

УДК 547.539.1:548.737

СУПРАМОЛЕКУЛЯРНАЯ АРХИТЕКТУРА КРИСТАЛЛОВ  
ПЕРФТОРИРОВАННЫХ 3-АЛКИЛФТАЛИДОВТ.В. Рыбалова<sup>1,2</sup>, Ю.В. Гатилов<sup>1,2</sup>, Я.В. Зонов<sup>1,2</sup>, В.М. Карпов<sup>1</sup><sup>1</sup>Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, Россия

E-mail: gatilov@nioch.nsc.ru

<sup>2</sup>Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Россия

Статья поступила 25 июня 2015 г.

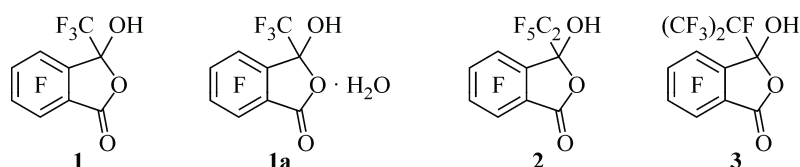
Методом РСА установлена молекулярная и кристаллическая структура перфтор-3-алкилфталидов: 3-гидроксиперфтор-3-метилфталида и его гидрата, двух полиморфных модификаций 3-гидроксиперфтор-3-этилфталида и 3-гидроксиперфтор-3-изопропилфталида. В кристаллах реализуется супрамолекулярный синтон O—H...O=C, приводящий, кроме кристаллогидрата, к образованию водородносвязанных цепочек C<sub>1</sub><sup>1</sup> (6) (супрамолекулярные 1D мотивы). Согласно DFT/M06-2X/TZV расчетам, энергия взаимодействия водородносвязанных пар молекул возрастает в этом ряду, что можно объяснить дополнительными взаимодействиями C=O...π, O...π и C—F...π.

DOI: 10.15372/JSC20160422

**Ключевые слова:** 3-гидрокси-перфтор-3-алкилфталиды, рентгеноструктурный анализ, межмолекулярные взаимодействия, квантово-химические расчеты, супрамолекулярная архитектура, полиморфы.

## ВВЕДЕНИЕ

Водородные связи широко распространены в химии, биологии, инженерии кристаллов [1—3]. При этом в кристаллах соединений представлен широкий спектр различных водородных связей, энергия которых лежит в интервале от 0,25 до 40 ккал/моль [4]. В работе Дезираджу для них был предложен более широкий термин "водородные мосты" [5]. Известно, что замена атомов водорода на фтор может существенно менять свойства соединений, влиять на внутри- и межмолекулярные взаимодействия [6]. Целью данной работы является изучение молекулярной структуры и супрамолекулярной архитектуры перфтор-3-алкилфталидов: 3-гидроксиперфтор-3-метилфталида (**1**) и его гидрата (**1a**), двух полиморфных модификаций 3-гидроксиперфтор-3-этилфталида (**2**) и 3-гидроксиперфтор-3-изопропилфталида (**3**).



В Кембриджской базе структурных данных (КБСД) [7] содержится информация о кристаллической структуре более трехсот соединений, содержащих фталидный фрагмент. При этом следует отметить, что среди этих соединений только три имеют атомы фтора в бензоль-

ном цикле [8—10]. Отметим также, что КБСД содержит 18 производных 3-гидроксифталида, среди которых только 3-трифторметил-3-гидроксифталид [11] включает атомы фтора.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

#### *Получение монокристаллов соединений 1—3*

**Соединение 1.** Монокристаллы соединения **1**, синтезированного в работе [12], получали при медленном испарении гексана из раствора соединения **1**.

**Гидрат соединения 1.** Получали кристаллизацией из воды.

**Соединение 2** получено в работе [13].

**Полиморф 2а** получали при медленном испарении хлористого метилена из раствора соединения **2**.

**Полиморф 2б** получали при испарении растворителя из раствора соединения **2** в смеси вода—ацетон (100:3 по весу).

**Соединение 3.** Монокристаллы синтезированного в работе [14] соединения **3** получали возгонкой в запаянной ампуле при 60 °С (760 мм).

