



Особенности взаимодействия (5-метил-1,3-тиазолидин-2-илиден)кетонов с тозилазидом

Мария Б. Литвинчук¹*, Антон В. Бентя¹, Леся Н. Салиева², Эдуард Б. Русанов¹, Михаил В. Вовк¹

¹ Институт органической химии НАН Украины,

ул. Мурманская, 5, Киев 02094, Украина; e-mail: mariia.litvinchuk@gmail.com

² Восточноевропейский национальный университет им. Леси Украинки, пр. Воли, 13, Луцк 43025, Украина; e-mail: lesya nykytyuk@ukr.net Поступило 8.05.2020 Принято 7.06.2020



Ключевые слова: 5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-с][1,2,3]триазолы, (1,3-тиазолидин-2-илиден)кетоны, тозилазид.

Пара-толуолсульфонилазид (тозилазид, TsN₃) является доступным и широко используемым в синтетической практике реагентом. Масштаб его препаративного применения обусловлен как способностью выступать источником диазогруппы в реакции диазопереноса с метиленактивными соединениями, 1-5 так и образовывать разнообразные производные 1,2,3-триазола за счет взаимодействия с субстратами енаминового типа. 6-9 Кроме этого, сфера использования тозилазида включает селективное каталитическое амидирование ароматических, α,β-непредельных карбонильных¹⁰ и индольных¹¹ соединений, а также эффективный синтез тозиламидинов.^{12,13} Следует отметить и ряд интересных работ по применению тозилазида в катализируемом переходными металлами получении конденсированных систем: 1,2,3-триазолопиримидинов,¹⁴ 1,2,3-триазолопиридоиндолов¹⁵ и тозиламинохинолинов.¹⁶

В силу синтетического значения^{17–20} и биологической привлекательности²¹ предметом нашего интереса стали тиазоло[3,2-*c*][1,2,3]триазолы, которые обычно получают окислительной циклизацией гидразонов 2-ацил-1,3-тиазолов.^{18–20} Имеется также одно сообщение²² о синтезе такого типа соединений [3+2]-циклоприсоединением тозилазида к циклическим 2-ароилS,N-кетенацеталям. Представлялось обоснованным изучить в аналогичном процессе недавно синтезированные нами (5-метил-1,3-тиазолидин-2-илиден) кетоны **1а-с**, енаминный фрагмент которых уже был успешно использован в циклоконденсациях с активированными алкенами и алкинами,²³ а также 1-хлорбензилизоцианатами.²⁴

При исследовании взаимодействия тозилазида с соединениями 1а-с выявлено, что реакция с метил- и этилкетонами 1a,b протекает в растворе диоксана при комнатной температуре в течение 10 ч и, по данным спектра ЯМР ¹Н и масс-спектров, приводит к образованию смеси трех типов продуктов триазолоаннелирования 1,3-тиазолидинового цикла в следующих соотношениях: соединения 2a:3a:4 = 68:25:7, соединения **2b**:**3b**:**4** = 79:8:13. Однако в случае фенилкетона **1**с такое взаимодействие реализуется только при нагревании в растворе диоксана в течение 6 ч при 70 °С и отличается высокой хемоселективностью: реакционная смесь содержит только 5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-с]-[1,2,3]триазол 2с (схема 1). Следует отметить, что взаимодействие соединений 1а, b с тозилазидом при 70 °С в диоксане в течение 10 ч не приводит к изменениям количественного и качественного состава



реакционной смеси. Кроме этого, продуктами превращения являются тозиламид, а в случае соединений 1а, b также его *N*-ацилпроизводные. Разделение полученных смесей продуктов методом колоночной хроматографии на силикагеле позволило выделить тиазолотриазолы 2а-с с препаративными выходами 51-67%. При этом было обнаружено, что в процессе хроматографирования иминопроизводные За, в подвергаются частичному или полному гидролизу иминотозильной группы, образуя кетопроизводные 2а, b. Вследствие этого соединение 3а было получено с препаративным выходом всего 8%, а его аналог 3b вообще не был обнаружен в продуктах разделения. Возможность протекания такой реакции была подтверждена независимым экспериментом по превращению иминопроизводного За в кетопроизводное 2а в присутствии каталитических количеств трифторуксусной кислоты. Соединение 4 было выделено из реакционной смеси с выходами 2% в случае кетона 1а и 8% в случае кетона 1b.

