

УДК 547.587.51:547.556.8:547.775

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ 3-ЗАМЕЩЕННЫХ КУМАРИНОВ И ИХ 2-ИМИНОАНАЛОГОВ С ПРОИЗВОДНЫМИ ГИДРАЗИНА

А.В.Борисов, С.В.Русанова, С.Н.Коваленко, С.В.Власов

Национальный фармацевтический университет,
61002, г. Харьков, ул. Пушкинская, 53. E-mail: kosn@ic.kharkov.ua; borisov@onet.com.ua

Ключевые слова: кумарин; гидразингидрат; салицилальдазин; бензопирано[2,3-с]пирозол-3-он; гидразоны

Изучено взаимодействие 3-гетерилзамещенных и 3-карбоксамидкумаринов с гидразингидратом. Показано что результатом реакции являются соответствующие продукты деструкции кумаринового цикла: салицилальдазин и фрагмент гидразида метиленактивной кислоты. В случае 2-иминокумаринов реакция проходит по второму положению пиранового цикла. При продолжительном нагревании гидразонов с хорошими выходами были выделены бензопирано[2,3-с]пирозол-3-оны.

THE INTERACTION OF 3-SUBSTITUTED COUMARINS AND THEIR 2-IMINOANALOGUES WITH HYDRAZINE DERIVATIVES

A.V.Borisov, S.V.Rusanova, S.N.Kovalenko, S.V.Vlasov

The interaction of 3-hetarylsubstituted coumarin and coumarin-3-carboxamide with hydrazine hydrate has been studied. It has been revealed that these reactions resulted in salicialdazine and methyleneactive acid hydrazides due to the coumarin ring destruction. In the case of 2-iminocoumarine the same reaction affects the second position of the benzopyran ring. Benzopyrano[2,3-c]pyrazol-3-ones have been isolated in good yields after continuous refluxing of the corresponding hydrazones.

ВЗАЄМОДІЯ 3-ЗАМІЩЕНИХ КУМАРИНІВ ТА ЇХ 2-ІМІНОАНАЛОГІВ З ПОХІДНИМИ ГІДРАЗІНІВ

О.В.Борисов, С.В.Русанова, С.М.Коваленко, С.В.Власов

Вивчено взаємодію 3-гетарилзамішених та 3-карбоксамідкумаринів з гидразингидратом. Виявлено, що в результаті реакції утворюються відповідні продукти деструкції кумаринового циклу салицилальдазин та фрагмент гідразида метиленактивної кислоти. У випадку 2-імінокумаринів реакція перебігає по другому положенню піранового циклу. При довготривалому нагріванні гідразонів з добрими виходами були виділені бензопірано[2,3-с]піразол-3-они.

В продолжении работ по изучению реакционной способности производных кумаринов, которые ведутся на кафедре органической химии НФаУ в последние годы, нами изучено взаимодействие кумаринов и 2-иминокумаринов с гидразингидратом и его производными. Продукты данной реакции представляют несомненный интерес, так как проявляют антибактериальную, противотуберкулезную, инсектицидную активность [1, 3, 4], а также используются в качестве красителей [2].

Реакция кумаринов с производными гидразинов вызывает интерес с точки зрения изучения реакционной способности этих производных, содержащих несколько электрофильных центров. Несмотря на то, что в литературе к вопросу взаимодействия производных кумарина с гидразинами обращались неоднократно, накопленные сведения имеют противоречивый характер. Поэтому, опираясь на литературные данные, нами были проведены дополнительные исследования реакций 3-замещенных кумаринов с производными гидразина.

Так, ранее было описано, что кумарин, 3-фенилкумарин, 3-арилкумарин, 3-ацетилкумарин и 3-карбэтоксикумарин при взаимодействии с гидразингидратом образуют салицилальдазины [3-5, 6, 7]. Исследование же механизма реакции взаимодействия кумарина с гидразингидратом авторами [8] показало, что присоединение гидразина может происходить как в положение 2, так и в положение 4 и приводит к раскрытию пиранового цикла с образованием гидразона салицилового альдегида и остатка — гидразида малоновой кислоты. При этом реакцию проводили на холоду в этаноле в течение 1 часа.

