

СИНТЕЗ И НЕКОТОРЫЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СУЛЬФАТОВ БЕНЗИЛАММОНИЯ

© Р. Е. Хома,^{1,2*} А. А. Эннан,¹ В. О. Гельмбольдт,³
О. В. Шишкин,^{4,5} В. Н. Баумер,^{4,5} А. В. Мазепа,⁶ Ю. Э. Брусилловский⁶

¹Физико-химический институт защиты окружающей среды и человека
Украина, 65082, Одесса, ул. Преображенская, 3; e-mail: rek@onu.edu.ua, r_khoma@farlep.net

²Одесский национальный университет имени И. И. Мечникова

³Одесский национальный медицинский университет

⁴Институт монокристаллов Национальной академии наук Украины, Харьков

⁵Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина

⁶Физико-химический институт имени А. В. Богатского Национальной академии наук Украины, Одесса

Предложен новый метод синтеза сульфатов разнозамещенных бензиламмонийных катионов путем взаимодействия в системах SO_2-L-H_2O , где L – бензиламин, α -фенилэтиламин, N,N-диметилбензиламин, дибензиламин. Полученные соединения охарактеризованы методами РСА, ИК, КР спектроскопии и масс-спектрометрии.

Ключевые слова: бензиламин, бензиламмонийсульфат, РСА, ИК и КР спектроскопия.

Бензиламин и его производные образуют соли с минеральными [1–7] и органическими кислотами [8–10]. Среди этих солей структурно охарактеризованы нитрат [1], сульфат [2], дигидрофосфат [3] и моногидрат гидроарсената [4] бензиламмония; сульфат, гидрофосфат (*S*)- α -фенилэтиламмония [5]; трифторацетат (*R*)- α -фенилэтиламмония [8]; насыщенные [9] и α,β -ненасыщенные [10] карбоксилаты (\pm)- α -фенилэтиламмония и его фенилпроизводных. Интерес к указанной группе соединений связан с возможностями их прикладного применения. Растворимые в воде соли бензиламмония привлекают внимание как лекарственные средства с повышенной биодоступностью [11]; например, дибензиламин входит в состав соли с пенициллином, которая является водорастворимым антибиотиком [12]. Сульфат и гидрофосфат (*S*)-1-фенилэтиламмония изучались в качестве компонентов новых нелинейно-оптических материалов, обладающих диэлектрическими свойствами [5]. Соли N-алкилдиметилбензиламмония с неорганическими анионами используются в качестве антисептиков и дезинфицирующих средств [13].

В данной работе описаны методы синтеза, а также обсуждены строение, спектральные характери-

стики и термическая устойчивость сульфатов (I–IV), полученных, соответственно, из бензиламина, α -фенилэтиламина, N,N-диметилбензиламина и дибензиламина.

В условиях регистрации масс-спектров соединений (I, III, IV) наблюдается так называемый «бензильный разрыв» [14], при этом в спектрах наблюдается пик иона $[C_7H_7]^+$, в спектре соединения (IV) этот пик самый интенсивный.

Структура соединения (II), установленная по данным РСА, аналогична описанной в работе [2] структуре сульфата бензиламмония.

Анион SO_4^{2-} находится в частном положении на оси второго порядка, в независимой части ячейки находятся один катион $C_8H_{12}N^+$ и половина сульфат-иона (рис. 1). Длины связей и валентные углы, образуемые неводородными атомами, приведены в табл. 1, 2. При упаковке базисных единиц в кристаллической структуре образуется система водородных связей, характеристики которых показаны в табл. 3. Водородные связи образуются между аммонийной группой катиона и кислородными атомами сульфат-иона и располагаются вблизи плоскости $z = 1/2$, образуя слой, находящийся в пределах $0 < z < 1$. Между двумя такими соседними слоями

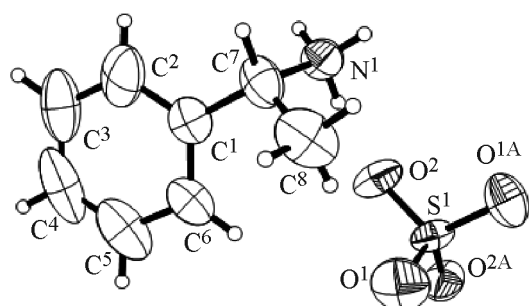


Рис. 1. Общий вид молекулы соединения (II) (уровень вероятности 50%). Симметрически эквивалентные атомы обозначены буквой А.

