

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЕ КАРТИРОВАНИЕ В ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОМ ДИЗАЙНЕ. 8. СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ДИМЕТИЛОВОГО ЭФИРА 3-(*n*-ХЛОРБЕНЗОИЛ)-5-ХЛОРИНДОЛИЗИН-1,2-ДИКАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ И 1,2-БИС(КАРБМЕТОКСИ)-6-ХЛОР-3*H*- ИЗОХИНОЛИНО[1,2,3-*d,c*]ИНДОЛИЗИНОН-3 КАК ПРОДУКТА ЕГО ЦИКЛИЗАЦИИ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ

© 2002 г. В. Б. Рыбаков¹, Е. В. Бабаев, К. Ю. Пасичниченко

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова

Поступила в редакцию 19.12.2001 г.

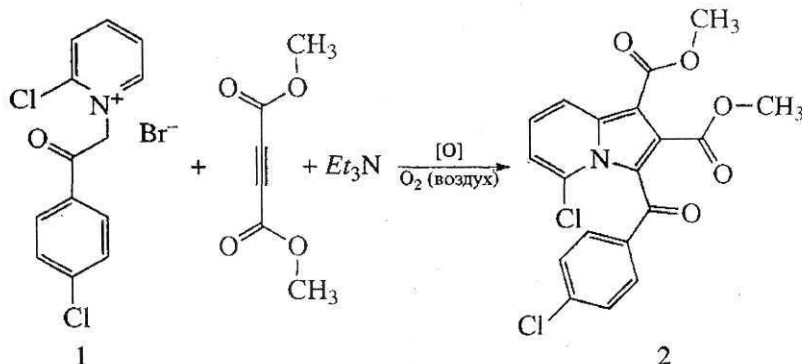
Осуществлен синтез диметилового эфира 3-(*n*-хлорбензоил)-5-хлориндолизин-1,2-дикарбонической кислоты $C_{19}H_{13}Cl_2NO_5$ (2) и 1,2-бис(карбметокси)-6-хлор-3*H*-изохинолино[1,2,3-*d,c*]индолизина-3 $C_{19}H_{12}ClNO_5$ (3) как продукта циклизации 2. Методом монокристаллической дифракции определено их молекулярное и кристаллическое строение. Кристаллы 2 моноклинные: $a = 9.627(3)$, $b = 6.646(2)$, $c = 28.500(9)$ Å, $\beta = 98.72(2)^\circ$, $Z = 4$, пр. гр. $P2_1/c$; кристаллы 3 моноклинные: $a = 7.048(4)$, $b = 10.582(4)$, $c = 21.760(7)$ Å, $\beta = 97.23(4)^\circ$, $Z = 4$, пр. гр. $P2_1/c$. Структуры решены прямыми методами и уточнены полноматричным МНК в анизотропном приближении до $R = 0.0504$ и $R = 0.0510$ для 2 и 3 соответственно. В обеих структурах отмечены как внутри-, так и межмолекулярные контакты с участием атомов С, Н и О.

ВВЕДЕНИЕ

Данная статья является продолжением проводимых нами структурных исследований гетероциклических соединений, обладающих способностью легко вступать в различные перегруппировки и реакции трансформации циклов [1–14]. Как и в предыдущих работах, мы последовательно изучаем методом рентгеноструктурного анализа (РСА) строе-

ние всех интермедиатов и конечных продуктов многоступенчатых реакций, сложных циклизаций и рециклизаций. Данные о строении молекул, обсуждаемых в настоящей статье, в Кембриджском банке структурных данных [15] отсутствуют.

Синтез индолизина 2 осуществлен реакцией соли пиридиния 1 с эфиром ацетилендикарбонической кислоты в соответствии со схемой

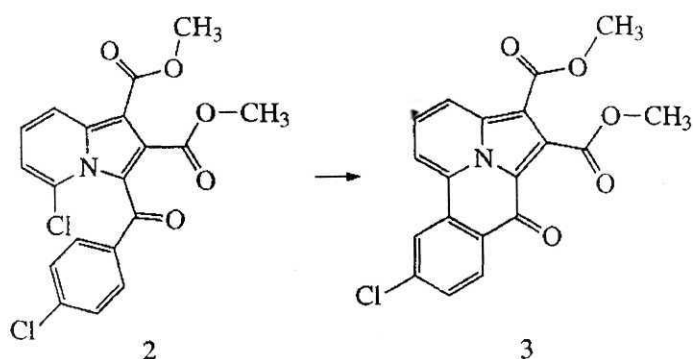


В 17 мл сухого диметилформамида (ДМФ) при подогревании до 40°C растворили 1.5 г (4.32 ммоль) соли 1 и 0.642 г (4.52 ммоль) диметилового эфира ацетилендикарбонической кислоты. Раствор охлади-

