

УДК 541.49:548.736:542.952.6

**КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА СОЛЬВАТА $[Cd_2L_2Cl_4] \cdot CH_2Cl_2$
(L = ПИРАЗОЛИЛХИНОЛИН — ПРОИЗВОДНОЕ МОНОТЕРПЕНОИДА (+)-3-КАРЕНА)
И ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ХИРАЛЬНОГО КОМПЛЕКСА CdLCl₂**

© 2011 С.В. Ларионов^{1*}, З.А. Савельева¹, Р.Ф. Клевцова¹, Л.А. Глинская¹, Е.М. Усков¹,
М.И. Рахманова¹, С.А. Попов², А.В. Ткачев²

¹Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск

²Учреждение Российской академии наук Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожбина СО РАН

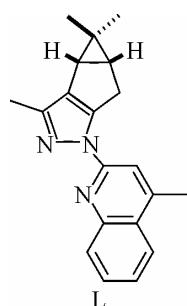
Статья поступила 22 июня 2010 г.

По данным РСА (150 К, автодифрактометр Bruker X8 Apex CCD, MoK_α-излучение) определена кристаллическая структура соединения $[Cd_2L_2Cl_4] \cdot CH_2Cl_2$ (L = пиразолилхинолин — производное монотерпеноида (+)-3-карена). Кристаллы моноклинные, размеры элементарной ячейки: $a = 10,7005(4)$, $b = 16,8491(4)$, $c = 11,9658(4)$ Å, $\beta = 93,308(1)$ °, пр. гр. $P2_1$. Структура построена из дискретных ацентрических молекул двухъядерного комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ и некоординированных молекул CH_2Cl_2 . Ионы Cd²⁺ координируют атомы N бидентатных хелатообразующих лигандов L, что приводит к замыканию двух пятичленных хелатных циклов CdN₃C. В координационную сферу атомов Cd входят также три атома Cl (два мостиковых и концевой), в результате образуются два координационных узла CdCl₃N₂, а также металлоцикл Cd₂Cl₂. Полиэдры Cl₃N₂ имеют форму искаженных тетрагональных пирамид. Молекулы CH_2Cl_2 , расположенные в каналах, образованных комплексами, соединены с ними слабыми H-связями. В спектре возбуждения L и соединения CdLCl₂ имеются полосы с λ_{\max} 352 и 360 нм соответственно. В спектре фотолюминесценции L при 300 К и $\lambda_{\text{возб}}$ 350 нм наблюдается достаточно интенсивная широкая расщепленная полоса с λ_{\max} 372 и 386 нм. В спектре фотолюминесценции соединения CdLCl₂ имеется широкая полоса с λ_{\max} 418 нм. Интенсивность фотолюминесценции этого соединения значительно меньше, чем для L.

Ключевые слова: комплекс, сольват, кадмий(II), структура, хиральность, фотолюминесценция.

В связи с поиском новых функциональных материалов, обладающих люминесцентными свойствами, возрос интерес к синтезу и исследованию строения координационных соединений, проявляющих люминесценцию [1—5]. В частности, изучаются координационные соединения цинка(II) и кадмия(II) [6, 7]. Ранее методом РСА мы исследовали структуру одноядерного комплекса ZnCl₂ с ахиральным 2-(3,5-диметилпиразол-1-ил)-4-метилхинолином, обладающего яркой фотолюминесценцией (ФЛМ) в синей области спектра [8]. Позднее получен и охарактеризован методом РСА комплекс ZnCl₂ с хиральным пиразолилхинолином (L) — (3bS,4aR)-3,4,4-триметил-1-(4-метилхинолин-2-ил)-3b,4,4a,5-тетрагидро-1H-циклогексапента[1,2-c]пиразолом — производным природного монотерпеноида (+)-3-карена [9]. Этот правовращающий одноядерный комплекс проявляет яркую белую ФЛМ, т.е. является хиральным люминофором.

