

ISSN 0044 – 460X

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК

Журнал ОБЩЕЙ ХИМИИ

ТОМ 85 (147)

ВЫПУСК 9

2015



Санкт-Петербург
«НАУКА»

ЦИКЛОКОНДЕНСАЦИЯ ЭТИЛЕНДИАМИНА С АЦЕТОНОМ И МЕТИЛЭТИЛКЕТОНОМ – ПУТЬ СИНТЕЗА 14-ЧЛЕННЫХ АЗАМАКРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

© Н. А. Анисимова, Е. И. Христофорова, Ю. Г. Тришин*

Санкт-Петербургский государственный технологический университет растительных полимеров
Россия, 198095, Санкт-Петербург, ул. И. Черных, 4; e-mail: trish@YT4470.spb.edu

Взаимодействием этилендиамина с ацетоном и метилэтилкетонотом получены в виде смеси транс- и цис-изомеров 14-членные азамacroциклические соединения – замещенные 1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диены и 1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,14-диены, содержащие в цикле азометиновый и аминный атомы азота. Перегонкой в вакууме в индивидуальном виде выделены более устойчивые транс-изомеры.

Ключевые слова: циклоконденсация, этилендиамин, ацетон, метилэтилкетон, азамacroциклические соединения.

Азамacroциклические соединения являются важнейшими объектами супрамолекулярной химии [1], что связано, в частности, с широким спектром их практически значимых свойств. Так, они склонны к образованию дискотических жидких кристаллов [2] и избирательному связыванию катионов металлов и анионов, выступая в качестве искусственных анионных рецепторов [3]. Комплексы макроциклических оснований Шиффа с металлами характеризуются необычными магнитными и оптическими свойствами [4, 5], а также каталитической активностью в окислительно-восстановительных реакциях и ингибирующей способностью в реакциях автоокисления [6, 7]. Некоторые из них обладают биологической активностью и являются потенциальными лекарственными препаратами. Например, комплексы 14-членного азамacroцикла проявляют антибактериальную активность и предлагаются к использованию в качестве аналогов лекарственного противогрибкового препарата флуконазола [8].

В связи с этим разработка новых методов синтеза макроциклических азотсодержащих соединений представляется актуальной задачей.

Недавно нами взаимодействием трисэтилендиаминатного комплекса никеля(II) с ацетоном наряду с комплексом $[LNi]^{2+}Cl_2$ (L –5,7,7,12,14,14-гексаметил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диен) был получен и выделен в индивидуальном виде

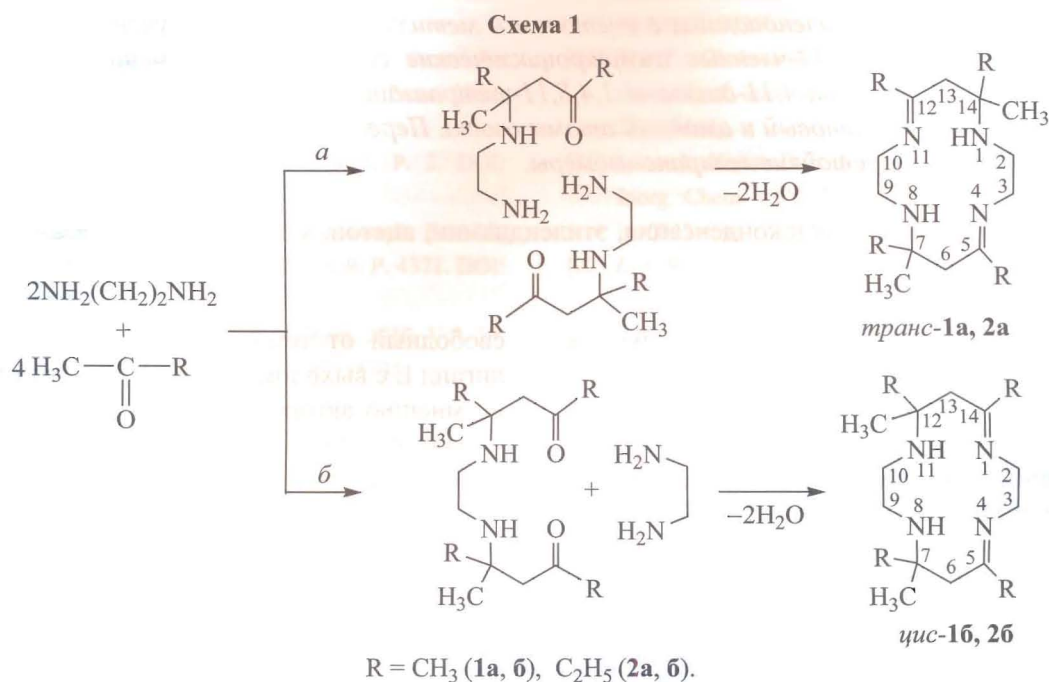
свободный от темплатного агента и противоиона лиганд **L** с выходом 35% [9]. Следует отметить, что, по мнению авторов [10, 11], попытки синтеза алифатических лигандов диенового ряда в виде свободных оснований Шиффа были безуспешными из-за склонности этих соединений к реакциям гидролиза и альдольно-кетоновой конденсации. Однако полученный нами азамacroциклический лиганд оказался довольно устойчивым соединением. Этот факт побудил нас исследовать возможность синтеза азамacroциклов взаимодействием этилендиамина с ацетоном и другими алифатическими кетонами, минуя промежуточную стадию получения их перхлоратных солей или металлокомплексов, из которых лиганды могут быть вытеснены действием раствора щелочи [12, 13] или взаимодействием с цианидом калия [14, 15] соответственно.

