

УДК 548.73

**КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СТРУКТУРЫ $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$, $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ И $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$
(L — N,N'-ДИИЗОПРОПИЛИДЕНЭТАН-1,2-ДИАМИН)****С.П. Храненко¹, Е.А. Быкова¹, А.В. Алексеев^{1,2}, С.А. Громилов^{1,2}**¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, e-mail: alexeyev@niic.nsc.ru²Новосибирский государственный университет, Научно-образовательный комплекс "Наносистемы и современные материалы"

Статья поступила 1 июля 2011 г.

С доработки — 23 сентября 2011 г.

При $T = 150$ К изучены кристаллические структуры $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$, $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ и $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$ (L — N,N'-диизопрропилиденэтан-1,2-диамин). Проведен кристаллохимический анализ и определены основные факторы, влияющие на упаковку фрагментов этих структур.

Ключевые слова: палладий, рений, этилендиамин, нитрат, кристаллохимия, рентгеноструктурный анализ.

ВВЕДЕНИЕ

Исследование азотнокислых растворов Pd(II) и выделение из них кристаллической фазы $[\text{Pd}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NO}_3)_2]$ [1] дало перспективный стартовый реагент для синтеза новых комплексных соединений с органическими лигандами [2]. Стандартное использование в реакциях комплексообразования хлористого Pd(II) осложняет процесс дополнительным выводом из систем хлорида, поскольку хлорид-ионы значительно превышают по донорной способности нитрат-ионы. Так, в работе [3] кристаллизацией из водного раствора PdEnCl_2 и AgNO_3 при мольном соотношении 1:2 после вывода из реакционной смеси AgCl был получен комплекс $\text{PdEn}(\text{NO}_3)_2$.

Целью настоящей работы является получение на базе $[\text{Pd}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NO}_3)_2]$ комплексов Pd(II) с этилендиамином (далее — En) и N,N'-диизопрропилиденэтан-1,2-диамином (L), в которых в качестве противоионов использованы перренат- и нитрат-анионы. Такие соединения могут быть использованы в качестве предшественников для получения биметаллических фаз в нанокристаллическом состоянии. С кристаллохимической точки зрения представляется интересным проследить за изменениями геометрических характеристик металлоциклов и установить основные факторы, влияющие на упаковку фрагментов этих структур.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для синтеза комплексов использовали кристаллический *транс*- $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$, полученный по методике [1], этилендиамин марки ЧДА и ацетон ОСЧ.

$[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ получали в ацетоновом растворе при соотношении Pd(II) к En = 1:6. В 10 мл свежеприготовленного раствора этилендиамина в ацетоне с концентрацией 0,6 ммоль/мл вносили при перемешивании 1 ммоль (0,266 г) $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ в 10 мл ацетона. Реакционную смесь выдерживали на водяной бане (70—75 °С) в течение 15—20 мин до полного осветления раствора и охлаждали до комнатной температуры. Выделившийся белый с желтоватым оттенком осадок отсасывали на стеклянном пористом фильтре, промывали 3 раза аце-

тоном и высушивали на воздухе до постоянного веса. Выход продукта 90 %. Соединение хорошо растворимо в воде, ограничено в диметилформамиде и нерастворимо в ацетоне, хлороформе, бензоле. Монокристаллы получали перекристаллизацией соединения из воды. Анализ на содержание С, Н, N выполняли на CHN-анализаторе Euro EA 3000. Найдено, %: С 13,9, N 24,0, H 4,6. Для $[\text{PdEn}_2](\text{NO}_3)_2$ вычислено, %: С 13,69, N 23,96, H 4,56.

ИК спектры регистрировали на ИК-Фурье спектрометре Scimitar FTS 2000 фирмы Bruker в области волновых чисел 400—4000 cm^{-1} . Образцы готовили в виде таблеток, запрессованных с KBr. ИК (ν , cm^{-1}): 3300 с, 3222 с, 3128 с, 2983 ср, 2896 сл, 1757 сл, 1617 ср, 1593 ср, 1459 сл, 1393 с, 1345 с, 1287 с, 1207 ср, 1128 с, 1062 ср, 1005 ср, 894 сл, 822 ср, 795 сл, 581 ср, 512 ср, 469 ср.

