ЖУРНАЛ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ, 2019, том 93, № 1, с. 35–39

ХИМИЧЕСКАЯ КИНЕТИКА И КАТАЛИЗ

УДК 547.458.81;141.057;543.122.23

ЛИГАНДЫ НА ОСНОВЕ 2,3,6-*O*-ПРОИЗВОДНЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ДЛЯ КАТАЛИЗАТОРОВ АСИММЕТРИЧЕСКОГО ГИДРИРОВАНИЯ

© 2019 г. Н. Д. Зубарева[a,*], Д. В. Курилов[a], Е. И. Клабуновский[a], А. Ю. Стахеев[a], Л. М. Кустов[a]

[a] *Российская академия наук, Институт органической химии им. Н.Д. Зелинского, Москва, Россия*

* *e-mail: nzubr@ioc.ac.ru*

Поступила в редакцию 02.03.2018 г.

Разработаны методы синтеза и проведено физико-химическое исследование лигандов на основе 2,3,6-*O*-производных целлюлозы для катализаторов асимметрического гидрирования.

Ключевые слова: асимметрическое гидрирование, катализаторы, методы синтеза, 2,3,6-*O*-производные целлюлозы

DOI: 10.1134/S0044453719010333

Целлюлоза – линейный (1→4)-β-глюкан(поли(1→4)-β-*D*-глюкопиранозил-*D*-глюко-пираноза) общей формулы $[C_6H_7O_2(OH)_3]_n$. Этот полисахарид – один из наиболее распространенных биополимеров, входящих в состав клеточных стенок растений и микроорганизмов. Биодоступность целлюлозы, с одной стороны, и наличие в этом природном полимере хиральных центров, с другой, создают привлекательность ее молекулы, например, для использования в области энантиоселективного катализа. Так, оказалось перспективным применение целлюлозы в гомогенном металлокомплексном катализе в качестве хирального нерастворимого лиганда или как носителя гетерогенных катализаторов.

В ранних публикациях, касающихся использования целлюлозы в каталитических процессах, сообщалось о получении катализатора для гидрогенизации со стереоспецифическим действием на основе H_2PtCl_6 и гидразина в присутствии натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы и пероксида водорода [1]. Палладиевые комплексы, полученные из карбоксиметилцеллюлозы, а также аминоэтилцеллюлозы и диэтиламиноэтилцеллюлозы, исследованы как катализаторы в реакциях асимметрической гидрогенизации бензоилмуравьиной и α-ацетамидоакриловой кислот [2]. Однако оптическая чистота соответствующих продуктов восстановления – миндальной кислоты и аланина – оказалась очень низкой (0.10–0.16% *ее*). Оптически активный метил-N-фталоил-*D*-аланинат (до 28% *ее*) получен посредством каталитического асимметрического восстановления метил-α-фталимидоакрилата с использованием в качестве лиганда 2,3-*O*-*бис*-дифенилфосфинитного производного целлюлозы при комплексообразовании с катализатором Уилкинсона – $[RhCl(Ph_3P)_3]$ [3]. В дальнейшем было найдено, что экранирование трифенилметильной группой 6-*O*-атома в 2,3-*O*-*бис*-(дифенилфосфино)целлюлозе позволяет увеличить ее эффективность при асимметрической индукции [4]. Так, в Rh-катализируемой (при комплексообразовании с $[Rh(1,5\text{-гексадиен})Cl]_2$) асимметрической гидрогенизациии 2-фенил-1-бутена в 2-фенил-1-бутан с участием 2,3-*O*-*бис*-(дифенилфосфино)-6-*O*-трифенилметилцеллюлозы в среде бензола был достигнут сравнительно высокий оптический выход продукта (до 49% *ее*) с конверсией до 100%. При этом установлено, что оптический выход продукта зависит от соотношения P/Rh в каталитической системе [5]. Следует отметить, что в последние годы возобновился интерес к углеводам для получения лигандов, используемых в асимметрическом катализе [6–8].