Установлено, что этилендиамин вступает в реакцию циклоконденсации с ацетоном и метилэтилкетонотом с образованием 14-членных азамacroциклических соединений в виде смеси транс- и цис-изомеров – 5,7,7,12,14,14-гексаметил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диена **1a**, 5,7,7,12,12,14-гексаметил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,14-диена **1b** и 7,14-диметил-5,7,12,14-тетраэтил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диена **2a**, 7,12-диметил-5,7,12,14-тетраэтил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,14-диена **2b** соответственно. Взаимо-

действие этилендиамина с ацетоном в соотношении 1:2 при кипячении реакционной смеси в растворе этанола в течение 10 ч приводит к образованию *транс*- (**1а**) и *цис*-изомеров (**1б**) в соотношении 1.3:1.0 и не осложняется побочными процессами, о чем свидетельствуют данные спектроскопии ЯМР ^1H реакционной смеси, полученной после удаления легколетучих компонентов под уменьшенным давлением (рис.1). Общий выход соединений **1а** и **1б** составляет 63%.

Циклоконденсация этилендиамина с ацетоном успешно осуществляется и при комнатной температуре в течение 24 ч с количественным образованием, согласно данным ЯМР ^1H , *транс*- и *цис*-изомеров в соотношении **1а**:**1б** = 1.5:1.0.

Образование изомерных соединений **1а** и **1б**, по-видимому, протекает через предварительную конденсацию этилендиамина с одной (направление *a* для *транс*-изомера) или двумя (направление *б* для *цис*-изомера) молекулами ацетона в соответствии со схемой 1*.



По аналогичной схеме этилендиамин реагирует и с метилэтилкетонем, образуя соответствующие изомерные макроциклы **2а** и **2б** в соотношении 1.5:1.0 с общим выходом 58%.

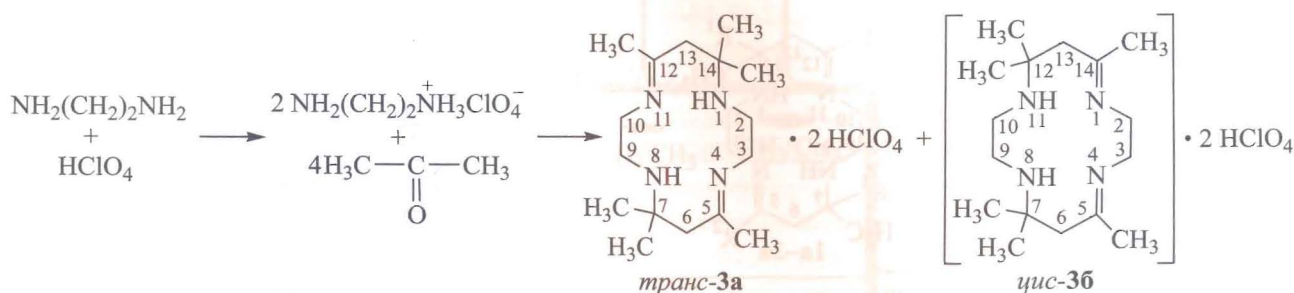
Следует отметить, что *цис*-изомеры **1б** и **2б** являются неустойчивыми, они разлагаются при длительном хранении или в результате перегонки реакционной смеси в вакууме и были зафиксированы только спектрально в смеси с *транс*-изомерами **1а** и **2а**. *транс*-Изомеры **1а** и **2а** были выделены в индивидуальном виде перегонкой в вакууме и представляют собой желтоватые маслообразные вещества. Вопреки имеющемуся в литературе [10, 11] мнению о нестабильности азамacroциклических соединений, содержащих алкильные заместители у атомов углерода макроцикла, *транс*-изомеры **1а** и **2а** хранятся более года при температуре 4–20°C без изменения и не подвергаются деструкции даже при длительном кипячении в растворе этанола.