Согласно другим сведениям реакция 3-карбэтоксикумарина с гидразином приводит к образованию гидразида кумарин-3-карбоновой кислоты, хотя данная реакция проводилась в более жестких условиях [9].

При проведении подобного эксперимента нами в результате непродолжительного нагревания 3-карбоксамид кумарина 1 с небольшим избытком гидразингидрата был выделен салицилальда-

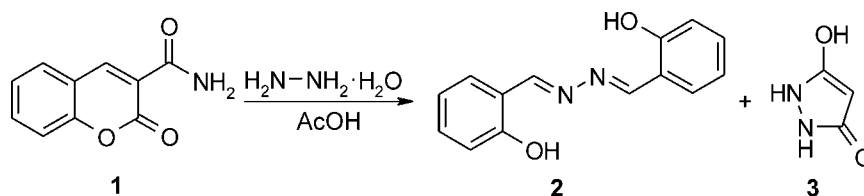


Схема 1

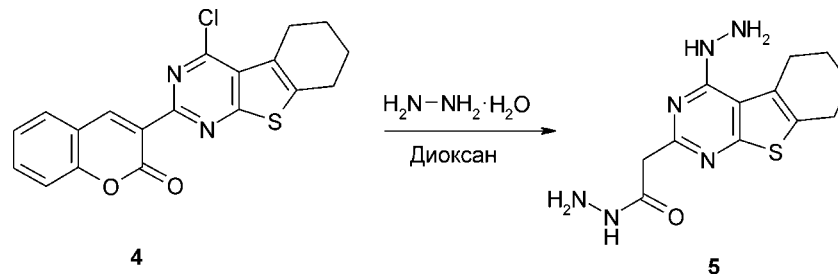


Схема 2

зин 2 (схема 1), строение которого было установлено на основании данных рентгеноструктурного анализа (рис. 1), а после дополнительного упаривания маточного раствора досуха был выделен пиразолон 3, полученный встречным синтезом из малонового эфира и гидразингидрата кипячением в уксусной кислоте.

Похожие результаты были получены и при обработке 3-(4-хлор-5,6,7,8-тетрагидробензо[4,5]тиено[2,3-d]пиримидин-2-ил)кумарина 4 2-3-х кратным избытком гидразингидрата в безводном диоксане (схема 2). В данном случае мы наблюдали образование нерастворимого продукта, который был идентифицирован по данным ПМР-спектроскопии и хромато-масс-спектрометрии как 2-(4-гидразино-5,6,7,8-тетрагидробензо[4,5]тиено[2,3-d]пиримидин-2-ил)этаногидразид 5.

Таким образом, на основании полученных экспериментальных данных можно сделать вывод о том, что молекула гидразина атакует положение 4 кумарина, за счет второй молекулы гидразина раскрывается лактонный цикл, а затем элиминируется фрагмент метиленактивной кислоты, что соответствует механизму, предложенному авторами [8].

Противоречивы также данные, касающиеся строения продуктов взаимодействия гидразинов с 2-иминокумаринами. В работе [10] иминогруппа пассивна к действию различных гидразинов, и реакция идет по аминокрононовому фрагменту с образованием соответствующего аминопиразола.

В других работах [11-13] реакция 2-иминокумарин-3-карбоксамидов 6 с гидразингидратом в кислой среде проходит по положению 2 гетероцикла с образованием 2-гидразонокумарин-3-карбоксамидов 7 (схема 3), что является, на наш взгляд, более типичной реакцией для взаимодействия 2-иминокумаринов с замещенными гидразинами [14].