Цель настоящего исследования – разработка новых стратегий модификации целлюлозы и получение лигандов на ее основе.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исходные соединения и оборудование

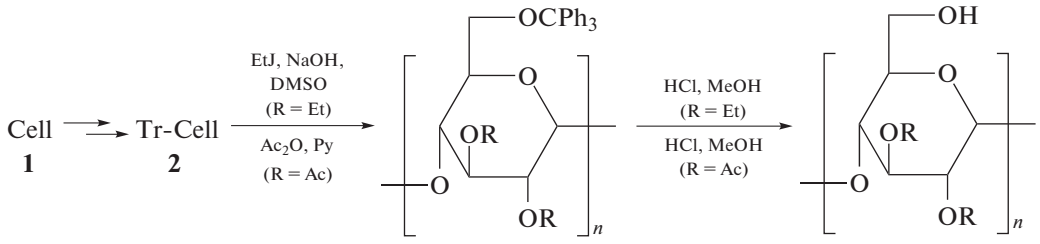
Ацетат целлюлозы, 30000. 32.8% Ac. DS 2.45, “Aldrich”.

Салициловая кислота, т.пл. 160°C, “Lancaster”.

4-Гидроксибензойная кислота, 214°C, “Lancaster”.

4-Гидроксифенилуксусная кислота, 148°C, “Lancaster”.

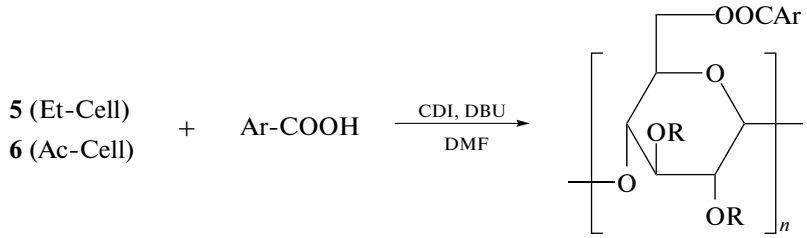
1,1'-(2,2-Дигидрокси-3-карбоксилат)бинафтил, 258–260°C.



3 (Et-Tr-Cell), R = Et **5** (Et-Cell), R = Et

4 (Ac-Tr-Cell), R = Ac **6** (Ac-Cell), R = Ac

Схема 1



7 (Sal-Et-Cell), R = Et, Ar = *o*-OH-C_6H_4;

8 (Bin-Et-Cell), R = Et, Ar = 2,2'-dihydroxy-1,1'-binaphtyl;

9 (Sal-Ac-Cell), R = Ac, Ar = *o*-OH-C_6H_4;

10 (*p*-OHBn-Ac-Cell), R = Ac, Ar = *p*-OH-C_6H_4;

11 (*p*-OHPhAc-Ac-Cell), R = Ac, Ar = *p*-OH-$C_6H_4CH_2$;

12 (Bin-Ac-Cell), R = Ac, Ar = 2,2'-dihydroxy-1,1'-binaphtyl

Схема 2

1,1'-Карбонилдиимидазол (CDI), 119°C, “Lancaster”.

1,8-Диазабицикло[5.4.0]ундец-7-ен (DBU), “Aldrich”.