Соединения **2а–с** представляют собой стабильные твердые вещества, характеризующиеся в спектрах ЯМР ¹Н дублетами протонов метильной группы при 1.67–1.70 м. д. с КССВ 6.2–6.8 Гц, а также мультиплетами протонов тиазолидинового цикла при 4.20–4.31 и 4.64–4.79 м. д. В их ИК спектрах имеются полосы поглощения экзоциклических карбонильных групп в интервале 1666–1671 см⁻¹.

Образования продуктов, аналогичных соединениям За, b, которые формально являются тозилиминопроизводными соответствующих 3-ацилтиазоло[3,2-с][1,2,3]триазолов, ранее в реакции тозилазидов со структурно близкими циклическими 2-ароил-S,N-кетенацеталями²² или енаминокетонами⁵⁻⁸ не наблюдалось. Наличие в спектре ЯМР ¹Н тиазолотриазола **За** удвоенных сигналов всех типов протонов в примерном соотношении 0.1:0.9 указывает на его возможное существование в растворе CDCl₃ в виде смеси син- и анти-изомеров с вероятным преобладанием последнего, однако является недостаточно доказательным для определения его структуры. По этой причине для точного установления строения данного соединения в кристаллическом состоянии было выполнено его рентгеноструктурное исследование (рис. 1).

В структуре **3a** распределение длин связей обычно для подобных гетероциклических систем и в целом не имеет особенностей, за исключением длин связей S(1)-C(3) и S(1)-C(1A), которые существенно различаются (1.727(2) и 1.874(3) Å соответственно), что может быть объяснено сопряжением НЭП атома серы с π -системой триазольного цикла, которое приводит к



Рисунок 1. Молекулярное строение соединения **3a** (атомы представлены эллипсоидами тепловых колебаний с 50% вероятностью, на рисунке показан только разупорядоченный атом C(1A)) и его основные геометрические параметры (длины связей указаны в Å, значения углов в град.): N(1)–C(2) 1.456(3), N(1)–C(3) 1.338(2), N(1)–N(2) 1.357(2), N(2)–N(3) 1.307(2), N(3)–C(4) 1.379(3), C(3)–C(4) 1.380(3), N(4)–C(6) 1.302(3), S(2)–N(4) 1.6492(17), S(2)–C(8) 1.759(2); C(3)–N(1)–N(2) 111.85(17), C(3)–N(1)–C(2) 117.97(17), N(2)–N(1)–C(2) 130.00(16), N(3)–N(2)–N(1) 106.51(16), N(2)–N(3)–C(4) 109.40(16), C(6)–N(4)–S(2) 119.92(14), C(3)–S(1)–C(1A) 90.37(11), C(6)–N(4)–S(2) 119.92(14), N(4)–S(2)–C(8) 100.57(9).

укорочению соответствующей связи S(1)-C(3), в то время как атом C(1) имеет *sp*³-гибридизацию и сопряжение отсутствует.

1,2,3-Триазольный цикл, как и ожидалось, планарен, среднеквадратичный выход атомов из плоскости составляет 0.0036 Å, при этом атом серы дигидротиазольного цикла также лежит в этой плоскости, атом C(2) слегка (0.103(3) Å) выходит из этой плоскости, а атом C(1A) выходит из плоскости на -0.393(5) Å. Таким образом, дигидротиазольный цикл принимает конформацию "конверт". Группировка N(4)–C(6)(C(7))–C(4) фактически копланарна триазольному циклу (диэдральный угол между этими плоскостями составляет лишь 2.91(15)°, что благоприятно для сопряжения π -системы связи C(6)=N(4) с триазольным циклом и приводит к сокращению связи C(4)–C(6) до 1.448(3) Å. Фенильный цикл C(8)–C(9)–C(10)–C(11)(C(14))–C(12)–C(13) развернут относительно триазольного цикла на 41.61(9)°.

