

УДК 548.737

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ И МОЛЕКУЛЯРНАЯ СТРУКТУРА НОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ТЕТРАГИДРОБЕНЗО[*e*]ПИРАНО[4,3-*b*]ПИРИДИНОВ© 2008 Е.В. Миронова*, А.Т. Губайдуллин, А.М. Муртазина,
И.А. Литвинов, В.А. Мамедов

Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН

Статья поступила 11 мая 2007 г.

Выполнено рентгеноструктурное исследование трех соединений тетрагидробензо[*e*]пирано[4,3-*b*]пиридинового ряда, образующихся в результате реакции в системе диэтиловый эфир 2,4,6-триоксогептандикарбоновой кислоты — замещенный салициловый альдегид — ацетат аммония. При включении метоксигруппы как заместителя в трициклической системе конформация тетрагидропиридинового и пиранового циклов принимает форму *полукресло*, а для незамещенного соединения тетрагидропиридиноый цикл находится в конформации *искаженная ванна*, а пирановый — в конформации *S-конверт*. За счет межмолекулярных водородных связей N—H...O и O—H...O молекулы изученных соединений в кристалле образуют цепочечную структуру. Для двух из трех изученных соединений атомы водорода при хиральных центрах находятся в *транс*-положении, аналогично структуре природных тетрагидроканнабинолов.

Ключевые слова: тетрагидробензо[*e*]пирано[4,3-*b*]пиридины, кристаллическая и молекулярная структура, рентгеноструктурный анализ.

Тетрагидробензо[*e*]пирано[4,3-*b*]пиридины [1] (или пиридо[2,3-*c*]кумарины [2]) являются аза-аналогами Δ^1 -*транс*-тетрагидроканнабинола I [3] и $\Delta^{1(6)}$ -*транс*-тетрагидроканнабинола II [4] (схема 1) — известных физиологически активных компонентов каннабиса (*Cannabis*) [5]. В связи с этим ведется активный поиск по разработке методов синтеза этой привлекательной трициклической системы различными исследовательскими группами [1, 6—22].

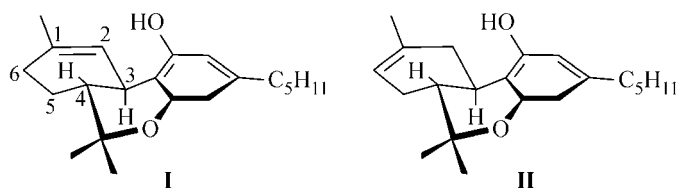


Схема 1

 Δ^1 -*транс*-тетрагидроканнабинол $\Delta^{1(6)}$ -*транс*-тетрагидроканнабинол

Ранее нами было обнаружено, что реакция диэтилового эфира 2,4,6-триоксогептандикарбоновой кислоты (1) [23, 24] с салициловым альдегидом (2) и его замещенными производными в EtOH в присутствии ацетата аммония приводит к аза-аналогам гетероциклической системы каннабинола [5] — 2,5-диэтоксикарбонил-4-оксо-5-гидрокси-1,4,4 α ,10 b -тетрагидробензо[*e*]пирано[4,3-*b*]пиридинам (схема 2).

* E-mail: katy@iopc.knc.ru

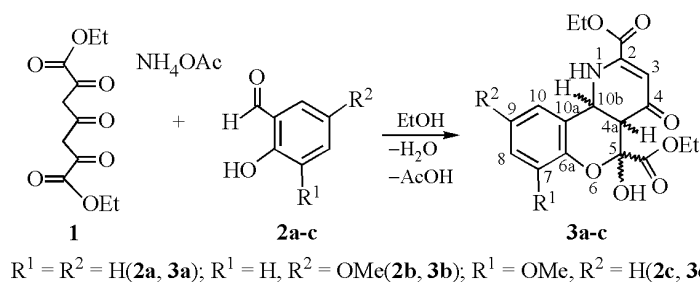


Схема 2

Наличие в составе тетрагидробензо[е]пирано[4,3-*b*]пиридинов двух таутомероспособных систем (тетрагидропиридин-4-оной и 2-гидроксипирановой) предполагает существование этих соединений в зависимости от фазового состояния, полярности среды и природы заместителей R^1 и R^2 в виде различных таутомерных форм, в том числе и открыто-цепных (схема 3).