Спектры ЯМР ^{1}H регистрировали на приборе “Bruker 300 AM”. ИК-спектроскопические исследования выполняли на приборе “Specord M-80”, прессовка KBr.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В отличие от упомянутых выше работ был выбран подход, который позволяет модифицировать целлюлозу (как лиганд для металлокомплексного катализа) таким образом, чтобы ввести в молекулу этого полисахарида в 6-*O*-положение группу, способствующую эффективной координации. Например, такую модификацию можно осуществить посредством получения сложных эфиров арилзамещенных карбоновых кислот с целлюлозой при предварительном экранировании этильными или ацетильными группами 2- и 3-*O*-положений в β-*D*-глюкопиранозильных звеньях полисахарида. Для этого исходную частично ацетилированную (32.8%) целлюлозу (Cell’), обрабатывали 15%-ным водным раствором аммиака и получали деацетилированную целлюлозу (Cell, **1**), которую использовали для дальнейших реакций. Затем синтезировали 6-*O*-метилтрифенилцеллюлозу (Tr-Cell, **2**) путем тритилирования целлюлозы **1** трифенилметилхлоридом при нагревании в пиридине (Схема 1). Далее синтезировали 2,3-ди-*O*-этил-6-*O*-метилтрифенилцеллюлозу (Et-Tr-Cell, **3**) путем алкилирования соединения **2** при нагревании с этилиодидом в присутствии NaOH в среде ДМСО. При обработке Tr-Cell уксусным ангидридом в пиридине получали 2,3-ди-*O*-ацетил-6-*O*-метилтрифенилцеллюлозу (Ac-Tr-Cell, **4**) (Схема 1). После удаления защитной тритильной группы при 6-*O*-атоме в соединениях **3** и **4** синтезировали соответственно 2,3-ди-*O*-этилцеллюлозу (Et-Cell, **5**) и 2,3-ди-*O*-ацетилцеллюлозу (Ac-Cell, **6**) (Схема 1).

На следующем этапе осуществляли модификацию гидроксильной группы при C6-атоме в соединениях **5** и **6** посредством получения сложных эфиров **7**–**12** с арилзамещенными карбоновыми

кислотами, имеющими гидроксильные группы в ароматическом положении (Схема 2).

Конденсацию соединений Et-Cell **5** и Ac-Cell **6** с кислотами проводили в присутствии конденсирующего реагента N,N'-карбонилдиимидазола (CDI) и основания 1,8-диазабицикло-[5.4.0]ундец-7-ена (DBU) в среде ДМФА (Схема 2). Для соединения **5** (Et-Cell) (получены сложные эфиры с кислотами: салициловой (**7**) и 2,2'-дигидрокси-1,1'-бинафтил-3-карбоновой (**8**). Для соединения **6** (Ac-Cell) получены сложные эфиры с кислотами: салициловой (**9**), 4-гидроксибензойной (*p*-OH-Bn-Ac-Cell, **10**), 4-гидроксифенилуксусной (*p*-OH-PhAc-Ac-Cell, **11**) и 2,2'-дигидрокси-1,1'-бинафтил-3-карбоновой (**12**). Значения выходов сложных эфиров составили от 40 до 95%. Полученные соединения охарактеризованы ИК-, ЯМР ^{1}H-спектрами и элементным анализом.

Получение производных целлюлозы

Промежуточные производные целлюлозы: Cell (**1**), **2**, **3** и **4** (Схемы 1 и 2) синтезировали по известным методикам [9, 10] с небольшими изменениями. Спектры ЯМР ^{1}H записывали в различных растворителях: $CDCl_3$, пиридине и CD_2Cl_2.

"Регенерированную" целлюлозу (Cell, **1**) получали деацетилированием ацетилцеллюлозы (Cell-исх, марки "Aldrich, 30 000") обработкой 15%-ным водным раствором аммиака. Полноту протекания реакции контролировали по ИК-спектру до исчезновения полосы поглощения связи C=O ацетильной группы при 1760 см$^{-1}$.

6-O-метилтрифенилцеллюлоза (6-O-тритилцеллюлоза, Tr-Cell, **2**). "Регенерированную" целлюлозу (Cell, **1)** (1.3 г) нагревали в течение 1 ч с 280 мл 50%-ного пиридина при 95°C, отфильтровывали, обрабатывали 3 раза сухим пиридином (по 280 мл, 1 ч) и нагревали при 95°C со 140 г (0.5 моль) тритилхлорида в течение 3.5 ч [9, 10]. Продукт медленно выливали в 1.5 л метанола, промывали метанолом и сушили в вакууме при 100°C.