Таблица 1

Длины связей в молекуле сульфата (II)

Связь	$d, \text{Å}$	Связь	$d, \text{Å}$	Связь	$d, \text{Å}$
S ¹ -O ²	1.458(5)	C ¹ -C ²	1.425(11)	C ⁴ -C ⁵	1.366(17)
S ¹ -O ¹	1.473(5)	C ¹ -C ⁷	1.505(10)	C ⁵ -C ⁶	1.370(11)
N ¹ -C ⁷	1.525(8)	C ² -C ³	1.305(13)	C ⁷ -C ⁸	1.523(12)
C ¹ -C ⁶	1.410(11)	C ³ -C ⁴	1.429(15)		

Таблица 2

Валентные углы в молекуле сульфата (II)^а

Угол	$\omega, \text{град}$	Угол	$\omega, \text{град}$
O ² S ¹ O ^{2#1}	107.5(4)	C ² C ³ C ⁴	117.4(10)
O ² S ¹ O ¹	109.0(3)	C ⁵ C ⁴ C ³	118.5(10)
O ² S ¹ O ^{1#1}	110.0(3)	C ⁴ C ⁵ C ⁶	124.5(11)
O ¹ S ¹ O ^{1#1}	111.1(5)	C ⁵ C ⁶ C ¹	116.7(9)
C ⁶ C ¹ C ²	117.5(8)	C ¹ C ⁷ C ⁸	114.3(7)
C ⁶ C ¹ C ⁷	120.6(7)	C ¹ C ⁷ N ¹	109.8(6)
C ² C ¹ C ⁷	121.9(8)	C ⁸ C ⁷ N ¹	108.2(6)
C ³ C ² C ¹	124.8(10)		

Примечание. а) Симметричное преобразование для получения эквивалентных атомов: #1 - $x + 2, y, -z + 1$

Таблица 3

Характеристики водородных связей D-H...A в молекуле сульфата (II)

Связь D-H...A	Расстояние, Å			Угол DHA, град	Координаты атома А
	$d(D-H)$	$d(H...A)$	$d(D...A)$		
N ¹ -H ^{1A} ...O ²	0.89	1.92	2.805(8)	169.9	$-x + 3/2, y + 1/2, -z + 1$
N ¹ -H ^{1C} ...O ²	0.89	1.90	2.786(6)	171.6	
N ¹ -H ^{1B} ...O ¹	0.89	1.85	2.733(8)	169.4	$x - 1/2, y - 1/2, z$

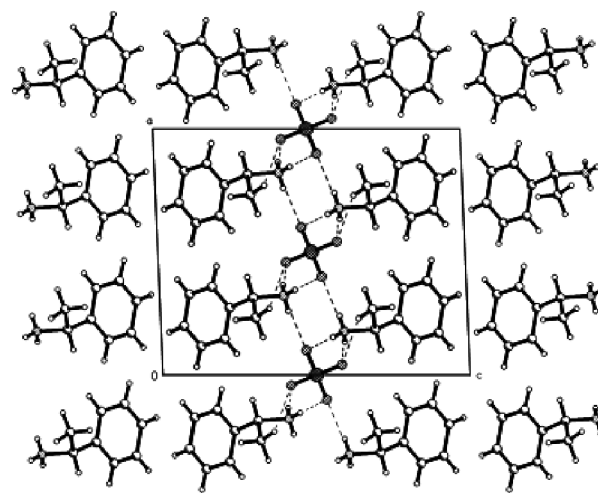


Рис. 2. Проекция x_0z молекулы соединения (II). Водородные связи изображены штриховыми линиями.

