2012. Том 53, № 3

Май – июнь

C. 508 – 514

УДК 548.736:546.97:546.733:539.26

СТРУКТУРА КОМПЛЕКСНЫХ СОЛЕЙ [Co(NH₃)₆][Rh(NO₂)₆] И [Co(NH₃)₆][(NO₂)₃Rh(μ -NO₂)_{1+x}(μ -OH)_{2-x}Rh(NO₂)₃]·(2-x)(H₂O), x = 0,17

А.И. Губанов^{1,2}, Н.В. Куратьева^{1,2}, Е.Ю. Филатов^{1,2}, С.В. Коренев^{1,2}

¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, e-mail: gubanov@niic.nsc.ru ²Новосибирский государственный университет

Статья поступила 8 апреля 2011 г.

С доработки — 7 ноября 2011 г.

Решены структуры двух солей $[Co(NH_3)_6][Rh(NO_2)_6]$ (I) и $[Co(NH_3)_6][(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_{1+x}(\mu-OH)_{2-x}Rh(NO_2)_3] \cdot (2-x)(H_2O), x = 0,17$ (II). Монокристаллы солей получены методом встречной диффузии через гель водных растворов $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ и Na₃[Rh(NO₂)_6]. Структура $[Co(NH_3)_6][Rh(NO_2)_6]$ согласуется с данными дифракции на поликристаллическом образце плохорастворимой мелкокристаллической соли, образующейся при реакции обмена между водными растворами $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ и Na₃[Rh(NO₂)_6]. Строение соли $[Co(NH_3)_6][(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_{1+x}(\mu-OH)_{2-x}Rh(NO_2)_3] \cdot (2-x)(H_2O), x = 0,17$ демонстрирует стабилизационный эффект большого катиона при образовании новых, ранее неизвестных координационных ионов $[(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)(\mu-OH)_2Rh(NO_2)_3]^{3-}$ и $[(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_2(\mu-OH)Rh(NO_2)_3]^{3-}$.

Ключевые слова: родий, кобальт, комплексная соль, монокристалл, рентгенографическое исследование, стабилизация координационного иона.

введение

Исследование различных свойств двойных комплексных солей (ДКС) — одно из активно развивающихся направлений координационной химии [1—14]. ДКС являются промежуточными соединениями при аффинаже платиновых металлов [15], используются в аналитической химии [16, 17], применяются в качестве соединений-предшественников для приготовления наноразмерных полифазных систем [18—21]. Используют ДКС и при приготовлении катализаторов [22, 23]. Актуальными и чрезвычайно интересными являются исследования, связанные со стабилизационным эффектом большого катиона, проявляющегося при построении кристаллической решетки ДКС [24—26]. О стабилизационном эффекте впервые говорится в работе [27] и сейчас исследование влияния этого фактора приобрело новую силу в связи с развитием химии ДКС. Структурные исследования ДКС позволили обнаружить новые, более крупные, зачастую имеющие полимерную природу, координационные ионы [26, 28—30]. Стабилизация в твердом теле вновь обнаруженных ионов, которые, несомненно, существуют в качестве равновесных форм в водных растворах, происходит благодаря присутствию координационного противоиона, с которым образуются многочисленные водородные связи, помимо ионного взаимодействия.

В настоящей работе приведены кристаллические структуры двух солей, полученных при взаимодействии в одинаковых условиях двух одинаковых реагентов: $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ и Na₃[Rh(NO₂)₆]. В результате встречной диффузии в геле образовались монокристаллы. Из общей массы было отобрано несколько качественных кристаллов, которые, как оказалось, имеют две различные структуры. При этом структура $[Co(NH_3)_6][Rh(NO_2)_6]$ (I) согласуется с дан-