Для сопоставления спектральных характеристик полученных соединений **1а** и **1б** и известной соли этих макроциклических соединений нами была получена перхлоратная соль $\text{L} \cdot 2\text{HClO}_4$ путем конденсации моноперхлоратной соли этилендиамина с ацетоном по методике [10, 18]. При этом было обнаружено, что в отличие от литературных данных [10, 18] реакция завершается образованием не соли *транс*-диена **L**, а смеси его структурных изомеров **3а** и **3б**, отличающихся взаимным расположением азотиновых групп (*транс*-**3а** и *цис*-**3б**), в соотношении 1:1 (схема 2).

Об образовании изомеров **3а** и **3б** свидетельствует удвоение сигналов протонов и атомов углерода

* Здесь и далее нумерация атомов цикла осуществлена в соответствии с принятыми в литературе для таких гетероциклов подходами [16, 17].

Схема 2



всех структурных фрагментов цикла в спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C продукта циклоконденсации (см. таблицу).

Строение полученных соединений **1–3** установлено на основании данных ИК, ЯМР ^1H , ^{13}C спектроскопии, масс-спектрометрии, а также путем сопоставления их спектральных параметров с таковыми для структурноподобных соединений [19].

В спектрах ЯМР ^1H соединений **1–3** имеются сигналы протонов всех структурных фрагментов молекул (см. таблицу). Сигналы протонов четырех групп CH_3 для соединений **1** и **3** или двух групп CH_3 для соединений **2** при sp^3 -гибридном атоме углерода эквивалентны и проявляются одним синглетом в диапазоне 0.93–1.30 м.д. Протоны двух групп CH_3 , связанных с азометиновым атомом углерода, резонируют в более слабом поле (1.90–2.09 м.д.). Сигналы протонов этильных заместителей соединений **2a** и **2b** у sp^3 -гибридного атома углерода закономерно являются более сильнополюсными [протоны CH_3 -групп проявляются в виде триплета в области 0.77 и 0.88 м.д.; протоны CH_2 -групп, будучи диастереотопными, резонируют в виде двух мульти-

плетов при 1.26 и 1.33 м.д., 1.45 и 1.51 м.д. (рис. 2)], а располагающиеся у sp^2 -гибридного атома углерода – являются более слабополюсными (протоны группы CH_3 проявляются при 0.95 и 1.02 м.д., а группы CH_2 – при 2.14 и 2.23 м.д.). Сигналы протонов метиленового мостика (H^6 , H^{13}) соединений **1** и **3** резонируют в виде синглета в диапазоне 2.40–2.69 м.д., а в спектрах соединений **2a** и **2b** эти протоны являются диастереотопными и проявляются в виде мультиплета при 2.45 (**2a**) и 2.36 м.д. (**2b**) (рис. 2). Протоны метиленовых групп NHCH_2 , $=\text{NCH}_2$ в соединениях **1–3** представлены мультиплетами в области 2.54–3.26 и 3.20–3.66 м.д. соответственно. Протоны двух аминогрупп проявляются уширенными сигналами в диапазоне 4.40–4.50 м.д.

Анализ спектров ЯМР ^1H соединений **1–3** позволил сделать вывод о том, что химические сдвиги метиленовых протонов групп, связанных с азометиновым и аминным атомами азота могут использоваться в качестве критерия для идентификации *транс*- и *цис*-изомеров, поскольку во всех случаях разница значений химических сдвигов (например,

