

УДК 548.736

[$\text{Ru}(\text{NH}_3)_6](\text{MoO}_4)\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ И [$M(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = \text{Ru, Ir}$).
СИНТЕЗ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА

С.П. Храненко¹, Е.А. Быкова¹, К.В. Юсенко^{1,2}, А.П. Тютюнник³, С.А. Громилов^{1,4}

¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск

E-mail: grom@niic.nsc.ru

²Solid-chem GmbH, Bochum, Germany

³Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург

⁴Новосибирский государственный университет, Научно-образовательный комплекс "Наносистемы и современные материалы"

Статья поступила 16 октября 2012 г.

Методом рентгеноструктурного анализа определены кристаллические структуры комплексных солей $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6](\text{MoO}_4)\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ и $[M(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = \text{Ru, Ir}$). Изучены особенности взаимной упаковки фрагментов.

Ключевые слова: рутений, молибден, рений, иридий, комплексная соль, кристаллохимия, рентгеноструктурный анализ.

В литературе известно не так много кристаллических структур с участием комплексных катионов $[M(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ (M — металл платиновой группы), в их числе несколько примеров биметаллических солей [1—3]. Такие катионы также предложено использовать в качестве тяжелых фрагментов при решении фазовой проблемы в кристаллографии ДНК и РНК [см., например, 4—6]. Соли с относительно простыми анионами: Cl^- , Br^- , C_2O_4^- , PO_4^{3-} и SO_4^{2-} [7, 8] активно используют при получении наноразмерных металлических частиц (см., например, [9]). Кристаллическое строение солей гексамминов платиновых металлов с более сложными неорганическими анионами изучено плохо, что в первую очередь связано с трудностью получения как самих гексамминов, так и их солей с различными крупными анионами в кристаллическом виде и тем более в виде монокристаллов, пригодных для рентгеноструктурного анализа. Можно указать лишь несколько примеров таких солей: $[\text{Rh}(\text{NH}_3)_6]_3[\text{Rh}(\text{Sn}_6\text{Cl}_{22})\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [10], $[\text{Ir}(\text{NH}_3)_6]\times \times [\text{Co}(\text{C}_2\text{O}_4)]_3\cdot \text{H}_2\text{O}$ [11], $[\text{Rh}(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Rh}(\text{NH}_3)_6](\text{MoO}_4)\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ и $[\text{Rh}(\text{NH}_3)_6]\times \times (\text{WO}_4)\text{Cl}$ [12]. При термическом разложении подобных биметаллических солей с комплексными катионами $[\text{M}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]^{2+}$ и $[\text{M}(\text{NH}_3)_4]^+$ [13—20] получен ряд уникальных бинарных и тернарных металлических систем в нанокристаллическом состоянии. Синтез изоструктурных солей открывает перспективы для получения полиметаллических сплавов сложного состава, в том числе в метастабильном состоянии.

При получении $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,2 ммоля $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ растворяли в 15 мл аммиачно-водного раствора (1:2) и вносили в него при перемешивании кристаллический NaReO_4 (0,6 ммоля, XЧ). Через 1—2 мин после растворения NaReO_4 наблюдали выпадение белого кристаллического осадка. Его отфильтровывали, промывали дважды ледяной водой, ацетоном и высушивали на воздухе до постоянного веса. При получении $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6](\text{MoO}_4)\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 0,2 ммоля $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ растворяли в 5 мл аммиачно-водного раствора (1:2) и вносили в него

Т а б л и ц а 1

*Кристаллоструктурные характеристики $[M(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ ($M = Co, Ru, Rh, Ir$)**