[©] Губанов А.И., Куратьева Н.В., Филатов Е.Ю., Коренев С.В., 2012

ными дифракции на поликристаллическом образце плохорастворимой мелкокристаллической соли, образующейся при реакции обмена между водными растворами [Co(NH₃)₆]Cl₃ и Na₃[Rh(NO₂)₆], что подтверждено соотнесением расчетной дифрактограммы монокристалла с экспериментальной для массивного образца поликристаллов. Стабилизация двух обнаруженных анионов [(NO₂)₃Rh(μ -NO₂)(μ -OH)₂Rh(NO₂)₃]³⁻ и [(NO₂)₃Rh(μ -NO₂)(μ -OH)₂Rh(NO₂)₃]³⁻ и [(NO₂)₃Rh(μ -NO₂)₂(μ -OH)Rh(NO₂)₃]³⁻ в соли **II** происходит за счет образования большого количества слабых водородных связей между координированным аммиаком и атомами кислорода нитрит-ионов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез монокристаллов проводили встречной диффузией водных растворов [Co(NH₃)₆]Cl₃ и Na₃[Rh(NO₂)₆] с концентрацией ~0,01 М через крахмальный гель, помещенный в U-образную трубку при комнатной температуре в темноте. Кристаллы, подходящие для монокристального исследования, образовывались в течение 4—7 дней.

Исследование монокристаллов проведено на автоматическом дифрактометре Bruker Nonius X8 APEX [31] (Мо K_{α} -излучение 0,71073 Å, графитовый монохроматор, CCD-детектор) при 150 К. Интенсивности отражений измерены методом φ -сканирования узких (0,5°) фреймов. Поглощение учтено эмпирически по программе SADABS [31].

Кристаллические структуры I и II расшифрованы стандартным прямым методом. Окончательное уточнение проведено полноматричным МНК в анизотропном приближении для всех

Таблица 1

Coorting	т	п	
Сторинение	I UISCoNI2O12Dh	II 1119C-N12 17O17 05D12	
Стехиометрическая формула	F18C0N12O12Kii	H18C0N13,17017,93Kii2	
Молекулярныи вес	540,10	/54,55	
Сингония	Моноклинная	Тетрагональная	
Пространственная группа	P2/c	$P4_{3}2_{1}2$	
Параметры ячейки $a, b, c, Å; \beta$, град.	10,3397(12), 7,4227(8), 14,6370(11); 134,872(4)	11,9838(1), 11,9838(1), 30,2347(6); 90	
Объем, Å ³	796,11(14)	4342,05(10)	
Ζ	2	8	
Плотность (расчетная), г/см ³	2,253	2,309	
Коэффициент поглощения, мм ⁻¹	2,170	2,366	
F(000)	540	2966	
Размер кристалла, мм	0,15×0,10×0,08	0,14×0,12×0,12	
Диапазон сбора данных по θ, град.	от 2,74 до 27,53	от 1,83 до 29,60	
Диапазон h, k, l	$-13 \le h \le 13, -9 \le k \le 9,$	$-13 \le h \le 16, -16 \le k \le 16,$	
	$-18 \le l \le 17$	$-34 \le l \le 41$	
Число измеренных рефлексов	5693	38797	
Число независимых рефлексов	1843 [$R(int) = 0,0575$]	6113 [R(int) = 0,0256]	
Полнота сбора данных по $\theta = 25,00^{\circ}, \%$	99,4	100,0	
Макс. и мин. пропускание	0,8456 и 0,7367	0,7644 и 0,7329	
Число рефлексов / огр. / параметров	1843 / 0 / 166	6113 / 14 / 382	
S -фактор по F^2	1,131	1,093	
R -фактор [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0,0562, wR2 = 0,1122	R1 = 0,0310, wR2 = 0,0719	
<i>R</i> -фактор (все данные)	R1 = 0,0891, wR2 = 0,1200	R1 = 0,0357, wR2 = 0,0738	
Параметр абсолютности структуры		0,03(2)	
Макс. и мин. остаточной эл. плотности, $e/{\mathring{A}}^3$	0,856 и -0,726	0,971 и -0,574	

Кристаллографические данные и условия дифракционных экспериментов для I и II

атомов, кроме атомов водорода. Все вычисления были выполнены по комплексу программ SHELXTL [32]. Атомы водорода аммиака локализованы из карты разностного электронного синтеза и уточнены в приближении жесткого тела. Для координированных гидроксогрупп и кристаллизационных молекул воды (структура II) атомы водорода не локализованы. Параметры экспериментов и уточнения структур приведены в табл. 1. Основные длины связей — в табл. 2.