Так как в процессе синтеза тетрагидробензо[е]пирано[4,3-*b*]пиридинов **3a—c** обе стадии замыкания пирид-4-оной и пирановой систем являются обратимыми и протекают с образованием трех асимметрических центров, соединения **3a—c** могут существовать в виде четырех диастереомеров (а также дополнительно четырех энантиомерных форм для каждого из них). Для однозначного установления их структуры было выполнено рентгеноструктурное исследование монокристаллов, полученных из каждой реакции. Проведение РСА соединений **3a—c** продиктовано также необходимостью выяснить, какое из этих соединений по своей пространственной структуре (по каркасу) ближе к природным тетрагидроканнабинолам [3, 4].

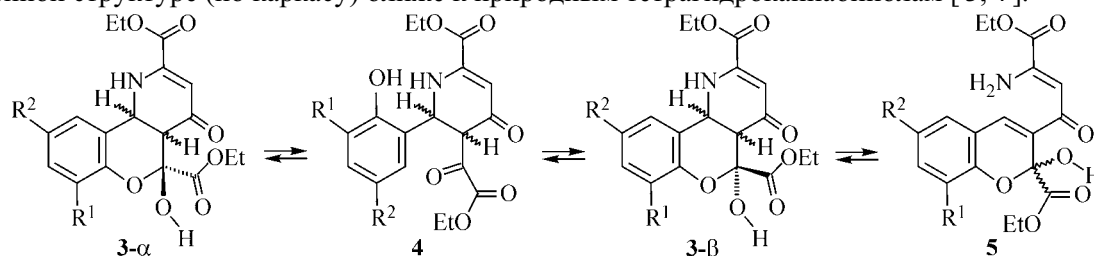


Схема 3

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Соединения **3a—c** синтезированы по ранее описанной методике [23, 24]. Экспериментальные данные для соединения **3a** опубликованы нами в ограниченном объеме в [23] и используются для сравнения и подробного анализа. В настоящей работе нумерация атомов в молекуле **3a** для удобства обсуждения изменена и приведена в соответствии с нумерацией в структурах **3b** и **3c**.

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **3b** и **3c** проведен при температуре 20 °С на автоматическом четырехкружном дифрактометре Enraf-Nonius CAD-4 (λCuK_{α} -излучение ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$), графитовый монохроматор). Параметры кристаллов соединений **3b** и **3c** и условия рентгеноструктурных экспериментов приведены в табл. 1. Падения интенсивностей трех контрольных отражений за время съемки экспериментов не наблюдалось. Определение параметров элементарных ячеек и предварительная обработка экспериментальных данных выполнены с использованием программы MolEN [25]. Структуры расшифрованы прямым методом с помощью программы SIR [26]. Структура соединений уточнена вначале в изотропном, затем в анизотропном приближении с использованием комплекса программ MolEN [25] для соединения **3c** и программы SHELX-97 [27] из комплекса программ WinGX [28] для соединения **3b**. В молекуле **3b** координаты атомов водорода рассчитаны на основе стереохимических критериев и уточнены по модели наездника. Атомы водорода в молекуле **3c** выявлены из разностных рядов электронной плотности, и их вклад в структурные амплитуды учитывался с фиксированными позиционными и температурными параметрами в заключительной стадии уточнения. Все рисунки и анализ межмолекулярных взаимодействий выполнены с помощью программы PLATON [29]. Координаты атомов и структурные параметры соединений **3a—c**

Т а б л и ц а 1

Параметры кристаллов соединений **3b**, **3c** и условия рентгеноструктурных экспериментов