При попытке воспроизвести методику нами было выделено два продукта реакции: продукт омыления иминогруппы 1 и гидразон бискумарин-3-карбоксамиды 8, имеющие одинаковое количество сигналов протонов в ПМР спектрах, однако, различающиеся по химическим сдвигам (схема 3). Моногидразона 2-иминокумарина, описанного авторами [14], нами зафиксировано не было. Данные рентгеноструктурного анализа (рис. 2) одного из выделенных продуктов свидетельствуют об образовании кумарин-3-карбоксамиды 1, структура второго продукта 8 была установлена на основании данных элементного анализа, ИК-спектроскопии и масс-спектрометрии.

В литературе имеются сведения о структуре соединения 2 [17] и 1 [18], однако их точность невысока, особенно в определении положения и геометрических характеристик связей с участием атомов водорода.

Молекула 2 в структуре занимает частное положение в центре симметрии и находится в транс-конфигурации относительно центральной связи

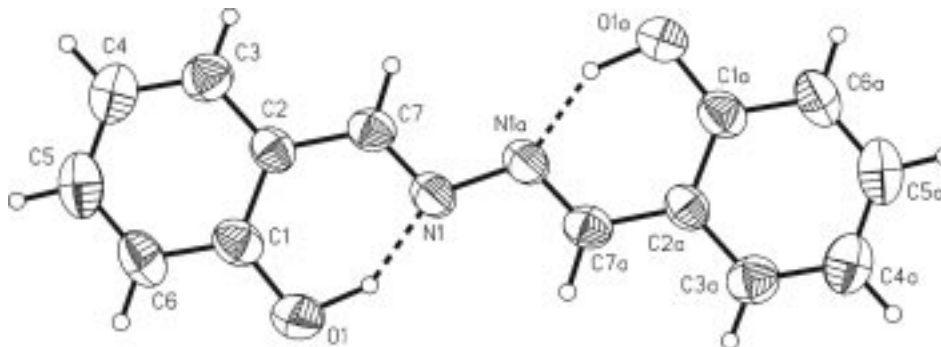


Рис. 1. Нумерация атомов и эллипсоиды тепловых колебаний в структуре 2.