* E-mail: lar@niic.nsc.ru



Данные о синтезе и строении люминесцирующих комплексов хиральных производных природных монотерпеноидов с ионами Cd^{2+} , по-видимому, отсутствуют. Цель данной работы — синтез, изучение строения и люминесцентных свойств соединения хлорида кадмия(II) с L.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реагент L получали по методике [10], $[\alpha]_{589}^{21} + 323$ (с 2,15, CHCl_3). Для синтеза использовали $\text{CdCl}_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ квалификации ЧДА, EtOH — ректификат, CH_2Cl_2 квалификации ХЧ. Комплекс $[\text{ZnLCl}_2]$ получали по методике [9].

Синтез CdLCl_2 (I). К смеси 0,046 г (0,2 ммоля) $\text{CdCl}_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ и 4 мл EtOH добавляли раствор 0,060 г (0,2 ммоля) L в 6 мл CH_2Cl_2 . При перемешивании реакционной смеси $\text{CdCl}_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ растворяется. Полученный раствор фильтровали через бумажный фильтр, затем потоком воздуха испаряли растворители до минимального объема. Выпавший белый осадок отфильтровывали с отсасыванием, промывали EtOH и сушили на воздухе. Выход 0,084 г (87 %). $[\alpha]_{589}^{21} + 88,6$ (с 1, ДМФА).

Найдено, %: C 48,9, H 4,2, N 8,6, Cl 13,7. Для $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{CdCl}_2$ вычислено, %: C 49,3, H 4,3, N 8,6, Cl 14,6.

Для получения монокристаллов к смеси 0,023 г (0,1 ммоля) $\text{CdCl}_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ и 4 мл EtOH добавляли раствор 0,030 г (0,1 ммоля) L в 8 мл CH_2Cl_2 , затем смесь перемешивали. Полученный раствор фильтровали через бумажный фильтр и выдерживали в стакане, прикрытом часовым стеклом, на воздухе при комнатной температуре. Через 3 суток образовались кристаллы соединения $[\text{Cd}_2\text{L}_2\text{Cl}_4] \cdot \text{CH}_2\text{Cl}_2$ (II), пригодные для РСА.

ИК спектр II (приведены наиболее интенсивные полосы в области 1700—500 cm^{-1}): 1597, 1516, 1481, 1438, 1367, 1290, 1094, 846, 762, 740, 689, 604 cm^{-1} .

Микроанализы выполняли на анализаторах Hewlett Packard 185 и Carlo Erba 1106. ИК спектры регистрировали в области 4000—500 cm^{-1} на ИК—Фурье спектрометре Scimitar FTS 2000. Образцы II готовили в KBr. Величину угла оптического вращения измеряли на поляриметре Polamat A. Спектры возбуждения и ФЛМ соединений L, I и $[\text{ZnLCl}_2]$ в твердой фазе получены на спектрофлуориметре Varian Eclipse при 300 К в одинаковых условиях для всех образцов. Исследование образца I методом РФА проводили на автоматизированном порошковом дифрактометре ДРОН-3М ($R = 192$ мм, CuK_α -излучение, Ni-фильтр) в области углов 2θ от 3 до 60° .

Для РСА отобрали бесцветный прозрачный монокристалл слюдоподобной формы. Параметры элементарной ячейки и интенсивности рефлексов измеряли при низкой температуре (150 К) на автодифрактометре Bruker X8 Apex CCD, оснащенном двухкоординатным детектором, по стандартной методике (MoK_α -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор). Кристаллографические характеристики, детали рентгеновского дифракционного эксперимента и уточнения структуры соединения II приведены в табл. 1. Пространственная группа кристалла соединения II выбрана на основе анализа погасаний в массиве интенсивностей, подкрепленного проведенными расчетами. Структура решена прямым методом и уточнена полноматричным МНК по F^2 в анизотропном для неводородных атомов приближении по комплексу программ SHELXL-97 [11]. Позиции атомов H рассчитаны геометрически и включены в уточнение

Таблица 1

Кристаллографические характеристики, детали эксперимента и уточнения структуры сольвата $[Cd_2L_2Cl_4] \cdot CH_2Cl_2$