**Рентгеноструктурный анализ.** Рентгеноструктурное исследование соединений **1**, **2а**, **2б** провели на дифрактометре Bruker P4 (MoK $\alpha$ -излучение, графитовый монохроматор,  $\theta/2\theta$ -сканирование), соединений **1а** и **3** — на дифрактометре Bruker Каппа APEX II (MoK $\alpha$ -излучение, графитовый монохроматор, CCD-детектор,  $\varphi, \omega$ -сканирование). Ввели поправку на поглощение эмпирическим методом ( $\psi$ -сканирование) для соединения **2а**, по огранке кристалла для соединения **2б** и по программе SADABS для соединений **1а** и **3**. Структуры расшифровали прямым методом по программе SHELXS-97 и уточнили методом наименьших квадратов в анизотропном (изотропном для атомов H) приближении по программе SHELXL-97. Положения атомов водорода гидроксильных групп и молекулы воды взяли из разностного синтеза. Кристаллографические данные соединений **1—3** и параметры рентгенодифракционных экспериментов приведены в табл. 1. Координаты и геометрические параметры структур депонированы в Кембриджскую базу структурных данных, депозиционные номера CCDC 1408030-1408034. Данные доступны бесплатно по запросу через сайт [www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

#### *Квантово-химические расчеты*

Для оценки энергии межмолекулярного взаимодействия методом DFT мы использовали гибридный функционал M06-2X/TZV [15] (программа GAMESS [16]), учитывающий дисперсионную составляющую энергии, пригодность которого для наших целей была показана в работе Шишкина и сотрудников [17].

Точечные расчеты энергии выполнены с использованием кристаллических координат неводородных атомов. Координаты атомов водорода пересчитывались для значений длин связей O—H 0,993 Å с сохранением значений валентных углов при атоме O. Рассматривались молекулярные пары, образованные каждой молекулой независимой части ячейки с ее соседями из первой координационной сферы, генерируемые программой MERCURY [18].

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Кристалл соединения **1** состоит из одного энантиомера, а кристаллы его гидрата **1а** и соединений **2**, **3** — из смеси обоих энантиомеров. Молекулярная структура соединений **1—3** представлена на рис. 1. Геометрия молекул соединения **1** в кристаллогидрате **1а** и соединения **2** в ромбической полиморфной модификации **2б** очень близка к таковой для кристаллов **1** и **2а** соответственно.

Длины связей соединений **1—3** близки к среднестатистическим значениям [19]. Сравнивая длины связей перфторфталида **1** с нефторированным аналогом 3-гидрокси-3-метилфталидом **4** [20], отметим небольшое различие длин связей во фрагменте HO—C—O—C=O: 1,355—1,458—1,362—1,194 (здесь и далее берутся средние значения для гомокристалла и кристалло-