водородных связей нет, как видно из рис. 2. Эта особенность структуры приводит к тому, что кристаллы соединения (II) являются слоистыми, имеют низкое качество и склонны к двойникованию.

Некоторые характеристики ИК спектров исходных аминов и соединений (I-IV) приведены в табл. 4.

Отнесение частот колебаний аниона SO_4^{2-} в ИК спектре соединения (I) проводили сравнительным анализом ИК спектров исходного бензиламина и соответствующих спектров КР с учетом данных работы [15].

Корректная идентификация полос асимметричных валентных колебаний ν_{as} аниона SO_4^{2-} в ИК спектре сульфата (I) затруднена присутствием в характеристической для этих колебаний области

Таблица 4

Волновые числа (см^{-1}) максимумов полос поглощения в ИК спектрах исходных аминов и сульфатов (I–IV)

Соединение	$\nu(\text{NH}), \nu(\text{CH})$	$\nu(\text{N}^+\text{H})$	$\delta(\text{HN}^+\text{H}),$ $\delta(\text{CN}^+\text{H})$	$\nu_{\text{as}}(\text{SO}_4^{2-})$	$\nu_{\text{s}}(\text{SO}_4^{2-})$	$\delta_{\text{as}}(\text{SO}_4^{2-})$	$\delta_{\text{s}}(\text{SO}_4^{2-})$
Свободный ион SO_4^{2-} (симметрия T_d) [15]				1105 $\nu_3(F_2, \text{ИК, КР})$	983 $\nu_1(A_1, \text{КР})$	611 $\nu_4(F_2, \text{ИК, КР})$	450 $\nu_2(E, \text{КР})$
Бензиламин	3379 с, 3290 с, 3062 с, 3027 с, 2920 с, 2753 ср						
I	3465 ср. ш, 3178 ср, 2997 с, 2887 с	2676 ср, 2560 ср, 2341 ср, 2015 ср	1635 ср	1160 пл, 1118 о. с, 1031 ср	961 ср	619 с, 573 ср	471 сл, 451 сл
α -Фенилэтиламин	3367 ср, 3286 ср, 3084 с, 3027 с, 2962 с, 2967 с						
II	3440 ср, 3000 с. ш, 2913 с. ш	2752 пл, 2668 ср, 2535 ср, 2151 ср	1635 пл, 1614 с	1134 пл, 1122 о. с, 1090 с, 1061 с	971 ср	635 пл, 620 ср, 588 ср	465 сл, 430 сл
N,N- Диметилбензиламин	3027 с, 2893 с, 2846 с, 2804 с						
III	3406 с. ш, 3038 ср. ш	2704 ср. ш, 2405 ср. ш, 2265 ср	1649 ср	1140 пл, 1090 о. с, 1058 о. с, 1047 о. с	961 ср	709 ср, 605 сл	494 сл, 415 ср
Дибензиламин	3313 ср, 3105 ср, 3027 с, 2918 с, 2816 с						
IV	3460 ср, 3061 пл, 3290 пл, 3000 о. с, 2833 ср	2641 ср, 2474 ср, 2364 ср, 2341 ср	1623 ср, 1615 ср	1134 с. ш	920 ср	668 ср, 658 пл, 645 ср	513 пл, 415 сл

($\sim 1100 \text{ см}^{-1}$) полос колебаний катиона бензиламмония. Вместе с тем в спектре КР колебания бензиламмония в указанной области сравнительно малоактивны, что позволяет выделить три расщепленные компоненты трижды вырожденных асимметричных колебаний $\nu_3(F_2)$ в виде линий средней (1165 см^{-1}) и высокой ($1093, 1033 \text{ см}^{-1}$) интенсивностей. Таким образом, усложнение ИК спектра сульфата (I) по сравнению с ИК спектром исходного амина (появление сложной интенсивной полосы с максимумом $\sim 1118 \text{ см}^{-1}$ и плечом при 1160 см^{-1} вместо синглетной полосы при 1145 см^{-1} и плеча при 1085 см^{-1} ; усиление полосы при 1030 см^{-1}) является результатом перекрывания полос колебаний катиона и $\nu_{\text{as}}(\text{SO}_4^{2-})$.