Соединение	II
Эмпирическая формула	$C_{41}H_{44}Cd_2Cl_6N_6$
Молекулярная масса	1058,32
Сингония	Моноклинная
Пространственная группа	$P2_1$
$a, b, c, \text{\AA}; \beta, \text{град.}$	10,7005(4), 16,8491(4), 11,9658(4); 93,308(1)
$V, \text{\AA}^3$	2153,76(12)
$Z; \rho_{\text{выч}}, \text{г/см}^3$	2; 1,632
$\mu, \text{мм}^{-1}$	1,397
Размеры кристалла, мм	0,29×0,21×0,12
Область сканирования, θ , град.	2,09—26,00
Число измер. / независ. отражений; $R(\text{int})$	14658 / 7217; 0,0171
Число отражений с $I > 2\sigma(I)$	6733
Число уточняемых параметров	546
GOOF по F^2	1,035
R -фактор, $I > 2\sigma(I); R_1, wR_2$	0,0260, 0,0673
R -фактор (по всем I_{hkl}); R_1, wR_2	0,0296, 0,0690
Абсолютный структурный параметр	-0,01(2)
Остаточная электронная плотность (max/min), $e \cdot \text{\AA}^{-3}$	0,724 / -0,784

в изотропном приближении совместно с неводородными атомами. Окончательные значения основных межатомных расстояний приведены в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджской базе структурных данных (CCDC 777664) и могут быть получены у авторов.

Таблица 2

Основные межатомные расстояния $d, \text{\AA}$ в структуре сольвата $[Cd_2L_2Cl_4] \cdot CH_2Cl_2$

Связь	$d, \text{\AA}$	Связь	$d, \text{\AA}$	Связь	$d, \text{\AA}$	Связь	$d, \text{\AA}$
$Cd(1)—N(2)$	2,287(4)	$Cd(2)—N(2a)$	2,291(4)	$C(5)—C(6)$	1,420(7)	$C(5a)—C(6a)$	1,408(7)
$Cd(1)—N(1)$	2,392(4)	$Cd(2)—N(1a)$	2,350(4)	$C(6)—C(7)$	1,380(7)	$C(6a)—C(7a)$	1,365(7)
$Cd(1)—Cl(1)$	2,428(1)	$Cd(2)—Cl(4)$	2,435(1)	$C(7)—C(8)$	1,379(8)	$C(7a)—C(8a)$	1,400(8)
$Cd(1)—Cl(3)$	2,5656(9)	$Cd(2)—Cl(3)$	2,583(1)	$C(8)—C(9)$	1,378(9)	$C(8a)—C(9a)$	1,347(8)
$Cd(1)—Cl(2)$	2,578(1)	$Cd(2)—Cl(2)$	2,5855(9)	$C(11)—C(12)$	1,371(6)	$C(11a)—C(12a)$	1,353(6)
$N(1)—C(1)$	1,306(6)	$N(1a)—C(1a)$	1,317(6)	$C(11)—C(14)$	1,505(6)	$C(11a)—C(14a)$	1,504(6)
$N(1)—C(5)$	1,377(6)	$N(1a)—C(5a)$	1,391(6)	$C(12)—C(13)$	1,409(6)	$C(12a)—C(13a)$	1,388(6)
$N(2)—C(13)$	1,335(5)	$N(2a)—C(13a)$	1,347(5)	$C(12)—C(16)$	1,486(6)	$C(12a)—C(16a)$	1,493(6)
$N(2)—N(3)$	1,369(5)	$N(2a)—N(3a)$	1,375(5)	$C(13)—C(20)$	1,492(7)	$C(13a)—C(20a)$	1,497(6)
$N(3)—C(11)$	1,372(5)	$N(3a)—C(11a)$	1,380(5)	$C(14)—C(15)$	1,544(6)	$C(14a)—C(15a)$	1,521(6)
$N(3)—C(1)$	1,419(6)	$N(3a)—C(1a)$	1,414(6)	$C(15)—C(17)$	1,495(7)	$C(15a)—C(17a)$	1,524(7)
$C(1)—C(2)$	1,408(7)	$C(1a)—C(2a)$	1,388(7)	$C(15)—C(16)$	1,539(7)	$C(15a)—C(16a)$	1,552(7)
$C(2)—C(3)$	1,363(8)	$C(2a)—C(3a)$	1,390(7)	$C(16)—C(17)$	1,524(7)	$C(16a)—C(17a)$	1,519(6)
$C(3)—C(4)$	1,432(8)	$C(3a)—C(4a)$	1,434(8)	$C(17)—C(18)$	1,492(6)	$C(17a)—C(18a)$	1,499(6)
$C(3)—C(10)$	1,522(9)	$C(3a)—C(10a)$	1,483(9)	$C(17)—C(19)$	1,511(7)	$C(17a)—C(19a)$	1,522(7)
$C(4)—C(5)$	1,408(7)	$C(4a)—C(5a)$	1,409(7)	$Cl(1s)—C(1s)$	1,64(1)	$Cl(2s)—C(1s)$	1,72(1)
$C(4)—C(9)$	1,416(7)	$C(4a)—C(9a)$	1,418(7)				

