вт, 115°C) в течение 3–5 мин. Образовавшийся белый осадок отфильтровывали и дополнительно промывали водой (300 мл), сушили в вакууме (10 мм рт. ст.). Осадок перекристаллизовывали из 96% этилового спирта.

Тетраметил-1,3-фениленбис(фосфорамидат) (3a). Выход 3.11 г (96%), порошок белого цвета, т. пл. 234–235°C. ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 1020, 1052 (P–O–C), 1235 (P=O), 1611 (Ar), 2949 (CH_3), 3186 (NH). Спектр ЯМР ^1H ($\text{DMCO-}d_6$), δ , м. д.: 3.63 д (12H, OCH_3 , J 11.3 Гц), 6.57 д (2H, CH_{Ar} , J 7.2 Гц), 6.78 с (1H, CH_{Ar}), 7.02 т (1H, CH_{Ar} , J 7.4 Гц), 7.97 д (2H, NH, J 8.8 Гц). Спектр ЯМР ^{13}C ($\text{DMCO-}d_6$), δ_{C} , м. д.: 53.8 д (J 4.9 Гц), 107.7 т (J 8.1 Гц), 111.2 д (J 7.7 Гц), 130.3, 142.4. Спектр ЯМР ^{31}P ($\text{DMCO-}d_6$): δ_{P} 5.28 м. д. Масс-спектр (ESI^+), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 325.13 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 347.11 $[\text{M} + \text{Na}]^+$. Масс-спектр (ESI^-), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 323.10 $[\text{M} - \text{H}]^-$. Найдено, %: C 37.35; H 5.81; N 8.68; P 19.18. $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$. Вычислено, %: C 37.05; H 5.60; N 8.64; P 19.11. Кристаллы соединения **3a** ($\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$, M 323.98) ромбические. При 100 К получены следующие параметры ячейки: a 16.8847(8), b 7.6873(4), c 34.1736(16) Å, V 4435.7(4) Å³, Z 8, пространственная группа *Pbcn*, $d_{\text{выч}}$ 1.453 г/см³, μ 0.319 мм^{–1}, $F(000)$ 2032. Данные получены на автоматическом дифрактометре BrukerD8 QUEST с детектором PHOTONICCD [графитовый монохроматор, $\lambda(\text{MoK}\alpha)$ 0.71073 Å, ω -сканирование], $2\theta < 62.4^\circ$, R_{int} 0.067. Было измерено 63913 отражений, из них 7194 независимых, число наблюдаемых отражений с $I > 2\sigma(I)$ равно

6454, окончательные значения факторов расходимости $R0.0877$, $wR_2 0.1794$, $GOF 1.32$, число определяемых параметров 278.

Тетраэтил-1,3-фениленбис(фосфорамидат) (36). Выход 3.69 г (97%), порошок белого цвета, т. пл. 214–215°C. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 1002, 1017 (P–O–C), 1228 (P=O), 1610 (Ar), 2907 (CH_2), 2989 (CH_3), 3204 (NH). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 1.22 т (12Н, OCH_2CH_3 , $J 7.1$ Гц), 3.93–4.06 м (8Н, OCH_2CH_3), 6.56 д. д (2Н, CH_{Ar} , $J 8.1$, 2.0 Гц), 6.80 т (1Н, CH_{Ar} , $J 1.9$ Гц), 6.99 т (1Н, CH_{Ar} , $J 8.0$ Гц), 7.87 д (2Н, NH, $J 9.2$ Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- d_6), δ_{C} , м. д.: 16.4 д ($J 5.5$ Гц), 62.3 д ($J 4.2$ Гц), 107.1 м, 110.6 д ($J 7.2$ Гц), 129.6, 142.1. Спектр ЯМР ^{31}P (ДМСО- d_6): δ_{P} 2.51 м. д. Масс-спектр (ESI^+), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 381.22 [$M + \text{H}$] $^+$, 403.20 [$M + \text{Na}$] $^+$. Масс-спектр (ESI^-), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 379.20 [$M - \text{H}$] $^-$. Найдено, %: С 44.45; Н 6.64; N 7.55; P 16.21. $\text{C}_{14}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$. Вычислено, %: С 44.21; Н 6.89; N 7.37; P 16.29.