Т а б л и ц а 1

## Кристаллографические данные и параметры уточнения соединений 1—3

| Параметр                                    | 1                                             | 1a                                                               | 2a                                             | 2b                                             | 3                                               |
|---------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Формула                                     | C <sub>9</sub> HF <sub>7</sub> O <sub>3</sub> | C <sub>9</sub> HF <sub>7</sub> O <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> O | C <sub>10</sub> HF <sub>9</sub> O <sub>3</sub> | C <sub>10</sub> HF <sub>9</sub> O <sub>3</sub> | C <sub>11</sub> HF <sub>11</sub> O <sub>3</sub> |
| Мол. масса                                  | 290,10                                        | 308,11                                                           | 340,11                                         | 340,11                                         | 390,12                                          |
| Сингония                                    | Ромбоэдрическая                               | Моноклинная                                                      | Моноклинная                                    | Ромбическая                                    | Моноклинная                                     |
| Пр. гр.; Z                                  | R3; 9                                         | P2 <sub>1</sub> /c; 4                                            | P2 <sub>1</sub> /c; 4                          | Pbca; 8                                        | P2 <sub>1</sub> /n; 4                           |
| Температура, К                              | 296                                           | 200                                                              | 296                                            | 296                                            | 150                                             |
| a, Å                                        | 19,804(2)                                     | 6,6973(2)                                                        | 10,5591(6)                                     | 9,3588(6)                                      | 10,5754(4)                                      |
| b, Å                                        | 19,804(2)                                     | 17,4775(6)                                                       | 9,2974(5)                                      | 11,3744(8)                                     | 8,2371(2)                                       |
| c, Å                                        | 6,617(1)                                      | 9,2647(3)                                                        | 11,2620(5)                                     | 20,367(1)                                      | 13,7790(5)                                      |
| α, град.                                    | 90                                            |                                                                  |                                                | 90                                             |                                                 |
| β, град.                                    | 90                                            | 101,454(1)                                                       | 103,772(3)                                     | 90                                             | 94,953(1)                                       |
| γ, град.                                    | 120                                           |                                                                  |                                                | 90                                             |                                                 |
| V, Å <sup>3</sup>                           | 2247,3(6)                                     | 1062,85(6)                                                       | 1073,8(1)                                      | 2168,1(2)                                      | 1195,81(7)                                      |
| d <sub>выч.</sub> , г/см <sup>3</sup>       | 1,929                                         | 1,926                                                            | 2,104                                          | 2,084                                          | 2,167                                           |
| μ, мм <sup>-1</sup>                         | 0,225                                         | 0,224                                                            | 0,252                                          | 0,250                                          | 0,265                                           |
| θ <sub>макс.</sub> , град.                  | 25                                            | 27                                                               | 27                                             | 28                                             | 28                                              |
| Полнота                                     | 0,999                                         | 0,998                                                            | 0,999                                          | 1,000                                          | 0,994                                           |
| I <sub>hkl</sub> изм. / незав.              | 2470 / 964                                    | 12343 / 2342                                                     | 2465 / 2341                                    | 2622 / 2620                                    | 13821 / 2949                                    |
| R <sub>int</sub> / I <sub>hkl</sub> > 2σ(I) | 0,1017 / 913                                  | 0,0282 / 2024                                                    | 0,0118 / 2072                                  | 0,1556 / 1975                                  | 0,0543 / 2357                                   |
| N <sub>пар</sub> / S                        | 177 / 1,102                                   | 194 / 1,071                                                      | 204 / 1,064                                    | 204 / 1,024                                    | 230 / 1,041                                     |
| R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub> (I > 2σ)   | 0,0384 / 0,0941                               | 0,0333 / 0,0868                                                  | 0,0348 / 0,0979                                | 0,0388 / 0,1024                                | 0,0368 / 0,0974                                 |
| R <sub>1</sub> / wR <sub>2</sub>            | 0,0399 / 0,0960                               | 0,0398 / 0,0923                                                  | 0,0398 / 0,1023                                | 0,0552 / 0,1127                                | 0,0488 / 0,1076                                 |

гидрата (**1a**) соединения **1**) и 1,379—1,483—1,339—1,204 Å для соединения **4**. Введение объемной перфторизопротильной группы при атоме C3 приводит к небольшому удлинению связей C3—C10, C3—C9, C3—O2 во фталиде **3** до 1,569(2), 1,521(2), 1,471(2) Å по сравнению с длинами соответствующих связей 1,541, 1,512, 1,458 Å соединения **1**. Гидрофурановые циклы исследованных соединений практически плоские, максимальное отклонение 0,114(3) Å атома O2 от плоскости остальных атомов наблюдается в соединении **3**. Ориентация гидроксильной группы в соединениях **1—3** трансoidalная по отношению к 3-алкильным заместителям, торсионный угол НОЗС3С10 находится в интервале 154(2)—174(2)°. Такая же ориентация ОН-группы наблюдается в ближайших аналогах в 3-гидрокси-3-этил-4-метилфталиде [21] и в 3-гидрокси-3-циано-