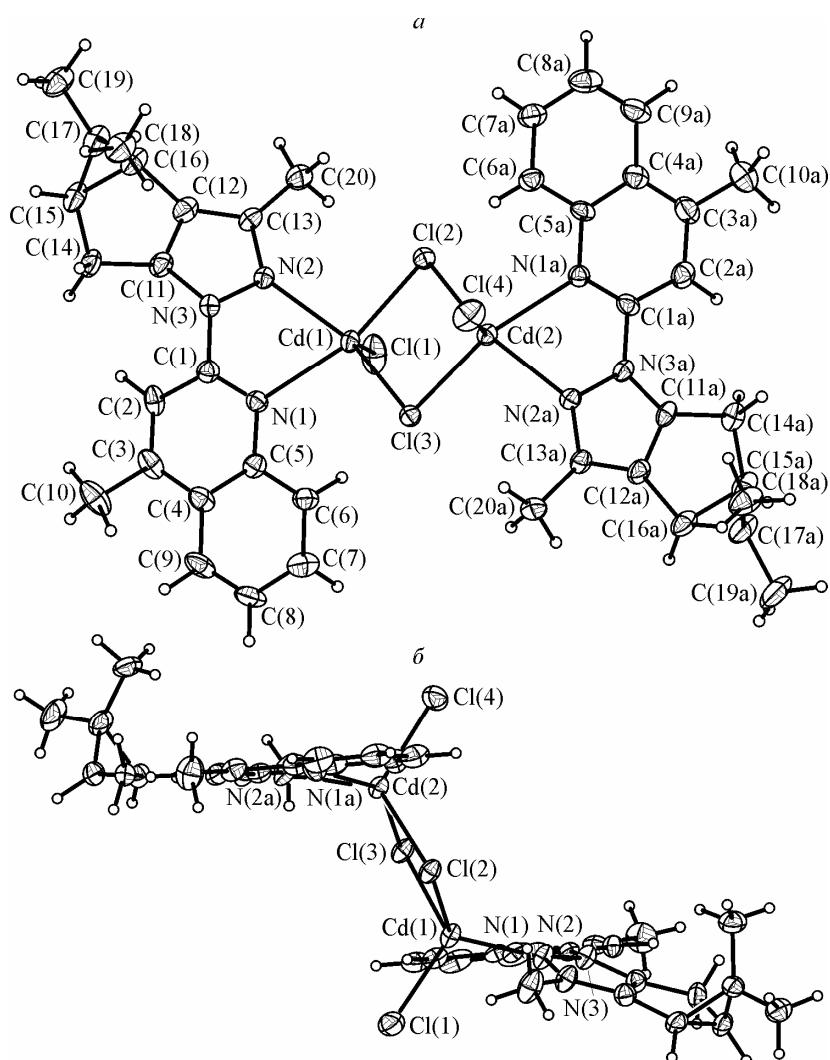


Рис. 1. Строение ацентричной молекулы комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ в двух проекциях с нумерацией неводородных атомов. Термические эллипсоиды показаны на уровне 50%-й вероятности

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты элементного анализа соединения I соответствуют эмпирической формуле $C_{20}H_{21}N_3CdCl_2$, т.е. комплексу $CdLCI_2$. Аналогичную формулу имеет соединение $[ZnLCl_2]$, которое по данным РСА является одноядерным комплексом [9]. Исследование соединения II методом РСА свидетельствует о более сложном строении комплекса кадмия(II), входящего в его состав.