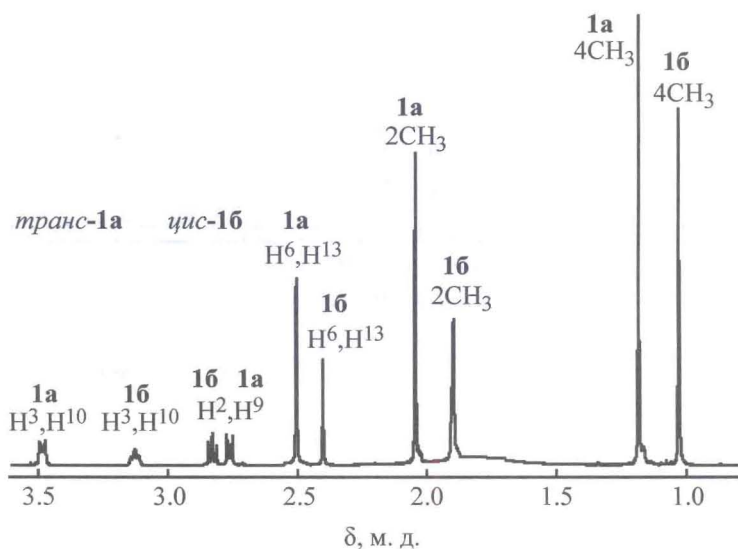
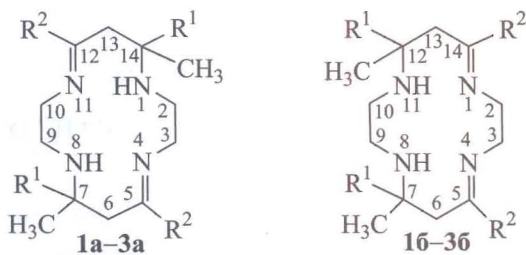


Рис. 1. Спектр ЯМР ^1H реакционной смеси *транс*- и *цис*-изомеров **1a** и **16**.

Данные спектроскопии ЯМР ¹H и ¹³C для соединений 1–3



№	δ _H (CDCl ₃), м. д.							δ _C (CDCl ₃), м. д.					
	CH ₃	R ¹	R ²	H ⁶ , H ¹³	H ² , H ⁹ (H ⁹ , H ¹⁰)	H ³ , H ¹⁰ (H ² , H ³)	NH	C ⁷ , C ¹⁴ (C ⁷ , C ¹²)	C ⁶ , C ¹³	C ⁵ , C ¹² (C ⁵ , C ¹⁴)	C ³ , C ¹⁰ (C ² , C ³)	C ² , C ⁹ (C ⁹ , C ¹⁰)	CH ₃ , =CCH ₃
1a	1.03 с	1.03 с (CH ₃)	1.90 с(CH ₃)	2.40 с	2.75 т	3.50 т	4.50	52.20	50.0	174.00	54.58	42.70	28.00
1б	1.12 с	1.12 с (CH ₃)	2.00 с (CH ₃)	2.49 с	Δ = 0.75 ^a		уш. с	(52.00)	46.19	(168.82)	(54.11)	(41.26)	31.00
					(2.83 т) (3.13 т)		4.40						28.12
2a	0.93 с	1.12 с (CH ₃)	2.00 с (CH ₃)	2.49 с	Δ = 0.30 ^б		уш. с	(52.00)	46.19	(168.82)	(54.11)	(41.26)	30.62
					(2.83 т) (3.13 т)		4.40						28.12
2б	0.93 с	0.77 т (CH ₃ CH ₂), 1.26 м и 1.45 м (CH ₃ CH ₂)	0.95 м (CH ₃ CH ₂), 2.14 к (CH ₃ CH ₂)	2.45 м	Δ = 0.80 ^a		—	49.20	44.89	170.85	54.78	42.85	25.57
					2.80 м 3.60 м		—						25.57
2в	1.00 с	0.88 т(CH ₃ CH ₂), 1.33 м и 1.51 м (CH ₃ CH ₂)	1.02 м (CH ₃ CH ₂), 2.23 к (CH ₃ CH ₂)	2.36 м	Δ = 0.25 ^б		—	(48.80)	46.24	(172.37)	(54.04)	(41.10)	26.33
					(2.94 м) (3.19 м)		—						26.33
3a ^в	1.30 с	1.30 с (CH ₃)	2.09 с(CH ₃)	2.69 с	Δ = 0.63 ^a		4.20	58.26	49.40	174.62	58.26	50.03	25.39
					3.03 м 3.66 м		4.20						25.39
3б ^в	1.22 с	1.22 с (CH ₃)	2.02 с(CH ₃)	2.50 с	Δ = 0.25 ^б		—	(55.26)	47.37	(174.60)	(54.26)	(43.45)	24.73
					(3.25 м) (3.50 м)		—						24.73
													30.99

Примечания. а) Δ = δ_{H³,H¹⁰} – δ_{H²,H⁹}. б) Δ = δ_{H³,H²} – δ_{H¹⁰,H⁹}. в) Спектры сняты в ДМСО-*d*₆.

