

В. Д. Орлов, **З. Калуски**, Н. П. Воробьева, Э. Фигас,  
А. А. Тищенко, Ф. Г. Яременко

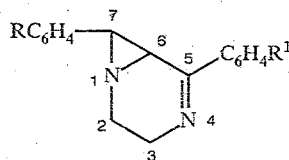
## АЗИРИДИНИЛКЕТОНЫ И ИХ ЦИКЛИЧЕСКИЕ АНИЛЫ

### 12\*. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ 5,7-ДИАРИЛ-1,4-ДИАЗАБИЦИКЛО[4.1.0]ГЕПТ-4-ЕНОВ

Измерены спектры ПМР 5,7-диарил-1,4-диазабицикло[4.1.0]гепт-4-енов. Строение 5-(4-нитрофенил)-7-фенилпроизводного изучено рентгенографически. Показано, что шестичленный гетероцикл имеет форму полукресла. Протоны 6-Н и 7-Н азиридинового цикла имеют *транс*-ориентацию, а 7-арил *экзо*-ориентирован относительно шестичленного цикла. Введение заместителей в ароматические ядра практически не отражается на геометрии бицикла.

Циклические анилы азиридилилкетонатов образуют группу эффективных фотохромов, меняющих под действием УФ света свою окраску от бесцветной до сине-фиолетовой [1, 2]. Интересны также их химические превращения, в которых они участвуют в илидной форме [2—4].

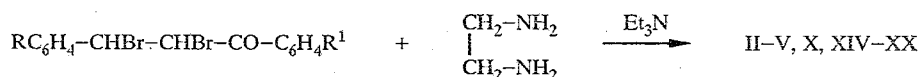
Целью настоящей работы явилось установление структуры молекул 5,7-диарил-1,4-диазабицикло[4.1.0]гепт-4-енов (I—XXII) методами ПМР и рентгеноструктурного анализа. Этим соединениям посвящено несколько сообщений: описан их синтез [2, 5], ацидолиз [5], спектральные и фотохромные свойства [6], обсуждено строение четырех изомеров 2,3-дифенилзамещенного 1,4-диазабицикло[4.1.0]гепт-4-ена [7].



I—XXII

I—III R = H, IV R = 4-Br, V R = 2-NO<sub>2</sub>, VI R = 3-NO<sub>2</sub>, VII—XIV, XIX, XXI, XXII R = 4-NO<sub>2</sub>, XV R = 4-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, XVI—XVIII R = 2-Br-4-NO<sub>2</sub>, XX R = 5-(2-NO<sub>2</sub>-тиенил); I, IV—VII, XVI, XX R<sup>1</sup> = H, II, III, XI, XV, XVIII R<sup>1</sup> = 4-NO<sub>2</sub>, VIII R<sup>1</sup> = 4-Cl, IX R<sup>1</sup> = 4-Br, X R<sup>1</sup> = 2-NO<sub>2</sub>, XII R<sup>1</sup> = 4-CH<sub>3</sub>, XIII R<sup>1</sup> = 4-OCH<sub>3</sub>, XIV R<sup>1</sup> = 2,4-(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, XVII R<sup>1</sup> = 4-Br, XIX R<sup>1</sup> = 2-тиенил (вместо C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>R), XXI R<sup>1</sup> = 4-SO<sub>2</sub>CHF<sub>2</sub>, XXII R<sup>1</sup> = 4-SO<sub>2</sub>C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>

Не описанные ранее соединения II—V, X, XIV—XX (табл. 1) получены по методике работы [5] взаимодействием  $\alpha,\beta$ -дибромидов соответствующих халконов с этилендиамином в метаноле в присутствии триэтиламина.



Дейтеропроизводное III (7-D-II) получено из дейтеробензальдегида и 4-нитроацетофенона через соответствующий 3-D-халкондибромид [8].

\* Сообщение 11 см. [1].