M	Co	Ru	Rh	Ir
$a, \text{\AA}$	9,9797(3)	10,0556(3)	10,0556(1)	10,0619
$b, \text{\AA}$	12,6994(3)	12,8485(4)	12,81648(1)	12,818
$c, \text{\AA}$	14,7415(4)	15,0227(5)	14,9250(1)	14,938
$\beta, \text{град.}$	102,870(1)	102,783(2)	102,7656(8)	102,7327
$V, \text{\AA}^3$	1821,35(9)	1892,8(1)	1875,94(3)	1879,22
$d_{\text{выч}}, \text{г/см}^3$	3,456	3,473	3,511	3,821
$M-N, \text{\AA}$	1,961—1,968	2,04—2,14	1,98—2,12	1,97—2,05
$\angle N-M-N, \text{град.}$	88,3—90,6	86,3—93,7	88,3—92,1	88—92
$Re-O, \text{\AA}$	1,718—1,724	1,44—1,99	1,62—1,89	1,73—1,75
$\angle O-Re-O, \text{град.}$	108,2—110,9	85,5—128,8	103,5—112,2	108—111
Ссылка	[1, № 421686]	[1, № 425255]	[23]	[1, № 424948]

* Пр. группа $C2/c$, $Z = 4$.

при перемешивании кристаллический $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ (0,2 ммоля) (ХЧ). Через 1—2 мин после растворения наблюдали помутнение реакционной смеси и выпадение белого осадка с желтоватым оттенком. Его отфильтровывали, промывали небольшим объемом ледяной воды, ацетоном и высушивали на воздухе до постоянного веса. Маточный раствор помещали в эксикатор над твердой $NaOH$, через сутки отбирали кристаллы для проведения рентгеноструктурного исследования. При получении $[Ir(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ реакционную смесь водных растворов $[Ir(NH_3)_6]Cl_3$ (синтезирован по методике [21]) и NH_4ReO_4 (взяты в мольном соотношении 1:3) выдерживали при комнатной температуре на воздухе. Выпавший кристаллический осадок в виде бесцветных иголок отделяли на пористом стеклянном фильтре, промывали небольшим количеством ледяной воды, ацетоном и высушивали на воздухе. Во всех случаях выход продуктов ~90—95 %.

Рентгенодифрактометрическое исследование поликристаллов проведено на дифрактометре ARL X'TRA (CuK_α -излучение, полупроводниковый детектор, комнатная температура). Установлено, что синтезированные соли $[M(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ ($M = Ru, Ir$) изоструктурны ранее изученным фазам с $M = Co$ [22] и Rh [23]. Кристаллографические данные солей этого ряда приведены в табл. 1. Дифрактограмма $[Ru(NH_3)_6](MoO_4)Cl \cdot 3H_2O$ проиндцирована по аналогии с дифрактограммами изоструктурных солей $[M(NH_3)_6](MoO_4)Cl \cdot 3H_2O$ $M = Co$ [24] и Rh [23].

[Ru(NH₃)₆](ReO₄)₃ · 2H₂O. Для уточнения кристаллической структуры было проведено дополнительное исследование на дифрактометре STADI-P (CuK_{α_1} -излучение, геометрия "на прохождение", мини-PSD, интервал углов $2\theta = 2—120^\circ$, шаг сканирования $\Delta 2\theta = 0,02^\circ$, комнатная температура). В качестве внешнего стандарта был использован поликристаллический кремний ($a = 5,43075(5) \text{\AA}$). Уточнение кристаллической структуры проводили с использованием программного комплекса GSAS [25]. Профиль линии аппроксимировали функцией псевдо-Войта. Уровень фона задавали в виде комбинации из пятнадцати полиномов Чебышева. Структура $[Co(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ была использована в качестве стартовой модели при уточнении. Поглощение в образце было скорректировано с использованием функции для плоского образца в геометрии "на прохождение". Тепловые параметры атомов кислорода и азота были связаны и уточнялись как одна переменная. Преимущественная ориентация в направлении [1 0 1] корректировалась функцией March—Dollase. Уточнение проведено до $wR_p = 4,01$, $R_p = 2,82$, $R(F^2) = 3,71$, $CHI^2 = 6,160$ %. Основные геометрические характеристики (межатомные расстояния и валентные углы) даны в табл. 1. На рис. 1 представлены результаты полнопрофильного уточ-