В спектре КР соединения (I) обнаружена интенсивная линия при 966 см^{-1} , отсутствующая в спектре бензиламина, которая может быть отнесена к полностью симметричным колебаниям $\nu_{\text{s}}(\text{SO}_4^{2-})$. Как известно [15], понижение симметрии сульфат-аниона ведет к проявлению в ИК спектре слабой полосы полностью симметричного валентного колебания $\nu_1(A_1)$

с частотой, практически равной частоте линии КР. Это позволяет интерпретировать новую полосу слабой интенсивности при 961 см^{-1} в ИК спектре сульфата (I) как $\nu_{\text{s}}(\text{SO}_4^{2-}) (A_1)$.

Две компоненты трижды вырожденных деформационных колебаний $\delta_{\text{as}}(\text{SO}_4^{2-})(\nu_4)$ в ИК спектре соединения (I) регистрируются в виде полос сильной (619 см^{-1}) и средней (573 см^{-1}) интенсивностей. В спектре КР им соответствуют также две линии средней интенсивности при 623 и 590 см^{-1} , что указывает на снятие вырождения $\nu_4(F_1 \rightarrow A_2 + E_U)$.

В области частот дважды вырожденного деформационного колебания ν_2 (450 см^{-1}) свободного иона SO_4^{2-} в ИК спектре сульфата (I) следует отметить появление двух четко выраженных плеч при 471 и 451 см^{-1} полосы внеплоскостных колебаний $\delta(\text{CCH})$ при 485 см^{-1} . В спектре КР колебания $\delta_{\text{s}}(\text{SO}_4^{2-})$ отнесены к линии слабой интенсивности при 446 см^{-1} .

Полосы валентных и деформационных колебаний аниона SO_4^{2-} в ИК спектрах сульфатов (II–IV) отнесены путем сравнительного анализа спектров солей, исходных бензиламинов, а также спектра

соединения (I). Как следует из табл. 3, внутренние колебания иона SO_4^{2-} представлены в ИК спектрах полным возможным набором частот при снятии вырождения колебаний F_2 и E и активности колебаний типа A_1 , что может указывать на более низкую симметрию аниона в кристаллах солей по сравнению с T_d -симметрией свободного аниона.

В ИК спектрах солей в области $3500\text{--}2000\text{ см}^{-1}$ зафиксированы сложные полосы валентных колебаний связей N–H групп NH_3^+ , NH_2^+ , NH^+ [15, 16]. Следует особо отметить, что полосы при 2015 (I), 2151 (II), 2265 (III) и 2341 см^{-1} (IV) появляются благодаря сильным водородным связям $\text{NH}\cdots\text{O}$ в кристаллах солей; наличие и положение этой полосы в ИК спектре может служить характеристикой участия бензиламмонийных катионов в H-связывании [17].

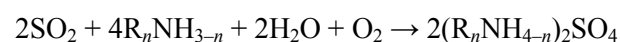
Характеристичные ножничные деформационные колебания аммонийных групп $\delta(\text{HN}^+\text{H})$ и $\delta(\text{NN}^+\text{H})$ регистрируются в сравнительно узкой области ($1650\text{--}1610\text{ см}^{-1}$).