В спектре ЯМР ¹Н 5-метил-5,6-дигидро[1,3]тиазоло-[3,2-*c*][1,2,3]триазола (4), кроме типичных сигналов протонов тиазольного цикла, также имеется синглет метинового протона триазольного цикла при 7.35 м. д. Выделение данного соединения в небольших количествах, вероятно, обусловлено побочной реакцией деацилирования соединений **2а,b**, в ходе которой



происходит образование *N*-ацилтозилсульфамидов, зафиксированных методом хромато-масс-спектрометрии.

Наиболее вероятно, что реализация двух направлений реакции, приводящих к продуктам 2а-с и 3а, b, обусловлена влиянием ацильных заместителей в илиденпроизводных 1а-с на их способность вступать во взаимодействие с тозилазидом в качестве С=С-диполярофилов (путь I) или же в качестве β-С-нуклеофилов (путь II, схема 2). Первое направление (путь I) является единственным в случае наиболее акцепторного бензоильного заместителя (соединение 1с) или превалирующим в случае менее акцепторных ацетильного или пропаноильного заместителей (соединения 1а,b) и протекает через стадию образования промежуточного соединения A,^{6,7} для которого характерно равновесие с соответствующим диазопроизводным B.^{25,26} Его трансформация в интермедиат С с последующим закрытием триазольного цикла и дезаминированием приводит к продуктам 2а-с. Во втором случае (путь II), вследствие атаки β-атома углерода на терминальный атом азота тозилазида, образуется интермедиат **D**,²⁷ который через стадию промежуточных триазолов E и F посредством диазоинтермедиата G перегруппировывается по Димроту в тозилимины За, b.

Таким образом, на примере реакции (5-метил-1,3-тиазолидин-2-илиден)кетонов с тозилазидом продемонстрировано, что в случае субстратов, содержащих в илиденовом фрагменте молекулы ацетильный и пропионоильный заместители, наряду с ожидаемыми производными 3-ацил[1,3]тиазоло[3,2-*c*][1,2,3]триазола, образуются соответствующие *N*-(3-алкилиден)тозиламиды.

Экспериментальная часть

ИК спектры зарегистрированы на приборе Bruker Vertex 70 в таблетках КВг. Спектры ЯМР ¹Н записаны на спектрометре Varian VXR-400 (400 МГц) в импульсном фурье-режиме в CDCl₃. Спектры ЯМР ¹³С записаны на спектрометре Bruker Avance DRX-500 (126 МГц) в импульсном фурье-режиме в CDCl₃. Внутренний стандарт для спектров ЯМР ¹Н и ¹³С – ТМС. Масс-спектры записаны на приборе Agilent LC/MSD SL; колонка Zorbax SB-C18, 4.6 × 15 мм, 1.8 мкм (PN 82(c)75-932); растворитель ДМСО, ионизация электрораспылением при атмосферном давлении. Элементный анализ выполнен на приборе PerkinElmer CHN Analyzer серии 2400 в аналитической лаборатории Института органической химии НАН Украины. Температуры плавления определены на столике Кофлера и не исправлены. Для колоночной хроматографии использован силикагель Merck 60 (40–63 мкм).

Соединения $1a-c^{23}$ и тозилазид²⁸ получены по литературным методам.

Синтез соединений 2а–с, 3а, 4 (общая методика). К раствору 10 ммоль (1,3-тиазолидин-2-илиден)кетона 1а–с в 15 мл диоксана добавляют 2.37 г (12 ммоль) тозилазида. Полученную смесь перемешивают при комнатной температуре в течение 10 ч (в случае соединений 1а,b) или в течение 6 ч при 70 °С (в случае соединения 1с) и упаривают при пониженном давлении. Полученный остаток очищают методом колоночной хроматографии (элюент CHCl₃–МеОН, 100:1 в случае соединений 2а,b, 3а и CHCl₃–МТБЭ, 4:1 в случае соединения 2с). Соединение 3а перекристаллизовывают из смеси гексан–ЕtOAc, 7:3.