$[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ синтезировали из водного раствора при соотношении Pd(II) к En = 1:4. 1 ммоль (0,266 г) $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ растворяли в 4 мл H_2O и смешивали с 7 мл водного раствора этилендиамина с концентрацией 0,6 ммоль/мл. Реакционную смесь устанавливали на водяную баню (75—80 °С) и нагревали до осветления раствора (15—20 мин). Затем раствор охлаждали до комнатной температуры и вносили в него 2 ммоль (0,547 г) NaReO_4 в 4 мл воды. Через 1—2 мин из реакционной смеси выпал серебристо-белый с легким желтоватым оттенком кристаллический осадок. Осадок отсасывали на пористом фильтре, промывали дважды по 2 мл ледяной водой, 3 раза ацетоном и высушивали на воздухе до постоянного веса. Выход комплекса 95 %. Соединение хорошо растворимо в воде и нерастворимо в ацетоне, хлороформе, бензоле. Данные элементного анализа: найдено, %: С 6,8; N 7,7; H 2,2. Вычислено для $[\text{PdEn}_2](\text{ReO}_4)_2$, %: С 6,60; N 7,71; H 2,20. Монокристаллы для РСА получали перекристаллизацией комплекса из водного раствора. ИК (ν , cm^{-1}): 3294 ср, 3246 ср, 3164 ср, 2971 сл, 1599 ср, 1457 сл, 1391 сл, 1361 сл, 1275 сл, 1105 ср, 1059 ср, 909 с, 875 ср, 770 сл, 577 ср, 508 сл, 465 сл.

$[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$. При синтезе $[\text{PdEn}_2](\text{ReO}_4)_2$ в ацетоне и соотношении Pd(II): En = 1:10 наблюдается образование двухфазного продукта. 1 ммоль (0,266 г) нитрата палладия(II) растворяли в 10 мл ацетона и смешивали с 10 ммоль En в 20 мл ацетона. Реакционную смесь нагревали в течение 30 мин на водяной бане (65—70 °С). В конце нагревания отдували воздухом ацетон до объема реакционной смеси 3—4 мл и вдвое разбавляли остаток водой. В водный раствор вносили 2 ммоль NaReO_4 в 4 мл H_2O . Выпавший осадок отсасывали на пористом фильтре, промывали трижды ацетоном и высушивали на воздухе. Перекристаллизация осадка из воды дает два типа кристаллов. По данным РФА и РСА одной из форм является $[\text{PdEn}_2](\text{ReO}_4)_2$, другой — $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$, где L — N,N'-диизопропилиденэтан-1,2-диамин, образовавшийся по реакции конденсации координированного этилендиамина с ацетоном.

Рентгеноструктурное исследование монокристаллов проведено на автоматическом дифрактометре X8 APEX Bruker (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор, двухкоординатный CCD-детектор) при $T = 150$ К. Все расчеты выполнены по комплексу программ SHELX-97 [4]. Кристаллоструктурные данные, а также характеристики проведенных экспериментов и уточнений даны в таблице. Структуры решены прямым методом и уточнены в анизотропном (изотропном — для атомов водорода) приближении. Атомы водорода локализованы геометрически. Координаты и тепловые параметры атомов депонированы в Кембриджский банк структурных данных CCDC [5] и могут быть получены по адресу www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif.