Характеристики синтезированных соединений

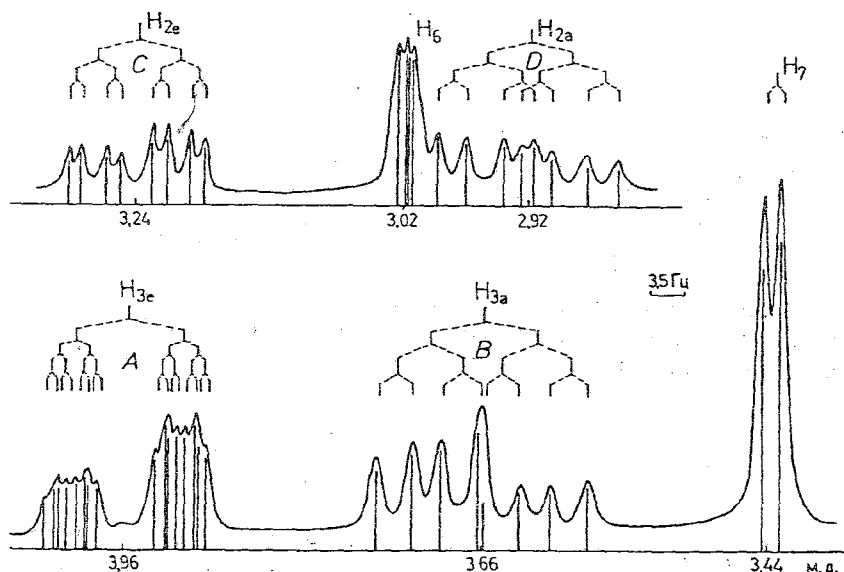
Соединение*	T <sub>пл.</sub> , °C	УФ спектр, $\lambda_{\text{max}}$ , нм ( $\epsilon \cdot 10^{-3}$ ), молекулярная форма	ИК спектр					R <sub>f</sub>	Выход, %
			$\nu_{\text{C=N}}$	$\nu_{\text{NO}_2^{\text{ac}}}$	$\nu_{\text{NO}_2^{\text{c}}}$	$\nu_{\text{N}^{\text{ac}}}$	$\nu_{\text{N}^{\text{c}}}$		
II, III	124	275 (14,7)	1622	1523	1348	893	1236	0,26	60
IV	113	245 (20,4)	1619	—	—	881	1228	0,50	41
V	128	241 (21,5)	1626	1520	1350	892	1239	0,45	64
X	124	241 (15,4), 280 пл	1627	1519	1347	875	1222	0,47	65
XIV	167	269 (13,2), 299 (13,0)	1615	1517	1343	889	1249	0,13	60
XV	156	265 (21,3)	1616	1527	1342	889	1225	0,57	78
XVI	126	254 (13,8)	1623	1522	1349	891	1235	0,36	81
XVII	161	263 (16,3)	1621	1521	1344	888	1229	0,43	87
XVIII	169	278 (15,1)	1622	1522	1349	890	1234	0,32	84
XIX	129	265 пл, 286 (26,3)	1611	1524	1351	883	1224	0,29	61
XX	126	241 (13,8), 336 (10,7)	1627	1495	1357	894	1230	0,40	55

\* Температуры плавления описанных ранее соединений: I — 77 (71...73 [2], 69...71 [15]); VI — 82 (81...83 [2]); VII — 138 (137...140 [2, 5], 148...149 [15]); VIII — 144 (143...144 [5]); IX — 138 (138 [5]); XI — 158 (158 [5]); XII — 134 (134...135 [5]); XIII — 138 (138 [5]); XXI — 174 [1]; XXII — 156 [1].

ИК и УФ спектры подтверждают структуру полученных веществ и подчиняются закономерностям, обсужденным ранее [5].

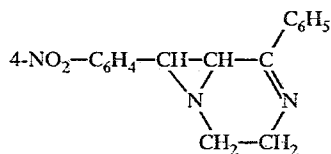
Спектры ПМР соединений I—III, V—IX, XI—XIII, XXI, XXII измерены на частоте 200 МГц; полный анализ мультиплетов протонов бицикла произведен по программе «Лаокоон-3». Полученные данные представлены в табл. 2 и на рис. 1.