1-(5-Метил-5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-с][1,2,3]триазол-3-ил)етан-1-он (2а). Выход 0.93 г (51%), белый порошок, т. пл. 96–97 °С. ИК спектр, v, см⁻¹: 1671 (С=О). Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.67 (3Н, д, ³*J* = 6.8, СН₃); 2.63 (3Н, с, СН₃СО); 4.20–4.25 (1Н, м, СНS); 4.64– 4.76 (2Н, м, СН₂N). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 21.1; 26.4; 51.6; 54.2; 139.9; 143.4; 191.7. Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн}, %): 184 [М+Н]⁺ (100). Найдено, %: С 46.09; Н 4.84; N 23.08. С₇Н₉N₃OS. Вычислено, %: С 45.88; Н 4.95; N 22.93.

1-(5-Метил-5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-с][1,2,3]триазол-3-ил)пропан-1-он (2b). Выход 1.28 г (65%), белый порошок, т. пл. 102–103 °С. ИК спектр, v, см⁻¹: 1670 (С=О). Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.22 (3H, т, ³*J* = 7.4, С<u>H</u>₃CH₂); 1.67 (3H, д, ³*J* = 6.5, CH₃); 3.08 (2H, к, ³*J* = 7.3, С<u>H</u>₂CH₃); 4.20–4.24 (1H, м, CHS); 4.64–4.75 (2H, м, CH₂N). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 7.8; 21.1; 32.0; 51.5; 54.1; 139.4; 143.3; 194.8. Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн}, %): 198 [M+H]⁺ (100). Найдено, %: С 48.89; Н 5.71; N 21.16. С₈H₁₁N₃OS. Вычислено, %: С 48.71; Н 5.62; N 21.30.

(5-Метил-5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-*c*][1,2,3]триазол-3-ил)(фенил)метанон (2с). Выход 5.53 г (67%), желтый порошок, т. пл. 104–105 °С. ИК спектр, v, см⁻¹: 1626 (С=О). Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.70 (3Н, д, ³*J* = 6.2, CH₃); 4.24–4.31 (1Н, м, CHS); 4.70–4.79 (2Н, м, CH₂N); 7.52 (2Н, т, ³*J* = 7.6, Н Рh); 7.60 (1Н, т, ³*J* = 7.4, H Ph); 8.51 (2Н, д, ³*J* = 7.8, Н Рh). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 21.1; 51.4; 54.2; 128.5; 130.6; 133.2; 136.2; 140.1; 147.0; 184.4. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 246 [M+H]⁺ (100). Найдено, %: С 58.97; Н 4.46; N 17.25. $C_{12}H_{11}N_3OS$. Вычислено, %: С 58.76; Н 4.52; N 17.13.

4-Метил-*N*-**[**(*1E*)-**1**-(5-метил-5,6-дигидро[**1**,3]тиазоло-**[3,2**-*c*]**[1,2,3]триазол-3-ил)этилиден]бензолсульфон**амид (**3a**). Выход 0.27 г (8%), белый порошок, т. пл. 128–129 °С. ИК спектр, v, см⁻¹: 1645 (С=N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.41 (0.3H, д, ³*J* = 6.6, CH₃); 1.62 (2.7H, д, ³*J* = 6.5, CH₃); 2.44 (3H, с, CH₃ Ts); 2.91 (0.3H, с, CH₃C=N); 3.02 (2.7H, с, CH₃C=N); 3.98–4.05 (0.2H, м, CHS); 4.18–4.24 (0.9H, м, CHS); 4.37–4.44 (0.1H, м, CH₂N); 4.59–4.69 (1.8H, м, CH₂N); 7.33 (1.8H, д, ³*J* = 8.0, H Ar); 7.39 (0.2H, д, ³*J* = 8.0, H Ar); 7.91 (1.8H, д, ³*J* = 8.0, H Ar); 7.97 (0.2H, д, ³*J* = 8.0, H Ar). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 19.6; 21.0; 21.7; 51.4; 54.4; 127.1; 129.5; 138.7; 138.9; 143.6; 144.3; 172.9. Массспектр, *m*/*z* (*I*_{отн}, %): 337 [М+Н]⁺ (100). Найдено, %: С 49.82; H 4.88; N 16.78. $C_{14}H_{16}N_4O_2S_2$. Вычислено, %: С 49.98; H 4.79; N 16.65.