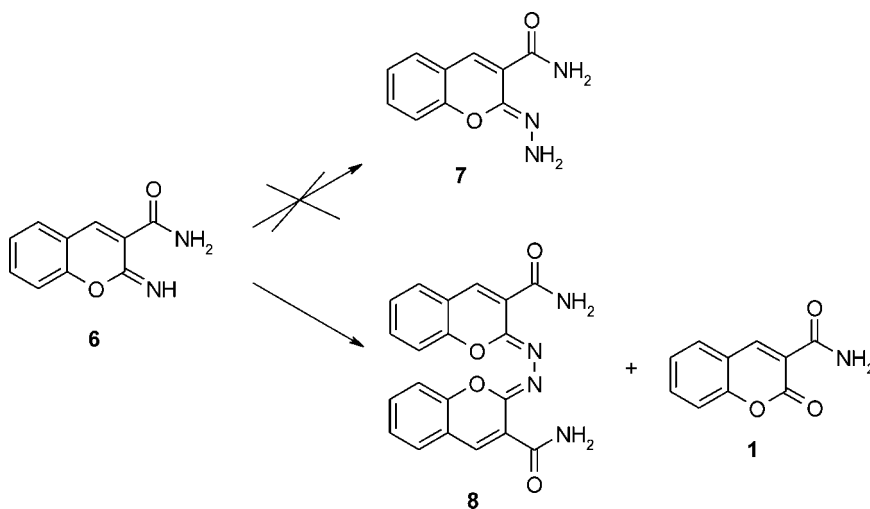


Схема 3

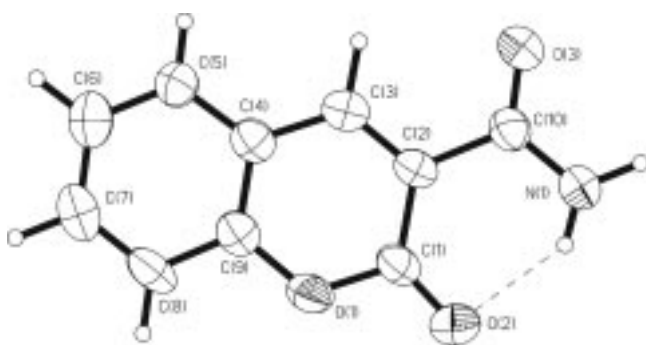


Рис. 2. Нумерация атомов и эллипсоиды тепловых колебаний в структуре 1.

N(1)-N(1a). Полученные нами данные свидетельствуют о том, что молекула 2,2'-азиноди-2-гидрокситолуола плоская с точностью 0,008Е. Помимо сопряжения связей планарность молекулы дополнительно стабилизируется прочной внутримолекулярной водородной связью O(1)-H(1) ··· N(1) длиной 1,60(2)Е (расстояние O(1) ··· N(1) 2,617(2)Е, угол O(1)-H(1)-N(1) 148(2)).

В молекуле 1 кумариновый фрагмент молекулы является плоским с точностью 0,006Е. Карбамидная группа незначительно отклоняется от плоскости кумаринового фрагмента: атом C₁₀ — на 0,021, N₁ — на 0,131Е. Такое отклонение, по-видимому, обусловлено стерическими затруднениями атома H₂N, образующего внутримолекулярную водородную связь с атомом O₂ (длина связи H₂N ··· O₂ 2,02(1)Е, расстояние N₁ ··· O₂ 2,757(2)Е, угол N₁-H₂N-O₂ 141(1)), замыкающую шести-членный цикл в молекуле. Второй водородный

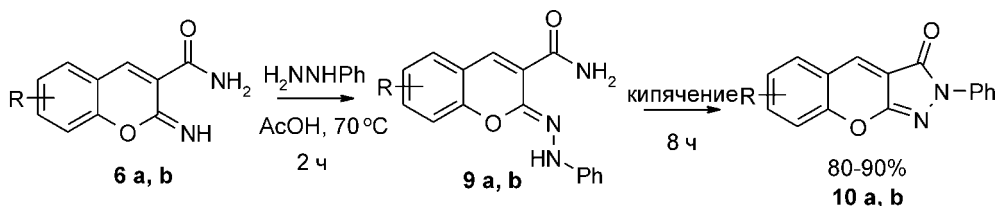
атом аминогруппы H₁N образует межмолекулярную водородную связь с атомом кислорода, симметричным атому O₃ (длина связи 1,93(1)Е, расстояние N₁ ··· O₃^{-1-x,1-y,1-z} 2,917(2)Е, угол N₁-H₁N-O₃^{-1-x,1-y,1-z} 175(1)). За счет последней водородной связи в кристаллической структуре образуются centrosymmetric пары молекул, практически лежащие в одной плоскости.

При реакции 2-иминокумаринов 6 а, б с эквивалентным количеством фенилгидразина в мягких условиях нами получены соответствующие фенилгидразоны 9 а, б [14], однако при более продолжительном нагревании последних наблюдалось образование нового продукта, а спустя 8 часов кипячения был выделены чистые продукты структуры 10 а, б с отличными выходами (схема 4).

Впервые соединения этого класса были выделены авторами [14, 15] как побочные продукты. Нами предложен одnoreакторный способ синтеза производных бензопирано[2,3-с]пирозол-3-онов 10 с высокими выходами.