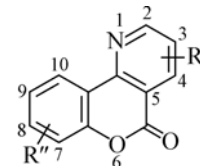
Параметр	3b	3c
Цвет, габитус	Желтые, призматические	Бесцветные, игольчатые
Брутто-формула	C ₁₉ H ₂₁ N ₁ O ₈	C ₁₉ H ₂₁ N ₁ O ₈
Сингония	Триклинная	Моноклинная
Пространственная группа	<i>P</i> -1	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i>
Параметры элементарной ячейки, Å, углы, град.	<i>a</i> = 6,813(1), <i>b</i> = 9,981(2), <i>c</i> = 14,733(2); α = 82,04(2), β = 80,83(1), γ = 70,09(2)	<i>a</i> = 8,720(1), <i>b</i> = 24,381(5), <i>c</i> = 9,349(2); β = 109,63(1)
Объем <i>V</i> , Å ³	926,1(3)	1871,9(3)
<i>Z</i>	2	4
Молекулярный вес	391,37	391,37
Плотность (выч.), г/см ³	1,40	1,39
Коэффициент поглощения μ , см ⁻¹	9,3	9,2
θ_{\max}	74,26	74,2
Измерено отражений	3727	4140
Число наблюдаемых отражений	3046 с $I > 2\sigma(I)$	1747 с $I > 3\sigma(I)$
Учет поглощения	Эмпирический	Не проводили
Окончательные значения факторов расходимости	$R = 0,043$, $R_w = 0,129$	$R = 0,054$, $R_w = 0,061$
Число отражений, использованных при уточнении	3046 с $F^2 \geq 2\sigma(I)$	1501 с $F \geq 6\sigma(I)$
Тип сканирования	$\omega/2\theta$	$\omega/2\theta$

депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (КБСД) (ссылку на структуру **3a** см. [23], на соединение **3b** код ссылки CCDC 626994, **3c** — CCDC 626993). Исследование монокристаллов соединений **3a—c** проведено в Отделении рентгеноструктурных исследований Центра коллективного пользования САЦ на базе Лаборатории дифракционных методов исследования ИОФХ им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН. Избранные геометрические параметры соединений **3a—c** приведены в табл. 2.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рентгеноструктурное исследование соединений **3a—c** показало, что они представляют собой трициклические изомеры (рис. 1), причем трициклический фрагмент неплоский, в отличие от известных аннелированных аналогов, найденных нами в КБСД [17, 30, 31]:

I: R' = 2-OH, 3-CONH₂, R'' = H; **II**: R' = 2-OH, 3-CONH₂, R'' = 9-Et;
III: R' = 2-OH, 3-CONH₂, R'' = 9-*i*-Pr; **IV**: R' = 2-OH, 3-CONH₂, R'' = 7,9-Me₂;
V: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = H; **VI**: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = 8-NEt₂; **VII**: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = 7,9-Cl₂; **VIII**: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = 9-Br; **IX**: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = 7-OMe; **X**: R' = 2-Me, 4-OH, R'' = 9-NO₂.



Молекула **3a** (5-гидрокси-4-оксо-2,5-диэтоксикарбонил-4,4*a*,5,10*b*-тетрагидро-(1*H*)-[1]бензопирано[4,3-*b*]пиридин, см. рис. 1, *a*) имеет три хиральных центра, соединение **3a** кристаллизуется в виде рацемата (одна из четырех возможных энантиомерных пар) с относительной конфигурацией хиральных центров *R*, *S*, *R* (атомы C(10*b*), C(4*a*) и C(5) соответственно).