4-Метил-*N***-[**(*1E*)**-1-**(**5-**метил-**5**,**6-**дигидро[**1**,**3**]тиазоло-[**3**,**2**-*c*][**1**,**2**,**3**]триазол-**3**-ил)пропилиден]бензолсульфонамид (**3b**). Соединение нестабильно и в чистом виде не выделено, в процессе хроматографирования подвергается гидролизу иминотозильной группы.

5-Метил-5,6-дигидро[1,3]тиазоло[3,2-с][1,2,3]триазол (4). Выход 28 мг (2%, из соединения **1a**), 0.11 г (8% из соединения **1b**), светло-желтое масло. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.63 (3H, д, ³*J* = 6.5, CH₃); 4.15– 4.21 (1H, м, CHS); 4.59–4.67 (2H, м, CH₂N); 7.35 (1H, с, CHN). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д.: 20.5; 50.9; 54.1; 126.1; 137.8. Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн}, %): 142 [M+H]⁺ (100). Найдено, %: С 42.71; H 4.90; N 29.88. C₅H₇N₃S. Вычислено, %: С 42.53; H 5.00; N 29.76.

Рентгеноструктурное исследование монокристалла соединения За с линейными размерами $0.23 \times 0.24 \times 0.45$ мм проведено при 173 К на дифрактометре Bruker Smart Apex II (МоКα-излучение, графитовый монохроматор, $\theta_{\text{макс}}$ 26.4°, сегмент сферы $-12 \le h \le 10, -14 \le k \le 15, -12 \le l \le 16$). Кристаллы соединения **За** (С₁₄H₁₆N₄O₂S₂, *М* 336.42) моноклинные; пространственная группа *P2*₁/*n*; *a* 10.3815(2), *b* 12.0213(3), c 13.0249(3) Å; β 106.4805(14)°; V 1558.71(6) Å³; Z 4; d_{calc} 1.434 г/см³; μ 0.354 мм⁻¹; F(000) 704. Всего собрано 15489 отражений, из которых 3186 являются независимыми (*R*-фактор усреднения 0.0383). Введена коррекция поглощения по программе SADABS методом мультисканирования (отношение $T_{\text{мин}}/T_{\text{макс}} = 0.6781/0.7454$). Структура расшифрована прямым методом и уточнена МНК в полноматричном анизотропном приближении с использованием комплекса программ Bruker SHELXTL.²⁹ Атом С(1) разупорядочен по двум позициям А и В с заселенностью 79 и 21% соответственно. Положения всех атомов водорода рассчитаны геометрически и уточнены по модели "наездник". Окончательные значения факторов расходимости $R_1(F)$ 0.0383, $wR_2(F^2)$ 0.0958 по 2594 отражениям с $I > 2\sigma(I), R_1(F)$ 0.0499, $wR_2(F^2)$ 0.1036, GOF 1.032 по всем независимым отражениям, 211 уточняемых параметров, использована весовая схема $\omega = 1/(\sigma^2(Fo^2) + (0.0513P)^2 + 0.7941P)$, где P = (Fo² + + 2Fc²)/3, отношение максимального (среднего) сдвига к погрешности в последнем цикле 0.009(0.00). Остаточная электронная плотность из разностного ряда Фурье после последнего цикла уточнения 0.36 и –0.29 е/Å³. Полные рентгеноструктурные данные депонированы в Кембриджском банке структурных данных (депонент CCDC 2000216).