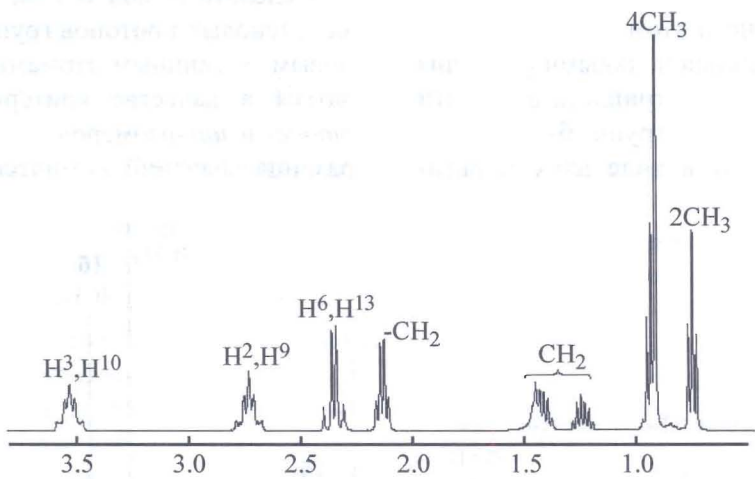
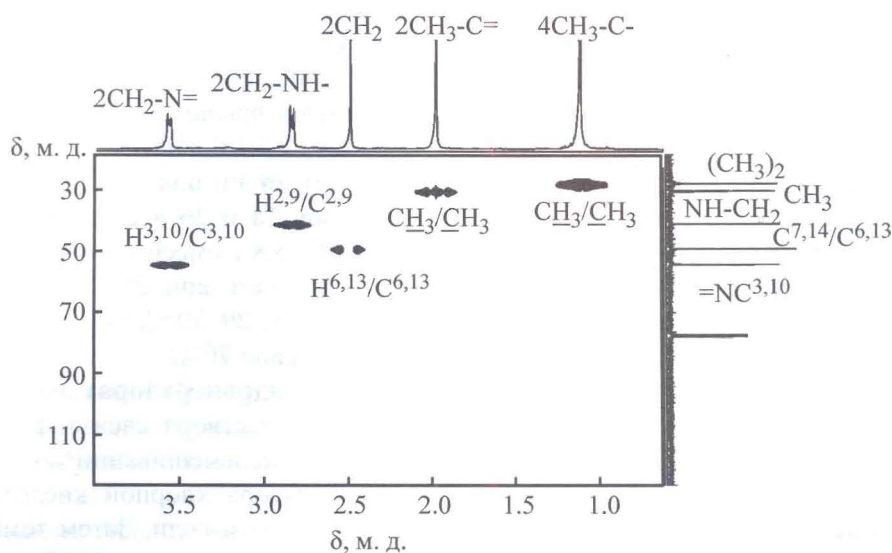


Рис. 2. Спектр ЯМР ¹H соединения 2а.

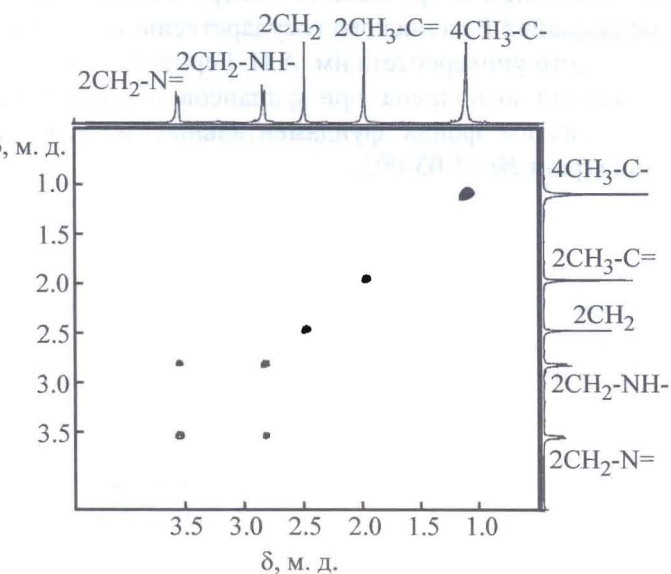
Δ = δ_{H³,H¹⁰} – δ_{H²,H⁹} для соединений **1a–3a** или Δ = δ_{H³,H²} – δ_{H¹⁰,H⁹} для соединений **1b–3b**), значительно больше в случае *транс*-изомеров (0.63–0.80 м. д.), чем *цис*-изомеров (0.25–0.30 м. д.).
Достоверность отнесения сигналов протонов подтверждена данными двумерной спектроскопии ЯМР ¹H–¹³C НМРС и ¹H–¹³C НМВС. Так, в спектре