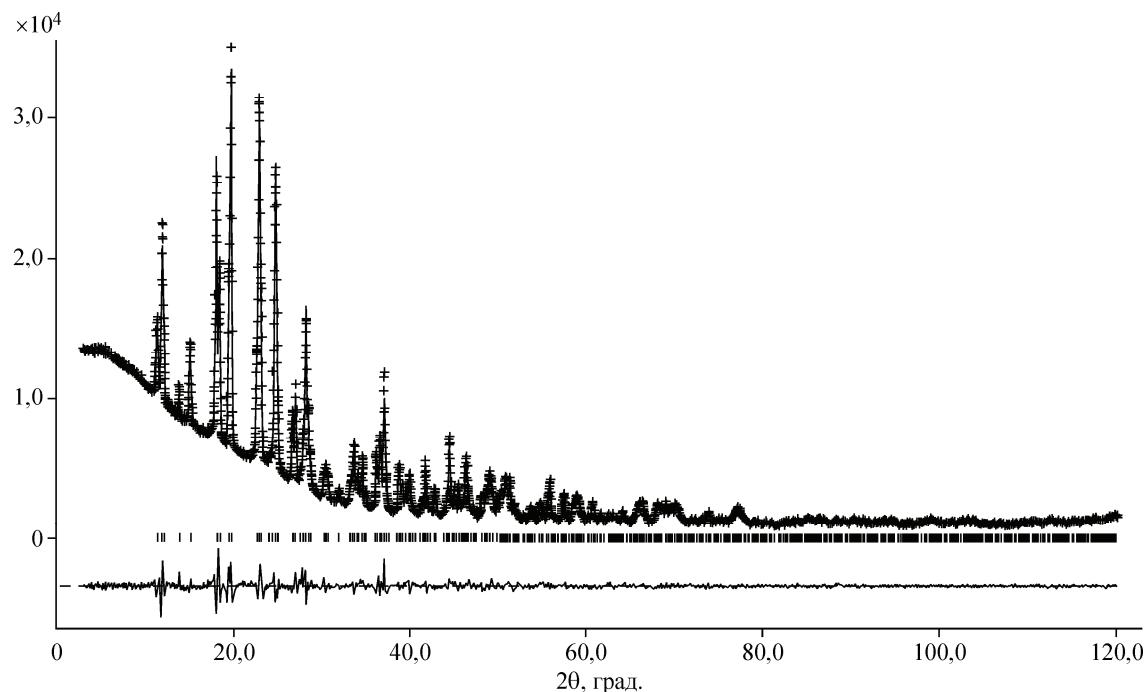


Рис. 1. Результат полнопрофильного уточнения дифрактограммы $[\text{Ru}(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

нения: экспериментальная, теоретическая и разностная дифрактограммы. Координаты базисных атомов, их эквивалентные тепловые факторы, межатомные расстояния, валентные углы и характеристики уточнения кристаллических структур депонированы в Неорганический банк кристаллоструктурных данных ICSD (Fachinformationszentrum Karlsruhe, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, Germany; e-mail crysdata@fiz-karlsruhe.de) [1] под № 425255.