Избранные длины связей (\AA), валентные и торсионные углы (град.) в молекулах **3a—c**

Параметр	3a	3b	3c
Длина связи			
N(1)—C(2)	1,381(6)	1,339(2)	1,358(5)
C(2)—C(3)	1,360(8)	1,361(3)	1,363(6)
C(3)—C(4)	1,467(7)	1,424(3)	1,435(7)
C(4)—C(4a)	1,507(7)	1,529(2)	1,435(7)
C(4a)—C(10b)	1,519(7)	1,531(2)	1,521(6)
C(10b)—N(1)	1,475(7)	1,464(2)	1,448(6)
C(4a)—C(5)	1,522(7)	1,529(2)	1,516(6)
C(5)—O(6)	1,442(6)	1,408(2)	1,438(5)
O(6)—C(6a)	1,382(7)	1,387(2)	1,391(5)
C(6a)—C(10a)	1,370(7)	1,383(2)	1,383(7)
C(10a)—C(10b)	1,500(7)	1,523(2)	1,510(6)
C(4)—O(4)	1,222(7)	1,233(3)	1,236(5)
C(5)—O(5)	1,387(7)	1,407(2)	1,387(6)
C(7)—O(7)	—	—	1,365(6)
C(9)—O(9)	—	1,381(2)	—
O(7)—C(19)	—	—	1,428(6)
O(9)—C(19)	—	1,416(3)	—
Валентный угол			
C(3)C(4)C(4a)	115,0(5)	116,4(2)	114,5(4)
C(5)O(6)C(6a)	117,3(4)	116,2(1)	115,5(3)
C(7)O(7)C(19)	—	—	116,8(4)
C(9)O(9)C(19)	—	118,0(2)	—
O(6)C(5)C(4a)	110,3(5)	111,1(1)	109,3(3)
C(2)N(1)C(10b)	116,0(5)	119,0(2)	117,0(3)
O(6)C(6a)C(7)	112,5(4)	115,3(2)	115,3(4)
N(1)C(2)C(3)	126,0(5)	123,5(2)	122,7(4)
O(6)C(6a)C(10a)	126,6(5)	123,7(2)	124,1(3)
C(2)C(3)C(4)	118,2(5)	120,8(2)	120,3(4)
C(4)C(4a)C(10b)	113,6(4)	110,3(1)	108,2(4)
C(5)C(4a)C(10b)	108,2(4)	111,7(1)	108,5(4)
O(4)C(4)C(3)	121,4(5)	124,0(2)	124,7(4)
O(4)C(4)C(4a)	123,5(4)	119,5(2)	120,7(4)
C(6a)C(10a)C(10b)	116,1(5)	120,1(1)	119,2(3)
N(1)C(10b)C(4a)	107,5(4)	109,7(1)	107,9(4)
C(4a)C(10b)C(10a)	110,9(4)	109,8(1)	110,3(4)
Торсионный угол			
C(2)C(11)O(12)C(13)	−174,1(5)	174,5(2)	−174(5)
C(11)O(12)C(13)C(14)	−115,8(7)	−92,6(2)	163,5(7)
O(11)C(11)O(12)C(13)	3,9(8)	−5,1(3)	5,4(8)
C(3)C(2)C(11)O(12)	−3,3(8)	−179,8(2)	−6,3(7)
N(1)C(2)C(11)O(11)	1,8(8)	177,4(2)	−5,9(8)
C(5)C(15)O(16)C(17)	176,6(4)	−170,8(2)	177,4(4)
C(15)O(16)C(17)C(18)	100,6(7)	78,7(2)	173,2(4)
O(15)C(15)O(16)C(17)	0,3(8)	4,1(3)	−3,1(7)
O(5)C(5)C(15)O(15)	−19,2(4)	−101,9(2)	11,9(6)