Список литературы

- 1. Regitz, M. Synthesis 1972, 351.
- Presset, M.; Mailhol, D.; Coquerel, Y.; Rodriguez, J. Synthesis 2011, 2549.
- Ramachary, D. B.; Ramakumar, K.; Narayana, V. V. Chem.– Eur. J. 2008, 14, 9143.
- Jones, G.; Mouat, D. J.; Pitman, M. A.; Lunt, E.; Lythgoe, D. J. Tetrahedron 1995, 51, 10969.
- 5. Cheng, G.; Zeng, X.; Shen, J.; Wang, X.; Cui, X. Angew. Chem., Int. Ed. 2013, 52, 13265.
- Bakulev, V. A.; Beryozkina, T.; Thomas, J.; Dehaen, W. Eur. J. Org. Chem. 2018, 262.
- Iminov, R. T.; Mashkov, A. V.; Chalyk, B. A.; Mykhailiuk, P. K.; Tverdokhlebov, A. V.; Tolmachev, A. A.; Volovenko, Y. M.; Shishkin, O. V.; Shishkina, S. V. *Eur. J. Org. Chem.* **2013**, 2891.
- Yang, L.; Wu, Y.; Yang, Y.; Wen, C.; Wan, J.-P. Beilstein J. Org. Chem. 2018, 14, 2348.
- Efimov, I.; Bakulev, V.; Beliaev, N.; Beryozkina, T.; Knippschild, U.; Leban, J.; Zhi-Jin, F.; Eltsov, O.; Slepukhin, P.; Ezhikova, M.; Dehaen, W. *Eur. J. Org. Chem.* **2014**, 3684.
- 10. Kim, J.; Chang, S. Angew. Chem., Int. Ed. 2014, 53, 2203.
- Sun, B.; Yoshino, T.; Matsunaga, S.; Kanai, M. Adv. Synth. Catal. 2014, 356, 1491.
- 12. Cassani, F.; Celentano, G.; Erba, E.; Pocar, D. Synthesis 2004, 1041.
- 13. Gao, T.; Zhao, M.; Meng, X.; Li, C.; Chen, B. Synlett 2011, 1281.
- 14. Yavari, I.; Taheri, Z.; Nematpour, M.; Sheikhi, A. Synlett 2014, 2036.
- Jana, S.; Vroemans, R.; Dehaen, W. Adv. Synth. Catal. 2017, 359, 3085.
- Kumar, Y. K.; Kumar, G. R.; Reddy, T. J.; Sridhar, B.; Reddy, M. S. Org. Lett. 2015, 17, 2226.
- 17. Jones, G.; Ollivierre, H.; Fuller, L. S.; Young, J. H. *Tetrahedron* **1991**, *47*, 2861.
- Jones, G.; Ollivierre, H.; Fuller, L. S.; Young, J. H. *Tetrahedron* 1991, 47, 2851.
- 19. Raghavendra, M. S.; Lam, Y. Tetrahedron Lett. 2004, 45, 6129.
- Prakash, O.; Gujral, H. K.; Rani, N.; Singh, S. P. Synth. Commun. 2000, 30, 417.
- Ranade, A. R.; Higgins, L.; Markowski, T. W.; Glaser, N.; Kashin, D.; Bai, R.; Hong, K. H.; Hamel, E.; Höfle, G.; Georg, G. I. J. Med. Chem. 2016, 59, 3499.
- 22. Chakrasali, R. T.; Ila, H.; Junjappa, H. Synthesis 1988, 851.
- Litvinchuk, M. B.; Bentya, A. V.; Slyvka, N. Y.; Vovk, M. V. J. Org. Pharm. Chem. 2018, 16, 18. [Журн. орган. фарм. химии 2018, 16, 18.]
- 24. Litvinchuk, M. B.; Bentya, A. V.; Slyvka, N. Yu.; Rusanov, E. B.; Vovk, M. V. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2020**, *56*, 101. [Химия гетероцикл. соединений **2020**, *56*, 101.]
- 25. Gilchrist, T. L.; Gymer, G. E. In Advances in Heterocyclic Chemistry; Katritzky, A. R.; Boulton, A. J., Ed.; Elsevier: New York, 1974, vol. 16, p. 33.
- 26. Sheng, G.; Huang, K.; Chi, Z.; Ding, H.; Xing, Y.; Lu, P.; Wang, Y. Org. Lett. 2014, 16, 5096.
- 27. Huang, Z.-T.; Wang, M.-X. J. Org. Chem. 1992, 57, 184.
- Ghosh, A. K.; Bischoff, A.; Cappiello, J. Eur. J. Org. Chem. 2003, 821.
- Sheldrick, G. M. Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr. 2008, A64, 112.