[Ir(NH₃)₆](ReO₄)₃·2H₂O. Монокристаллы соли, пригодные для рентгеноструктурного анализа, получить не удалось. Уточнение кристаллической структуры проведено по схеме, апробированной нами ранее на примере нескольких двойных комплексных солей [26]. Исходную модель строили с помощью комплекса программ FOX [27]. Дифрактограмму соли индицировали по аналогии с $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6](\text{ReO}_4)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, затем уточняли параметры элементарной ячейки. Для решения кристаллической структуры в качестве стартовой модели использовали правильный октаэдр IrN_6 с расстояниями $\text{Ir}-\text{N}$ 2,05 Å и правильный тетраэдр ReO_4 с расстояниями $\text{Re}-\text{O}$ 1,75 Å, которые располагали произвольно в элементарной ячейке. На нулевом цикле уточнения было проведено разложение профиля дифрактограммы на одиночные отражения методом Ле Байла [28], когда интенсивности рассматриваются как уточняемые параметры. Полученные профильные параметры линий в дальнейшем не уточнялись. Затем при зафиксированной геометрии октаэдров (межатомные расстояния варьировались в пределах $\pm 0,02$ Å, а валентные углы $\pm 0,1^\circ$) было проведено 5 независимых циклов поиска модели методом Монте-Карло (каждый цикл состоял из 10^6 шагов). В результате суммарный *R*-фактор составил $\sim 10\%$, что свидетельствует о правильности нахождения модели. Уточнение структурных и профильных параметров методом Ритвельда проводили с помощью комплекса программ Jana2006 [29]. На первом этапе были уточнены параметры фона (полином Чебышева шестой степени), параметры профиля линий в виде функции псевдо-Войта, параметры ячейки, сдвиг нуля гониометра и сдвиг образца относительно оси гониометра. На втором этапе были уточнены структурные параметры катионов и анионов с использованием указанных ранее ограничений на длины связей и валентные углы. Параметры тепловых колебаний были заданы для всех атомов одинаковыми ($U_{\text{изо}} = 0,03$ Å²) и на этом этапе не уточнялись. Положение молекул кристаллизационной воды определяли анализом разностной карты Фурье. С помощью функции March—Dollase была

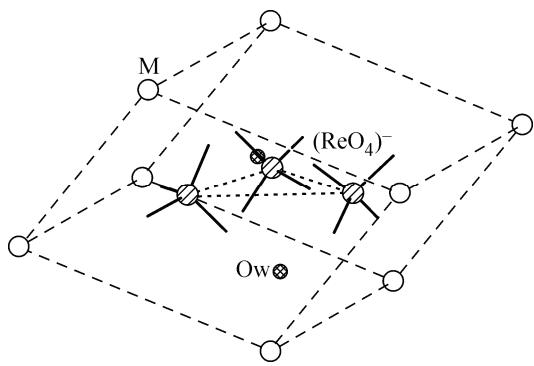


Рис. 2. Схема взаимного расположения фрагментов в кристаллических структурах $[M(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ ($M = Co, Ir, Rh, Ru$).

Центральные атомы комплексных катионов следуют узлам искаженной ромбоэдрической решетки с параметрами $a_t \approx 8,1 \text{ \AA}$ и $\alpha_t \approx 104^\circ$. Аминогруппы не показаны

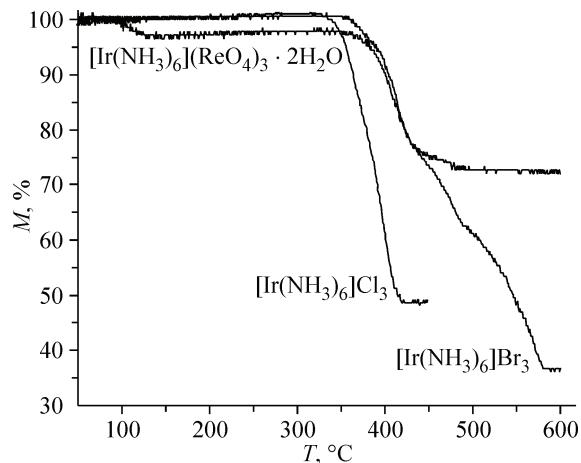


Рис. 3. Кривые термического разложения ряда солей, содержащих комплексный катион $[Ir(NH_3)_6]^{3+}$

учтена преимущественная ориентация кристаллитов в образце в направлении [1 0 1]. Результаты уточнения: $R_p = 6,33$, $R_{wp} = 8,76$, $R_f = 6,89$, $R_{fw} = 8,66$ и $R_b = 12,77\%$. Основные геометрические характеристики (межатомные расстояния и валентные углы) представлены в табл. 1. Такой подход, сочетающий использование известных структурных фрагментов с фиксированной геометрией и поиск их взаимного расположения методом Монте-Карло в прямом пространстве, позволяет быстро и надежно решать островные кристаллические структуры ДКС любой сложности. Рентгеноструктурные характеристики $[Ir(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ депонированы в ICSD [1] под № 424948.