ли до комнатной температуры и добавили 0.496 г (4.91 ммоль) абс. Et_3N . Полученный при этом раствор красно-коричневого цвета выдержали в течение суток при комнатной температуре и вылили, перемешивая, в 400 мл воды. Выпавший осадок отфильтровали, промыли водой (5×30 мл) и

¹E-mail: rybakov@biocryst.phys.msu.ru

высушили. Полученный зеленоватый аморфный порошок растворили в минимальном количестве MeOH, пропустили через колонку с SiO₂ (Silpearl, $l_{\text{кол}} = 5$, $d_{\text{кол}} = 2$ см, элюент MeOH) для очистки от примесей смол и ДМФ, элюат упаривали досуха, остаток (1.70 г, 96.8%) очистили колоночной хроматографией на SiO₂ (Silpearl, $l_{\text{кол}} = 8$, $d_{\text{кол}} = 1.5$ см, элюент бензол : ацетон = 10 : 1), получили 0.71 г (40%) индолизина 2 желтого цвета, $t_{\text{пл}} = 175-7^{\circ}\text{C}$ (MeOH). Спектр ПМР не противоречит структуре, приписываемой веществу. Индолизин 2 является неустойчивым соединением и при продолжительном стоянии или взаимодействии с окисью алюминия подвергается внутримолекулярной циклизации. Нами обнаружено, что продуктом циклизации индолизина 2 является тетрациклическая структура 3:



В 20 мл CHCl₃ растворили 20 мг индолизина 2, добавили 0.5 г Al₂O₃ (для хроматографии степень активности по Брокману III) и упарили растворитель досуха. Окись алюминия с адсорбированным

веществом выдержали при комнатной температуре в течение двух суток, экстрагировали 2 × 20 мл CHCl₃, экстракт упарили, получили 15 мг (83%) соединения 2, $t_{\text{пл}} = 193-4^{\circ}\text{C}$.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Сбор экспериментальных данных для PCA осуществляли при комнатной температуре на четырехкружном дифрактометре CAD-4 (Enraf-Nonius) [16] (MoK_α-излучение, графитовый монохроматор, ω-2θ-сканирование). Параметры элементарных ячеек определяли и уточняли по 25 рефлексам в интервале углов θ 14°–16°. Кристаллографические характеристики соединений 2 и 3 приведены в табл. 1. Поскольку кристаллы исследованных соединений имеют низкие линейные коэффициенты поглощения и малые размеры, эмпирическая поправка на поглощение не вводилась.

Первичная обработка массивов экспериментальных данных проводилась по комплексу программ WinGX98 [17]. Определение кристаллических структур осуществляли прямыми методами с последующим уточнением позиционных и тепловых параметров в анизотропном приближении для всех неводородных атомов. Все расчеты по решению и уточнению кристаллических структур сделаны с использованием программного комплекса SHELX97 [18]. Все атомы водорода в обеих структурах были локализованы из разностных фурье-синтезов и уточнялись в изотропном приближении тепловых параметров. Координаты атомов и их эквивалентные тепловые пара-

Таблица 1. Кристаллографические характеристики, детали рентгенодифракционного эксперимента и уточнения для структур 2 и 3

Соединение	C ₁₉ H ₁₃ Cl ₂ NO ₅ (2)	C ₁₉ H ₁₂ ClNO ₅ (3)
Сингония	Моноклинная	Моноклинная
Пространственная группа	P2 ₁ /c	P2 ₁ /c
a, Å	9.627(3)	7.048(4)
b, Å	6.646(2)	10.582(4)
c, Å	28.500(9)	21.760(7)
β, град	98.72(2)	97.23(4)
V, Å ³	1802.4(9)	1610(1)
Z	4	4
ρ _{выч} , г/см ³	1.497	1.525
μ(Mo, K _α), см ⁻¹	3.92	2.70
Размеры кристалла, мм	0.24 × 0.12 × 0.06	0.50 × 0.20 × 0.10
θ _{max} , град	25	26
Число рефлексов с I ≥ 2σ(I)/число параметров	1679/297	2538/284
R ₁ /wR ₂	0.0504/0.0575	0.0510/0.0426
Δρ _{max} /Δρ _{min} , э/Å ³	0.173/-0.196	0.159/-0.166