Кристаллическая структура соединения II построена из дискретных ацентричных молекул двухъядерного комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ и некоординированных молекул CH_2Cl_2 . Следовательно, соединение II является сольватом. Строение молекулы комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ показано в двух проекциях на рис. 1, а, б.

В результате координации к каждому из ионов Cd^{2+} двух атомов N бидентатных хелатообразующих лигандов L замыкаются два пятичленных хелатных цикла CdN_3C , которые незначительно искажены и имеют конформацию *конверта*. Среднеквадратичное отклонение от плоскостей четырех атомов этих циклов ($3N+C$) равно 0,022(2) и 0,003(2) Å, а атомы Cd отклоняются от этих плоскостей на 0,458(8) и 0,407(8) Å соответственно. Расстояния Cd—N различаются: расстояния Cd—N (пиразольный цикл) заметно меньше (2,287(4) и 2,291(4) Å), чем расстояния

$Cd-N$ (пиридиновый цикл), равные 2,392(4) и 2,350(4) Å. В координационную сферу атомов Cd входят также три атома Cl (два мостиковых и концевой), что приводит к образованию двух координационных узлов $CdCl_3N_2$, а также металлоцикла Cd_2Cl_2 . Полиэдры Cl_3N_2 имеют форму искаженных тетрагональных пирамид, основания которых образованы атомами N лиганда L и двумя мостиковыми атомами Cl (Cl(2) и Cl(3)); расстояния Cd—Cl близки между собой (2,5656(9), 2,578(1) Å и 2,583(1), 2,5855(9) Å). Аксиальные вершины пирамид занимают концевые атомы Cl(1) и Cl(4) на более коротких расстояниях (2,438(1) и 2,435(1) Å). Атомы Cd(1) и Cd(2) смещены из плоскостей оснований к вершинам пирамид на 0,810(2) и 0,819(2) Å соответственно. Полиэдры Cl_2N_3 имеют общее ребро Cl(2)…Cl(3) (см. рис. 1, a). Металлоцикл Cd_2Cl_2 — плоский, среднее отклонение атомов этого цикла равно 0,023(1) Å. Расстояние Cd…Cd в металлоцикле составляет 3,857(2) Å, углы при атомах Cl(2) и Cl(3) равны 96,7 и 97,0° соответственно. Длины связей в координационных узлах комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ близки к значениям, приводимым для двухъядерного комплекса $CdCl_2$ с 2-(2-пиридилил)бензимидазолом [12]. Концевые атомы Cl(1) и Cl(4) имеют *трансoidное* расположение по отношению к металлоциклу Cd_2Cl_2 .

Профиль молекулы двухъядерного комплекса имеет форму части лестницы, ступеньки которой заметно отличаются по строению (см. рис. 1, б). Все четыре цикла одноядерного фрагмента (обозначенного буквой "а") и часть хелатного цикла (атомы CN₃) имеют практически плоское строение: среднее отклонение атомов равно 0,072(4) Å. Во втором фрагменте (без обозначения) два хинолиновых цикла и часть хелатного цикла (атомы CN₃) также плоские, располагаются практически параллельно плоскости, имеющейся во фрагменте "а" (отклоняются от нее лишь на 4°). Два пятичленных цикла (пиразольный и карбоцикл) второго фрагмента, в отличие от фрагмента "а", составляют угол 152,3(1)° с остальными тремя циклами того же фрагмента. Диметилциклогептановые циклы в обоих фрагментах составляют с плоскостями пятичленных карбоциклов углы 115,4(2) и 113,2(2)° соответственно.