В работе [23] был проведен анализ мотива упаковки фрагментов в изоструктурной соли $[Rh(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$. Использование методики "катионных подрешеток" [30] было затруднено близостью размеров и "веса" ионов. Кроме этого в упаковке участвуют молекулы воды. При поиске трансляционной подрешетки был применен подход, использованный в работе [31] — вычисление теоретической дифрактограммы только для определенных сортов атомов. Так, исключив из расчета атомы рения, кислорода и водорода, находим, что комплексные катионы должны следовать узлам подрешетки, образованной пересечением трех семейств плоскостей: $\{-1\ 1\ 1\}$, $\{-1\ -1\ 1\}$ и $\{0\ 0\ 2\}$. Искомая подрешетка построена на векторах: $a_t = -a/2 + b/2$, $b_t = -a/2 - b/2$, $c_t = a/2 + c/2$. Полученные метрики: $a_t = 8,15$, $b_t = 8,15$, $c_t = 8,03 \text{ \AA}$, $\alpha_t = 105,1$, $\beta_t = 105,1$, $\gamma_t = 103,7^\circ$ свидетельствуют о том, что решетку можно рассматривать как псевдоромбоэдрическую. Обращаясь к структуре, легко обнаруживаем такой мотив в расположении комплексных катионов $[Ir(NH_3)_6]^{3+}$ (рис. 2).

Продуктом термолиза соли $[Ir(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ в атмосфере водорода является гексагональный твердый раствор $Ir_{0,25}Re_{0,75}$: $a = 2,761(5)$, $c = 4,397(6) \text{ \AA}$, $P6_3/mmc$, $V/Z = 14,51(8) \text{ \AA}^3$. В атмосфере гелия соль разлагается в две хорошо разделенные стадии (рис. 3). На первой стадии при температуре 100—120 °C происходит потеря 3,1 мас.%, что соответствует потери двух молекул воды, которая составляет 3,3 мас.%. Относительно высокая температура дегидратации говорит о сильных водородных связях между молекулами воды и катионами $[Ir(NH_3)_6]^{3+}$. На второй стадии при температурах 350—500 °C происходит полное разложение соли. Этую стадию можно условно разделить на две. Первая соответствует потере лигандов, координированных к иридию, с образованием металлического иридия в смеси с оксидами рения, на второй происходит разложение оксидов рения с образованием смеси твердых растворов переменного состава. Подобные превращения солей с перренатными анионами были подробно изучены нами ранее в [32]. Разложение $[Ir(NH_3)_6](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ протекает при более высоких температурах, чем хлоридных или бромидных аналогов, что связано с некоординирующей природой пер-

Таблица 2

Кристаллоструктурные характеристики $[M(NH_3)_6](MoO_4)Cl \cdot 3H_2O$
($M = Co, Rh, Ru$)

M	Co	Ru	Rh
T, K	298(2)	150(2)	150(2)
$a, \text{\AA}$	18,408(2)	18,892(6)	18,6907(3)
$b, \text{\AA}$	8,672(1)	8,907(2)	8,8111(2)
$c, \text{\AA}$	8,661(1)	8,377(2)	8,3443(2)
$V, \text{\AA}^3$	1382,59	1409,6(7)	1374,19(5)
$d_{\text{выч}}, \text{г}/\text{см}^3$	1,972	2,133	2,197
$M-N, \text{\AA}$	1,964—1,972	2,113—2,126	2,070—2,076
$\angle N-M-N, \text{град.}$	88,9—90,6	88,54—91,22	89,12—91,14
$Mo-O, \text{\AA}$	1,753—1,760	1,777—1,787	1,763—1,777
$\angle O-Mo-O, \text{град.}$	107,7—111,6	108,29—111,43	108,31—111,43
Ссылка	[24]	[1, № 425256]	[23]

* Пр. группа $Pnma$, $Z = 4$.