Таблица 2. Позиционные параметры атомов ($\times 10^4$) и их изотропные тепловые параметры $U_{\text{экв}}$ ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) для молекулы 2

Атом	x	y	z	$U_{\text{экв}}/U_{\text{изо}}$	Атом	x	y	z	$U_{\text{экв}}/U_{\text{изо}}$
Cl(1)	2392(1)	1572(2)	1586(1)	51(1)	C(14)	-2082(3)	4406(6)	-18(1)	61(2)
Cl(2)	-2706(1)	6002(2)	-483(1)	125(1)	C(15)	-1769(4)	2404(6)	-103(1)	59(2)
N(1)	133(2)	1089(4)	2015(1)	22(1)	C(16)	-1273(3)	1200(7)	261(1)	58(1)
O(1)	-4394(2)	1008(4)	2310(1)	61(1)	C(17)	-3213(3)	1239(6)	2494(1)	35(1)
O(2)	-2823(2)	1475(4)	2960(1)	45(1)	C(18)	-3903(3)	1447(6)	3252(1)	59(1)
O(3)	-4238(2)	2646(4)	1320(1)	61(1)	C(19)	-3452(3)	1222(7)	1384(1)	50(1)
O(4)	-3624(2)	-507(4)	1143(1)	58(1)	C(20)	-4803(4)	-559(7)	775(1)	91(2)
C(2)	-842(3)	1044(5)	1596(1)	35(1)	H(6)	-250(20)	1260(50)	3138(8)	56(9)
C(3)	-2147(3)	1194(5)	1736(1)	27(1)	H(7)	2200(20)	1300(40)	3237(7)	55(9)
C(4)	-1988(3)	1273(5)	2234(1)	24(1)	H(8)	3380(20)	1270(50)	2556(8)	49(9)
C(5)	-574(3)	1252(5)	2407(1)	26(1)	H(12)	-1170(20)	4480(40)	1115(9)	67(10)
C(6)	239(3)	1250(5)	2864(1)	30(1)	H(13)	-2090(20)	6600(40)	492(8)	62(10)
C(7)	1644(3)	1267(6)	2918(1)	39(1)	H(15)	-1920(20)	1840(40)	-431(8)	64(10)
C(8)	2358(3)	1258(5)	2519(1)	35(1)	H(16)	-1020(20)	-230(40)	202(9)	68(10)
C(9)	1585(3)	1246(5)	2073(1)	35(1)	H(18A)	-3460(20)	1650(40)	3612(8)	59(10)
C(10)	-523(3)	564(5)	1115(1)	48(1)	H(18B)	-4410(30)	70(50)	3218(9)	83(12)
O(10)	94(2)	-1033(4)	1057(1)	63(1)	H(18C)	-4620(20)	2620(40)	3150(7)	36(9)
C(11)	-1099(3)	1927(6)	731(1)	42(1)	H(20A)	-4860(20)	-1960(40)	609(8)	60(10)
C(12)	-1355(3)	3934(5)	800(1)	45(1)	H(20B)	-4700(20)	570(40)	533(8)	59(10)
C(13)	-1876(4)	5207(6)	433(1)	67(2)	H(20C)	-5720(20)	-300(50)	917(8)	69(11)

Таблица 3. Позиционные параметры атомов ($\times 10^4$) и их изотропные тепловые параметры $U_{\text{экв}}$ ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) для молекулы 3