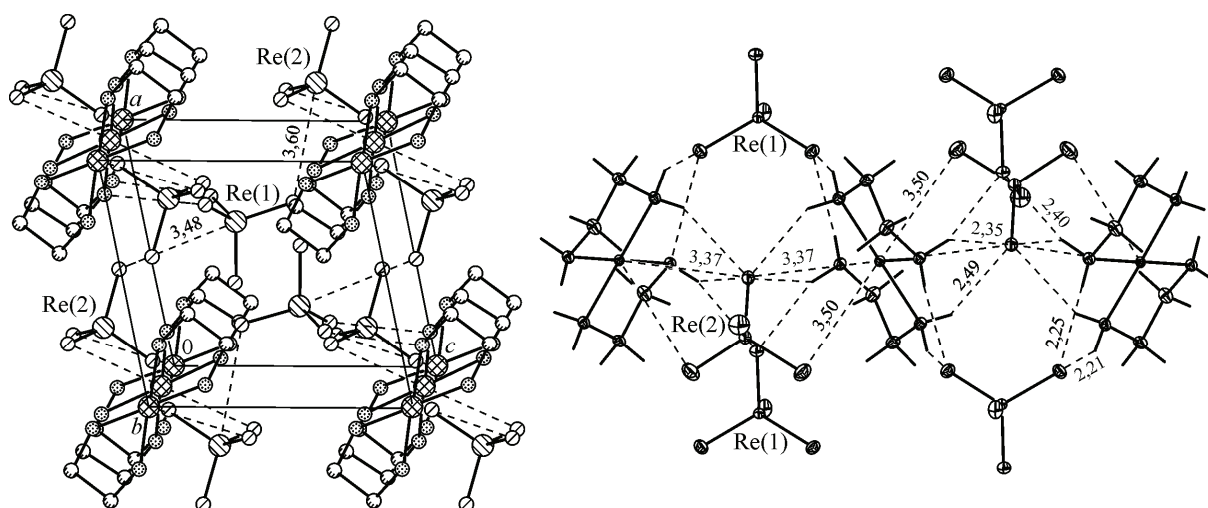
Рентгенографическое исследование поликристаллов синтезированных продуктов проведено на дифрактометре ARL X'TRA (CuK_α -излучение, полупроводниковый детектор, схема Брэгга—Брентано, комнатная температура). Полученные дифрактограммы полностью идентифицированы по данным исследования монокристаллов.

ОПИСАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР

Кристаллическая структура $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ построена из изолированных комплексных катионов $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$ и перренат-анионов (ПА). Упаковка структуры и строение структурных единиц с эллипсоидами тепловых колебаний атомов показаны на рис. 1, а основные геометрические характеристики даны в таблице. Геометрия двух кристаллографически независимых

Кристаллоструктурные характеристики

Параметр	[Pd(En) ₂](ReO ₄) ₂	[Pd(En) ₂](NO ₃) ₂	[PdL ₂](ReO ₄) ₂
Брутто-формула	C ₄ H ₁₆ N ₄ O ₈ PdRe ₂	C ₄ H ₁₆ N ₆ O ₆ Pd	C ₁₆ H ₃₂ N ₄ O ₈ PdRe ₂
<i>a</i> , Å	7,1501(1)	7,3470(2)	8,6222(12)
<i>b</i> , Å	13,2887(2)	10,1991(3)	13,829(2)
<i>c</i> , Å	7,5264(1)	8,1891(2)	13,139(2)
β, град.	101,719(1)	110,109(1)	129,218(10)
Пр. гр., <i>Z</i>	<i>P</i> 2 ₁ / <i>m</i> , 2	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> , 2	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> , 2
<i>V</i> , Å ³	700,22(2)	576,23(3)	1213,8(3)
<i>V/Z</i> , Å ³	350,11(2)	288,12(3)	606,9(3)
<i>d</i> _{выч.} , г/см ³	3,448	2,021	2,428
Размер кристалла, мм	0,14×0,04×0,03	0,25×0,17×0,10	0,14×0,10×0,06
Диапазон θ, град.	2,76—34,76	2,95—30,53	2,48—34,94
<i>N</i> _{изм.} / <i>N</i> _{незав.}	9012 / 3117	5762 / 1763	15655 / 5296
<i>N</i> _{незав.} [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	2901	3727	4523
<i>R</i> _{интегр.}	0,0185	0,0266	0,0246
Полнота данных (θ = 25°), %	0,998	1	1
<i>N</i> _{уточн.}	129	80	146
<i>S</i> -фактор по <i>F</i> ²	1,076	1,073	0,995
<i>R</i> ₁ [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	0,0153	0,0175	0,0223
<i>wR</i> ₂ [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	0,0344	0,0430	0,0476
<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ (все данные)	0,0172 / 0,0349	0,0210 / 0,0448	0,0308 / 0,0496
Pd—N, Å	2,036(2); 2,042(2)	2,042(1); 2,045(1)	2,026(2); 2,071(2)
∠N—Pd—N, град.	84,00(7)	84,09(5)	78,07(7)
C—N, Å	1,481(3); 1,483(3)	1,485(2); 1,487(2)	1,285(3)—1,487(3)
C—C, Å	1,506(3)	1,510(2)	1,521(3)
Re—O (N—O), Å	1,726(2)—1,737(2)	—	1,724(2)—1,731(2)
∠O—Re—O (∠O—N—O), град.	108,91(6)—110,54(14)	—	108,90(9)—109,93(10)
CCDC №	833078	833623	833077

Рис. 1. Фрагменты кристаллической структуры [Pd(En)₂](ReO₄)₂.