Экспериментальная часть

Все растворители и реагенты получены из коммерческих источников и использовались без дополнительной очистки. Контроль реакции и индивидуальность получаемых соединений контролировали методами тонкослойной хроматографии на пластинах Silufol UV254 5 смx15 см, а также с помощью HPLC на Shimadzu 10-AV (колонка Luna-C18, Phenomenex, 25 см x 4,6 мм), УФ детектора 215-254 nm и LC-MS Shimadzu 10-AV LC с автосамплиером, Gilson-215, масс-спектрометра



R: a = H, b = 8-MeO

Схема 4

API 150EX, УФ-детектора 215-254 nm, ELS, колонки Luna-C18, Phenomenex, 5 смx2 мм). ИК-спектры записаны на "Specord M80" в таблетках KBr. Спектры ^1H NMR — на Varian WXR-200 (199,98 МГц) спектрометре в DMSO- d_6 или CDCl_3 с использованием TMS в качестве внутреннего стандарта.

Рентгеноструктурное исследование соединений 1, 2 проведено на четырехкратном автоматическом дифрактометре "Siemens P3/PC" ($\lambda(\text{MoK}\alpha) = 0,71073\text{E}$, графитовый монохроматор). Измерение интенсивностей рентгеновских отражений выполнено методом $2\theta/\theta$ -сканирования в интервале углов $7 < 2\theta < 55^\circ$ для 2 и $5 < 2\theta < 60^\circ$ для 1. Расшифровка и уточнение структуры выполнены с использованием комплекса программ SHELX-97; для изготовления иллюстраций использован комплекс SHELXTL-PLUS [14].

Амид 2-иминокумарин-3 карбоновой кислоты (6)

4,3 г (0,05 Моль) амида циануксусной кислоты при нагревании растворяют в 20 мл пропанола-2 и добавляют 5,2 мл (0,05 Моль) салицилового альдегида. В теплый раствор ($40-45^\circ\text{C}$) добавляют очищенный пиперидин (2-3 капли). Выпавший осадок отфильтровывают, промывают этанолом. По ТСХ он идентичен ранее полученному ($R_f = 10\%$, элюэнт этилацетат : гексан, 1:2). Выход — 90%.

Амид кумарин-3-карбоновой кислоты (1)

2 г (0,01 Моль) продукта (6) при нагревании до 70°C растворяют в 15 мл ДМФА и добавляют 2-3 мл 1N раствора HCl, выдерживают при этой температуре в течение 2 часов. В охлажденный раствор добавляют 5 мл воды, выпавший осадок отфильтровывают, тщательно промывают водой. Выход — 84%, $T_{\text{пл.}} = 277-78^\circ\text{C}$ (ДМФА), $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NO}_3$, УФ-спектр (этанол), λ_{max} ($\lg \epsilon$): 294 (1,02), 331 (0,78). ИК-спектр (KBr) (ν, cm^{-1}): 3391, 3145 ($\text{NH}_{\text{амид}}$), 2927 (CH), 1720 ($\text{C}=\text{O}_{\text{амид}}$), 1679 ($\text{C}=\text{O}_{\text{лактон}}$), 1603 ($\text{C}=\text{C}$), 1248 (C-O). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 7,30-7,50 (м, 2H, H-8, 6), 7,67 (т, 1H, H-7), 7,65 (с, 1H, NH₂) 7,87 (д, 1H, H-5), 8,07 (с, 1H, NH₂), 8,85 (с, 1H, H-4).

(1E)-2-Гидроксibenzилиденгидразон 2-гидроксибензальдегида (2)

В 10 мл уксусной кислоты вносят 0,28 г (0,0055 Моль) гидразингидрата и 0,95 г (0,005 Моль) (2) нагревают при перемешивании до 70°C , выдерживают при этой температуре в течение 2 часов. Выпавший осадок фильтруют, промывают водой и спиртом. Выход — 72%, $T_{\text{пл.}} = 216-18^\circ\text{C}$ (метанол), $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$, УФ-спектр (этанол), λ_{max} ($\lg \epsilon$): 218 (1,47), 294 (1,54), 357 (1,49) нм. Спектр ПМР (DMSO- d_6 + CCl_4): 6,85-6,97 (м, 4H, H-5,5',6,6'), 7,28 (т, 2H, H-4,4'), 7,50 (д, 2H, H-3,3'), 8,87 (с, 2H, CH), 11,11 (с, 2H, OH). Упариванием маточника досуха с последующей кристаллизацией из воды выделен (3) 0,15 г LC/MS [$\text{M}+\text{H}^+$] = 101(0,9).