Выход **2** – 80%. Степень замещения (DS) определяли гравиметрически [9, 12]: детритилирование осуществляли действием концентрированной HCl в сухом метаноле или действием H_2SO_4. Элементный анализ: $C_{23.67}H_{23.02}O_5$. Вычислено, %: C 73.37, H 5.99. Найдено, %: C 73.35, H 6.04, $C_6H_7O_2$ + 0.93 ($OC_{19}H_{15}$) + 2.07 (OH). Получили **2** с DS = 0.85–1.12. Дальнейшие превращения проводили с образцом **2** с DS 0.93.

2,3-ди-O-этил-6-O-метилтрифенилцеллюлоза (Et-Tr-Cell, **3**). В атмосфере аргона к раствору 27.8 г Tr-Cell (**2**) с DS = 0.93 в 350 мл ДМСО добавляли 69 г NaOH и в течение 2 ч по каплям прибавляли 92 мл иодистого этила (EtI). Реакционную смесь перемешивали 1 ч и грели 3 ч при 60°C. Затем в течение 2 ч добавляли вторую порцию EtI (28 мл), и смесь грели при 50°C еще 19 ч. После этого добавляли третью порцию EtI (20 мл), и реакционную смесь перемешивали еще 3 ч при 50°C, после чего охлаждали до комнатной температуры и выливали в 1.5 л метанола. Выпавший в осадок продукт отфильтровывали, промывали водой, а затем перекристаллизовывали из смеси метанола и пентана. Продукт высушивали при 100°C при пониженном давлении. Выход 80%. Реакция протекала с осложнениями: иногда выделялся иод, и конечный продукт требовал дополнительной очистки. Поэтому образцы **3** получались с различными значениями DS. Наиболее чистый образец получен с DS = 1.75 (Et). Спектры ^{1}H NMR снимали в CD_2Cl_2 и пиридине; в спектрах обнаружили сигналы метильных групп в области 0.4–1.5 ppm, широкие сигналы остова целлюлозы и метиленовой группы в области 2.5–4.8 ppm и ароматических протонов тритильной группы в области 6.8–7.9 ppm. Спектры, записанные в CD_2Cl_2 и пиридине, позволили нам рассчитывать величину DS этильных групп, которые оказались близки к результатам, полученным из аналитических данных и также согласуются с данными ИК-спектров. Полоса поглощения гидроксилов при 3500 см$^{-1}$ качественно подтверждает оценку DS. Мы сравнивали ИК-спектры полученных эфиров со спектрами исходных кислот и этил- и ацетилцеллюлозы. Полосы C=O-группы при 1684 и 1770 см$^{-1}$ указывают на присутствие эфирной группы.

Элементный анализ: $C_{27.17}H_{30.02}O_5$. Вычислено, %: C 74.74, H 6.93. Найдено, %: C 74.74, H 6.87. DS = 0.93 (Trityl), DS = 1.75 (Et) (в расчете на звено глюкозы по C2- и C3-центрам).

2,3-ди-O-ацетил-6-O-метилтрифенилцеллюлоза (Ac-Tr-Cell, **4**). К раствору 5 г Tr-Cell (**2**) (с DS = 1.06 по 6-*O*-атому) в 25 мл сухого пиридина приливали 10 мл уксусного ангидрида. Раствор перемешивали в течение 10 суток при 30°C. Затем добавляли ацетон, и продукт выделяли при обработке метанолом, удаляли следы уксусного ангидрида и уксусной кислоты и высушивали в вакууме. Элементный анализ. $C_{29.36}H_{28.16}O_{6.79}$. Вычислено, %: C 71.99, H 5.80. Найдено, %: C 72.17, H 5.84. $C_6H_7O_2$ + 1.04 ($OC_{19}H_{15}$) + 1.8($C_2H_3O_2$) + 0.16 (OH). Получено: **4**, DS = 1.04 (Trit-C6) и DS = 1.8 (Ac по C2-, C3-центрам).