Слева показана упаковка в направлении оси *u* (атомы водорода не показаны), справа — организация цепочек, идущих вдоль этого направления. Штриховыми линиями показаны короткие межатомные контакты Re...O, Pd...O и O...H

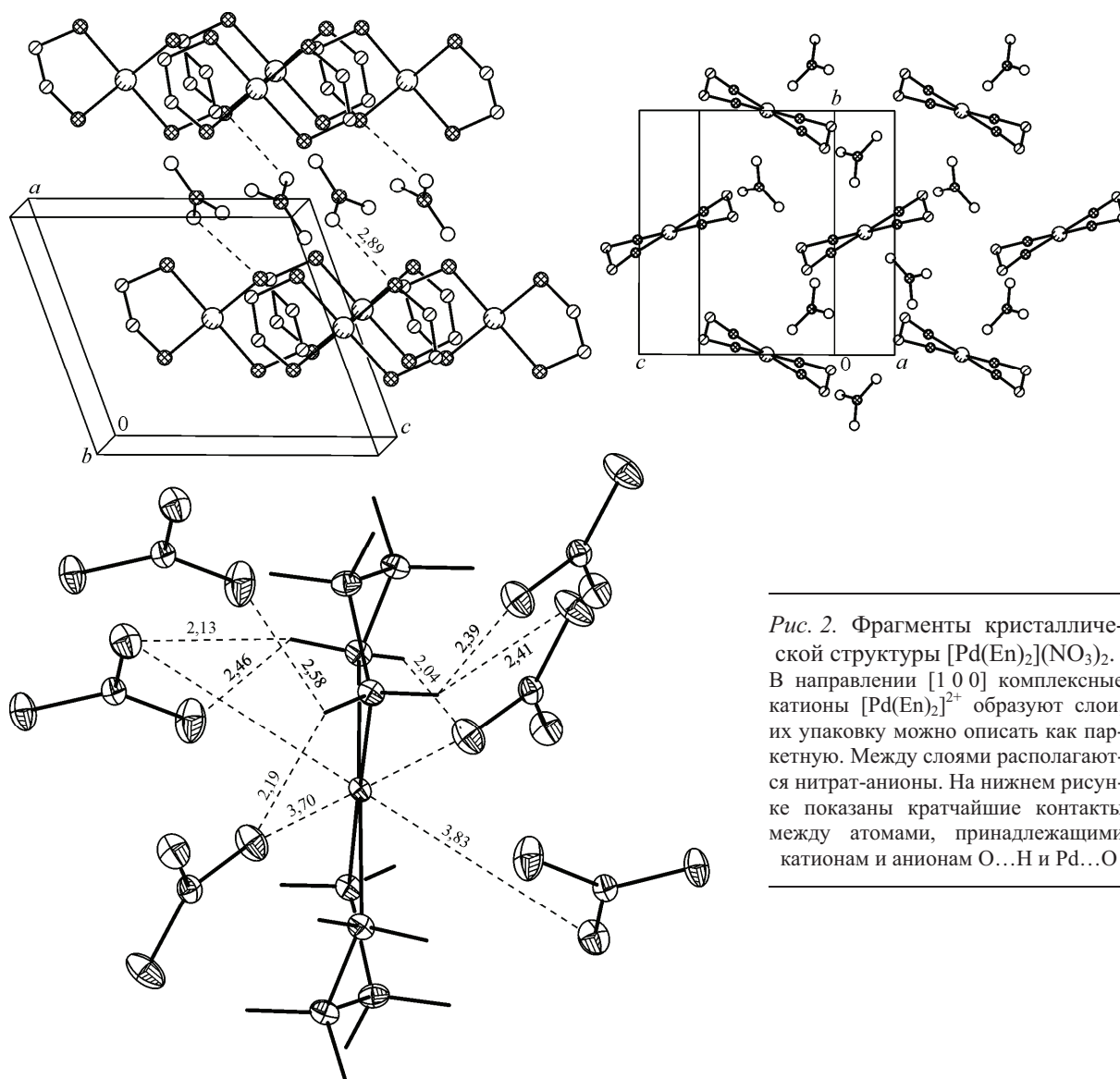


Рис. 2. Фрагменты кристаллической структуры $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$. В направлении $[1\ 0\ 0]$ комплексные катионы $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$ образуют слои, их упаковку можно описать как паркетную. Между слоями располагаются нитрат-анионы. На нижнем рисунке показаны кратчайшие контакты между атомами, принадлежащими катионам и анионам $\text{O}\dots\text{H}$ и $\text{Pd}\dots\text{O}$

комплексных катионов $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$ практически одинакова и не отличается от установленной в работе [6] для $[\text{Pd}(\text{En})_2]\text{Cl}_2$. Ближайшие контакты атома палладия с четырьмя атомами кислорода, принадлежащими перренат-анионам, расстояния $\text{Pd}\dots\text{O}$ 3,37 и 3,50 Å. В анионах расстояния $\text{Re}\text{—O}$ лежат в интервале 1,726(2)—1,737(2) Å, а валентные углы $\text{O}\text{—Re}\text{—O}$ отклоняются от тетраэдрических ($109,5^\circ$) не более чем на 1° .

В направлении оси y в кристаллической структуре $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ можно выделить цепочки комплексных катионов $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$, идущих через $b/2$ и развернутых относительно друг друга осью второго порядка. Два атома кислорода, принадлежащие ПА с участием $\text{Re}(1)$, участвуют в образовании водородных связей $\text{N}\text{—H}\dots\text{O}$, кратчайшие из них 2,957(2) Å. Наиболее короткое расстояния $\text{Re}\dots\text{Re}$ 3,578 Å.

В работе [7] при описании структуры $[\text{Cu}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ мы установили псевдогексагональный мотив построения кристаллической структуры. Для этого был проведен анализ теоретической дифрактограммы, вычисленной только по атомам меди. Используя такой подход для анализа структуры $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$, приходим к подрешетке, образованной пересечением трех семейств кристаллографических плоскостей $\{0\ 0\ 1\}$, $\{1\ 0\ 0\}$ и $\{0\ 2\ 0\}$. Векторы трансляционной подрешетки: $\mathbf{a}_T = \mathbf{a}$, $\mathbf{b}_T = \mathbf{b}/2$, $\mathbf{c}_T = \mathbf{c}$. Действительно, в структуре атомы палладия расположены

именно в этих узлах, а ПА располагаются между ними (см. рис. 1). Параметры подъячейки — $a_T = 7,15$, $b_T = 6,64$, $c_T = 7,53$ Å, $\alpha_T = 90$, $\beta_T = 101,72$, $\gamma_T = 90^\circ$ — свидетельствуют, что ее даже с большими допущениями нельзя назвать псевдогексагональной, как в случае $[\text{Cu}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$.

Кристаллическая структура $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ построена из изолированных комплексных катионов $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$ и нитрат-анионов (рис. 2). Их основные геометрические характеристики даны в таблице. Как показано на рис. 2, в направлении $[1\ 0\ 0]$ комплексные катионы $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$ образуют слои, между которыми располагаются нитрат-анионы, принадлежащие им атомы кислорода участвуют в разветвленной системе водородных связей $\text{N}—\text{H}\dots\text{O}$ с кратчайшими расстояниями 2,894(2), 3,007(2), 3,011(2), 3,072(2) Å.

Атом палладия находится в окружении четырех атомов азота, которые образуют искаженный квадрат. Валентный угол $\angle\text{N1}—\text{Pd}—\text{N2}$ заметно отличается от 90° и равен $84,09^\circ$, что характерно для подобных соединений. Так, для известных в литературе изоструктурных фаз $[\text{M}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ ($\text{M} = \text{Cu}, \text{Ni}$) [8, 9] $\angle\text{N1}—\text{Cu}—\text{N2} = 86,2$, $\angle\text{N1}—\text{Ni}—\text{N2} = 85,08(7)^\circ$. При этом отклонение атомов азота от плоскости хотя и невелико, но заметно больше σ_{N} . В ряду $\text{Pd}—\text{Cu}—\text{Ni}$ заметно уменьшение этого расстояния: 2,0424(11)—2,0445(12), 2,012(13)—2,044(13) и 2,0015(18)—2,0171(18) Å соответственно.