Атом	x	y	z	$U_{\text{экв}}/U_{\text{изо}}$	Атом	x	y	z	$U_{\text{экв}}/U_{\text{изо}}$
Cl(2)	8183(1)	7124(1)	2456(1)	71(1)	C(19)	7616(5)	1835(3)	-851(1)	45(1)
N(1)	7310(3)	5100(2)	-316(1)	33(1)	C(20)	9794(6)	143(3)	-930(2)	78(1)
C(2)	7676(4)	3821(2)	-208(1)	35(1)	O(1)	6997(3)	2793(2)	-2105(1)	71(1)
C(3)	7495(4)	3233(2)	-776(1)	35(1)	O(2)	6423(3)	4857(2)	-2251(1)	58(1)
C(4)	7071(4)	4123(3)	-1240(1)	36(1)	O(3)	6278(3)	1119(2)	-874(1)	59(1)
C(5)	6936(4)	5315(3)	-952(1)	36(1)	O(4)	9431(3)	1482(2)	-876(1)	53(1)
C(6)	6504(4)	6541(3)	-1150(1)	43(1)	O(10)	8355(3)	2242(2)	524(1)	56(1)
C(7)	6432(4)	7477(3)	-716(1)	44(1)	H(6)	6180(30)	6660(20)	-1640(9)	46(8)
C(8)	6822(4)	7211(3)	-87(1)	44(1)	H(7)	6030(40)	8350(20)	-887(11)	68(10)
C(9)	7261(4)	6015(3)	128(1)	34(1)	H(8)	6680(30)	7740(20)	187(9)	27(8)
C(10)	8063(4)	3369(3)	416(1)	40(1)	H(13)	7460(30)	7400(20)	1150(9)	41(8)
C(11)	8064(4)	4332(3)	905(1)	37(1)	H(15)	8870(30)	4560(20)	2426(8)	32(7)
C(12)	7691(4)	5598(3)	767(1)	33(1)	H(16)	8810(30)	2960(20)	1579(9)	32(7)
C(13)	7717(4)	6461(3)	1256(1)	40(1)	H(18A)	5660(40)	5490(30)	-3072(13)	116(14)
C(14)	8107(4)	6042(3)	1854(1)	44(1)	H(18B)	4990(40)	3920(30)	-3024(13)	102(12)
C(15)	8473(4)	4778(3)	1995(1)	50(1)	H(18C)	7460(40)	4280(30)	-3004(12)	83(12)
C(16)	8453(4)	3918(3)	1515(1)	47(1)	H(20A)	10940(50)	70(40)	-859(17)	190(20)
C(17)	6844(4)	3835(3)	-1899(1)	46(1)	H(20B)	9350(40)	-330(20)	-1336(11)	70(10)
C(18)	6145(6)	4660(4)	-2921(1)	78(1)	H(20C)	9200(40)	-400(30)	-606(12)	95(12)

Таблица 4. Межатомные расстояния d (Å) в структурах 2 и 3

Связь	d (2)	d (3)	Связь	d (2)	d (3)
Cl(1)–C(9)	1.706(3)		C(10)–O(10)	1.239(4)	1.229(3)
Cl(2)–C(14)	1.732(4)	1.736(3)	C(10)–C(11)	1.464(4)	1.473(4)
N(1)–C(9)	1.386(3)	1.370(3)	C(11)–C(16)	1.412(4)	1.392(4)
N(1)–C(2)	1.402(3)	1.392(3)	C(11)–C(12)	1.376(5)	1.391(4)
N(1)–C(5)	1.399(3)	1.396(3)	C(12)–C(13)	1.380(5)	1.401(4)
C(2)–C(3)	1.378(4)	1.376(3)	C(13)–C(14)	1.378(5)	1.368(3)
C(2)–C(10)	1.484(4)	1.432(3)	C(14)–C(15)	1.393(5)	1.389(4)
C(3)–C(4)	1.406(4)	1.385(3)	C(15)–C(16)	1.339(5)	1.385(4)
C(3)–C(19)	1.484(4)	1.492(4)	C(17)–O(1)	1.187(3)	1.200(3)
C(4)–C(5)	1.376(3)	1.416(4)	C(17)–O(2)	1.336(3)	1.337(3)
C(4)–C(17)	1.483(4)	1.456(3)	O(2)–C(18)	1.425(4)	1.460(3)
C(5)–C(6)	1.413(3)	1.389(4)	C(19)–O(3)	1.208(5)	1.206(3)
C(6)–C(7)	1.339(4)	1.374(4)	C(19)–O(4)	1.336(5)	1.341(3)
C(7)–C(8)	1.416(4)	1.392(4)	O(4)–C(20)	1.425(4)	1.447(4)
C(8)–C(9)	1.370(4)	1.370(4)	C(9)–C(12)		1.456(3)