На термограмме сульфата (I) наблюдаются два эндоэффекта при $210\text{--}320^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 280^\circ\text{C}$, $\Delta m 69.86\%$) и $390\text{--}550^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 460^\circ\text{C}$, $\Delta m 7.94\%$), а также экзоэффект при $550\text{--}660^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 600^\circ\text{C}$, $\Delta m 7.94\%$). На термограмме соединения (II) проявляются эндоэффект при $240\text{--}370^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 300^\circ\text{C}$, $\Delta m 64.29\%$) и экзоэффект при $390\text{--}660^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 600^\circ\text{C}$, $\Delta m 17.03\%$). На воздухе соединения (I, II) стабильны и начинают разлагаться лишь при нагревании до 210 и 240°C соответственно; (S)-энантиомер (II) начинает разлагаться при 230°C [3]. Необходимо отметить, что низкотемпературные эффекты на термограммах соединений (I, II) соответствуют отщеплению одинаковых фрагментов ($M \sim 218\text{ г/моль}$), очевидно, связанному со спецификой термолитизации сульфатов бензиламмония.

На термограмме соединения (III) наблюдаются три эндоэффекта при $90\text{--}140^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 100^\circ\text{C}$, $\Delta m 16.22\%$), $140\text{--}250^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 170^\circ\text{C}$, $\Delta m 18.24\%$) и $300\text{--}385^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 350^\circ\text{C}$, $\Delta m 46.62\%$), а также экзоэффект при $400\text{--}590^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} = 550^\circ\text{C}$, $\Delta m = 4.05\%$). На термограмме соединения (IV) проявляются эндоэффект при $90\text{--}150^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 130^\circ\text{C}$, $\Delta m 11.92\%$) и два экзоэффекта при $230\text{--}360^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 290^\circ\text{C}$, $\Delta m 70.86\%$) и $530\text{--}610^\circ\text{C}$ ($T_{\text{max}} 580^\circ\text{C}$, $\Delta m 2.65\%$).

Таким образом, данная работа демонстрирует новые примеры впервые отмеченного в работе [18] эффекта стабилизации сульфат-аниона в составе солей алкиламмония, образующихся в системах $\text{SO}_2\text{--L--H}_2\text{O}$, где L – разноразмещенные амины) в

присутствии кислорода воздуха в соответствии со следующей формальной схемой.



Возможность мягкого окисления SO_2 в приведенных условиях с использованием более широкого круга аминных лигандов будет исследована в дальнейшем.

Экспериментальная часть

В работе использовали технический оксид серы (IV) после предварительной очистки и осушки [21]. Все амины имели квалификацию Ч и использовались без дополнительной очистки.

Анализ содержания углерода, водорода и азота проводили с использованием элементного CHN-анализатора, содержание серы определяли по Шеннигеру [19].

Спектры КР были измерены на лазерном спектрометре ДФС-24 с возбуждением 532 и 632.8 нм (неодимовый и гелий-неоновый лазеры соответственно).

ИК спектры регистрировали с помощью спектрофотометра Spectrum BX II FT-IR System (Perkin-Elmer) (KBr), масс-спектры – на приборе MX-1321 (прямой ввод образца в источник, энергия ионизирующих электронов 70 эВ).

Термическую устойчивость соединений изучали методом дифференциального термического анализа с использованием дериватографа Q-1500 D Paulik-Paulik-Erdey (в платиновых тиглях, на воздухе, $20\text{--}1000^\circ\text{C}$ при скорости нагрева 10 град/мин , чувствительность $1/5$ максимальной, эталон Al_2O_3).