рената. Если $[Ir(NH_3)_6]Cl_3$ (см. рис. 3) разлагается практически в одну стадию, то разложение бромида $[Ir(NH_3)_6]Br_3$ протекает в три стадии, которые можно описать следующей схемой: $[Ir(NH_3)_6]Br_3 \rightarrow [Ir(NH_3)_3Br_3] \rightarrow Ir$, однако эти стадии накладываются на восстановление иридия координированными молекулами аммиака [33].

[Ru(NH₃)₆](MoO₄)Cl·3H₂O. Из синтезированного продукта был отобран монокристалл удовлетворительного совершенства с размерами $0,14 \times 0,12 \times 0,06$ мм. Его исследование проведено на автоматическом дифрактометре Bruker X8 APEX (MoK_α-излучение, графитовый монохроматор, область углов θ от 2,66 до 32,97°, 10175 экспериментальных и 2782 независимых отражений, $R_{\text{шт}} = 0,0475$) при $T = 150(2)$ К. Структура уточнена в анизотропном приближении. Атомы Н частично локализованы экспериментально, а частично заданы геометрически. Все расчеты выполнены по комплексу программ SHELXTL [34]. При окончательном полноматричном уточнении 100 структурных параметров значения факторов расходимости составили: $R_1 = 0,0533$, $wR_2 = 0,0653$, для 2136 отражений с $I \geq 2\sigma(I)$ $R_1 = 0,0325$, $wR_2 = 0,0610$, S -фактор по $F^2 = 1,030$. Кристаллографические характеристики, основные межатомные расстояния и валентные углы даны в табл. 2. Рентгеноструктурные характеристики $[Ru(NH_3)_6](MoO_4) \times Cl \cdot 3H_2O$ депонированы в ICSD [1] под № 425256.

В построении кристаллической структуры (рис. 4) участвуют комплексные катионы $[Ru(NH_3)_6]^{3+}$, анионы MoO_4^{2-} и Cl^- , а также молекулы кристаллизационной воды. В работе

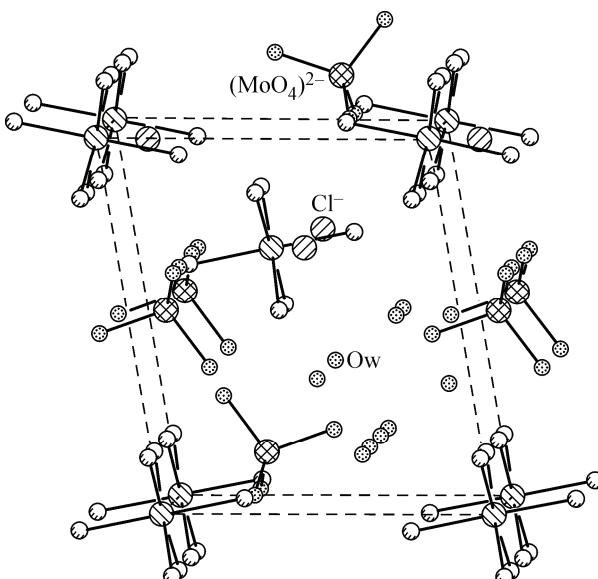


Рис. 4. Схема взаимного расположения фрагментов в кристаллических структурах $[M(NH_3)_6](MoO_4)Cl \cdot 3H_2O$ ($M = Co, Rh, Ru$).