Упаковка молекул в кристаллической структуре соединения II на плоскость (100) представлена на рис. 2. Кратчайшие контакты между соседними молекулами комплекса $[Cd_2L_2Cl_4]$ соответствуют расстояниям C(7)...C(2a) 3,261(7), C(18)...C(1a) 3,263(6) Å, связывающим атомы на одном уровне, параллельном плоскости (010). Молекулы CH₂Cl₂, расположенные в каналах, образованных комплексами, соединены с ними слабыми H-связями. Так, атомы Cl(1s) и C(1s) молекулы CH₂Cl₂ образуют H-связи с атомами Cl(4) и C(10) соседних молекул комплекса: Cl(4)...H(1s1)—C(1s), Cl(1s)...H(10a)—C(10) (расстояния Cl(4)...C(1s) 3,45(1), Cl(1s)...C(10) 3,509(7) Å, угол Cl(4)H(1s1)C(1s) 136,6, а Cl(1s)H(10a)C(10) 124,3°).

В ИК спектре сольваты II имеется полоса при 740 см⁻¹, которую можно отнести к колебаниям молекулы CH₂Cl₂. В ИК спектре соединения I эта полоса отсутствует, положения остальных полос практически не отличаются от положения полос в спектре сольвата. Экспериментальная дифрактограмма соединения I (2θ, град.: 6,98, 8,61, 10,73, 14,00, 20,18) не совпадает с теоретической дифрактограммой одноядерного тетраэдрического комплекса ZnLCl₂ [9], рассчитанной из данных PCA (2θ, град.: 9,72, 11,96, 13,81, 17,96, 19,52). По-видимому, строение соединения I аналогично строению комплекса $[Cd_2LCl_4]$ в сольвате II.

В спектре возбуждения L (рис. 3) имеется полоса с $\lambda_{max} = 352$ нм. Спектр возбуждения соединения I имеет более широкую полосу с $\lambda_{max} \approx 360$ нм, немного смещенную в длинноволновую область по сравнению со спектром L. В спектре возбуждения комплекса [ZnLCl₂] наблюдается широкая полоса с $\lambda_{max} \approx 350$ нм. На основании этих данных мы выбрали длину волны возбуждения при записи спектров ФЛМ ($\lambda_{возб} = 350$ нм).

Реагент L обладает достаточно высокой интенсивностью (I) фотолюминесценции в ультрафиолетовой и синей области спектра (рис. 4). В спектре ФЛМ наблюдается широкая расщепленная полоса (ширина полосы на 1/2 высоты составляет ≈ 60 нм) с λ_{max} 372 и 386 нм, а также плечо при 404 нм. В спектре синей ФЛМ соединения I имеется более широкая полоса (ширина полосы на 1/2 высоты составляет ≈ 80 нм) с λ_{max} 418 нм. Следовательно, наблюдается бато-