Таблица 5. Параметры внутри- и межмолекулярных контактов в структуре 2

D–H	$d(D-H)$, Å	$d(D\cdots A)$, Å	$d(H\cdots A)$, Å	$\omega(D-H\cdots A)$, град	A	Операция симметрии
C(6)–H(6)	0.97(3)	3.005(4)	2.45(2)	116(2)	O(2)	$[x; y; z]$
C(16)–H(16)	1.00(3)	2.860(4)	2.57(3)	97(2)	O(10)	$[x; y; z]$
C(7)–H(7)	0.98(2)	3.721(4)	2.96(3)	135(2)	O(4)	$[-x; y + 1/2; 1/2 - z]$
C(6)–H(6)	0.97(3)	3.622(4)	2.90(3)	132(2)	O(10)	$[-x; y + 1/2; 1/2 - z]$
C(8)–H(8)	0.98(2)	3.285(4)	2.36(2)	156(2)	O(1)	$[x + 1; y; z]$
C(13)–H(13)	0.97(3)	3.461(4)	2.91(2)	117(2)	O(10)	$[x; y + 1; z]$
C(15)–H(15)	1.00(2)	3.486(5)	2.74(3)	132(2)	O(10)	$[-x; -y; -z]$
C(18)–H(18B)	1.04(3)	3.426(4)	2.56(3)	141(2)	O(3)	$[-x - 1; y - 1/2; 1/2 - z]$
C(18)–H(18C)	1.05(2)	3.694(4)	2.71(2)	157(2)	O(1)	$[-x - 1; y + 1/2; 1/2 - z]$

Таблица 6. Параметры внутри- и межмолекулярных контактов в структуре 3

D–H	$d(D-H)$, Å	$d(D\cdots A)$, Å	$d(H\cdots A)$, Å	$\omega(D-H\cdots A)$, град	A	Операция симметрии
C(6)–H(6)	1.07(2)	2.981(3)	2.35(2)	116(1)	O(2)	$[x; y; z]$
C(16)–H(16)	1.05(2)	2.786(3)	2.40(2)	100(1)	O(10)	$[x; y; z]$
C(7)–H(7)	1.02(2)	3.870(4)	2.94(2)	152(2)	O(3)	$[x; y + 1; z]$
C(8)–H(8)	0.83(2)	3.663(4)	2.97(2)	142(2)	O(3)	$[1 - x; 1 - y; -z]$
C(13)–H(13)	1.03(2)	3.143(4)	2.62(2)	111(1)	O(4)	$[2 - x; 1 - y; -z]$
C(18)–H(18A)	0.99(3)	3.324(4)	2.60(3)	130(2)	O(3)	$[1 - x; 1/2 + y; -z - 1/2]$
C(20)–H(20C)	1.04(3)	2.927(4)	2.59(3)	98(2)	O(10)	$[2 - x; -y; -z]$

тры для соединений 2 и 3 представлены в табл. 2 и 3 соответственно. Пространственное расположение атомов в молекулах 2 и 3, их нумерация показаны на рис. 1 и 2, полученных с использованием программы PLUTON96 [19], причем для удоб-

ства сравнения геометрических параметров молекул использована единая сходная нумерация атомов. Межатомные расстояния и контакты в структурах 2 и 3 вычислены по программе PARST95 [20] и систематизированы в табл. 4–6.

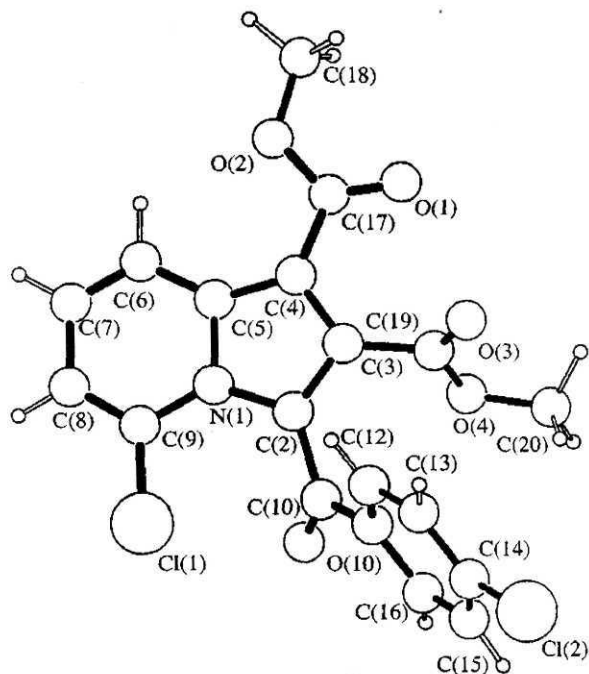


Рис. 1. Нумерация атомов и строение молекулы соединения 2.