Сопоставление спектров ПМР соединений II и III показывает, что при дейтерировании исчезает сигнал с  $\delta$  3,42 м. д., а сигнал с  $\delta$  2,94 м. д. становится асимметричным синглетом. Отсюда следует, что протон в

Рис. 1. Спектр ПМР соединения I (CDCl<sub>3</sub>, 200 МГц)

## Спектры ПМР 1,4-дизабицикло[4.1.0]гепт-4-енов

Соединение	Химический сдвиг, $\delta$ , м. д.						КССВ, J, Гц								R	$\psi$
	3e	3a	2e	2a	б	7	3e3a	3e3e	3a2e	3e2a	2a3a	2e2a	3eб	б,7		
I	3,96	3,66	3,24	2,92	3,02	3,44	-16,8	2,1	5,9	4,5	10,5	-12,9	1,4	2,6	1,2	48
II	4,03	3,70	3,29	2,91	2,98	3,48	-16,8	1,8	6,3	4,3	10,2	-13,0		2,4	1,1	47
III	3,98	3,65	3,24	2,85	2,94	—	-17,4	1,7	6,2	4,7	10,7	-13,4	1,4	—	1,1	47
V	3,97	3,67	3,28	2,88	3,02	4,06	-16,8	1,4	6,1	4,4	10,5	-12,9	1,4	2,5	1,1	47
VI	3,99	3,67	3,25	2,95	3,03	3,54	-16,0	2,0	5,6	4,5	11,2	-13,3	1,5	2,3	1,3	50
VII	3,94	3,67	3,26	3,07	3,02	3,55	-16,9	2,3	5,1	5,9	10,2	-13,5		2,3	1,1	41
VIII	3,98	3,67	3,27	2,96	2,96	3,52	-17,1	1,8	6,3	4,8	10,7	-11,9	1,5	2,2	1,1	47
IX	3,96	3,64	3,25	2,97	2,95	3,52	-17,0	2,2	4,9	5,6	10,0	-13,3		2,4	1,2	48
XI	4,07	3,71	3,33	2,95	2,99	3,57	-17,2	1,8	6,7	4,9	10,8	-14,9	1,8	2,3	1,1	47
XII	3,95	3,64	3,25	2,97	3,01	3,55	-16,7	2,4	5,0	6,0	10,0	-13,4		2,3	1,1	47
XIII	3,94	3,66	3,22	2,98	2,99	3,48	-16,5	2,2	5,9	4,6	10,3	-13,0		2,0	1,2	48
XXI	4,09	3,72	3,33	2,96	3,00	3,58	-16,5	1,5	6,0	4,4	10,4	-12,7	1,2	1,9	1,1	47
XXII	4,07	3,71	3,33	2,97	3,01	3,58	-16,8	1,4	6,2	4,8	10,6	-13,2		1,9	1,1	47

Длины связей ( $d$ ) в структуре VII

Связь	$d, \text{Å}$	Связь	$d, \text{Å}$
N(1)—C(2)	1,501 (7)	C(12)—C(13)	1,385 (6)
N(1)—C(6)	1,471 (6)	C(8)—C(13)	1,393 (6)
N(1)—C(7)	1,435 (6)	C(5)—C(14)	1,472 (6)
C(2)—C(3)	1,482 (8)	C(14)—C(15)	1,405 (6)
C(3)—N(4)	1,448 (7)	C(15)—C(16)	1,358 (7)
N(4)—C(5)	1,279 (6)	C(16)—C(17)	1,370 (7)
C(5)—C(6)	1,491 (6)	C(17)—C(18)	1,387 (8)
C(6)—C(7)	1,468 (7)	C(18)—C(19)	1,372 (7)
C(7)—C(8)	1,505 (6)	C(14)—C(19)	1,402 (6)
C(8)—C(9)	1,347 (6)	C(11)—N(20)	1,482 (6)
C(9)—C(10)	1,384 (7)	N(20)—O(21)	1,214 (5)
C(10)—C(11)	1,363 (7)	N(20)—O(22)	1,209 (5)
C(11)—C(12)	1,362 (6)		

положении б резонирует в более сильном поле по сравнению с протоном 7-Н. Интересно отметить, что в спектрах ПМР родственных соединений — арилзамещенных 1,3-диазацикло[3.1.0]гекс-3-енов [9, 10] — область нахождения сигналов протонов азиридинового цикла та же (хотя разность  $\Delta\delta = \delta_{7\text{-H}} - \delta_{6\text{-H}}$  возрастает до  $\sim 1$  м. д.), но их взаимное расположение — прямо противоположное.