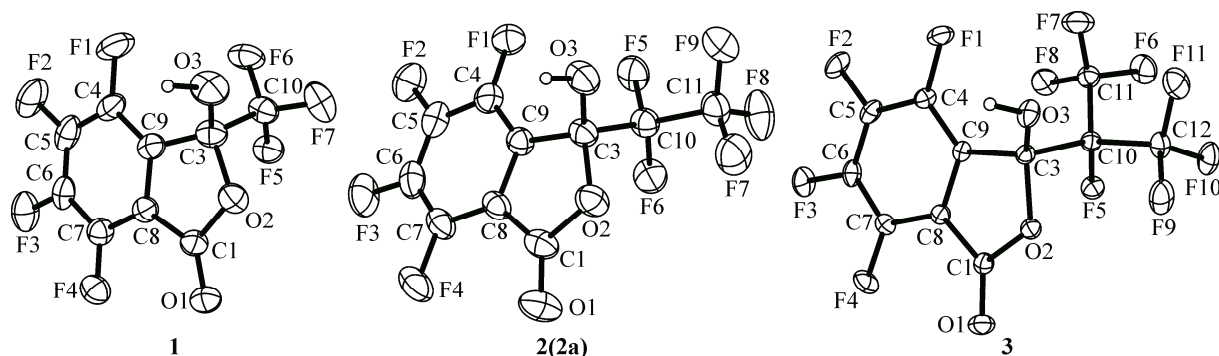


Рис. 1. Строение молекул соединений 1—3, эллипсоиды теплового смещения представлены с 50%-ой вероятностью

Т а б л и ц а 2

## Параметры межмолекулярных водородных связей

| Кристалл  | O—H...O     | O—H, Å  | H...O, Å | O...O, Å | ∠O—H...O, град. |
|-----------|-------------|---------|----------|----------|-----------------|
| <b>1</b>  | O3—H...O1   | 0,96(5) | 1,83(5)  | 2,721(5) | 154(4)          |
| <b>1a</b> | O3—H...O1S* | 0,89(3) | 1,71(3)  | 2,582(2) | 170(2)          |
|           | O1S—H1...O1 | 0,78(4) | 2,36(4)  | 2,960(2) | 135(3)          |
|           | O1S—H2...O1 | 0,83(4) | 2,35(4)  | 3,041(2) | 141(3)          |
|           | O3—H...O1   | 0,79(2) | 2,00(2)  | 2,784(2) | 172(2)          |
| <b>2a</b> | O3—H...O1   | 0,79(2) | 2,00(2)  | 2,784(2) | 172(2)          |
| <b>2b</b> | O3—H...O1   | 0,82(3) | 1,96(3)  | 2,774(2) | 177(3)          |
| <b>3</b>  | O3—H...O1   | 0,76(2) | 1,99(2)  | 2,724(2) | 163(2)          |

\* O1S — молекула воды.

метилфталиде [22], в то время как в 3-гидрокси-3-метилфталиде [20, 23] и в 3-гидрокси-3-этил-7-метилфталиде [24] OH-группа *транс*-ориентирована по отношению к атому C9. Согласно газофазным DFT/PBE/3z расчетам соединений **1—3**, наиболее стабильной является *транс*-ориентация группы O—H по отношению к атому C9, а ориентация, наблюдаемая в кристалле, менее стабильна на 1,9 для соединения **1**, 1,6 для **2** и 3,6 ккал/моль для **3**. Вероятно, образование в кристалле межмолекулярных водородных связей типа OH...O определяет ориентацию гидроксильной группы. Отметим, что ориентация перфторэтильной группы соединения **2** одинакова в газе и в кристалле, а ориентация перфторизопротильной группы соединения **3** отличается: торсионный угол F5C10C3O2 равен  $-164,3^\circ$  в газе и  $48,9(1)^\circ$  в кристалле.

Среди 18 3-гидроксифталидов из КБСД димеры за счет водородных связей O—H...O=C (граф  $R_2^2(12)$  [3]) образуются только в двух случаях [25, 26], в девяти случаях наблюдаются водородносвязанные цепочки характеризующихся графом  $C_1^1(6)$ , и в остальных случаях в образовании основных супрамолекулярных мотивов участвуют дополнительные функциональные группы. В кристаллах **1—3**, как и ожидалось, также реализуется супрамолекулярный синтон O—H...O=C [1, 2], приводящий, кроме кристаллогидратов **1a**, к образованию водородносвязанных цепочек  $C_1^1(6)$  типа голова—хвост (рис. 2—4). Параметры водородных связей приведены в табл. 2.

В кристалле **1** молекулы организованы в водородносвязанные спиральные цепочки вокруг винтовой оси  $3_1$  (рис. 2) с энергией взаимодействия молекулярной пары  $E_{МП} -8,4$  ккал/моль.