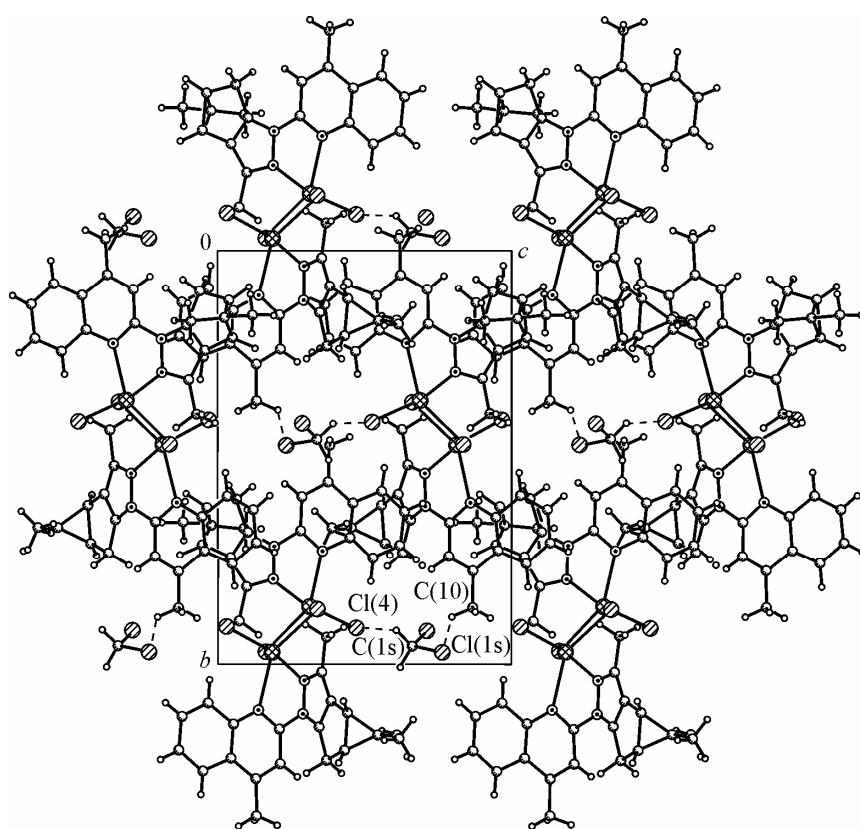


Рис. 2. Упаковка молекул в структуре сольваты **II** в проекции на плоскость (100). Пунктирными линиями показаны водородные связи $\text{Cl}\dots\text{H}-\text{C}$

хромное смещение спектра ФЛМ CdLCl_2 по отношению к спектру ФЛМ свободного L. Соединение **I** проявляет значительно меньшую *I* ФЛМ по сравнению с L. Если сравнить *I* ФЛМ лиганда L при λ_{\max} 386 нм с *I* ФЛМ соединения **I** при λ_{\max} 418 нм, то *I* ФЛМ лиганда выше примерно в 5 раз. При λ_{\max} 418 нм *I* ФЛМ лиганда выше *I* ФЛМ соединения **I** примерно в 3 раза.

В спектре яркой белой ФЛМ комплекса $[\text{ZnLCl}_2]$ наблюдается очень широкая полоса (ширина полосы на 1/2 высоты составляет ≈ 120 нм) с λ_{\max} 452 нм. Следовательно, характер смещения спектра ФЛМ по отношению к спектру свободного L такой же, как для соединения **I**.

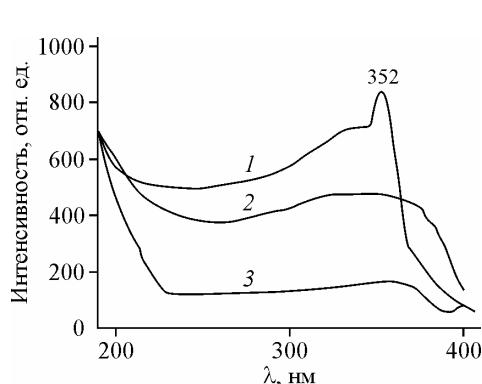


Рис. 3. Спектры возбуждения фотолюминесценции соединений: 1 — L, 2 — $[\text{ZnLCl}_2]$, 3 — CdLCl_2 при 300 К (щель 5 нм)

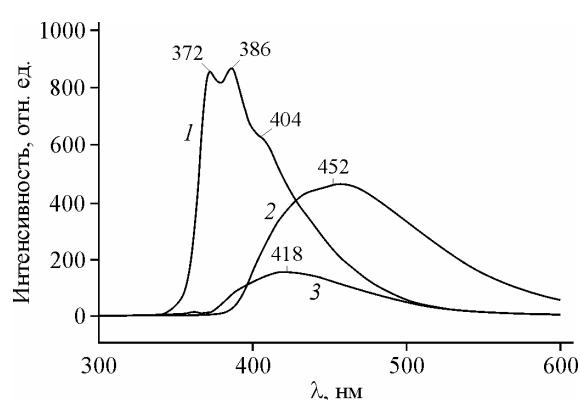


Рис. 4. Спектры фотолюминесценции соединений: 1 — L, 2 — $[\text{ZnLCl}_2]$, 3 — CdLCl_2 при 300 К и $\lambda_{\text{возб}}$ 350 нм (щель 5 нм)

Вместе с тем величина смещения значительно больше. При $\lambda_{max} = 452$ нм интенсивность ФЛМ $[ZnLCl_2]$ превышает I ФЛМ лиганда в 2 раза, а I ФЛМ соединения I — в 3,7 раза. Различный характер ФЛМ соединений I и $[ZnLCl_2]$ позволяет легко идентифицировать эти комплексы.