При поиске трансляционной подрешетки мы ориентировались на варианты с $\Delta = 2$. Наиболее симметричная подрешетка с трансляционными векторами $\mathbf{a}_T = \mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$, $\mathbf{b}_T = -\mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$, $\mathbf{c}_T = \mathbf{a}$ была получена при использовании тройки отражений от кристаллографических плоскостей $\{1\ 0\ 0\}$, $\{0\ 1\ 1\}$ и $\{0\ -1\ 1\}$. Полученная подъячейка имеет параметры: $a_T = b_T = 6,54$, $c_T = 7,35$ Å, $\alpha_T = \beta_T = 102,43$, $\gamma_T = 102,48^\circ$, и в некотором приближении ее можно считать искаженным ромбоэдром с равными сторонами $a_T \approx b_T \approx c_T$ и углами $\alpha_T \approx \beta_T \approx \gamma_T \approx 109,5^\circ$.

Кристаллическая структура $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$ построена из изолированных комплексных катионов $[\text{PdL}_2]^{2+}$ и перренат-анионов (рис. 3). Их основные геометрические характеристики даны в таблице. В направлении $[1\ 0\ 0]$ можно выделить слои, в которых все атомы кислорода ПА задействованы в дополнительной координации атомов Pd и образовании достаточно коротких контактов с атомами водорода, принадлежащими метильным группам. Расстояния $\text{Pd}\dots\text{O}$

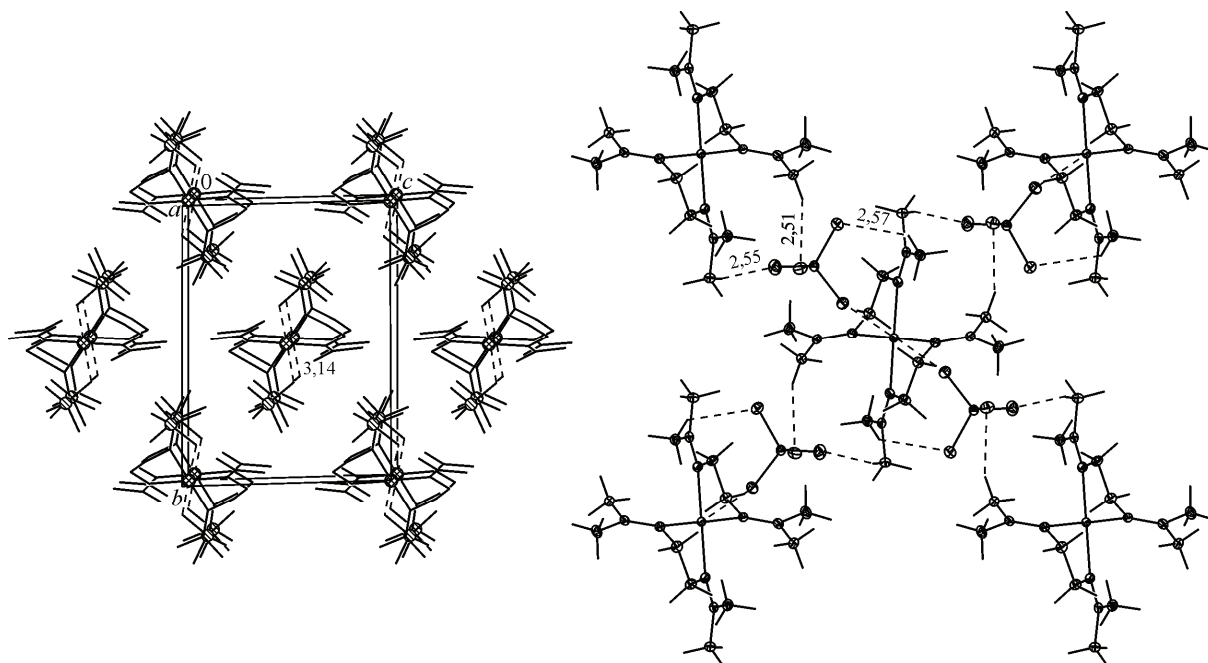


Рис. 3. Фрагмент кристаллической структуры $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$.