(4-Гидразино-5,6,7,8-тетрагидробензо[4,5]тиено[2,3-d]пиримидин-2-ил)-уксусной кислоты гидразид (5)

К суспензии 0,26 г (0,0007 Моль) 3-(4-хлор-5,6,7,8-тетрагидробензо[4,5]тиено[2,3-d]-пирими-

дин-2-ил) кумарина (4) добавляли 0,1 г (0,0021 Моль) 50% гидразингидрата, при этом наблюдали растворение осадка. Смесь перемешивали при нагревании (50°C) до выпадения обильного белого осадка. После охлаждения осадок отфильтровывали и промывали пропанолом-2. Выход — 67%, $T_{\text{пл.}} = 233-34$ (диоксан); $\text{M} = 292,36$, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_6\text{OS}$, LC/MS [$\text{M}+\text{H}^+$] = 293(0,7). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 1,65-1,83 (4H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$); 2,8 (4H, с, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$); 3,52 (2H, с, CH₂), 4,5 (2H, с, NH₂); 6,80 (2H, с, NH₂); 7,89 (1H, с, NH); 9,12 (1H, с, NH);

Бис-гидразонокумарин-3-карбоксамид (8)

Растворяли 0,1 г (0,002 Моль) гидразингидрата в уксусной кислоте (10 мл) при 40°C . К раствору добавляли 0,38 г (0,002 Моль) 2-иминокумарин-3-карбоксамид и перемешивали 30 мин при этой температуре. Выпадает мелкодисперсный осадок. Добавляли 5 мл воды, осадок отфильтровывали, промывали водой, сушили. Выход — 61%, $T_{\text{пл.}} > 300$ (диоксан). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 7,10-7,30 (м, 4H, H-8, 6), 7,50 (т, 2H, H-7), 7,65 (д, 2H, H-5) 7,80 (с, 2H, NH^b), 8,05 (с, 2H, H-4), 8,85 (с, 2H, NH^a).

2-Гидразонокумарин-3-карбоксамиды (9 а, б)

Растворяли 0,24 г (0,0022 Моль) фенилгидразина в уксусной кислоте (10 мл) при нагревании. К горячему раствору 70°C добавляли 0,38 г (0,002 Моль) соответствующего 2-иминокумарин-3-карбоксамид (6) и перемешивали 30 мин при этой температуре. По охлаждению выпадал осадок. Добавляли 5 мл воды, осадок отфильтровывали, промывали водой, сушили.

(9 а) Выход — 73%, $T_{\text{пл.}} = 151-53$, (ДМФА). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 6,74 (т, 1H, Ar-H-4), 7,06 (д, 2H, Ar-H-2'6'), 7,11-7,35 (м, 4H, 6, 8, 3', 5'Ar-H), 7,45 (д, 1H, 5), 7,54 (т, 1H, 7), 7,79 (с, 1H, 4), 7,88 (с, 1H, NH^b), 8,48 (с, 1H, NH^a), 9,54 (с, 1H, NH).

(9 б) Выход — 56%, $T_{\text{пл.}} = 140-42$, (ДМФА). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 3,91(3H, с, OCH₃), 6,77 (т, 1H, Ar-H-4), 7,00-7,29 (м, 7H, 5, 6, 7, 3', 5', 2'6'), 7,78 (м, 1H, 4), 7,90 (м, 1H, NH^b), 8,50 (с, 1H, NH^a), 8,81 (с, 1H, NH).

Бензопирано[2,3-с]пирозол-3-оны (10 а, б).