Тетрапропил-1,3-фениленбис(фосфорамидат) (3в). Выход 4.15 г (95%), порошок розового цвета, т. пл. 124–125°C. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 1028, 1043 (P–O–C), 1225 (P=O), 1609 (Ar), 2894 (CH_2), 2969 (CH_3), 3221 (NH). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 0.86 т (12Н, $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$, $J 7.4$ Гц), 1.55–1.64 м (8Н, $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$, $J 7.1$ Гц), 3.81–3.95 м (8Н, $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$), 6.57 д. д (2Н, CH_{Ar} , $J 8.1$, 2.0 Гц), 6.79 т (1Н, CH_{Ar} , $J 1.9$ Гц), 6.98 т (1Н, CH_{Ar} , $J 8.1$ Гц), 7.89 д (2Н, NH, $J 9.3$ Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- d_6), δ_{C} , м. д.: 10.9, 24.1 д ($J 6.9$ Гц), 68.3 д ($J 5.3$ Гц), 107.8 т ($J 7.9$ Гц), 111.1 д ($J 7.4$ Гц), 129.9, 142.5. Спектр ЯМР ^{31}P (ДМСО- d_6): δ_{P} 3.60 м. д. Масс-спектр (ESI^+), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 437.30 [$M + \text{H}$] $^+$, 459.30 [$M + \text{Na}$] $^+$, 475.25 [$M + \text{K}$] $^+$. Масс-спектр (ESI^-), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 435.29 [$M - \text{H}$] $^-$. Найдено, %: С 49.51; Н 7.89; N 6.35; P 14.55. $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$. Вычислено, %: С 49.54; Н 7.85; N 6.42; P 14.19.

Тетраизопропил-1,3-фениленбис(фосфорамидат) (3г). Выход 4.30 г (98%), порошок белого цвета, т. пл. 190–191°C. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 989 (P–O–C), 1234 (P=O), 1612 (Ar), 2894 (CH_{Alk}), 1465, 2979 (CH_3), 3177 (NH). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 1.17 д (12Н, OCHCH_3 , $J 6.2$ Гц), 1.26 д (12Н, OCHCH_3 , $J 6.2$ Гц), 4.47–4.52 м (4Н, OCHCH_3), 6.55 д. д (2Н, CH_{Ar} , $J 8.1$, 1.9 Гц), 6.76 т

(1Н, CH_{Ar} , $J 2.1$ Гц), 6.96 т (1Н, CH_{Ar} , $J 8.0$ Гц), 7.78 д (2Н, NH, $J 9.1$ Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- d_6), δ_{C} , м. д.: 24.5 д. д ($J 25.4$, 4.7 Гц), 71.2 д ($J 4.9$ Гц), 107.9 т ($J 7.9$ Гц), 111.2 д ($J 7.3$ Гц), 129.7, 142.8. Спектр ЯМР ^{31}P (ДМСО- d_6): δ_{P} 0.49 м. д. Масс-спектр (ESI^+), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 437.29 [$M + \text{H}$] $^+$, 459.29 [$M + \text{Na}$] $^+$, 475.25 [$M + \text{K}$] $^+$. Масс-спектр (ESI^-), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 435.30 [$M - \text{H}$] $^-$. Найдено, %: С 49.26; Н 7.55; N 6.38; P 14.39. $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$. Вычислено, %: С 49.54; Н 7.85; N 6.42; P 14.19. Кристаллы соединения **3г** ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$, $M 436.06$) триклинные. При 100 К получены следующие параметры ячейки: $a 8.8195(3)$, $b 12.1125(5)$, $c 12.7849(5)$ Å, $\alpha 106.795(1)$, $\beta 107.643(1)$, $\gamma 108.139(1)^\circ$, $V 1120.59(8)$ Å 3 , $Z 2$, пространственная группа $P-1$, $d_{\text{выч}} 1.293$ г/см 3 , $\mu 0.229$ мм $^{-1}$, $F(000) 468$. Было измерено 86374 отражений, из них 8565 независимых, число наблюдаемых отражений с $I > 2\sigma(I)$ равно 7820, окончательные значения факторов расходимости $R0.0314$, $wR_2 0.0879$, $GOF 1.15$, число определяемых параметров 261.