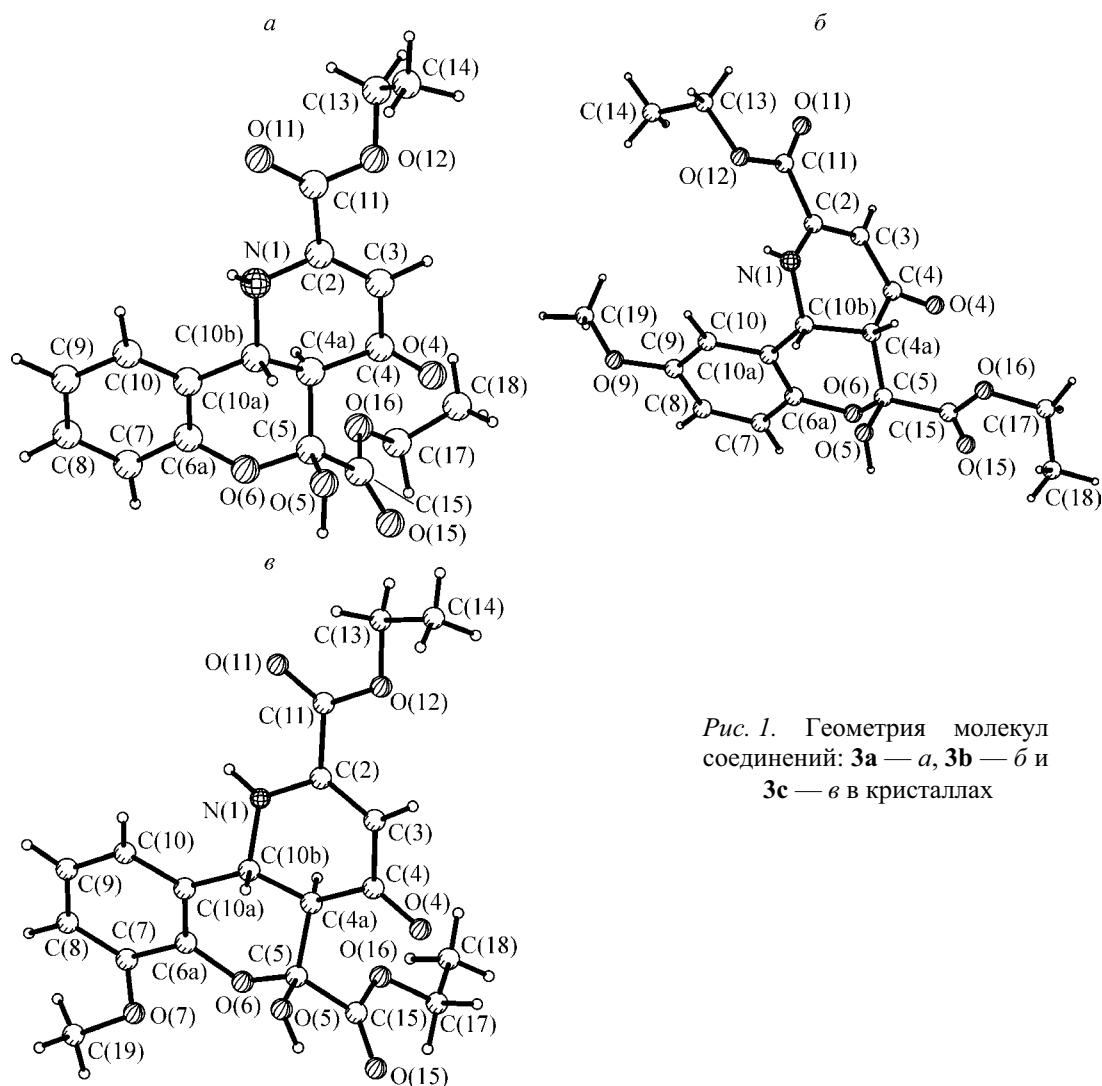


Рис. 1. Геометрия молекул соединений: **3a** — *a*, **3b** — *б* и **3c** — *в* в кристаллах

Как и ожидалось, длины связей в тетрагидропиридиновом и пирановом циклах данного соединения существенно больше (варьируют в пределах 1,360(8)—1,519(7) Å, см. табл. 2), чем в рассматриваемых плоских ароматических аналогах из КБСД (1,349(3)—1,445(3) Å [17, 30, 31]). Сравнение величин внутрициклических углов молекулы **3a** с упомянутыми выше аналогами не представляется уместным, поскольку в этих структурах трициклическая система является ароматической, а трициклических структур, подобных соединению **3a**, в КБСД не найдено. Пирановый цикл соединения **3a** имеет конформацию *S*-конверт (фрагмент O(6)C(6a)C(10a)C(10b)C(5) плоский в пределах 0,036(3) Å, атом C(4a) отклонен от него на -0,697(6) Å), а тетрагидропиридиновый цикл — конформацию *искаженная ванна* (атомы C(10b) и N(1) отклонены от плоского в пределах 0,014(6) Å четырехатомного фрагмента C(2)C(3)C(4)C(4a) на 0,760(6) и 0,203(5) Å соответственно).