¹H–¹³C НМРС соединения **1a** (рис. 3) наблюдается четкая корреляция соответствующих протонов и атомов углерода: δ_H 1.03 м. д. и δ_C 28.0 м. д., δ_H 1.90 м. д. и δ_C 31.0 м. д. для CH₃-групп, связанных с *sp*³- и *sp*²-гибридными атомами углерода соответственно; H⁶,H¹³ (2.40 м. д.)/C⁶,C¹³ (50.0 м. д.); H²,H⁹ (2.75 м. д.)/C²,C⁹ (42.70 м. д.); H³,H¹⁰ (3.50 м. д.)/

Рис. 3. Спектр ^1H - ^{13}C HMQC соединения **1a**.

$\text{C}^3, \text{C}^{10}$ (54.58 м. д.). В спектре ^1H - ^{13}C HMBC соединения **1a** наблюдаются следующие корреляции сигналов протонов с сигналами соседних атомов углерода: $\text{H}^3, \text{H}^{10}$ (3.50 м. д.)/ C^2, C^9 (42.70 м. д.) и $\text{C}^5, \text{C}^{12}$ (174.0 м. д.); H^2, H^9 (2.75 м. д.)/ $\text{C}^7, \text{C}^{14}$ (52.2 м. д.); $\text{H}^6, \text{H}^{13}$ (2.40 м. д.)/ $\text{C}^5, \text{C}^{12}$ (174.0 м. д.) и $\text{C}^7, \text{C}^{14}$ (52.2 м. д.); CH_3 (1.03 м. д.)/ $\text{C}^7, \text{C}^{14}$ (52.2 м. д.); CH_3 (1.90 м. д.)/ $\text{C}^5, \text{C}^{12}$ (174.0 м. д.) и $\text{C}^6, \text{C}^{13}$ (50.0 м. д.). В спектре ^1H - ^1H COSY соединения **1a** (рис. 4) имеются кросс-пики сигналов протонов H^2, H^9 и $\text{H}^3, \text{H}^{10}$ групп CH_2 этиленового мостика.

В спектрах ЯМР ^{13}C полученных соединений **1–3** имеются сигналы всех атомов углерода с характерными для них химическими сдвигами (см. таблицу).

Рис. 4. Спектр ^1H - ^1H COSY соединения **1a**.

В масс-спектре соединения **1a**, полученном в режиме электроспрей-ионизации, наиболее интенсивный пик имеет значение с m/z 281.2701, что соответствует $[M - \text{H}]^+$, присутствуют также малоинтенсивные пики, m/z : 282.2722 $[M - 2\text{H}]^+$, 283.2528 $[M - 3\text{H}]^+$ и 284.2525 $[M - 4\text{H}]^+$. ИК спектры соединений **1** и **2** содержат полосы поглощения вторичных аминогрупп (3180–3255 cm^{-1}) и связи $\text{C}=\text{N}$ (1600–1670 cm^{-1}).

Таким образом, взаимодействие этилендиамина с алифатическими кетонами, как показано на примере ацетона и метилкетона, представляет собой простой метод синтеза 14-членных азамacroциклических соединений, содержащих в цикле азометиновый и аминный атомы азота.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C , ^1H - ^{13}C HMQC, ^1H - ^{13}C HMBC регистрировали на спектрометре Jeol ECH400A с рабочими частотами 100.52 (^{13}C) и 399.78 МГц (^1H) в CDCl_3 с использованием остаточного сигнала недеутерированного растворителя в качестве внутреннего стандарта. ИК спектры записаны на Фурье-спектрометре Shimadzu IR Prestige-21 в хлороформе. Масс-спектр (ESI) получен на приборе Bruker Customer microtof 10223 (растворитель – метанол). Для ТСХ анализа использовали пластинки Silufol UF-254, элюент – смесь гексан–ацетон, 3:2. Элементный анализ выполнен на приборе Carlo Erba 1106.

Моногидроперхлорат этилендиамина и перхлораты **3a** и **3b** получали по методике [9].