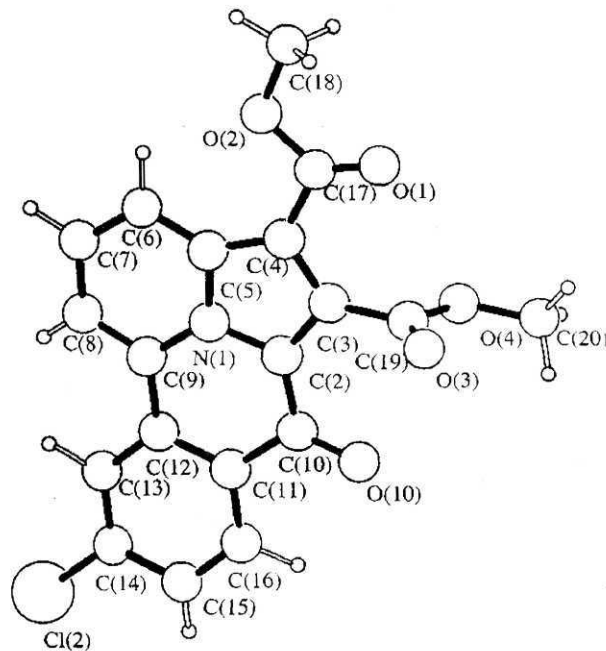
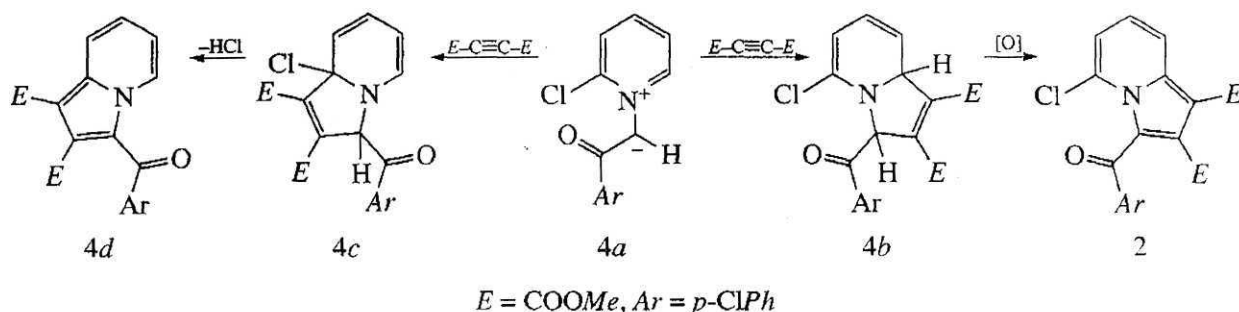


Рис. 2. Нумерация атомов и строение молекулы соединения 3.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Обнаруженное превращение соли пиридиния в индолизин представляет собой пример 1,3-диполярного циклоприсоединения, характерного для илидов *N*-фенацилпиридиния типа 4*a*. Осо-

бенность найденной реакции заключается в том, что циклоприсоединение ацетиленового диенофила протекает региоселективно через образование аддукта 4*b* (с последующим окислением в индолизин 2):