2,3-ди-O-этилцеллюлоза (Et-Cell, **5**). Реакции осуществляли с различными образцами **3**. Детритилирование проводили при действии HCl в растворе MeOH [13, 14]. Получали образцы с различными степенями замещения DS (Et). Для дальнейших реакций использовали образцы с высокой степенью замещения (DS = 1.75 (Et). Однако даже при такой высокой степени замещения детритилирование было неполным, и продукт **5**

содержал следы тритильных групп: DS = 0.013 (Tr). Элементный анализ: [$C_6H_7O_2$ + 0.013 ($OC_{19}H_{15}$) + 1.75 (OC_2H_5) + 1.237 (OH)]. $C_{9.74}H_{17.18}O_5$. Вычислено, %: C 54.58, H 8.06; Найдено,%: C 54.53, H 7.37. DS = 1.75 (Et) и DS = 0.013 (Tr).

2,3-ди-О-ацетилцеллюлоза (Ac-Cell, **6**). Для детритилирования **4** использовали HBr: 10 г **4** растворяли при 0°C и перемешивании в уксусной кислоте (перегнанной над CrO_3). Образовавшийся гель разрушали встряхиванием в течение 10 мин. Затем к раствору **4** добавляли раствор сухой уксусной кислоты, насыщенной сухим HBr. Через 10 мин реакционную смесь выливали в 2 л метанола. Выделившийся осадок отфильтровывали, промывали большим количеством воды и высушивали при пониженном давлении при 60°C. Элементный анализ: $C_6H_7O_2$ + 1.8 ($C_2H_3O_2$) + + 1.2 (OH)$C_{9.6}H_{13.6}O_{6.8}$. Вычислено, %: C 48.5, H 5.76. Найдено, %: C 48.0, H 5,79. DS = 1.8 (заместители Ac по C2, C3).

Получение сложных эфиров из 2,3-ди-О-этилцеллюлозы

2,3-Ди-О-этил-6-О-(2'-гидроксибензоат)целлюлоза, Sal-Et-Cell (**7**). К салициловой кислоте (2.24 г, 16.22 ммоль) в 20 мл ДМФА при перемешивании в течение 30 мин добавляли CDI (2.62 г, 16.6 ммоль). Реакционную смесь перемешивали 1 ч при 20°C, при этом изменялся цвет и выделялся CO_2 (раствор 1). К **5** Et-Cell (1.76 г, 8.22 ммоль; DS = 1.75 (Et)) в 30 мл ДМФА добавляли DBU (2.46 г, 16.16 ммоль) (раствор 2). Затем раствор 1 добавляли к вязкому раствору 2 при перемешивании при 20°C. Полученную реакционную смесь перемешивали при этой температуре еще 16 ч. Затем добавляли 50 мл диэтилового эфира и 50 мл 10%-ной HCl и образовавшийся вязкий раствор встряхивали в делительной воронке. Непрореагировавшую салициловую кислоту, перешедшую в эфирный слой, удаляли, и образовавшийся осадок в солянокислом растворе отфильтровывали, промывали разбавленной HCl, водой, насыщенным раствором $NaHCO_3$ и затем снова водой. Далее осадок промывали метанолом и эфиром, высушивали при пониженном давлении при 60°C. Выход 40%. Аналитический образец охарактеризован ИК- (в KBr), 1H ЯМР-спектрами и элементным анализом: $C_{14.51}H_{19.9}O_{6.36}$. $C_6H_7O_2$ + 0.013 ($OC_{19}H_{15}$) + 1.75 (OC_2H_5) + 0.557 (OH) + 0.68 ($C_7H_5O_3$). Вычислено, %: C 58.85, H 6.78. Найдено, %: C 58.80, H 5.68. DS = 1.75 (Et по C2-, C3-центрам); DS = 0.013 (Trit по C6-центру); DS = 0.68 (салициловая кислота присоединена по C6-центру). При уменьшении степени замещения C2-, C3-групп в Et-Cell с DS = 1.75 (Et) до DS = 1.2 (Et) и изменением соотношений реагентов Et-Cell : Sal : CDI : DBU с 1.75 : 2.24 : 2.62 : 2.46 (г) на 1.50 : 10.58 : 11.66 : 12.42 (г) степень замещения DS (Sal) выросла до DS = 1.40 (Sal).