Центральные атомы комплексных катионов следуют узлам искаженной ромбоэдрической решетки с параметрами $a_t \approx 7,7 \text{ \AA}$ и $\alpha_t \approx 109,5^\circ$. Атомы водорода не показаны

[23] был проведен анализ взаимного расположения комплексных катионов в изоструктурной соли $[\text{Rh}(\text{NH}_3)_6](\text{MoO}_4)\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Показано, что наиболее симметрична подрешетка образуется при пересечении семейств плоскостей {2 1 0}, {2 0 1} и {0 1 1}. Подрешетка построена на векторах: $\mathbf{a}_t = \mathbf{a}/4 + \mathbf{b}/2 - \mathbf{c}/2$, $\mathbf{b}_t = \mathbf{a}/4 - \mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$, $\mathbf{c}_t = -\mathbf{a}/4 + \mathbf{b}/2 + \mathbf{c}/2$. В нашем случае параметры подъячейки: $a_t = b_t = c_t = 7,73 \text{ \AA}$, $\alpha_t = 114,3^\circ$, $\beta_t = 109,6^\circ$, $\gamma_t = 104,6^\circ$, что позволяет рассматривать ее как искаженную ромбоэдрическую с $\langle a_t \rangle = 7,73 \text{ \AA}$ и $\langle \alpha_t \rangle = 109,5^\circ$ (расчеты выполнены по программе [34]). Значение угла позволяет перейти к псевдообъемно-центрированной подъячейке с параметрами $a_t \approx 8,91 \text{ \AA}$ и $\alpha_t = 90^\circ$. Такой мотив взаимного расположения комплексных катионов действительно хорошо просматривается на рис. 4.

Авторы выражают благодарность ведущему инженеру-технологу Е.С. Викуловой и к.х.н. М.А. Ильину за помощь при проведении синтеза.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Inorganic Crystal Structure Database*, ICSD, Release 2008, Fashinformationszentrum Karlsruhe, D—1754 Eggenstein—Leopoldshafen, Germany, 2008.
2. *Powder Diffraction File*. PDF-2/Release 2009 // International Centre for Diffraction Data. – USA, 2009.
3. *Allen F.H.* // *Acta Crystallogr.* – 2002. – **B58**, N 3-1. – P. 380 – 388.
4. *Keel A.Y., Rambo R.P., Batey R.T., Kieft J.S.* // *Structure.* – 2007. – **15**. – P. 761 – 772.
5. *Kazantsev A.V., Krivenko A.A., Harrington D.J., Holbrook R., Adams P.D.* // *Proc. Nat. Acad. Sci.* – 2005. – **102**, N 38. – P. 13392 – 13397.
6. *Cruse W., Saludjian P., Neuman A., Prangé T.* // *Acta Crystallogr.* – 2001. – **D57**. – P. 1609 – 1613.
7. *Gorol M., Mösch-Zanetti N.C., Noltemeyer M., Roesky H.W.* // *Z. Anorg. Allg. Chem.* – 2000. – **626**. – S. 2318 – 2324.
8. *Reynolds P.A., Delfs C.D., Figgis B.N., Engelhardt L.M., Moubaraki B., Murray K.S.* // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, Inorg. Chem. – 1992. – P. 2029 – 2032.
9. *Patel H., Bajaj H.C., Jasra R.V.* // *J. Nanopart. Res.* – 2008. – **10**. – P. 625 – 632.
10. *Kimura T., Sakurai T.* // *J. Solid State Chem.* – 1980. – **34**. – P. 369 – 376.
11. *Filatov E.Yu., Yusenko K.V., Vikulova E.S., Plyusnin P.E., Shubin Yu.V.* // *Z. Kristallogr.* – 2009. – **30**, Suppl. – S. 263 – 268.
12. *Храненко С.П., Быкова Е.А., Алексеев А.В., Тютюнник А.П., Громилов С.А.* // Журн. структур. химии. – 2012. – **53**, № 3. – С. 527 – 533.
13. *Громилов С.А., Коренев С.В., Байдина И.А., Корольков И.В., Юсенко К.В.* // Журн. структур. химии. – 2002. – **43**, № 3. – С. 527 – 533.
14. *Коренев С.В., Венедиктов А.Б., Шубин Ю.В., Громилов С.А., Юсенко К.В.* // Журн. структур. химии. – 2003. – **44**, № 1. – С. 58 – 73.
15. *Юсенко К.В., Громилов С.А., Байдина И.А., Корольков И.В., Коренев С.В.* // Журн. структур. химии. – 2005. – **46**, № 1. – С. 111 – 117.
16. *Armentano D., Martínez-Lillo J.* // *Inorg. Chim. Acta.* – 2012. – **308**. – P. 118 – 134.
17. *Корольков И.В., Губанов А.И., Громилов С.А.* // Журн. структур. химии. – 2005. – **46**, № 3. – С. 492 – 500.
18. *Корольков И.В., Громилов С.А., Юсенко К.В., Байдина И.А., Коренев С.В.* // Журн. структур. химии. – 2005. – **46**, № 6. – С. 1095 – 1102.
19. *Юсенко К.В., Корольков И.В., Громилов С.А., Коренев С.В.* // Журн. структур. химии. – 2007. – **48**, № 2. – С. 385 – 388.
20. *Корольков И.В., Губанов А.И., Юсенко К.В., Байдина И.А., Громилов С.А.* // Журн. структур. химии. – 2007. – **48**, № 3. – С. 530 – 536.
21. *Galsbol F., Hansen S.K., Simonsen K.* // *Acta Chim. Scand.* – 1990. – **44**. – P. 796 – 801.
22. *Байдина И.А., Филатов Е.Ю., Макотченко Е.В., Смоленцев А.И.* // Журн. структур. химии. – 2012. – **53**, № 1. – С. 117 – 123.
23. *Храненко С.П., Быкова Е.А., Алексеев А.В., Тютюнник А.П., Громилов С.А.* // Журн. структур. химии. – 2012. – **53**, № 3. – С. 527 – 533.
24. *Sharma R.P., Bala R., Sharma R., Venugopalan P.* // *J. Coord. Chem.* – 2004. – **57**. – P. 1563 – 1569.
25. *Larson A.C., Von Dreele R.B.* // "GSAS" LANSCE, MS-H805, Los Alamos Natl. Lab. Los Alamos, NM 87545.