Растворяли 0,24 г (0,0022 Моль) фенилгидразина в уксусной кислоте (15 мл) при нагревании, добавляли 0,38 г (0,002 Моль) соответствующего 2-иминокумарин-3-карбоксамид 6 и кипятили в течение 4-8 ч ($R_f = 90\%$, контроль ТСХ этилацетат:гексан 1:1). По охлаждению выпадал осадок темно-красного вещества. Добавляли 5 мл воды. Осадок отфильтровывали, промывали метанолом и водой, высушивали.

(10 а) Выход — 82%, $T_{\text{пл.}} = 231-233$, (диоксан). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 7,18 (т, 1H, Ar-H-4), 7,52-7,33 (м, 3H, 8H, Ar-H-3',5'), 7,61 (д, 1H, 5H), 7,79 (т, 1H, 7H), 7,96 (д, 3H, 6H, Ar-H-2'6'), 8,71 (с, 1H, 4H).

(10 б) Выход — 89%, $T_{\text{пл.}} = 243-245$, (диоксан). Спектр ПМР (DMSO- d_6): 7,18 (т, 1H, Ar-H-4),

7,32-7,57 (м, 5H, 5,7,6, Ar-H-3',5'), 7,97 (д, 2H, Ar-H-2'6'), 8,69 (с, 1H, 4H).

Рентгеноструктурное исследование соединений 1 и 2

Рентгеноструктурное исследование соединения 2 проведено на четырехкружном автоматическом дифрактометре "Siemens P3/PC" ($\lambda(\text{MoK}\alpha)=0,71073\text{E}$, графитовый монохроматор). Измерение интенсивностей рентгеновских отражений выполнено методом $2\theta/\theta$ -сканирования в интервале углов $7 < 2\theta < 55^\circ$ для 12 и $5 < 2\theta < 60^\circ$ для 1. Расшифровка и уточнение структуры выполнены с использованием комплекса программ SHELX-97 [16], а для изготовления иллюстраций использован комплекс SHELXTL-PLUS. Кристаллы 2 моноклинные, пр.гр. $P2_1/n$, $M_r=240,26$, $C_{14}H_{12}N_2O_2$, $a=8,5953(16)$, $b=6,3563(15)$, $c=11,911(3)\text{E}$, $\beta=107,891(17)^\circ$, $V=619,3(2)\text{E}^3$, $Z=2$, $d_{\text{выч}}=1,288\text{ г/см}^3$, $F_{000}=252$, $\mu(\text{MoK}\alpha)=0,088\text{ мм}^{-1}$, всего измерено 1383 отражений, из которых 1303 ненулевых неэквивалентных ($R_{\text{int}}=0,0589$) и 602 наблюдаемых с $I > 2\sigma(I)$. Показатели достоверности структуры: $R=0,0376$, $wR_2=0,0565$ по наблюдаемым и $R=0,0779$, $wR_2=0,0616$ по всем отражениям. Кристаллы 1 моноклинные, пр.гр. $P2_1/c$, $M_r=189,17$, $C_{10}H_7NO_3$, $a=$

$=4,8093(13)$, $b=14,549(3)$, $c=12,482(3)\text{E}$, $\beta=95,68(2)^\circ$, $V=869,1(4)\text{E}^3$, $Z=4$, $d_{\text{выч}}=1,446\text{ г/см}^3$, $F_{000}=392$, $\mu(\text{MoK}\alpha)=0,109\text{ мм}^{-1}$, всего измерено 2615 отражений, из которых 2513 ненулевых неэквивалентных ($R_{\text{int}}=0,0157$) и 909 наблюдаемых с $I > 2\sigma(I)$. Показатели достоверности структуры: $R=0,0271$, $wR=0,0396$ по наблюдаемым и $R=0,0730$, $wR=0,0491$ по всем отражениям.