Электронное влияние заместителей, вводимых в ароматические фрагменты, мало сказывается на химических сдвигах азиридиновых протонов в пределах каждой группы сопоставляемых соединений (см. [3, 9, 10] и табл. 2). Исключение составляет спектр соединения V, в котором с появлением группы  $o\text{-NO}_2$  в 7-арильном заместителе этой молекулы закономерно на 0,6 м. д. возрастает химический сдвиг протона 7-Н. Поэтому

Таблица 4

Валентные ( $\beta$ ) и торсионные ( $\tau$ ) углы бициклической части молекулы VII

Угол	$\beta$	Угол	$\tau$
C(6)N(1)C(2)	113,6(4)	N(1)C(2)C(3)N(4)	-50,9(5)
N(1)C(2)C(3)	114,0(4)	C(2)C(3)N(4)C(5)	40,0(6)
C(2)C(3)N(4)	113,7(4)	C(3)N(4)C(5)C(6)	-5,1(6)
C(3)N(4)C(5)	118,0(4)	N(4)C(5)C(6)N(1)	-19,0(5)
N(4)C(5)C(6)	122,6(4)	C(5)C(6)N(1)C(2)	6,1(5)
C(5)C(6)C(7)	124,6(4)	C(6)N(1)C(2)C(3)	27,0(6)
C(5)C(6)N(1)	118,4(4)	C(6)C(7)C(8)C(9)	-124,8(7)
C(6)C(7)N(1)	60,9(3)		
C(7)N(1)C(2)	117,2(4)		
C(7)N(1)C(6)	60,7(3)		
N(1)C(6)C(7)	58,4(3)		
C(6)C(7)C(8)	120,4(4)		
N(1)C(7)C(8)	116,5(4)		
N(4)C(5)C(14)	119,0(4)		
C(6)C(5)C(14)	118,3(4)		



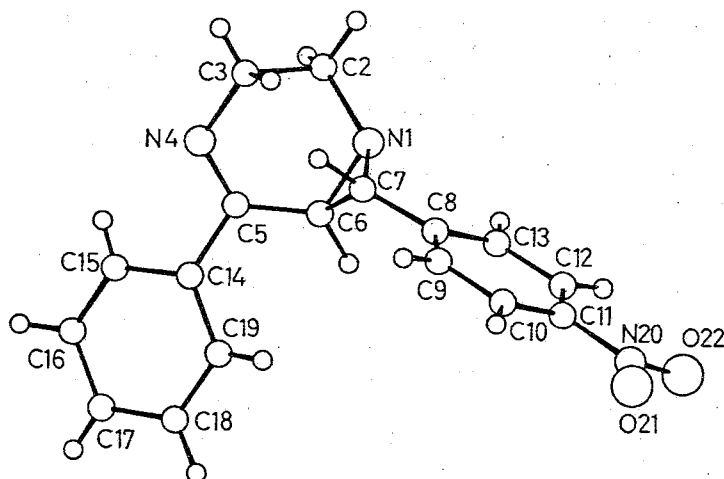


Рис. 2. Проекция пространственной модели молекулы VII

Анализ моделей Дрейдинга показывает, что таким значениям угла между связями  $N_{(1)}-C_{(2)}$  и  $C_{(3)}-N_{(4)}$  могут соответствовать две формы бицикла — *син* и *анти*. На основе сделанного выше отнесения протонов фрагмента  $CH_2CH_2$  ( $\delta_{3e} > \delta_{3a} > \delta_{2e} > \delta_{2a}$ ) невозможно отдать предпочтение одной из них. Использование ядерного эффекта Оверхаузера (на 3а-, 3е- и 7-Н) также не дало однозначного ответа. Таким образом, единственным имеющимся экспериментальным критерием для выбора одной из форм остается гомоаллильная КССВ между 6-Н и 3е-Н.