Рентгенодифрактометрическое исследование поликристаллических образцов синтезированных соединений проводили на дифрактометре ДРОН RM4 (Си K_{α} -излучение, графитовый монохроматор $d_{hkl} = 3,345$ Å, комнатная температура). Образцы готовили, растирая в агатовой ступке в присутствии этанола. Полученную суспензию наносили на полированную сторону стандартной кварцевой кюветы. После высыхания образец представлял собой тонкий ровный слой толщиной ~100 мкм. В качестве внешнего эталона использовали образец поликристаллического кремния (a = 5,4309 Å), приготовленный аналогичным образом. Регистрацию дифрактограмм проводили в пошаговом режиме ($\Delta 2\theta = 0,1^{\circ}$), в диапазоне углов 20 от 5 до 60°.

Таблица 2

I		II				
Rh(1)—N(1N)	2,033(7)	Rh(1)—N(1N)	2,011(4)	N(2N)—O(21N)	1,213(5)	
Rh(1)—N(1N)#1*	2,033(7)	Rh(1)—N(2N)	2,034(4)	N(2N)—O(22N)	1,231(5)	
Rh(1)—N(1)	2,035(14)	Rh(1)—N(3N)	2,043(4)	N(3N)—O(31N)	1,153(6)	
Rh(1)—N(1)#1	2,035(14)	Rh(1)—N(4N)	2,057(4)	N(3N)—O(32N)	1,265(6)	
Rh(1)—N(3)	2,022(14)	Rh(1)—N(5N)	2,17(2)	N(3N)—O(33N)	1,184(10)	
Rh(1)—N(3)#1	2,022(14)	Rh(2)—N(6N)	1,987(4)	N(3N)—O(34N)	1,222(10)	
Rh(1) - N(2)	2,044(16)	Rh(2)—N(7N)	1,977(4)	N(4N)—O(41N)	1,297(5)	
Rh(1)—N(2)#1	2,044(16)	Rh(2)—N(8N)	1,986(3)	N(4N)—O(42N)	1,211(4)	
Rh(1)—N(4)#1	2,060(15)	Rh(1)—O(1)	2,037(3)	N(5N)—O(51N)	1,29(3)	
Rh(1)—N(4)	2,060(15)	Rh(1)—O(6)	2,043(4)	N(5N)—O(52N)	1,20(3)	
Co(1)—N(11)	1,929(9)	Rh(2)—O(1)	2,067(4)	N(6N)—O(61N)	1,210(6)	
Co(1)—N(11)#2	1,929(9)	Rh(2)—O(6)	2,070(4)	N(6N)—O(62N)	1,226(5)	
Co(1)—N(12)	1,938(7)	Rh(2)—O(41N)	2,084(3)	N(7N)—O(71N)	1,174(6)	
Co(1)—N(12)#2	1,938(7)	Rh(2)—O(51N)	2,13(2)	N(7N)—O(72N)	1,218(7)	
Co(1)—N(13)	1,963(6)	Rh(1)—Rh(2)	3,0168(4)	N(8N)—O(81N)	1,218(5)	
Co(1)—N(13)#2	1,963(6)	Co(3)—N(1)	1,953(3)	N(8N)—O(82N)	1,224(5)	
N(1N)—O(11N)	1,229(12)	Co(3)—N(2)	1,962(4)	O(3W)—O(3W)#3	1,17(4)	
N(1N)—O(12N)	1,192(11)	Co(3)—N(3)	1,957(3)	O(3W)—O(4W)	1,18(3)	
N(1)—O(1)	1,24(2)	Co(3)—N(4)	1,962(3)	O(4W)—O(5W)	1,17(3)	
N(1)—O(2)	1,27(3)	Co(3)—N(5)	1,954(4)	O(5W)—O(6W)	1,27(3)	
N(2)—O(3)	1,21(2)	Co(3)—N(6)	1,965(3)	O(5W)—O(6W)#3	1,49(3)	
N(2)—O(4)	1,33(2)	N(1N)—O(11N)	1,240(5)	O(6W)—O(6W)#3	0,93(3)	
N(3)—O(5)	1,238(19)	N(1N)—O(12N)	1,195(6)	O(6W)—O(5W)#3	1,49(3)	
N(3)—O(6)	1,366(16)					
N(4)—O(6)	1,247(16)					
N(4)—O(7)	1,16(2)					

Основные межатомные расстояния (Å) для I и II

* Операторы симметрии, используемые для генерации эквивалентных атомов: #1 -x, -y, -z, #2 -x+1, -y+1, -z, #3 -y, -x, -z+1/2.