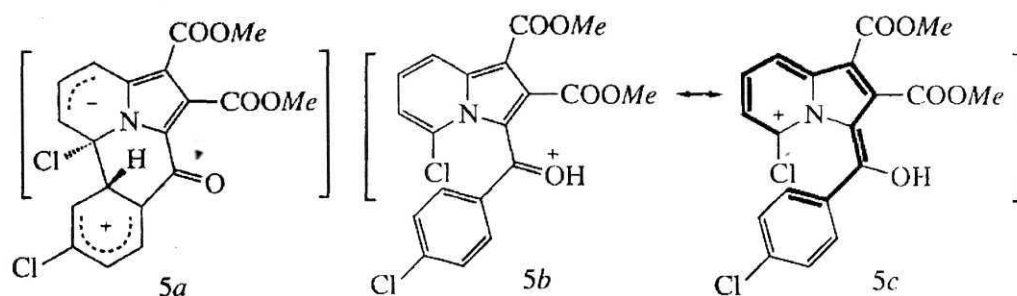


Альтернативное циклоприсоединение с образованием циклоаддукта 4*c* с необходимостью повлекло бы ароматизацию такой структуры в индолизин 4*d*. Как показали специальные эксперименты (встречный синтез индолизина 4*d* и сравнение его хроматографического поведения с поведением микропримесей, образующихся в реакционной смеси) образования даже следовых количеств индолизина 4*d* не происходит.

В структуре гетероцикла 2 бицикл индолизина плоский (отклонения атомов от среднеквадратичной плоскости не превышает 0.06 Å). Плоскости индолизинового ядра молекулы и фенильного кольца бензоильной группы образуют двугран-

ный угол 75.1(1)°. Атом O(10) отклоняется от плоскости фенильного цикла на 0.366(6) Å, а от плоскости бицикла индолизина на 1.372(5) Å. Плоские (отклонения атомов от среднеквадратичных плоскостей не превышают 0.1 Å в каждой) сложноэфирные радикалы C(17)O(1)O(2)C(18) и C(19)O(3)O(4)C(20) образуют с 9-членным бициклом двугранные углы 7.0(1)° и 66.8(1)° соответственно. Ранее нами была исследована кристаллическая структура диметилового эфира 3-(*n*-нитробензоил)-5-хлориндолизин-1,2-дикарбоновой кислоты C₁₉H₁₃Cl₁N₂O₇ [21]. Близость структурных фрагментов указанных соединений позволяет провести сравнение геометрических характе-

ристик этих молекул. В сравниваемых молекулах торсионные углы O(1)C(17)C(4)C(3) сложноэфирной группы C(17)O(1)O(2)C(18) имеют значения $+5.3(6)^\circ$ (2) и $-176.2(2)^\circ$ в [21], а торсионные углы O(3)C(19)C(3)C(4) сложноэфирной группы C(19)O(3)O(4)C(20) имеют значения $+66.0(6)^\circ$ (2) и $-98.3(3)^\circ$ в *n*-нитропроизводном [21]. Такая переориентация сложноэфирных фрагментов происходит без изменения их линейных геометрических характеристик, т.е. длины связей и валентные углы в них равны с точностью до стандартных отклонений. Эта же тенденция сохраняется и для всей молекулы в целом.



Единственным рациональным объяснением механизма обнаруженной циклизации является следующая гипотеза. Индолизин 2 подвергается циклизации либо под действием Al_2O_3 , либо (как показали специальные эксперименты) под действием кислот. Кислоты (а также кислые OH-группы оксида алюминия) вызывают протонирование бензоильной группы индолизина 2 с образованием катиона 5b (см. схему). Такое направление протонирования 3-ацилиндолозинов хорошо известно [22]. В этом случае в скелете индолизина и примыкающем бензоильном фрагменте реализуется единая сопряженная система из 11 атомов, содержащая в целом 10π-электронов (выделена жирным цветом в интермедиате 5c). Очевидно, что 10-электронная система может подвергнуться перициклической реакции циклизации, разрешенной правилами Вудварда–Гоффмана. Продуктом такой необычной 1,11-циклизации (после отщепления HCl) будет являться именно тетрацикл 3.

Тетрацикл 3 образует плоскую систему из 19 атомов, включая C(17) и C(19) (см. рис. 2), среднеквадратичное отклонение атомов от нее не превышает $0.036(3)$ Å. Сложноэфирные радикалы также плоские (среднеквадратичное отклонение атомов не превышают 0.003 Å в каждой) и в отличие от 2 расположены принципиально другим способом: группа C(17)O(1)O(2)C(18) лежит практически в плоскости гетероциклической системы, образуя с ней двугранный угол $0.68(7)^\circ$, а

Тетрациклический продукт 3 образуется из индолизина 2 за счет образования связи C–C между бензоильной группой и пиридиновым фрагментом индолизина и последующего дегидрогалогенирования. Механизм этого превращения несколько необычен, хотя можно ожидать, что атом хлора в α-положении к пиридиновому фрагменту обладает достаточной подвижностью, тем не менее трудно допустить, что атом хлора будет замещаться бензоильным фрагментом по механизму ароматического нуклеофильного замещения (очевидно, что бензоильная группа в *орто*-положении нуклеофильностью не обладает). Следовательно, маловероятно, чтобы механизм реакции включал образование интермедиата 5a:

группа C(19)O(3)O(4)C(20) разворачивается почти перпендикулярно к ней, образуя двугранный угол $88.13(9)^\circ$. Такое расположение сложноэфирных групп по отношению к гетероциклическому ядру молекулы обусловлено минимальным отталкиванием атомов кислорода O(10) и O(1) с O(3) и O(4).