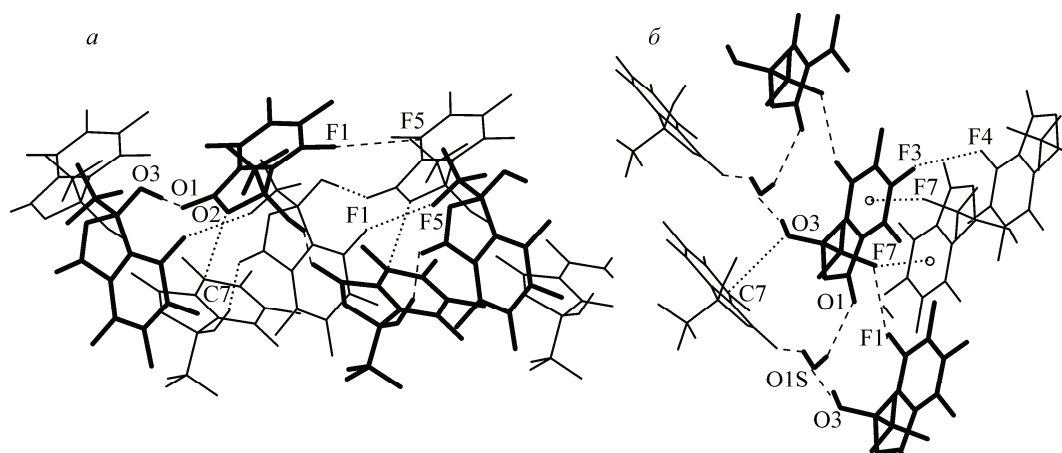


Рис. 2. Винтовые цепочки вдоль оси  $3_1$  соединения **1** (а) и фрагмент упаковки кристалла **1a** (б)

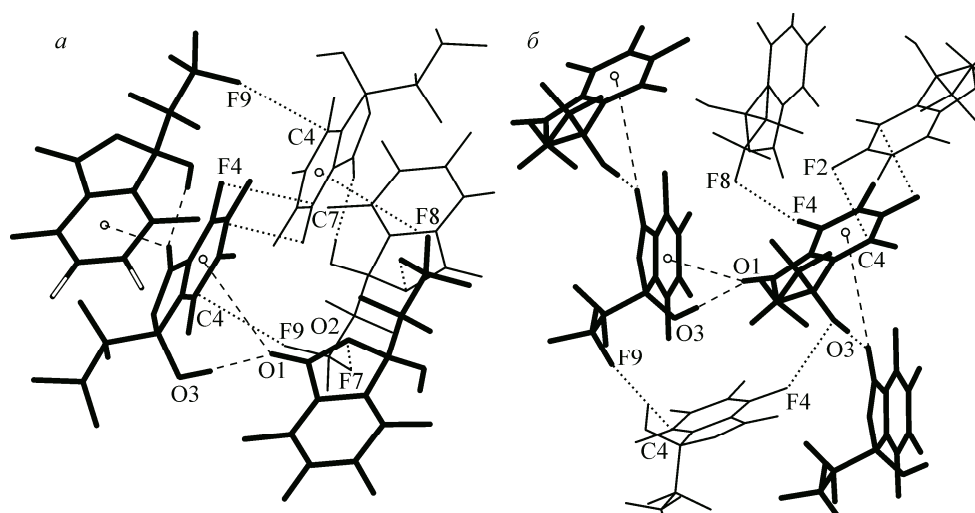


Рис. 3. Фрагменты упаковок молекул полиморфа **2a** (а) и полиморфа **2b** (б)

Цепочки попарно встраиваются друг в друга со сдвигом, равным половине шага спирали, образуя двойные спирали, в которых атомы кислорода ориентированы внутрь, а атомы фтора — наружу, образуя на поверхности двойной спирали, за исключением атома F6 CF<sub>3</sub>-группы, фтор-агрегат [27]. В двойных спиралях между цепочками имеются взаимодействия, характеризующиеся сокращенными [28] контактами: F1...F5 2,830(4) Å (сумма ван-дер-ваальсовых радиусов (ВДВР) 2,92 Å) с  $E_{\text{МП}} = -5,7$  ккал/моль и O2...C7 3,087(6) Å (сумма ВДВР 3,35 Å) с  $E_{\text{МП}} = -4,1$  ккал/моль. Двойные спирали находятся в окружении шести соседей, связываясь с ними сокращенными контактами F6...C4 3,084(6) Å (сумма ВДВР 3,23 Å) с  $E_{\text{МП}} = -4,4$  ккал/моль.