Из стереохимической зависимости для констант этого типа [14] следует, что проявление такого взаимодействия возможно в том случае, если торсионные углы  $\phi_1$  и  $\phi_2$  не равны  $0^\circ$  (максимальное значение константы наблюдается при  $90^\circ$ ). В рассматриваемых формах эти углы составляют: *син*  $\phi_1$  и  $\phi_2 = 30^\circ$ ; *анти*  $\phi_1 = 60^\circ$ ,  $\phi_2 = 40^\circ$ . Очевидно, в *анти*-форме протоны ориентированы таким образом, что допускают с большей вероятностью дальнюю спиновую связь. Поэтому относительно большие значения КССВ между 6-Н и 3е-Н, наблюдаемые в эксперименте (1,4...1,8 Гц), позволяют отдать предпочтение *анти*-форме. Интересно отметить, что для 2,3,5,7-тетрафенил-1,4-диазацикло[4.1.0]гепт-4-ена [7] в растворах также преобладает *анти*-форма.

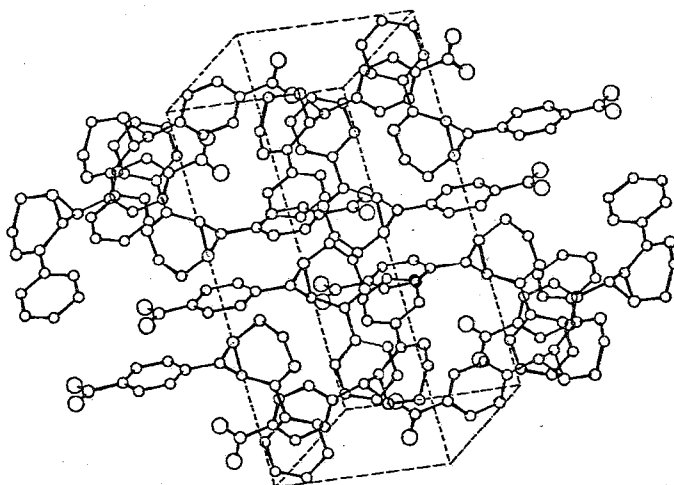


Рис. 3. Упаковка молекул в кристаллах VII

Таблица 5

Координаты неводородных атомов ( $\times 10^4$ ) и атомов водорода ( $\times 10^3$ ) молекулы VII

Атом	x	y	z	Атом	x	y	z
N <sub>(1)</sub>	5387(5)	1004(2)	4239(4)	C <sub>(15)</sub>	8609(5)	3441(3)	4385(5)
N <sub>(4)</sub>	7531(4)	2145(3)	5783(4)	C <sub>(16)</sub>	9022(6)	4106(3)	3799(5)
C <sub>(2)</sub>	6534(6)	774(3)	5501(6)	C <sub>(17)</sub>	8037(6)	4452(3)	2719(5)
C <sub>(3)</sub>	7045(6)	1449(3)	6451(5)	C <sub>(18)</sub>	6638(6)	4114(3)	2212(5)
C <sub>(5)</sub>	6769(5)	2340(3)	4596(4)	C <sub>(19)</sub>	6241(5)	3426(3)	2794(5)
C <sub>(6)</sub>	5492(5)	1847(3)	3832(5)	N <sub>(20)</sub>	-1636(4)	1207(2)	942(4)
C <sub>(7)</sub>	4228(5)	1556(3)	4412(5)	O <sub>(21)</sub>	-1766(4)	825(2)	-115(3)
C <sub>(8)</sub>	2693(5)	1433(3)	3503(4)	O <sub>(22)</sub>	-2677(4)	1538(2)	1299(4)
C <sub>(9)</sub>	1493(5)	1803(3)	3823(5)	H <sub>(6)</sub>	531(6)	189(4)	260(6)
C <sub>(10)</sub>	60(5)	1726(3)	3008(5)	H <sub>(7)</sub>	457(2)	173(1)	548(2)
C <sub>(11)</sub>	-115(5)	1269(3)	1850(4)	H <sub>(2,1)</sub>	609(5)	30(3)	600(5)
C <sub>(12)</sub>	1062(5)	876(3)	1493(4)	H <sub>(2,2)</sub>	765(6)	64(3)	516(5)
C <sub>(13)</sub>	2483(5)	959(3)	2330(4)	H <sub>(3,1)</sub>	774(5)	129(3)	717(4)
C <sub>(14)</sub>	7196(5)	3065(3)	3928(4)	H <sub>(3,2)</sub>	593(4)	148(2)	671(4)

С целью независимого определения пространственного строения диазабициклопептинов проведено рентгеноструктурное исследование соединения VII. Найденные значения длин связей, валентных и торсионных углов представлены в табл. 3, 4 и на рис. 2, 3.