5,7,7,12,14,14-Гексаметил-1,4,8,11-тетрааза-циклотетрадека-4,11-диен (1a) и 5,7,7,12,12,14-гексаметил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,14-диен (1b). а. При нагревании. Раствор 10.2 г (0.17 моль) этилендиамин в 50 мл смеси безводных ацетона и этанола (1:1) кипятили в течение 10 ч. Реакционную смесь упаривали на ротормном испарителе. Остаток, представляющий собой смесь *транс*- и *цис*-изомеров в соотношении **1a:1b** = 1.3:1.0 (ЯМР ^1H), перегоняли в вакууме. Получили 14.9 г (63%) смеси *транс*- и *цис*-изомеров **1a** и **1b** в соотношении 3.0:1.0, т. кип. 40–60°C (2 мм рт. ст.). Дополнительной перегонкой этой смеси в вакууме получили *транс*-изомер **1a** с т. кип. 60–62°C (2 мм рт. ст.). Масс-спектр (ESI): m/z 281.2701 [$M - \text{H}$] $^+$. Найдено, %: С 68.31, 68.38; Н 11.54, 11.56; N 20.05, 20.10. $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{N}_4$. Вычислено, %: С 68.52; Н 11.50; N 19.98.

б. При комнатной температуре. Раствор 10.2 г (0.17 моль) этилендиамин в 50 мл смеси безводных ацетона и этанола (1:1) перемешивали в течение 10 ч и оставляли при комнатной температуре на 24 ч. Реакционную смесь упаривали на ротормном испарителе. Остаток, представляющий собой смесь *транс*- и *цис*-изомеров в соотношении **1a:1b** = 1.5:1.0 (ЯМР ^1H), перегоняли в вакууме (2 мм рт. ст.). Получили три фракции: 3.40 г смеси изомеров **1a** и **1b** в соотношении 3.0:1.0 с т. кип. 28–40°C; 4.87 г смеси изомеров **1a** и **1b** в соотношении 10.0:1.0 с т. кип. 40–60°C и 8.74 г *транс*-изомера **1a** с т. кип. 60–62°C. Общий выход соединений **1a** и **1b** составил 72%.

7,14-Диметил-5,7,12,14-тетраэтил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диен (2a) и 7,12-диметил-5,7,12,14-тетраэтил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,14-диен (2b). а. При нагревании. Раствор 10.2 г (0.17 моль) этилендиамин в 60 мл смеси безводных метилэтилкетона и этанола (1:1) кипятили в течение 10 ч. Реакционную смесь упаривали на ротормном испарителе. Остаток перегоняли в вакууме и получали 16.5 г (58%) смеси *транс*- и *цис*-изомеров **2a** и **2b** в соотношении 4.0:1.0 с т. кип. 22–29°C (3 мм рт. ст.). Дополнительной перегонкой полученной смеси в вакууме получали *транс*-изомер **2a** с т. кип. 25–28°C (3 мм рт. ст.). Найдено, %: С 71.51, 71.56; Н 11.80, 11.84; N 16.74, 16.80. $\text{C}_{20}\text{H}_{40}\text{N}_4$. Вычислено, %: С 71.37; Н 11.98; N 16.65.

б. При комнатной температуре. Раствор 10.2 г (0.17 моль) этилендиамин в 60 мл смеси безводных метилэтилкетона и этанола (1:1) перемешивали в течение 10 ч и оставляли при комнатной темпера-

туре на 24 ч. Реакционную смесь упаривали на ротормном испарителе. Остаток, представляющий собой смесь *транс*- и *цис*-изомеров в соотношении **2a:2b** = 1.7:1.0 (ЯМР ^1H), перегоняли в вакууме (3 мм рт. ст.) и получали три фракции: 8.9 г смеси изомеров **2a** и **2b** в соотношении 4.0:1.0 с т. кип. 25–27°C; 5.8 г смеси изомеров **2a** и **2b** в соотношении 7.0:1.0 с т. кип. 28–29°C и 5.2 г *транс*-изомера **2a** с т. кип. 29–30°C. Общий выход соединений **2a** и **2b** составил 70%.

Моногидроперхлорат этилендиамин. К 37 мл 70%-ного раствора свежеперегнанного этилендиамин при перемешивании добавляли 72 мл 43.3%-ного раствора хлорной кислоты при охлаждении смесью льда и соли. Затем температуру реакционной смеси доводили до 20°C и упаривали на ротормном испарителе при температуре не выше 60°C. Полученный остаток выдерживали до полной кристаллизации. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывали, промывали этиловым спиртом и сушили на воздухе. Выход 54 г (84%), т. пл. 150°C.