Выводы

Изучено взаимодействие 3-замещенных кумаринов 1, 4 и их 2-иминоаналогов 6 с гидразинами. Показано что при взаимодействии 3-замещенных кумаринов 1, 4 с гидразингидратом реакция приводит к раскрытию пиранонового цикла и образованию салицилальдазина 2 и гидразидов метиленактивных кислот или продуктов их циклизации. В случае 2-иминокумарин-3-карбоксамидов 6 а, б реакция идет по второму положению 2-иминокумарина, в зависимости от условий могут быть выделены как гидразоны 2-иминокумарина 8, 9 а, б, так и бензопирано[2,3-с]пиразол-3-оны 10 а, б. Данная реакция сопровождается образованием продукта гидролиза кумарин-3-карбоксамидов 1.

Литература

1. El-Sayed A.M., Ghattas A.-B.A.G., El-Wassimy M.T., Abd Allah O.A. // *Il Farmaco*. — 1999. — Vol. 54, №1. — P. 56-63.
2. Rajagopal R., Shenoy V.U., Padmanabhan S. et al. // *Dyes and Pigments*. — 1990. — Vol. 13, №3. — P. 167-175.
3. Marini-Bettolo G.B., Casinovi C.G., De Albuquerque I.L. // *Gazz. Chem. Ital.* — 1963. — Vol. 93. — P. 345-348.
4. Islam A.M., Bedair A.H., El-Maghraby A.A. et al. // *Ind. J. Chem., Sect. B*. — 1982. — Vol. 21B, №5. — P. 487-489.
5. Hishmat O.H., Khalil K.M.A., El-Naem S.E., Abdel Rahman A.H. // *Egypt. J. Chem.* — 1987. — Vol. 30, №2. — P. 171-177.
6. Allen C.F.H., Magder E.W. // *J. Heterocycl. Chem.* — 1969. — Vol. 6, №3. — P. 349-360.
7. Baker W., Haksar C.N., McOmie J.F.W. // *J. Chem. Soc.* — 1950. — Vol. 1. — P. 170-173.
8. Islam A.M., Aly F.M., El-Sharief A.M.S. // *Egypt. J. Chem.* — 1983. — Vol. 26, №3. — P. 233-239.
9. Fujino H., Eguchi M., Goya S. // *J. Pharm. Soc. Japan*. — 1990. — Vol. 110, №2. — P. 155-158.
10. Gohar Abdel-Kerim M.N., Abdel-Latif F.F., El-Ktatny M.S. // *Ind. J. Chem., Sect. B*. — 1987. — Vol. 26B, №3. — P. 274-276.
11. Houben J., Pfankuch E. // *Chem. Ber.* — 1926. — Vol. 59, №7. — P. 1594-1605.
12. Reynolds G.A., Van Allan J.A., Petropoulos C.C. // *J. Heterocycl. Chem.* — 1970. — Vol. 7, №5. — P. 1061-1069.
13. O'Callaghan C.N. // *J. Chem. Soc.* — 1971. — Vol. 2. — P. 207-210.
14. Горобец Н.Ю., Ермолаев С.А., Силин А.В., Никитченко В.М. // *Вестник Харьковского нац. у-та*. — 2002. — №573, хим. секция 9 (32). — С. 62-77.
15. O'Callaghan C.N. // *J. Chem. Soc. Perkin Trans.1* — 1980. — №6. — P. 1335-1337.
16. Sheldrick G.M. // *SHELXTL PLUS. PC version. Siemens Analytical X-Ray Instruments, Inc., Madison. Wisconsin*. — 1989. — P. 366.
17. Xue-Xiang Xu, Xiao-Zeng You, Zhen-Fan Sun, Xin Wang // *Acta Crystallogr. Sect. C*. — 1994. — Vol. 50. — P. 1169-1171.
18. Cavaco I., Pessoa J.C., Duarte M.T. // *Chem. Communications*. — 1996. — Vol. 22. — P. 1365.

Надійшла до редакції 08.12.2006 р.