В кристаллах обеих полиморфных модификаций соединения **2** посредством водородной связи образуются зигзагообразные цепочки типа голова—хвост с практически равным углом между плоскостями фталидных фрагментов молекул 73 и 74° для моноклинной и орторомбической модификаций (рис. 3). Однако, если в моноклинной модификации молекулы в цепочке связаны винтовой осью симметрии, и соседние молекулы развернуты в противоположные стороны в проекции вдоль оси цепочки, параллельной *b*, то в ромбической модификации молекулы в цепочке связаны плоскостью скользящего отражения, и в проекции вдоль оси цепочки, параллельной *a*, соседние молекулы развернуты одинаково. Энергии взаимодействия водородно-связанных молекулярных пар также практически одинаковы и равны -11,6 и -11,2 ккал/моль для моноклинного **2a** и ромбического **2b** полиморфов соответственно. Более высокое в сравнении с **1** значение  $E_{\text{МП}}$  объясняется, по-видимому, дополнительным C1=O1...π слабым [29] взаимодействием в паре с расстоянием O...центроид 3,808(2) Å для **2a** и 3,880(2) Å для **2b**. Заметим, что и в случае ранее изученных нами полиморфных модификаций сокристаллов 2-амино-1,1,4,5,6,7-гексафтор-3-трифторацетилендина с 1,4-диоксаном [30] энергии взаимодействия и геометрические параметры взаимодействия водородно-связанных пар полиморфов также очень близки. В полиморфе **2a** водородно-связанные молекулярные цепочки образуют слои посредством взаимодействий, характеризующихся контактами F4...C7 3,004(2),  $E_{\text{МП}} -5,1$ ; C4...F9 3,095(2),  $E_{\text{МП}} -4,5$ ; O2...F7 2,999(2),  $E_{\text{МП}} -3,7$ ; C—F8...π F...центроид 3,681(2) Å,  $E_{\text{МП}} -3,5$  ккал/моль, с межслоевым контактом F2...F8 2,911(2) Å, имеющим незначительную энергию  $E_{\text{МП}} -1,2$  ккал/моль. В то же время в полиморфе **2b** невозможно разделить по энергии внутрислоевые контакты: F4...O3 2,895(2),  $E_{\text{МП}} -4,9$ ; C4...F9 3,028(2),  $E_{\text{МП}} -4,6$ ; F4...F8 2,901(2) Å,  $E_{\text{МП}} -3,3$ , и межслоевой F2...C4 с расстоянием 3,263(2) Å, несколько превышающим сумму ВДВР и  $E_{\text{МП}} -4,0$  ккал/моль.

В кристалле фталида **3** энергия взаимодействия H-связанной молекулярной пары в цепочке наибольшая,  $E_{\text{МП}} -16,4$  ккал/моль. Такое увеличение энергии, видимо, связано с дополнитель-