Уточнение параметров решетки проводили полнопрофильным методом по всему массиву отражений с использованием прикладной программы PowderCell v.2.4 [33].

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ И ВЫВОДЫ

В ходе эксперимента было обнаружено, что синтезированное вещество состоит, как минимум, из двух фаз. Из общей массы были отобраны два типа кристаллов. Хорошо ограненные кристаллы совершенного вида имеют бо́льшие параметры ячейки ($a = b \approx 11,98$ Å, c = 30,2 Å) и отнесены к соли II. Ее существование не обнаруживается при анализе рентгенограммы поликристаллов, индицирование которой приводит нас к уменьшенной ячейке с примитивными параметрами около a = 10,4, b = 7,4, c = 14,5 Å, $\beta = 134,8^{\circ}$. В это же время попытки адекватного описания структуры I по данным от монокристаллов, индицирующихся в меньшей ячейке в различных группах тетрагональной сингонии, не приводят к удовлетворительным результатам. Такое описание дает только общую картину расположения самых многоэлектронных атомов Rh и Co, а также части первой координационной сферы, при этом нет никакой ясности о ее полном строении. То есть, можно определить, каким количеством донирующих атомов окружены центральные атомы, но понять, к какому сорту частиц они принадлежат, невозможно на достоверном уровне. Успешным оказалось решение структуры в триклинной сингонии, отвечающей тетрагональной псевдосимметрии *более сильного* разупорядочения, с последующим увеличением симметрии до моноклинной с помощью комплекса программ PLATON [34].

Структура I. Структура гексанитрородиата гексаамминкобальта(III) I (рис. 1) является островной, с отдельными комплексными катионами и анионами. Строение катионов гексаамминкобальта(III) типичное для таких соединений, малоискаженное октаэдрическое. В структуре присутствует один независимый катион гексаамминкобальта(III), занимающий положение центра инверсии. В строении аниона гексанитрородиата(III) тоже ничего необычного нет — традиционный малоискаженный координационный октаэдр со средним расстоянием Rh—N $2,051\langle14\rangle$ Å, что характерно для всех соединений, содержащих его. При этом из карты разностной электронной плотности можно выделить два положения ориентации координационных полиздров атомов родия, с поворотом на половину координационного угла, т.е. около 45°, вокруг одной из осей октаэдра (Rh1—N1N) с половинной заселенностью разупорядоченных позиций.



Рис. 1. Структура I: строение независимой части, эллипсоиды тепловых колебаний приведены для 50 % вероятности (*a*), проекция упаковки на плоскости *ac* (*б*).

При прорисовке опущены альтернативные позиции атомов, атомы водорода и кристаллизационные молекулы воды. Катионы представлены светлыми полиэдрами, анионы — темными



Рис. 2. Структура II: строение независимой части, эллипсоиды тепловых колебаний приведены для 50 % вероятности (*a*) (пунктирной линией обозначена водородная связь, точками — альтернативное положение лиганда), проекция упаковки на плоскости *ac* (*б*).

При прорисовке опущены альтернативные позиции атомов, атомы водорода и кристаллизационные молекулы воды. Катионы представлены светлыми полиэдрами, анионы — темными

Атомы родия занимают еще одну систему центров инверсии группы.

Упаковка комплексных катионов и анионов является псевдослоистой вдоль оси b, с чередованием катонных и анионных слоев. Если рассматривать мотив катионно-анионной упаковки, то он относится к типу CsCl.