Атом Pd дополнительно координирован двумя атомами кислорода на расстояниях 3,14 Å. Показаны короткие контакты $\text{O}\dots\text{H}$

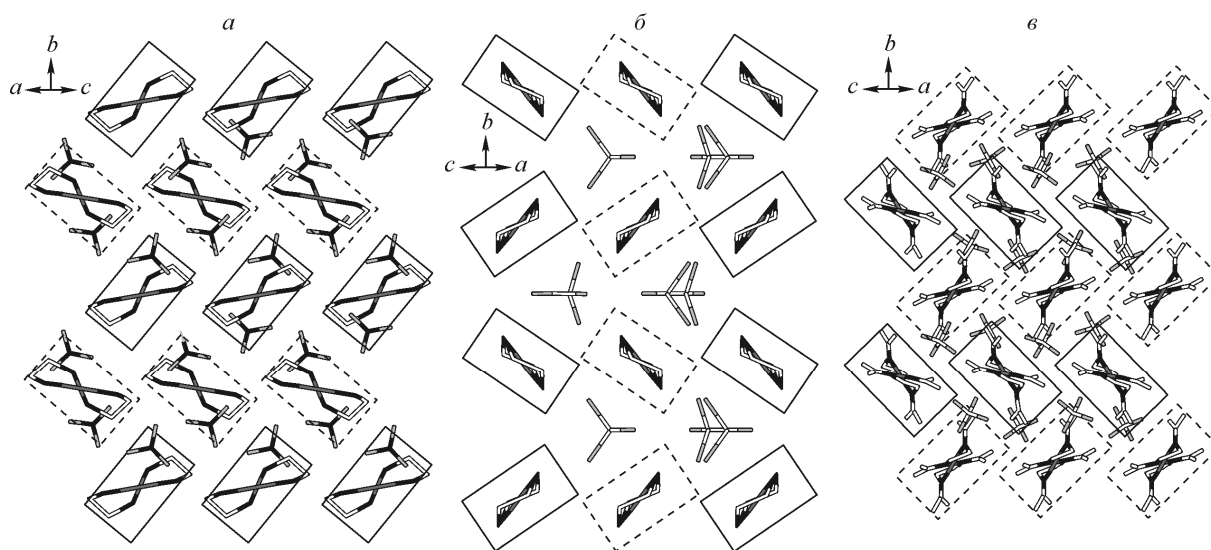


Рис. 4. Паркетная укладка катионов вдоль оси b в структурах $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$ (а), $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ (б) и $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$ (в).

Плоскость, в которой находятся катионы, отмеченные пунктирными прямоугольниками, сдвинута на трансляцию $0,5(a+c)$ относительно плоскости, в которой находятся сплошные прямоугольники. Атомы водорода не показаны

$3,14 \text{ \AA}$, несмотря на разветвленные концевые группы лигандов L, заметно короче, чем в двух описанных ранее структурах с участием комплексных катионов $[\text{Pd}(\text{En})_2]^{2+}$.

При поиске трансляционной подрешетки мы ориентировались на теоретическую дифрактограмму, вычисленную только по атомам Pd. Анализ возможных вариантов с $\Delta = 2$ показал, что атомы Pd должны следовать узлам пересечения тройки кристаллографических плоскостей $\{0\ 1\ 1\}$, $\{0\ -1\ 1\}$ и $\{1\ 0\ -2\}$. Векторы трансляционной подрешетки: $\mathbf{a}_T = \mathbf{a} + \mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$, $\mathbf{b}_T = \mathbf{a} - \mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$, $\mathbf{c}_T = \mathbf{a}$. Значения параметров подъячейки: $a_T = b_T = 9,68$, $c_T = 8,62 \text{ \AA}$, $\alpha_T = \beta_T = 62,51$, $\gamma_T = 91,19^\circ$. На рис. 3 показана проекция кристаллической структуры в направлении оси $\mathbf{c}_T = \mathbf{a}$. Узлам подрешетки следуют центры тяжести структурных единиц $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$.