Тетрафенил-1,3-фениленбис(фосфорамидат) (3д). Выход 5.45 г (95%), порошок белого цвета, т. пл. 136–137°C. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 1011, 1026 (P–O–C), 1215 (P=O), 1591, 1612 (Ar), 3171 (NH). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- d_6), δ , м. д.: 6.82 д. д (2Н, CH_{Ar} , $J 8.1$, 2.1 Гц), 7.20 т (4Н, CH_{Ar} , $J 7.4$ Гц), 7.25 д (8Н, CH_{Ar} , $J 8.4$ Гц), 7.29 с (1Н, CH_{Ar} , $J 3.2$ Гц), 7.32 т (1Н, CH_{Ar} , $J 2.2$ Гц), 7.36 т (8Н, CH_{Ar} , $J 7.9$ Гц), 8.92 д (2Н, NH, $J 10.3$ Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- d_6), δ_{C} , м. д.: 108.3 т ($J 7.2$ Гц), 112.6 д ($J 9.2$ Гц), 121.2 д ($J 4.6$ Гц), 126.3, 130.4, 130.9, 141.7, 151.1 д ($J 6.2$ Гц). Спектр ЯМР ^{31}P (ДМСО- d_6): δ_{P} –6.60 м. д. Масс-спектр (ESI^+), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 573.24 [$M + \text{H}$] $^+$, 595.21 [$M + \text{Na}$] $^+$, 611.19 [$M + \text{K}$] $^+$. Масс-спектр (ESI^-), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 571.24 [$M - \text{H}$] $^-$. Найдено, %: С 62.81; Н 4.55; N 4.66; P 10.67. $\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_6\text{P}_2$. Вычислено, %: С 62.94; Н 4.58; N 4.89; P 10.82.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Куандыкова Акбота Бостандыккызы, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7610-9983>

Джиембаев Булат Жазкенович, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7868-7285>

Акылбеков Нургали Икрамович, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7584-9741>

Чугунова Елена Александровна, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9371-1877>

Добрынин Алексей Борисович, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4912-3699>

Абызбекова Гульмира Минбаевна, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3721-1322>

ФИНАНСОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Синтетическая часть работы выполнена при финансовой поддержке Казахского национального женского педагогического университета и Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан (грант № BR10764960). Физико-химические исследования были выполнены с использованием оборудования Спектро-аналитического центра Федерального исследовательского центра «Казанский научный центр РАН» в рамках государственного задания.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