Соединение **3c** (5-гидрокси-7-метокси-4-оксо-2,5-диэтоксикарбонил-4,4a,5,10b-тетрагидро-(1H)-[1]бензопирано[4,3-*b*]пиридин, см. рис. 1, в), подобно соединению **3a**, кристаллизуется в виде рацемата с относительной конфигурацией хиральных центров *R, S, R*. Длины связей и валентные углы в трициклической системе соединения **3c** незначительно отличаются от соответствующих параметров в молекуле **3a**, но имеются небольшие различия в геометрии этоксикарбонильных фрагментов соединений **3a** и **3c** (см. табл. 2). В отличие от соединения **3a**, в молекулах **3c** реализуются две внутримолекулярные водородные связи N(1)—H(1)...O(11) и O(5)—H(5)...O(15) (см. рис. 1, в, параметры — в табл. 3). Интересно отметить, что для молекулы

Параметры классических водородных связей в кристаллах соединений **3a—c**

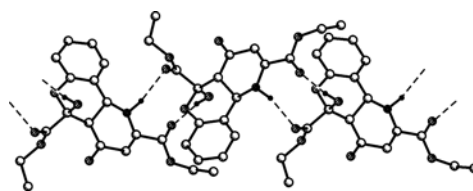
D—H...A	D—H, Å	H...A, Å	D...A, Å	DHA, град.	Операции симметрии
Соединение 3a					
N(1)—H(1)...O(15)	0,97	2,18	3,131(6)	168,1	$-x, -1/2+y, 1/2-z$
O(5)—H(5)...O(11)	0,99	1,92	2,882(4)	164,0	$-x, 1/2+y, 1/2-z$
Соединение 3b					
N(1)—H(1)...O(4)	0,86	2,11	2,856(2)	145,3	$1+x, y, z$
O(5)—H(5)...O(9)	0,82	2,28	2,974(2)	142,5	$2-x, -y, 1-z$
N(1)—H(1)...O(12)	0,86	2,30	2,620(2)	101,9	—
Соединение 3c					
N(1)—H(1)...O(5)	1,01	2,33	3,105(5)	132,3	$x, 1/2-y, -1/2+z$
O(5)—H(5)...O(11)	1,00	2,17	2,836(5)	122,8	$x, 1/2-y, 1/2+z$
N(1)—H(1)...O(11)	1,01	2,23	2,720(5)	108,1	—
O(5)—H(5)...O(15)	1,00	2,11	2,682(5)	114,3	—

3c конформация тетрагидропиридинового цикла меняется на *полукресло* (фрагмент N(1)C(2)C(3)C(4) плоский в пределах 0,047(5) Å, атомы C(4a) и C(10b) отклонены от плоскости на 0,325(5) и $-0,463(5)$ Å соответственно), а конформация пиранового цикла остается прежней (*полукресло*: фрагмент O(6)C(6a)C(10a)C(10b) плоский в пределах 0,003(5) Å, атомы C(4a) и C(5) отклонены от него на 0,475(5) и $-0,319(5)$ Å соответственно).