Структура II. В целом структура представляется островной, в ней присутствуют крупные структурные единицы — биядерные анионные гидроксонитрокомплексы родия(III) и катионы гексаамминкобальта(III) (рис. 2). В то время как строение катионов гексаамминкобальта(III) является традиционным, биядерный комплекс родия обнаружен нами впервые, и поэтому его строение представляет интерес. Атомы родия в биядерном комплексе связаны тремя мостиковыми лигандами: нитрит-ионом, гидроксид-ионом и третье положение статистически занято μ-гидроксид-ионом или нитрит-ионом, координирующим атомы родия, с одной стороны, как N-донорный лиганд, с другой — как О-донорный, одновременно с этим гидроксид-ион образует водородную связь с молекулой кристаллизационной воды. Заселенности позиций гидроксидиона и связанной с ним молекулой воды и нитрит-иона уточнены в предположении, что координационное место занято нацело. Дополнительно к трем мостиковым лигандам, каждый атом родия донирован тремя нитрит-ионами через атом азота, образующими слегка искаженную октаэдрическую координационную сферу вокруг каждого атома родия. Таким образом, формулу соединения можно представить как $[Co(NH_3)_6][(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_{1+x}$ (μ -OH)_{2-x}Rh(NO₂)₃]·(2-x)(H₂O), где x = 0,17. Дальнейшая упаковка катионов и анионов осуществляется по типу CsCl. Кристаллизационные молекулы воды занимают пустоты, окруженные четырьмя комплексными катионами и двумя комплексными анионами, располагающимися в вершинах искаженного октаэдра. Водородные связи средней силы (2,76—2,89 Å) образуются между кристаллизационными молекулами воды и координированными гидроксид- и нитрит-ионами. Также образуется большое количество слабых водородных связей между координированными молекулами аммиака и атомами кислорода нитрит-ионов и кристаллизационных молекул воды.

Хочется отметить, что тип упаковки в двух исследованных структурах один и тот же. Различие заключается в самих комплексных частицах. Если катионная часть одинакова для обеих структур, то анионная разнится. Чем и объясняется небольшое метрическое несоответствие решеток, в узлах которых лежат атомы родия (I) и центры масс биядерных комплексов родия (II). Так, $c_{II} \sim 4b_{I}$, $a_{II} = b_{II} \sim (a_{I} + c_{I})$.

Для соли II характерно наличие двух комплексных двухцентровых родиевых анионов. Соль II лучше рассматривать не как индивидуальное соединение, ибо нет данных о наличии дальнего порядка в чередовании анионов $[(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)(\mu-OH)_2Rh(NO_2)_3]^{3-}$ и $[(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_2(\mu-OH)Rh(NO_2)_3]^{3-}$, а как твердый раствор двух двойных комплексных солей $[Co(NH_3)_6] \times [(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)(\mu-OH)_2Rh(NO_2)_3] \cdot nH_2O$ и $[Co(NH_3)_6][(NO_2)_3Rh(\mu-NO_2)_2(\mu-OH)Rh(NO_2)_3] \cdot nH_2O$. Наличие большого количества водородных связей между координационными ионами оказывает благоприятное влияние на стабилизацию родиевых комплексных анионов. Для координационных соединений родия известны олигомерные формы, фиксируемые в растворах физико-химическими методами [35—37]. В нашем случае нам удалось зафиксировать димерные формы родия, устойчивые и в твердом теле.