А.Р. Бурилов является членом редколлегии Журнала общей химии. Остальные авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hansruedi S., Sabyasachi G. EP Pat. 2481744 A1 2012.
2. Romanowska J., Kolodziej K., Sobkowski M., Rachwalak M., Jakubowski T., Golebiewska J., Kraszewski A., Boryski J., Dabrowska A., Stawinski J. // Eur. J. Med. Chem. 2019. Vol. 164. P. 47. doi 10.1016/j.ejmech.2018.12.038
3. Kim I.-H., Park Y.-K., Nishiwaki H., Hammock B.D., Nishi K. // Bioorg. Med. Chem. 2015. Vol. 23. P. 7199. doi 10.1016/j.bmc.2015.10.016
4. Джиембаев Б.Ж., Куандыкова А.Б., Досжанова К.А., Тлеубаева А.А., Садыков С.Т., Айтбаев Т.Е., Алимкулов Д.М. Пат. РК 35532 (2022).
5. Hudson H.R., Tajti Á., Bálint E., Czugler M., Keglevich G. // Synth. Commun. 2020. Vol. 50. P. 1446. doi 10.1080/00397911.2019.1679186
6. Milen M., Ábrányi-Balogh P., Kangyal R., Dancsó A., Frigyes D. // Heteroatom Chem. 2014. Vol. 25. P. 245. doi 10.1002/hc.21170
7. Trofimov B.A., Gusarova N.K., Volkov P.A., Ivanova N.I., Khrapova K.O. // Heteroatom Chem. 2016. Vol. 27. P. 44. doi 10.1002/hc.21299
8. Крылов А.С., Пугерская Ю.Л., Гуржий В.В., Воронина Д.Ю., Догадина А.В. // ЖОХ. 2022. Т. 92. № 10. С. 1535; Krylov A.S., Piterskaya Y.L., Gurzhiy V.V., Voronina D.Yu., Dogadina A.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2022. Vol. 92. P. 1912. doi 10.1134/S1070363222100061
9. Минаева Л.И., Патрикеева Л.С., Кабачник М.М., Белецкая И.П. // ЖОХ. 2010. Т. 46. № 10. С. 1572; Minaeva L.I., Patrikeeva L.S., Kabachnik M.M., Beletskaya I.P. // Russ. J. Org. Chem. 2010. Vol. 46. P. 1579. doi 10.1134/S1070428010100246
10. Туканова С.К., Джиембаев Б.Ж., Бутин Б.М. // ЖОХ. 1989. Т. 59. С. 2633.
11. Крутиков В.И., Еркин А.В., Крутикова В.В. // ЖОХ. 2012. Т. 82. № 5. С. 713; Krutikov V.I., Erkin A.V., Krutikova V.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2012. Vol. 82. P. 822. doi 10.1134/S1070363212050039
12. Zwierzak A., Osowska K.A. // Synthesis. 1984. Vol. 3. P. 223. doi 10.1055/s-1984-30778
13. Ou Y., Huang Y., He Z., Yu G., Huo Y., Li X., Gao Y., Chen Q. // Chem. Commun. 2020. Vol. 56. P. 1357. doi 10.1039/C9CC09407E
14. Romero-Estudillo I., Viveros-Ceballos J.L., Cazares-Carreño O., González-Morales A., de Jesús B.F., López-Castillo M., Razo-Hernández R.S., Castañeda-Corral G., Ordóñez M. // Bioorg. Med. Chem. 2019. Vol. 27. P. 2376. doi 10.1016/J.BMC.2018.12.041
15. Le Corre S.S., Berchel M., Couthon-Gourvès H., Haelters J., Jaffrès P. // Beilstein J. Org. Chem. 2014. Vol. 10. P. 1166. doi 10.3762/bjoc.10.117
16. Kaboudin B., Kazemi F., Habibi F. // Tetrahedron Lett. 2015. Vol. 56. P. 6364. doi 10.1016/j.tetlet.2015.09.129
17. Kaboudin B. // Synthesis. 2018. Vol. 50. P. 170. doi 10.1055/s-0036-1589111
18. APEX2 (Version 2.1), SAINTPlus. Data Reduction and Correction Program (Version 7.31A), Bruker Advanced X-Ray Solutions 2006.
19. Sheldrick G.M. SADABS. Madison, Wisconsin, USA, 1997.
20. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. (C). 2014. Vol. 71. P. 3. doi 10.1107/S2053229614024218

Synthesis of New Symmetrical Diamidophosphates Based on *meta*-Phenylenediamine under Microwave Irradiation

A. B. Kuandykova^a, B. Zh. Dzhiembaev^a, A. R. Burilov^b, N. I. Akylbekov^{c,*},
E. A. Chugunova^b, A. B. Dobrynin^b, and G. M. Abyzbekova^c

^a Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, 050000 Kazakhstan

^b A.E. Arbutov Institute of Organic and Physical Chemistry, Federal Research Center "Kazan Scientific Center of the Russian Academy of Sciences", Kazan, 420088 Russia

^c Korkyt Ata Kyzylorda University, Kyzylorda, 120014 Kazakhstan

*e-mail: nurgali_089@mail.ru

Received May 15, 2023; revised May 15, 2023; accepted May 17, 2023

A new series of diphosphorylated amidophosphates was obtained as a result of the reaction of *meta*-phenylenediamine with dialkylphosphites in the presence of CCl₄ and triethylamine (Atherton–Todd reaction) under microwave irradiation. Structure of all the obtained amidophosphates was established on the basis of ³¹P, ¹H, ¹³C NMR, IR spectroscopy and mass spectrometry methods, as well as single crystal X-ray diffraction and elemental analysis data.

Keywords: *meta*-phenylenediamine, Atherton–Todd reaction, dialkylphosphites, microwave irradiation