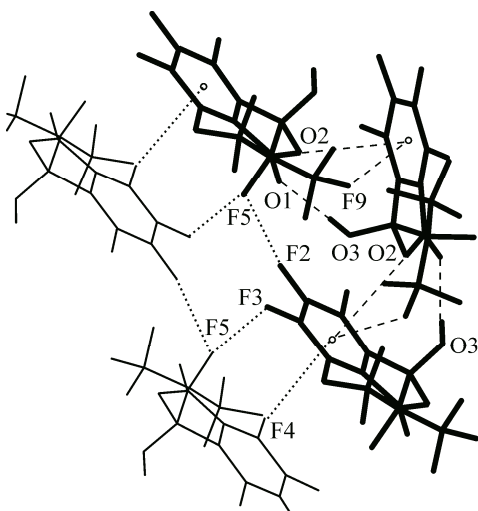


Рис. 4. Фрагмент упаковки молекул соединения 3

ными взаимодействиями в паре: С—F9...π с расстоянием F...центроид 3,476(1) и кислорода гетероцикла O2...π с расстоянием O...центроид 3,218(1) Å (рис. 4). Взаимодействие F2...F5 (2,777(1) Å, -3,0 ккал/моль), связывающее через одну молекулы в цепочке, дополнительно стабилизируют ее. Среди межцепочечных выделим взаимодействие с  $E_{МП} = -5,9$  ккал/моль, характеризующееся контактом F3...F5 2,932(2) Å и взаимодействием С—F4...π с расстоянием F...центроид 3,233(1) Å. Данные взаимодействия связывают цепочки вдоль направления (a—b).  $E_{МП}$  с оставшимися четырьмя из шести соседних цепочками не превышает -2,3 ккал/моль.

В кристаллогидрате **1a** молекула воды прочно ( $E_{МП} = -14,7$  ккал/моль) связана с молекулой фталида Н-связью O3—Н...O1S (см. рис. 2, б), образуя супермолекулу — 0D супрамолекулярный мотив. В свою очередь, супермолекулы, являющиеся гидратами фталида, взаимодействуют друг с другом, образуя водородную связь O1S—H2...O1=C молекулы воды с фталидом соседнего гидрата с  $E_{МП} -4,9$  ккал/моль и контакт F1...F7 2,803(2) Å с  $E_{МП} -5,9$  ккал/моль между молекулами фталидов этих же гидратов. В результате создается цепочка гидратов  $C_2^2(8)$  вдоль оси a. Отметим межцепочечные взаимодействия С—F7...π, F...центроид 3,403(1),  $E_{МП} -5,2$ , связывающее цепочки парами, и взаимодействия HO3...C7 3,212(2), -3,7; F3...F4 2,885 Å, -3,2 ккал/моль между ними.

### ВЫВОДЫ

В кристаллах фталидов **1**, **2(аб)**, **3** реализуется синтон водородной связи O—Н...O=C с образованием цепочек молекул  $C_1^1(6)$ . При этом энергия взаимодействия Н-связанных пар молекул возрастает в этом ряду, что можно объяснить дополнительными взаимодействиями С=O...π в кристаллах **2**, O...π и С—F...π в кристалле **3**. Заметим, что молекулярные цепочки моноклинного **2a** и ромбического **2б** полиморфов различаются относительной ориентацией соседних молекул, имея практически одинаковую энергию взаимодействия водородносвязанных молекулярных пар. В кристаллах **1** цепочки упаковываются в двойные спирали (стержни), образуя на их поверхности F-агрегат. В кристаллах **1a** посредством водородной связи O3—Н...O1S с молекулой воды образован прочный гидрат (0D мотив), связанный в цепочки  $C_2^2(8)$  через водородную связь молекул воды и фталида (синтон O—Н...O=C) и взаимодействие молекул фталида соседних гидратов. Таким образом, супрамолекулярные 1D мотивы наблюдаются во всех исследованных кристаллах, упаковываясь, в свою очередь, в различные трехмерные супрамолекулярные архитектуры.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Desiraju G.R. // Chem. Commun. – 1997. – P. 1475 – 1482.
2. Allen F.H., Motherwell W.D.S., Raithby P.R. et al. // New J. Chem. – 1999. – **23**, N 1. – P. 25 – 34.
3. Студ Дж.В., Этвуд Дж.Л. Супрамолекулярная химия. – М.: ИКЦ "Академкнига", 2007.
4. Steiner T. // Angew. Chem. Int. Ed. Engl. – 2002. – **41**. – P. 48 – 76.
5. Desiraju G.R. // Acc. Chem. Res. – 2002. – **35**. – P. 565 – 573.
6. Reichenbacher K., Suss H.I., Hulliger J. // Chem. Soc. Rev. – 2005. – **34**. – P. 22 – 30.
7. Cambridge Structural Database. Version 5.36, February 2015 update. University of Cambridge, UK.
8. Nolan E.M., Ryu J.W., Jaworski J., Feazell R.P., Sheng M., Lippard S.J. // J. Am. Chem. Soc. – 2006. – **128**. – P. 15517 – 15528.
9. Tannaci J.F., Noji M., McBee J., Tilley T.D. // J. Org. Chem. – 2007. – **72**. – P. 5567 – 5573.