Геометрические характеристики азиридинового цикла в изучаемой молекуле несколько отличаются от таковых в других производных азиридина, в частности обсужденных ранее диазабициклопептидах [9, 10]. Это отличие касается связи C<sub>(6)</sub>—C<sub>(7)</sub>, которая равна 1,468 Å (у объектов сравнения она составляет 1,502...1,493 Å). На это следует обратить внимание, поскольку именно связь C—C азиридинового цикла разрывается при фотохимических процессах.

В тетрагидропиперазиновом цикле существенно деформированы лишь валентные углы связи C<sub>(6)</sub>—N<sub>(1)</sub> за счет сочленения с азиридиновым циклом. Несколько укороченной оказалась связь C<sub>(2)</sub>—C<sub>(3)</sub> (1,482 Å). Конформация этого цикла близка к форме полукресла, причем фрагмент C<sub>(3)</sub>N<sub>(4)</sub>C<sub>(5)</sub>C<sub>(6)</sub>N<sub>(1)</sub> лишь незначительно закручивается по спирали, а атом C<sub>(3)</sub> выведен из средней плоскости обсуждаемого фрагмента в ту же сторону, что и трехчленный цикл. Иными словами, молекулы соединения VII в кристалле находятся в *син*-полукресловидной форме. Отсюда следует, что формирование кристаллов сопровождается изменением конформации бицикла молекулы VII. Вместе с тем, диэдрический угол  $\phi$ , образуемый связями N<sub>(1)</sub>—C<sub>(2)</sub> и N<sub>(4)</sub>—C<sub>(3)</sub>, составляет для кристаллов соединения VII  $-50,9^\circ$ , т. е. весьма близок к углу, рассчитанному из данных спектров ПМР.

Ароматическое ядро в положении 5 бицикла сопряжено с  $\pi$ -электронами связи C=N, на что указывает укорочение связи C<sub>(5)</sub>—C<sub>(Ar)</sub>. Вместе с тем фрагмент C<sub>(3)</sub>N<sub>(4)</sub>C<sub>(5)</sub>C<sub>(6)</sub> образует двугранный угол  $-5,1^\circ$ , что свидетельствует о незначительной регбридизации атома азота N<sub>(4)</sub>. Атом азота N<sub>(1)</sub> имеет пирамидальную координацию.

Из данных рентгенографического анализа соединения VII можно сделать вывод о проявлении взаимодействия азиридинового цикла с нитрофенильным радикалом. Об этом свидетельствует укорочение связи между этими фрагментами в молекуле VII (1,505 Å). Плоскость, в которой находится ароматический цикл при C<sub>(7)</sub>, пересекает угол C<sub>(6)</sub>—C<sub>(7)</sub>—N<sub>(1)</sub>, образуя со связью C<sub>(7)</sub>—N<sub>(1)</sub> угол  $12^\circ$ . При такой ориентации достигаются благоприятные условия для орбитального взаимодействия.

Таким образом, полученная из данных ПМР и рентгеноструктурного анализа информация, с одной стороны, является внутренне хорошо согласованной, а с другой стороны подтверждает отсутствие сколько-нибудь заметных напряжений в шестичленном гетероцикле.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Рентгеноструктурное исследование. Кристаллы 5-фенил-7-(4-нитрофенил)-1,4-диазабиицикло[4.1.0]гепт-4-ена (VII,  $C_{17}H_{15}N_3O_2$ ) моноклинные; при 20°C  $a = 9,057(2)$ ,  $b = 16,698(4)$ ,  $c = 9,952(2)$  Å,  $\beta = 102,18(2)^\circ$ ,  $Z = 4$ ,  $d_{\text{ввч}} = 1,33$  г см<sup>-3</sup>, пространственная группа  $P2_1/n$ . Параметры ячейки и интенсивности 1335 независимых отражений с  $F > 6\sigma(F)$  измерены на автоматическом 4-кружном дифрактометре Syntex P21 ( $\lambda_{\text{CuK}\alpha}$ , графитовый монохроматор,  $\theta/2\theta$ -сканирование,  $2\theta_{\text{max}} = 115^\circ$ ).