26. Юсенко К.В., Шуциарина Е.А., Громилов С.А. // Журн. структур. химии. – 2010. – **51**, № 5. – С. 963 – 969.
27. Favre-Nicolin V., Černý R. // J. Appl. Crystallogr. – 2002. – **35**. – Р. 734 – 743; <http://objcryst.sourceforge.net>.
28. Le Bail A. Structure Determination from Powder Diffraction Database (1994—2004), <http://www.crysal.org/iniref.html>.
29. Petříček V., Dušek M., Palatinus L. Jana2006. The crystallographic computing system. – Institute of Physics. – Praha, Czech Republic. – 2006; <http://www-xray.fzu.cz/jana/jana.html>.
30. Борисов С.В. // Журн. структур. химии. – 1986. – **27**, № 3. – С. 164 – 167.
31. Громилов С.А., Борисов С.В. // Журн. структур. химии. – 2003. – **44**, № 4. – С. 724 – 742.
32. Корольков И.В., Задесенец А.В. Громилов С.А., Юсенко К.В., Байдина И.А., Коренев С.В. // Журн. структур. химии. – 2006. – **47**, № 3. – С. 503 – 511.
33. Wendlandt W.W., Smith J.P. / The thermal properties of transition metal ammine complexes. – Amsterdam: ELSEVIER publ, 1976. – 235 р.
34. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. – 2008. – **A64**, N1. – Р. 112 – 122.
35. Громилов С.А., Быкова Е.А., Борисов С.В. // Кристаллография. – 2011. – **56**, № 6. – С. 1013 – 1018.