Рентгеноструктурные исследования выполнены на дифрактометре Oxford Diffraction, (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор, CCD-детектор Sapphire-3). Для расшифровки и уточнения структуры использован комплекс программ SHELX-97 [20]. Позиции атомов водорода найдены из разностного синтеза электронной плотности и уточнены по модели *наездника*. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения по структуре (II): $\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$, кристаллы моноклинные, $M 340.43$, пространственная группа $C2$, $a 10.876(2)$, $b 6.0814(10)$, $c 13.609(4)\text{ \AA}$; $\beta 92.47(3)^\circ$, $V 899.3(4)\text{ \AA}^3$ при $T 293(2)\text{ K}$, $Z 2$, $d_{\text{выч}} 1.257\text{ г/см}^3$, $F_{000} 364$, кристалл $0.30 \times 0.20 \times 0.02\text{ мм}$, $\mu 0.200\text{ мм}^{-1}$ [$\lambda(\text{MoK}_\alpha) 0.71073\text{ \AA}$], коэффициенты пропускания $T_{\text{min}}/T_{\text{max}} 0.9424/0.9960$; $-6 \leq h \leq 13$, $-7 \leq k \leq 7$, $-15 \leq l \leq 16$, ω -сканирование при $3.00 \leq \theta \leq 25.48^\circ$, 2410 изме-

ренных отражений, из которых 1479 независимых (R_{int} 0.0969) и 986 наблюдаемых с $I_{hkl} > 2\sigma(I)$, полнота охвата 94.0%; окончательные показатели достоверности полноматричного уточнения 108 параметров по F^2 по наблюдаемым отражениям: R_F 0.0923, wR^2 0.2041 (R_F 0.1269, wR^2 0.2286 по всем независимым отражениям), S 1.003, $\Delta\rho_{\text{min}}/\Delta\rho_{\text{max}}$ $-0.253/0.387 \text{ e}/\text{\AA}^3$.

Сульфат бензиламмония (I). Через смесь 10 мл бензиламина и 20 мл воды, охлажденную до 0°C, пропускали газообразный SO_2 со скоростью 50 мл/мин до $\text{pH} < 1.0$. Затем реакционную смесь подвергали изотермическому испарению при комнатной температуре на воздухе до полного удаления воды. Образующийся твердый продукт промывали бензолом и перекристаллизовывали из воды. Выход 14.30 г (82.3%), кристаллический продукт белого цвета со специфическим запахом, т. пл. 105–107°C. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 107 (69) $[\text{M}_L]^+$; 106 (100) $[\text{M}_L-\text{H}]^+$; 91 (13) $[\text{C}_7\text{H}_7]^+$; 78 (15); 77 (22) $[\text{C}_6\text{H}_5]^+$; 52 (8); 51 (15); 39 (7). Найдено, %: C 53.49; H 6.24; N 8.64; S 9.84. $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$. Вычислено, %: C 53.83; H 6.45; N 8.97; S 10.26. M 312.38.

Сульфат α -фенилэтиламмония (II) получали аналогично из 10 мл фенилэтиламмония и 50 мл воды. Выход 13.37 г (89.1%), кристаллический продукт белого цвета (без дополнительной очистки), т. пл. 195–200°C. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 120 (8) $[\text{M}_L-\text{H}]^+$; 107 (8); 106 (100) $[\text{M}_L-\text{CH}_3]^+$; 79 (24); 77 (13) $[\text{C}_6\text{H}_5]^+$; 53 (9), 51 (10); 44 (18); 43 (7); 42 (13). Найдено, %: C 56.89; H 7.39; N 8.51; S 9.77. $\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$. Вычислено, %: C 56.45; H 7.11; N 8.23; S 9.42. M 340.44.

Сульфат N,N -диметилбензиламмония (III) получали аналогично из 10 мл N,N -диметилбензиламина и 50 мл воды. Выход 10.51 г (92.8%), желтая маслообразная жидкость. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 135 (40) $[\text{M}_L]^+$; 134 (30) $[\text{M}_L-\text{H}]^+$; 92 (5); 91 (40) $[\text{C}_7\text{H}_7]^+$; 65 (13%); 58 (100); 44 (10); 42 (17). Найдено, %: C 59.13; H 7.41; N 7.39; S 9.05. $\text{C}_{18}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$. Вычислено, %: C 58.67; H 7.66; N 7.60; S 8.70. M 368.49.