Структура расшифрована прямым методом по программе MULTAN. Положения атомов водорода выявлены из разностного синтеза электронной плотности. Уточнение структуры в анизотропном (изотропном для атомов водорода) приближении проведено до  $R = 7,3\%$ ,  $R_w = 8,0\%$ . Координаты атомов приведены в табл. 5.

ИК спектры соединений II—V, XIV—XX измерены в таблетках KBr на спектрометре Spexord IR-75; УФ спектры — на приборе Spexord M-40 в метаноле [ $c = (2...4) \cdot 10^{-5}$  моль/л<sup>-1</sup>]. Спектры ПМР соединений I—III, V—IX, XI—XIII, XXI, XXII сняты на приборе Bruker WH-200 (200 МГц) в CDCl<sub>3</sub>, внутренний эталон ГМДС. Ход реакций и чистоту образующихся веществ контролировали с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254, элюент хлороформ.

Содержание азота в полученных веществах соответствует вычисленному.

5-(4-Нитрофенил)-7-фенил-1,4-диазабиицикло[4.1.0]гепт-4-ен (II). К суспензии 1,03 г (2,5 моль) 1-(4-нитрофенил)-3-фенил-2,3-дибромпропан-1-она в 50 мл метанола добавляют 0,5 мл высушенного и перегнанного над КОН этилендиамина и 1,0 мл триэтиламина. Полученную смесь нагревают до начала выпадения продукта II. Далее реакционную смесь выдерживают в темноте при 10°C двое суток. Продукт отфильтровывают, обильно промывают на фильтре 50% водным метанолом. Упариванием фильтрата выделяют дополнительное количество более грязного продукта. Общий выход II 0,44 г (60%).  $T_{\text{пл}} 124^\circ\text{C}$  [CHCl<sub>3</sub>—CH<sub>3</sub>OH, 1:3].

Аналогично синтезируют не описанные ранее соединения III, IV, V, X, XIV, XV—XX.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Орлов В. Д., Воробьева Н. П., Тищенко А. А., Пикалев О. М., Попов В. И., Ягупольский Л. М. // ХГС. — 1991. — № 9. — С. 1179.
2. Heine H. W., Henzel R. P. // J. Org. Chem. — 1969. — Vol. 34. — P. 171.
3. Орлов В. Д., Яременко Ф. Г., Тлахун М., Воробьева Н. П., Золотарев Б. М. // ХГС. — 1984. — № 5. — С. 673.
4. Nansunto K., Ikemi Y., Takayama Ch., Aoyama K., Uchida T. // Chem. Lett. — 1990. — N 9. — P. 1647.
5. Орлов В. Д., Яременко Ф. Г., Лаврушин В. Ф. // ХГС. — 1979. — № 4. — С. 536.
6. Орлов В. Д., Воробьева Н. П., Тищенко А. А., Крайнов И. П. // ЖПС. — 1991. — Т. 54, № 4. — С. 638.
7. Padwa A., Gerlein L., Kimmel R. B. // J. Org. Chem. — 1975. — Vol. 40. — P. 1683.
8. Weber F. G., Bandlow Ch. // Z. Chem. — 1973. — N 12. — S. 467.
9. Калуски З., Ганджак-Фигас Э., Воробьева Н. П., Бакуменко А. И., Яременко Ф. Г., Орлов В. Д. // ХГС. — 1989. — № 8. — С. 1064.
10. Орлов В. Д., Калуски З., Фигас Э., Воробьева Н. П., Бакуменко А. И., Яременко Ф. Г. // ХГС. — 1991. — № 8. — С. 1060.
11. Костяновский Р. Г., Лещинская В. П., Алекперов Р. К., Кадоркина Г. К., Шустова Л. Л., Эльнатанов Ю. И., Громова Г. Л., Алиев А. Э., Червин И. И. // Изв. АН СССР. Сер. хим. — 1988. — № 11. — С. 2566.
12. Гюттер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР. — М.: Мир, 1984. — С. 186.
13. Самитов Ю. Ю. // ХГС. — 1978. — № 12. — С. 1683.
14. Barfield M., Chakrabarti B. // Chem. Rev. — 1969. — N 6. — P. 757.
15. Sheng S. J., Leslie T. M., Trozzolo A. M. // Mol. Cryst. Liq. Cryst. — 1979. — Vol. 54. — P. 175.