Явление повышения I ФЛМ комплекса по сравнению с I ФЛМ свободного лиганда называют эффектом усиления ФЛМ, вызванного хелатообразованием (CHEF) [6, 13]. Очевидно, что в случае соединения $CdLCl_2$ CHEF отсутствует. Мы предположили, что соединение $CdLCl_2$ имеет такое же двухъядерное строение, какое имеет комплекс $[Cd_2L_2Cl_4]$ в составе сольвата II. В таком случае не только отсутствие CHEF, но и тушение ФЛМ по сравнению с L, возможно, связано с двухъядерным строением $[Cd_2L_2Cl_4]$, в котором наблюдается сравнительно небольшое расстояние $Cd...Cd$ ($3,857(2)$ Å). В одноядерном $[ZnLCl_2]$ расстояние $Zn...Zn$ составляет $7,994(2)$ Å. По-видимому, особенности строения соединения I, в отличие от $[ZnLCl_2]$, не позволяют уменьшить фотоиндуцированный перенос электронной плотности от донорных атомов N лиганда в π -систему его флуорофорных фрагментов [6].

Авторы выражают благодарность Д.Ю. Наумову за проведение рентгеноструктурного эксперимента, Л.А. Шелудяковой и Н.И. Алферовой — за съемку ИК спектров, А.В. Алексееву — за съемку дифрактограмм.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wang K.Z., Li L.J., Liu W.M. et al. // Mater. Res. Bull. – 1996. – **31**, N 8. – P. 993.
2. De Sa J.F., Malta O.L., de Mello Donega C. et al. // Coord. Chem. Rev. – 2000. – **196**. – P. 165.
3. Каткова М.А., Витухновский А.Г., Бочкарев М.Н. // Успехи химии. – 2005. – **74**, № 12. – С. 1193. [Russ. Chem. Rev. – 2005. – **74**. – Р. 1089 (Engl. Transl.)].
4. Fujii A., Ohmori Y., Morishima C. et al. // Synth. Metals. – 1995. – **71**. – P. 2015.
5. Richter M.M. // Chem. Rev. – 2004. – **104**. – P. 3003.
6. Williams N.J., Yan W., Reibenspies J.H., Hancock R.D. // Inorg. Chem. – 2009. – **48**, N 4. – P. 1407.
7. Гарновский А.Д., Бурлов А.С., Метелица А.В. и др. // Журн. общей химии. – 2010. – **80**, № 2. – С. 267.
8. Савельева З.А., Попов С.А., Клевцова Р.Ф. и др. // Изв. АН. Сер. хим. – 2009. – № 9. – С. 1780.
9. Ларионов С.В., Савельева З.А., Клевцова Р.Ф. и др. // Журн. структур. химии. – 2010. – **51**, № 3. – С. 537.
10. Popov S.A., Shakirov M.M., Tkachev A.V., De Kimpe N. // Tetrahedron. – 1997. – **53**, N 52. – P. 17735.
11. Sheldrick G.M., SHELX-97, Release 97-2. Göttingen (Germany): Univ. of Göttingen, 1998.
12. Xia Ch.-K., Wu W., Huang L.-Y. // Acta Crystallogr. – 2007. – **E63**. – P. 2981.
13. De Silva A.P., Gunaratne H.Q.N., Gunnlaugsson T. et al. // Chem. Rev. – 1997. – **97**, N 4. – P. 1515.
14. Shannon R.D. // Acta Crystallogr. A. – 1976 – **A32**, N 5. – P. 751.