2,3-Ди-О-этил-6-О-(1,1'-(2,2'-дигидроксибинафтил)-3-карбоксилат)целлюлоза, Bin-Et-Cell (**8**). Реакцию конденсации проводили в условиях, сходных с условиями получения эфира 7 (с салициловой кислотой). В отличие от реакции с салициловой кислотой продукт **8** образуется в виде вязкой массы в HCl-растворе. Продукт отфильтровывали, промывали метанолом до образования кристаллической массы, затем промывали раствором HCl, водой, насыщенным раствором $NaHCO_3$ и снова водой. Затем осадок промывали метанолом, эфиром и высушивали при пониженном давлении при 60°C. Выход продукта **8** около 30%. Степень замещения DS = 0.35 карбоксинафтолом (в расчете на звено глюкозы по C6-центру). а) Бинафтолкарбоновая кислота (BiN), б) BiN-Et-Cell. Спектр ^{1}H ЯМР – BiN. $C_{17,1}H_{21,4}O_{6,05}$: Вычислено, %: C 63.44, H 6.66. Найдено, %: C 63.24, H 5.52.

$$C_6H_7O_2 + 1.75(OC_2H_5) + 0.013(OC_{19}H_{15}) + + 0.35(C_{21}H_{13}O_4) + 0.887(OH).$$

Получение сложных эфиров из 2,3-ди-О-ацетилцеллюлозы

2,3-Ди-О-ацетил-6-О-(2'-гидроксибензоат)целлюлоза, Sal-Ac-Cell **(9)**. Реакцию конденсации 2,3-ди-О-ацетилцеллюлозы **6** проводили в условиях, сходных с условиями получения эфира **7** с салициловой кислотой. Выход продукта **9** – 60%. Элементный анализ $C_6H_7O_2$ + 1.8 ($C_2H_3O_2$) + 0.75 ($C_7H_5O_3$) + 0.75 (OH). $C_{14.85}H_{16.59}O_{8.3}$. Вычислено, %: C 54.39, H 5.10. Найдено, %: C 54.33, H 5.16. DS = 1.8 (Ac); DS = 0.75 (Sal); DS = 0.45 (OH). В случае этерификации Et-Cell салициловой кислотой для продукта найдено DS = 0.68 (Sal), что показывает преимущество этерификации в случае ацетильных 2,3-замещенных производных целлюлозы по сравнению с 2,3-диэтильными производными целлюлозы.

2,3-Ди-О-ацетил-6-О-(4'-гидроксибензоат)целлюлоза, p-OHB-Ac-Cell **(10)**. Реакцию конденсации проводили в условиях, сходных с условиями получения эфира с салициловой кислотой (**7**). Элементный анализ: $C_{17.2}H_{17.9}O_{8.96}$. Вычислено, %: C 56.08, H 44.91. Найдено, %: C 56.13, H 5.42. Степень замещения целлюлозы 4-гидроксибензойной кислотой DS = 1.08 по C6-центру. Для оставшихся незамещенных OH-групп в целлюлозе DS = 0.12.

2,3-Ди-О-ацетил-6-О-(4'-гидроксифенилацетат)целлюлоза, p-OHPhAc-Ac-Cell (**11**).

Реакцию проводили аналогично этерификации с салициловой кислотой. Элементный анализ: $C_{17.84}H_{19.76}O_{4.63}$. Вычислено, %: C 56.99, H

5.30. Найдено, %: C 56.80, H 5.14. DS = 1.8 (Ac), DS = 1.03 (4-гидроксифенилуксусная кислота) по C-центру. Для оставшихся незамещенных OH-групп в целлюлозе DS = 0.17.