Сульфат дибензиламмония (IV) получали аналогично из 10 мл дибензиламина и 50 мл воды. Выход 8.07 г (91.4%), кристаллический продукт белого цвета, т. пл. 93°C. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 198 (14) $[\text{M}_L+\text{H}]^+$; 196 (14) $[\text{M}_L-\text{H}]^+$; 120 (10); 106 (85); 105 (26); 92 (26); 91 (100) $[\text{C}_7\text{H}_7]^+$; 77 (31%) $[\text{C}_6\text{H}_5]^+$; 65 (14); 64 (17) $[\text{SO}_2]^+$; 51 (14). Найдено, %: C 67.73;

H 6.81; N 8.61; S 6.35. $\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$. Вычислено, %: C 68.27; H 6.55; N 5.69; S 6.51. M 492.63.

Список литературы

- [1] Rademeyer M. // Acta Cryst. (E). 2003. Vol. 59. N 11. P. o1860.
- [2] Amini M.M., Nasiri S., Ng S.W. // Acta Cryst. (E). 2007. Vol. 63. N 3. P. o1361.
- [3] Aakeroy C.B., Hitchcock P.B., Moyle B.D., Seddon, K.R. // J. Chem. Soc. Chem. Commun. 1989. Vol. 23. P. o1856.
- [4] Lee C., Harrison W.T.A. // Acta Cryst. (E). 2003. Vol. 59. N 12. P. m1151-m1153.
- [5] Cihelka J., Havlíček D., Gyepes R., Němec I., Kolev Z. // J. Mol. Str. 2010. Vol. 980. N 1–3. P. 31.
- [6] Гельмбольдт В.О., Гаврилова Л.А., Короева Л.В., Эннан А.А. // Вопросы хим. и хим. технол. 2008. № 2. С. 153.
- [7] Гельмбольдт В.О., Гаврилова Л.А., Эннан А.А. // Вопросы хим. и хим. технол. 2004. № 4. С. 33.
- [8] Hernandez Linares M.-G., Guerrero Luna G., Bernes S. // Acta Cryst. (E). 2010. Vol. 66. N 5. P. o1118.
- [9] Kinbara K., Hashimoto Y., Sukegawa M., Nohira H., Saigo K. // J. Am. Chem. Soc. 1996. Vol. 118. N 14. P. 3441.
- [10] Kinbara K., Kai A., Maekawa Y., Hashimoto Y., Naruse S., Hasegawa M., Saigo K. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2. 1996. N 2. P. 247.
- [11] Parshad H., Frydenvang K., Liljefors T., Sorensen H.O., Larsen C. // Int. J. Pharm. 2004. Vol. 9. N 269(1). P. 157.
- [12] Armstrong W.W., Moppett C.E., Windisch W.W. Pat. 4331599 (1982). USA.
- [13] Higashide E., Jono K. Pat. EP0175338 A2 (1986).
- [14] Вульфсон Н.С., Заикин В.Г., Мукай А.И. Масс-спектрометрия органических соединений. М.: Химия, 1986. С. 285.
- [15] Накамото К. ИК спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. М.: Мир, 1991. 536 с.
- [16] Преч Э., Бюльманн Ф., Аффельтер К. Определение строения органических соединений. Таблицы спектральных данных. М.: Мир; БИНОМ. Лаборатория знаний. 2006. 438 с.
- [17] Guerfel T., Bdiri M., Jouini A. // J. Chem. Cryst. 2000. Vol. 30. N 12. P. 799.
- [18] Хома Р.Е., Эннан А.А., Шишкин О.В., Баумер В.Н., Гельмбольдт В.О. // ЖНХ. 2012. Т.57. № 12. С. 1658.
- [19] Климова В.А. Основные методы анализа органических соединений. М.: Химия, 1975. 104 с.
- [20] Sheldrick G.M. // Acta Cryst. (A). 2008. Vol. 64. N 1. P. 112.
- [21] Гордон А., Форд Р. Спутник химика. М.: Мир, 1976. С. 438.