10. Zonov Y.V., Karpov V.M., Platonov V.E., Rybalova T.V., Gatilov Yu.V. // J. Fluorine Chem. – 2006. – **127**. – P. 1574 – 1783.
11. Prabhu U.D.G., Eapen K.C., Tamborski C. // J. Org. Chem. – 1984. – **49**. – P. 2792 – 2795.
12. Zonov Y.V., Karpov V.M., Platonov V.E. // J. Fluorine Chem. – 2005. – **126**. – P. 437 – 443.
13. Зонов Я.В., Карпов В.М., Платонов В.Е., Гатилов Ю.В. // Журн. орган. химии. – **2008**. – **44**. – С. 212 – 226. [Zonov Ya.V., Karpov V.M., Platonov V.E., Gatilov Yu.V. // Russ. J. Org. Chem. – 2008. – **44**, N 2. – P. 202 – 217].
14. Zonov Y.V., Karpov V.M., Platonov V.E., Rybalova T.V. // J. Fluorine Chem. – 2013. – **145**. – P. 41 – 50.
15. Zhao Y., Truhlar D.G. // Theor. Chem. Account. – 2008 – **120**. – P. 215 – 241.
16. Schmidt M.W., Baldridge K.K., Boatz J.A. et al. // J. Comput. Chem. – 1993. – **14**. – P. 1347 – 1363.
17. Shishkin O.V., Dyakonenco V.V., Maleev A.V., Schollmeyer D., Vysotsky M.O. // Cryst. Eng. Comm. – 2011. – **13**. – P. 800 – 805.
18. Macrae C.F., Bruno I.J., Chisholm J.A., Edgington P.R., McCabe P., Pidcock E., Rodriguez-Monge L., Taylor R., van de Streek J., Wood P.A. // J. Appl. Crystallogr. – 2008. – **41**. – P. 466 – 470.
19. Allen F.H., Kennard O., Watson D.G., Brammer L., Orpen A.G., Taylor R. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. II. – 1987. – N 12. – P. S1 – S19.
20. Hashmi A.S.K., Lothschutz C., Dopp R., Ackermann M., Becker J.De B., Rudolph M., Scholtz C., Rominger F. // Adv. Synth. Catal. – 2012. – **354**. – P. 133 – 147.
21. Rudinger-Adler E., Hostettmann M., Gramlich V., Petter W. // Helv. Chim. Acta. – 1984. – **67**. – P. 743 – 747.
22. Papoutsis I., Spyroudis S., Varvoglis A., Raptopoulou C.P. // Tetrahedron. – 1997. – **53**. – P. 6097 – 6112.
23. Dobson A.J., Gerkin R.E. // Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun. – 1996. – **52**. – P. 3078 – 3081.
24. Rudinger-Adler E., Hostettmann M., Gramlich V., Petter W. // Helv. Chim. Acta – 1984. – **67**. – P. 743 – 747.
25. Kitoh S., Matsushima T., Matsumoto N., Senda H., Kunimoto K.-K. // Anal. Sci. – 2002. – **18**. – P. 615 – 616.
26. Evans K.L., Gandour R.D., Fronczek F.R. // Private Communication. – 2013. – refcode ZIWSUV.
27. Гринева О.В., Зоркий П.М. // Журн. физ. химии. – 2000. – **74**. – С. 1937 – 1943 [Grineva O.V., Zorkii P.M. // Russ. J. Phys. Chem. – 2000. – **74**, N 11. – P. 1758 – 1764].
28. Rowland R.S., Taylor R. // J. Phys. Chem. – 1996. – **100**. – P. 7483 – 7391.
29. Mooibroek T.J., Gamez P., Reedijk J. // Cryst. Eng. Comm. – 2008. – **10**. – P. 1501 – 1515.
30. Рыбалова Т.В., Гатилов Ю.В., Карпов В.М. // Журн. структур. химии. – 2014. – **55**, Прилож. № 2. – С. S320 – S328. [Rybalova T.V., Gatilov V.Yu., Karpov V.M. // J. Struct. Chem. – 2014. – **55**, N 8. – P. 1496 – 1505].