Соединение **3b** (5-гидрокси-9-метокси-4-оксо-2,5-диэтоксикарбонил-4,4a,5,10b-тетрагидро-(1H)-[1]бензопирано[4,3-b]пиридин, см. рис. 1, б) также кристаллизуется в виде рацемата, но в отличие от двух предыдущих соединений относительная конфигурация хирального атома C(4a) в нем меняется на *R*. Длины связей и валентные углы в обоих гетероциклах незначительно отличаются от соответствующих параметров в молекулах **3a** и **3c** (см. табл. 2). Однако имеются более существенные отличия в геометрии этоксикарбонильных фрагментов по сравнению с соединениями **3a**, **3c**. Так, этоксикарбонильный заместитель при атоме C(2) в молекуле **3b** развернут в противоположную сторону по сравнению с молекулами **3a** и **3c**, что подтверждается значительными изменениями соответствующих торсионных углов (см. табл. 2). Что касается геометрии этоксикарбонильного фрагмента при атоме C(5), то конформация его вдоль связи O(16)—C(17) в соединении **3b** (метоксигруппа в положении 9) подобна таковой для соединения **3a** (*гош*-конформация, торсионные углы см. табл. 2), но отличается от соединения **3c** (*транс*-конформация, метоксигруппа в положении 7). Торсионный угол O(5)C(5)C(15)O(15) в молекуле **3b** значительно увеличивается по сравнению с соединениями **3a** и **3c** (см. табл. 2), что делает невозможным образование внутримолекулярной водородной связи O(5)—H(5)...O(15), которая наблюдается в соединении **3c**. Но благодаря развороту этоксикарбонильного заместителя при атоме C(2) становится возможным образование внутримолекулярной водородной связи N(1)—H(1)...O(12) (табл. 3). Конформации гетероциклов аналогичны соответствующим для соединения **3c**: тетрагидропиридиновый и пирановый циклы находятся в конформации *полукресло* (для первого цикла: фрагмент N(1)C(2)C(3)C(4) плоский в пределах 0,027(2) Å, атомы C(4a) и C(10b) отклонены от плоскости на $-0,167(2)$ и $0,461(2)$ Å соответственно; для второго цикла: фрагмент O(6)C(6a)C(10a)C(10b) плоский в пределах 0,000(2) Å, атомы C(4a) и C(5) отклонены от него на $-0,458(2)$ и $0,309(2)$ Å соответственно). Атомы водорода H(4a) и H(10b) в молекуле **3b** находятся в *гош*-положении, а в молекулах **3a** и **3c** — в *транс*-положении.

Во всех кристаллах **3a—c** за счет классических водородных связей реализуется цепочечная структура (в качестве примера на рис. 2 показаны ленты молекул в кристалле соединения **3a**, параметры см. табл. 3), но направления взаимодействий в кристаллах различаются. Так, в кристалле **3a** (см. рис. 2) за счет водородных связей N—H...O- и O—H...O-типа образуется лен-

Рис. 2. Ленты молекул в кристалле соединения **3a**, образованные за счет классических водородных связей



точная структура вдоль оси *0b* кристалла, в **3c** — вдоль оси *0c*, а в кристалле **3b** — вдоль оси *0a*.