Перхлорат 5,7,7,12,14,14-гексаметил-1,4,8,11-тетраазациклотетрадека-4,11-диена (3a, б). 10 г моногидроперхлората этилендиамин растворяли 100 мл безводного ацетона и реакционную смесь выдерживали в течение 12 ч при 20°C. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывали и промывали ацетоном, а затем этанолом. По данным ЯМР ^1H , полученные кристаллы представляют собой смесь *транс*- и *цис*- изомеров **3a** и **3b** в соотношении 1.0:1.0. Выход 12 г (80%), т. пл. 147–150°C (т. пл. 158°C [10]).

Спектральные исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования Российского государственного педагогического университета им. А.И. Герцена.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 14-03-00588).

Список литературы

- [1] Студ Дж.В., Этвуд Дж.А. Супрамолекулярная химия. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. Т. 1. 480 с.
- [2] Gallant A.J., Hui J.K.-H., Zahariev F.E. // J. Org. Chem. 2005. Vol. 70. P. 7936. DOI: 10.1021/jo050742g.
- [3] Sessler J.L., Katayev E., Pantos G.D., Ustynyuk Yu.A. // Chem. Commun. 2004. N 11. P. 1276. DOI:10.1039/B403665D.
- [4] Brooker S. // Eur. J. Inorg. Chem. 2002. Vol. 10. P. 2535. DOI: 10.1002/1099-0682(200210)2002:10.
- [5] Di Bella S. // Chem. Soc. Rev. 2001. Vol. 30. P. 355. DOI: 0.1039/b100820j.

- [6] Nam W., Muller J.G. // *Inorg. Chem.* 1996. Vol. 35. P. 6632. DOI: 10.1021/ic9513651.
- [7] Цымбал Л.В., Андрийчук И.Л., Лампека Я.Д., Прутиков Г. // *Изв. АН. Сер. хим.* 2010. №. 8. С. 1535; *Tsymbal L.V., Andriichuk I.L., Lampeka Ya.D., Pritzkow H.* // *Russ. Chem. Bull.* 2010. Vol. 59. N 8. P. 1572. DOI: 10.1007/s11172-010-0280-3.
- [8] Singh D., Kumar K. // *J. Serb. Chem. Soc.* 2010. Vol. 75. N 4. P. 475. DOI: 10.2998/JSC091021028S.
- [9] Анисимова Н.А., Гомзякова Е.Н., Кондратьева Р.Р., Тришин Ю.Г. // *Бутлеровск. сообщ.* 2013. Т. 12. № 36. С. 22.
- [10] Яцимирский К.Б., Кольчинский А.Г., Павлицук В.В., Таланова Г.Г. Синтез макроциклических соединений. Киев.: Наукова думка, 1987. 277 с.
- [11] Борисова Н.Е., Решетова М.Д., Устынюк Ю.А. // *Усп. хим.* 2007. Т. 76. № 9. С. 843; *Borisova N.E., Reshetova M.D., Ustynyuk Yu.A.* // *Russ. Chem. Rev.* 2007. Vol. 76. N 9. P. 785. DOI:10.1070/RC2007v076n09ABEH 003705.
- [12] Hay R.W., Pujari M.P. // *Inorg. Chim. Acta.* 1986. Vol. 121. P. 57. DOI: 10.1016/S0020-1693(00)87740-3.
- [13] Kolinski R.A., Korybut-Daszkiewicz B. // *Polish J. Chem.* 1982. Vol. 56. P. 1033.
- [14] Love J.L., Powell H.K.J. // *Chem. Commun.* 1968. N 1. P. 39. DOI:10.1039/C19680000039.
- [15] Curtis N.F. // *J. Chem. Soc. (C).* 1967. N 20. P. 1979. DOI: 10.1039/j39670001979.
- [16] Hay R.W., Gidney P.M. // *J. Chem. Soc. Dalton. Trans.* 1976. P. 974. DOI:10.1039/DT9760000974.
- [17] Cook D.F., Curtis N.F., Hay R.W. // *J. Chem. Soc. Dalton. Trans.* 1973. P. 1160. DOI: 10.1039/DT9730001160.
- [18] Hay R.W., Lawrance G.A., Curtis N.F. // *J. Chem. Soc. Perkin Trans. I.* 1975. N 3. P. 591. DOI: 10.1039/P19750000591.
- [19] Warner L.G., Busch D.H. // *J. Am. Chem. Soc.* 1968. Vol. 90. N 25. P. 6938. DOI: 10.1021/ja01027a008.