2,3-Ди-O-ацетил-6-O-(1,1'-(2,2'-дигидроксибинафтил)-3-карбоксилат)целлюлоза, Bin-Ac-Cell (**12**). Реакцию этерификации проводили в условиях, сходных с условиями получения эфира с салициловой кислотой (**7**). В отличие от реакции с салициловой кислотой при получении эфира **12** образовывался вязкий продукт. Непрореагировавший Binapht-COOH удаляли с эфирным слоем. Остаток фильтровали и выливали в метанол, при этом образовался кристаллический продукт, который промывали водой, насыщенным раствором $NaHCO_3$ и снова водой, далее осадок промывали метанолом, эфиром и сушили при 60°C. Выход эфира **12** – 30%. Спектр ^{1}H NMR не мог быть записан вследствие нерастворимости продукта в $CDCl_3$, CD_2Cl_2, ДМСО, пиридине. Элементный анализ: $C_{25.35}H_{22.6}O_{10.46}\cdot 1H_2O$. Вычислено, %: C 62.13, H 5.06. Найдено, %: C 62.20, H 6.36. $C_6H_7O_2$ + 1.8 ($C_2H_3O_2$) + 0.75 ($C_{21}H_{13}O_4$) + 0.45 (OH) + $1H_2O$. DS = 1.8 (Ac), DS = 0.75 (Binapht). Для оставшихся незамещенных OH-групп в ацетилцеллюлозе DS = 0.45.

Дальнейшее продолжение исследований связано с использованием полученных лигандов в реакциях асимметрического гидрирования и гидросилилирования сложных органических субстратов [15, 16].

Данная работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 14-50-00126). Авторы выражают благодарность Е.Н. Расадкиной за предоставленный образец 1,1'-(2,2'-дигидрокси-3-карбоксилат)бинафтила.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Zvacek J.* // Czech. Pat. 107120 (1964), Chem. Abstr. 1963. V. 59. 14632h.
2. *Harada K., Yoshida T.* // Naturwissenschaften. 1970. V. 57(4). P. 131.
3. *Pracejus H., Bursian M.* // Ger. Pat. 92031 (1972), Chem. Abstr. 1973. V. 78. 72591b.
4. *Kawabata Y., Tanaka M., Ogata I.* // Chem. Lett. 1976. P. 1213.
5. *Kaneda K., Yamamoto H., Imanaka T., Teranishi Sh.* // J. Molec. Catal. 1985. V. 29. P. 99.
6. *Minuth T., Boysen Mike M.K.* // Org. Lett. 2009. V. 11(18). P. 4212–4215.
7. *Grugel H., Minuth T., Boysen Mike M.K.* // Synthesis. 2010. V. 19. P. 3248.
8. *Tian P., Dong H.-Q., Lin G.-Q.* // ACS Catal. 2012. V. 2. P. 95.
9. *Harkness B.R., Gray D.G.* // Macromolecules. 1990. V. 23. P. 1452.
10. *Honeyman J.* // J. Chem. Soc. 1947. P. 168.
11. *Ho F.F.L., Klosiewicz D.W.* // Anal. Chem. 1980. V. 52. P. 913.
12. Methods in Carbohydrate Chemistry / Ed. by R. Whistler. V. III. Cellulose. N.Y.: Academic Press, 1963. P. 4, 27, 327.
13. *Chassaing C., Thienpont A., Felix G.* // J. Chromatogr. A. 1996. V. 738. P. 157.
14. *Kaida Y., Okamoto Y.* // Bull. Chem. Soc. Jpn. 1993. V. 66. P. 2225.
15. *Ananikov V.P., Gordeev E.G., Egorov M.P. et al.* // Mend.Commun. 2016. V. 26. P. 365.
16. *Ananikov V.P., Kustov L.M., Tarasov A.L. et al.* // Ibid. 2017. V. 27. № 5. P. 425.