Таким образом, настоящее исследование показало, что в результате реакции в системе диэтиловый эфир 2,4,6-триоксогептандикарбоновой кислоты — замещенный салициловый альдегид — ацетат аммония образуются продукты трициклического строения. При этом конформация тетрагидропиридинового цикла меняется при включении метоксигруппы как заместителя в положении 7 или 9 с *искаженной ванны* на *полукресло*, а конформация пиранового цикла в незамещенном соединении — *C-конверт*, в метоксизамещенных — *полукресло*. За счет классических водородных связей в изученных соединениях реализуется цепочечная структура. Исходя из конфигурации хиральных центров, в соединении **3b** атомы водорода при C(10b) и C(4a) находятся в *гош*-положении, а в соединениях **3a** и **3c** — в *транс*-положении по отношению друг к другу, что указывает на близость пространственной структуры последних к строению природных тетрагидроканнабинолов [3, 4] (см. схему 1).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 05-03-33008 и № 07-03-00613) и Фонда содействия отечественной науке.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Soliman F.S.G., Kappe T. // Synthes. Heterocycl. – 1975. – **191**. – P. 495.
2. Chatterjea J.N., Shaw S.C., Singh J.N., Singh S.N. // Ind. J. Chem. – 1977. – **15B**. – P. 430.
3. Gaoni Y., Mechoulam R. // J. Amer. Chem. Soc. – 1971. – **93**. – P. 217.
4. Hively R.L., Mosher W.A., Hoffmann F.W. // Ibid. – 1966. – **88**. – P. 1832.
5. Cushman M., Castagnoli N. // J. Org. Chem. – 1974. – **39**. – P. 1546.
6. Petersen U., Heitzer H. // Liebigs Ann. Chem. – 1976. – **9**. – P. 1663.
7. Heber D. // Syntheses. – 1978. – **9**. – P. 691.
8. Haas G., Stanton J.L., Sprecher A., Wenk P. // J. Heterocycl. Chem. – 1981. – **18**. – P. 607.
9. Schmidt H.-W., Schipfer R., Junek H. // Liebigs Ann. Chem. – 1983. – **4**. – P. 695.
10. Joshi S.D., Sakhardande V.D., Seshadri S. // Ind. J. Chem. – 1984. – **23B**. – P. 206.
11. Potts K.T., Dery M.O. // J. Chem. Soc., Chem. Commun. – 1986. – **7**. – P. 563.
12. Taylor E.S., French L.G. // Tetrahedron Lett. – 1986. – **27**. – P. 1967.
13. Tyndall D.V., Nakib T.A., Meegan M.J. // Ibid. – 1988. – **29**. – P. 2703.
14. Barluenga J., Tomas M., Ballesteros A., Gotor V. // J. Chem. Soc., Chem. Commun. – 1989. – **5**. – P. 267.
15. Potts K.T., Dery M.O., Juzukonis W.A. // J. Org. Chem. – 1989. – **54**. – P. 1077.
16. Potts K.T., Dery M.O. // Ibid. – 1990. – **55**. – P. 2884.
17. Tietze F., Utecht J. // Chem. Ber. – 1992. – **125**. – P. 2259.
18. Noguchi M., Yamada H., Sunagawa T. // J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1. – 1998. – **20**. – P. 3327.
19. Yadav J.S., Subba Reddy B.V., Venkateswara C.R., Srinivas R. // Synlett. – 2002. – **6**. – P. 993.
20. Zhang D., Kiselyov A.S. // Ibid. – 2001. – **7**. – P. 1173.
21. Sabitha G., Reddy E.V., Yadav J.S. // Synthesis. – 2001. – **10**. – P. 1979.
22. Anniyappan M., Muralidharan D., Perumal P.T. // Tetrahedron Lett. – 2003. – **44**. – P. 3653.
23. Мамедов В.А., Сысоева Л.П., Губайдуллин А.Т. и др. // Изв. АН. Сер. Хим. – 2005. – № 6. – С. 1494.
24. Сысоева Л.П., Мамедов В.А., Бушугева А.М. и др. // Intern. Symp. Adv. Sci. Org. Chem. Sudak, Crimea, 2006. – P. C-017.
25. Straver L.H., Schierbeek A.J. MolEN. Structure Determination System. Nonius B.V. Delft. Netherlands. – 1994. 1, 2.
26. Altomare A., Cascarano G., Giacovazzo C., Viterbo D. // Acta Crystallogr. Sec. A. – 1991. – **47**. – P. 744.
27. Sheldrick G.M. SHELX-97, Program for crystal structure refinement. – Göttingen (Germany): Univ. of Göttingen, 1997.
28. Farrugia L.J. // J. Appl. Crystallogr. – 1999. – **32**. – P. 837.
29. Spek A.L. // Acta Crystallogr. Sec. A. – 1990. – **46**. – P. 34.
30. Ukawa K., Ishiguro T., Wada Y., Nohara A. // Heterocycl. – 1986. – **24**, N 7. – P. 1931.
31. Kettmann V., Svetlik J., Kratky C. // Acta Crystallogr. Sect. C: Cryst. Struct. Commun. – 2001. – **57**. – P. 590.