Кроме того, в молекулах 2 и 3 обнаружены внутримолекулярные водородные связи C(6)–H(6)⋯O(2) и C(16)–H(16)⋯O(10), имеющие практически одинаковые параметры (табл. 5 и 6). Что касается межмолекулярных контактов с участием атомов C, H и O, то параметры таких взаимодействий систематизированы в тех же таблицах.

Российскому фонду фундаментальных исследований авторы выражают благодарность за финансовую поддержку в оплате лицензии на пользование Кембриджским банком структурных данных (грант № 99-07-90133) и частичное финансирование синтетических работ (грант № 99-03-33076).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бабаев Е.В., Ефимов А.В., Жуков С.Г., Рыбаков В.Б. // *Химия гетероцикл. соединений*. 1998. № 7. С. 983.
2. Babaev E.V., Bozhenko S.V., Maiboroda D.A. et al. // *Bull. Soc. Chim. Belg*. 1997. V. 106(11). P. 631.
3. Zhukov S.G., Rybakov V.B., Babaev E.V. et al. // *Acta Cryst. C*. 1997. V. 53. P. 1909.

4. Бабаев Е.В., Боженко С.В., Жуков С.Г., Рыбаков В.Б. // *Химия гетероцикл. соединений*. 1997. № 8. С. 1105.
5. Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Бабаев Е.В. и др. // *Кристаллография*. 1999. Т. 44. № 6. С. 1067.
6. Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Бабаев Е.В. и др. // *Кристаллография*. 2000. Т. 45. № 1. С. 108.
7. Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Бабаев Е.В. и др. // *Кристаллография*. 2000. Т. 45. № 2. С. 292.
8. Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Бабаев Е.В., Зонневельд Э. // *Кристаллография*. 2001. Т. 46. № 3. С. 435.
9. Бабаев Е.В., Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Орлова И.А. // *Химия гетероцикл. соединений*. 1999. № 4. С. 542.
10. Zhukov S.G., Babaev E.V., Chernyshev V.V. et al. // *Z. Kristallogr.* 2000. В. 215. S. 306.
11. Рыбаков В.Б., Жуков С.Г., Пасичниченко К.Ю., Бабаев Е.В. // *Координац. химия*. 2000. Т. 26. № 9. С. 714.
12. Рыбаков В.Б., Троянов С.И., Бабаев Е.В. и др. // *Кристаллография*. 2001. Т. 46. № 5. С. 843.
13. Рыбаков В.Б., Бабаев Е.В. // *Кристаллография*. 2002. Т. 47. № 1. С. 76.
14. Рыбаков В.Б., Бабаев Е.В. // *Кристаллография*. 2002. Т. 47. № 3. С. 00.
15. Allen F.H., Kennard O. // *Chem. Des. Automat. News*. 1993. V. 8. № 1. P. 31.
16. Enraf-Nonius CAD-4 Software. Version 5.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands, 1989.
17. Farrugia L.J. WinGX98. X-Ray Crystallographic Programs for Windows. University of Glasgow, U. K., 1998.
18. Sheldrick G.M. SHELX97. Program for the Solution and Refinement of Crystal Structures. University of Göttingen, Germany, 1997.
19. Spek A.L. PLUTON96. Molecular Graphics Program. University of Utrecht, The Netherlands, 1996.
20. Nardelli M. // *J. Appl. Cryst.* 1995. V. 28. P. 659.
21. Бабаев Е.В., Пасичниченко К.Ю., Рыбаков В.Б., Жуков С.Г. // *Химия гетероцикл. соединений*. 2000. № 10. С. 1378.
22. Бабаев Е.В., Торочениников В.Н., Бобровский С.И. // *Химия гетероцикл. соединений*. 1995. № 9. С. 1235.