Основным фактором, влияющим на мотив расположения структурных единиц, является стремление более объемных катионов к образованию плотнейшей упаковки с размещением анионов в пустотах такой упаковки. В нашем случае форма катионов отличается от идеальной сферической и больше приближена к вытянутым эллипсоидам. Вследствие этого катионы располагаются по типу паркетной укладки (рис. 4), что соответствует симметрии $P2_1/c$. В структуре $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ симметрия понижается, этот случай будет рассмотрен подробнее далее. Вторым фактором, влияющим на упаковку, является наличие водородных связей, которые из-за своей направленности стремятся "разрыхлить" структуру. В изученных соединениях второй фактор нивелируется за счет достаточного больших размеров полостей, которые образуют при своей упаковке катионы. Так, наиболее развитая система водородных связей была найдена нами в $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{NO}_3)_2$, однако объем, приходящийся на структурную единицу (V/Z , см. таблицу), оказался минимальным — $288,12(3) \text{ \AA}^3$. Размер полостей, образованных паркетной укладкой катионов, позволяет размещать маленькие по размеру нитрат-анионы. При переходе от нитрат-анионов к ПА, возможны два случая при упаковке катионов: размер полости может возрасти, если расстояния между катионами увеличатся, либо может понизиться симметрия укладки. Первый случай наблюдается в структуре $[\text{Cu}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$, V/Z в этой структуре выше и составляет $346,12(3) \text{ \AA}^3$. В $[\text{Pd}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ мы наблюдаем понижение симметрии — исчезает плоскость скользящего отражения c , вместо которой появляется зеркальная плоскость m . Как видно из рис. 4, б, это приводит к появлению в структуре нового типа полости, размер которой тоже, по-видимому, довольно хорошо соответствует размеру входящего в нее ПА, так как значение V/Z незначительно отличается от наблюдаемого в $[\text{Cu}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ ($350,11(2) \text{ \AA}^3$). Различия в упаковках таких близких структур можно объяснить только с помощью привлечения еще од-

ного фактора, а именно, дополнительных контактов центрального атома. В структуре $[\text{Cu}(\text{En})_2](\text{ReO}_4)_2$ нарушения паркетной укладки не происходит из-за стремления Cu^{2+} образовывать дополнительную координацию из двух атомов кислорода, принадлежащих ПА. Для атома Pd^{2+} с конфигурацией d^8 , как известно, образование $4 + 2$ координации не характерно, что может рассматриваться как дополнительный фактор, стабилизирующий упаковку $P2_1/m$, в которой атомы кислорода максимально удалены от центрального атома.

При переходе к структуре $[\text{PdL}_2](\text{ReO}_4)_2$ происходит практически двукратное увеличение V/Z , что объясняется неплотной упаковкой объемных катионов L, которые также обладают достаточно жестким каркасом из-за наличия двойных связей N—C.

Таким образом, используя $[\text{Pd}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NO}_3)_2]$, нам удалось синтезировать три новых координационных комплексных соединения Pd(II) и установить основные факторы, влияющие на упаковку фрагментов этих структур.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Храненко С.П., Байдина И.А., Громилов С.А. // Журн. структур. химии. – 2007. – **48**, № 6. – С. 1218 – 1221.
2. Храненко С.П., Плюснин П.Е., Шелудякова Л.А. и др. // Коорд. химия. – 2009. – **35**, № 9. – С. 691 – 697.
3. Cerda M.M., Costisella B., Lippert B. // Inorg. Chim. Acta. – 2006. – **359**. – P. 1485 – 1488.
4. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. – 2008. – **A64**, N 1. – P. 112 – 122.
5. Allen F.H. // Acta Crystallogr. – 2002. – **B58**, N 3-1. – P. 380 – 388.
6. Curtis N.F. // J. Chem. Soc. – 1960. – P. 4409 – 4413.
7. Шушарина Е.А., Храненко С.П., Громилов С.А. // Журн. структур. химии. – 2011. – **52**, № 1. – С. 206 – 208.
8. Борисов С.В. // Журн. структур. химии. – 1986. – **27**, № 3. – С. 164 – 167.
9. Komiyama Y., Lingafelter E.C. // Acta Crystallogr. – 1964. – **17**. – P. 1145 – 1148.
10. Krause Bauer J.A., Edison S.E., Baldwin M.J. // Acta Crystallogr. Sect. E. – 2005. – **61**, N 1. – P. m82 – m84.