Исследования выполнялись в рамках Интеграционного проекта СО РАН № 64 при частичной финансовой поддержке Государственного контракта № 11.519.11.3021, выполняемого в рамках Федеральной целевой программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологичного комплекса России на 2007—2013 годы", при финансовой поддержке Государственного контракта № 02.740.11.0628 от 29.03.2010 г., выполняемого в рамках Федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009—2013, в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований 11-03-00168-а. Авторы признательны за оказанную финансовую поддержку.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Громилов С.А., Шушарина Е.А., Плюснин П.Е. и др. // Журн. структур. химии. 2010. **51**, № 4. С. 800 804.
- 2. Байдина И.А., Макотченко Е.В., Шушарина Е.А. и др. // Журн. структур. химии. 2010. **51**, № 6. С. 544 551.
- 3. Храненко С.П., Шушарина Е.А., Смоленцев А.И. и др. // Журн. структур. химии. 2010. 51, № 3. С. 601 604.
- 4. Ильин М.А., Емельянов В.А., Байдина И.А. // Журн. структур. химии. 2010. 51, № 1. С. 105 112.
- 5. Корольков И.В., Мартынова С.А., Юсенко К.В. и др. // Журн. неорган. химии. 2010. 55, № 9. С. 1429 1433.
- 6. *Юсенко К.В., Шушарина Е.А., Громилов С.А. //* Журн. структур. химии. 2010. **51**, № 5. С. 969 975.
- 7. Raj Pal Sharma, Ajnesh Singh, Paloth Venugopalan et al. // J. Mol. Struct. 2010. 975. P. 1 4.
- 8. Shusharina E., Khranenko S., Plusnin P. et al. // Acta Crystallogr. 2010. A66. P. 192.
- 9. Nedoseykina T., Plyusnin P., Shubin Y. et al. // J. Therm. Anal. & Calor. 2010. 102, N 2. P. 703 708.
- 10. Korolkov I., Martynova S., Yusenko K. et al. // Acta Crystallogr. 2009. A65. P. 284 285
- 11. *Мартынова С.А., Юсенко К.В., Корольков И.В. и др.* //. Журн. структур. химии. 2009. **50**, № 1. С. 126 132.
- 12. *Надолинный В.А., Небогатикова Н.А., Плюснин П.Е. и др. //* Журн. структур. химии. 2009. **50**, № 5. С. 951 954.
- 13. *Храненко С.П., Шушарина Е.А., Громилов С.А. и др. //.* Журн. структур. химии. 2009. **50**, № 6. С. 1257 1259.
- 14. *Плюснин П.Е., Байдина И.А., Шубин Ю.В. и др.* // Журн. неорган. химии. 2008. **53**, № 11. С. 1844 1852.
- 15. Гринберг А.А. Введение в химию комплексных соединений. М.—Л.: Химия, 1966.
- 16. Чугаев Л.А. Химия комплексных соединений. М.: Наука, 1979.
- 17. Креймер С.Е., Ломехов А.С. // Заводск. лабор. 1962. ХХVIII, № 10. С. 1192 1193.
- 18. Filatov E.Yu., Yusenko K.V., Vikulova E.S. et al. // Z. Kristallogr. 2009. 30, Suppl. S. 263 268.
- 19. Shubin Yu., Korenev S., Zadesenez A. et al. // Acta Crystallogr. 2009. A65. P. 339.
- 20. Yusenko K.V., Korolkov I.V., Martynova S.A. et al. // Z. Kristallogr. 2009. 30, Suppl. S. 269 275.
- 21. *Мартынова С.А., Юсенко К.В., Корольков И.В. и др.* // Журн. неорган. химии. 2007. **52**, № 11. С. 1843 1848.
- 22. *Снытников П.В., Юсенко К.В., Коренев С.В. и др.* // Кинетика и катализ. 2007. **48**, № 2. С. 276 281.
- 23. *Чуракова Е.М., Бадмаев С.Д., Снытников П.В. и др.* // Кинетика и катализ. 2010. **51**, № 6. С. 893 897.
- 24. Beauchamp D.A., Loeb S.J. // Chem. A Europ. J. 2002. 8, N 22. P. 5084 5088.

- 25. Raj P. Sharma, Ajnesh Singh, Anju Saini et al. // J. Mol. Struct. 2010. 980. P. 261 266.
- 26. Abrahams B.F., Haywood M.G., Robson R. // Chem. Commun. 2004. 10, N 8. P. 938 939.
- 27. Basolo F. // Coord. Chem. Rev. 1968. 3, N 2.– P. 213 223.
- 28. Sharma R.P., Sharma R., Kumar A. et al. // Inorg. Chem Commun. 2009. 12, N 10. P. 945 947.
- 29. Gubanov A.I., Kuratieva N.V. // Acta Crystallogr. 2007. C63. P. i83 i85.
- 30. Shusharina E., Rybinskaya A., Plusnin P. et al. // Acta Crystallogr. 2010. A66. P. S192 S193.
- 31. *Bruker* AXS Inc. (2004). APEX (Version 1.08), SAINT (Version 7.03) and SADABS (Version 2.11). Bruker Advanced X-Ray Solutions. Madison, Wisconsin, USA.
- 32. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. 2008. A64. P. 112 122.
- 33. *Kraus W., Nolze G.* PowderCell 2.4, Program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns, Federal Institute for Materials Research and Testing. Berlin, Germany, 2000.
- 34. Spek A.L. // Acta Crystallogr. 1990. A46. P. 34. PLATON—A Multipurpose Crystallographic Tool. Utrecht University, Utrecht, The Netherlands.
- 35. Беляев А.В., Федотов М.А., Воробьева С.Н. // Координац. химия. 2009. 35, № 11. С. 834 839.
- 36. Read M.C., Glaser J., Sandström M. et al. // Inorg. Chem. 1992. 31, N 20. P. 4155 4159.
- 37. Drljaca A., Spiccia L., Krouse H.R. et al. // Inorg. Chem. 1996. 35, N 4. P. 985 990.