

УДК 542.91:546.96:548.737

**КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА НИТРОЗОТРИХЛОРОКОМПЛЕКСА
РУТЕНИЯ(II) $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$** © 2012 В.А. Емельянов^{1,2*}, И.А. Байдина¹, С.А. Громилов^{1,2}¹Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск²ГОУ ВПО Новосибирский государственный университет, Новосибирск

Статья поступила 25 апреля 2011 г.

Описана кристаллическая структура комплексного соединения $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Комплекс исследован методами ИК и ЯМР спектроскопии, рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа. Определены кристаллографические данные соединения $\text{H}_7\text{Cl}_3\text{NNaO}_5\text{Ru}$: $a = 6,648(2)$, $b = 8,216(7)$, $c = 10,063(3)$ Å, $\alpha = 89,75(6)$, $\beta = 70,96(2)$, $\gamma = 78,76(5)$, $V = 967,9(2)$ Å³, пр. гр. $P1$, $Z = 4$, $d_{\text{выч}} = 2,165$ г/см³.

Ключевые слова: рутений, нитрозокомплексы, хлорокомплексы, рентгеноструктурный анализ, кристаллохимия.

ВВЕДЕНИЕ

Нитрозохлоридные комплексы играют одну из главных ролей в действующей нитритной технологии извлечения и аффинажа рутения и являются наиболее распространенными стартовыми объектами для синтеза самых разных производных нитрозорутения. Чаще всего в синтезах используют калиевую или аммониевую соли нитрозопентахлорорутенат-аниона [1—5], которые легко и с хорошим выходом могут быть получены из трихлорида рутения [6]. Однако эти соли нерастворимы в органических растворителях и в тех случаях, когда реакции проводят в неводных средах, исходным соединением рутения, как правило, служит нитрозотрихлорокомплекс $\text{RuNOCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [7—12]. Способность этанольного раствора этого соединения легко реагировать со многими органическими лигандами с образованием стабильных незаряженных комплексов $[\text{RuNOL}_2\text{Cl}_3]$ была отмечена еще в 1966 г. Фэри и Ирвингом [13]. Авторы этой работы с удивлением констатировали, что вместо нитрозотрихлорида рутения для синтезов можно использовать растворимую в этаноле натриевую соль нитрозопентахлорорутенат-иона, в то время как ни калиевая, ни аммониевая соли не реагируют с большинством лигандов. Поскольку растворение нитрозопентахлорорутената натрия в спирте сопровождается отделением некоторого количества NaCl , авторы предположили, что в процессе этого растворения исходный комплекс разрушается, а в раствор переходит сольватированный нитрозотрихлорид рутения.

В работах [14, 15] мы исследовали нитрозопентахлорорутенат натрия, получаемый по стандартной методике, и установили, что он, как правило, является смесью $\text{Na}_2[\text{RuNOCl}_5] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ и продуктов его аквафикации $\text{Na}[\text{RuNOCl}_4(\text{H}_2\text{O})] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и NaCl . Состав и строение комплексных соединений были определены нами методами РСА, ТГА и ИК спектроскопии. В современной литературе имеется еще несколько работ, описывающих структуры различных солей анионов $[\text{RuNOCl}_5]^{2-}$ [16—18], $[\text{RuNOCl}_4(\text{H}_2\text{O})]^-$ [18—20] и $[\text{RuNOCl}_4(\text{OH})]^{2-}$ [18, 21]. Информация о строении продукта следующей ступени аквафикации — нитрозотрихлорокомплекса рутения ограничивается сведениями об измерениях его молекулярной массы. На основании этих измере-

* E-mail: eva@niic.nsc.ru

ний сделаны выводы о том, что соединение RuNOCl₃·H₂O является димером [22], а RuNOCl₃·5H₂O — мономером [23].

Целью настоящей работы являлось исследование строения нитрозотрихлорокомплекса рутения, образующегося в ходе процесса акватации натриевой соли нитрозотетрахлороакварутенат-иона.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Дигидрат нитрозогидроксотрихлороакварутената натрия получен нами по следующей методике. Водный раствор Na[RuNOCl₄(H₂O)]·2H₂O, синтезированного как описано в [15], несколько раз испарили досуха на водяной бане, каждый раз восстанавливая первоначальный объем раствора водой. Твердый остаток растворили в ацетоне, раствор профильтровали и испарили на воздухе до минимального объема. Образовавшийся осадок, содержащий по данным РФА в основном исходный комплекс, отделили фильтрованием. Фильтрат испарили, а твердый остаток растворили в минимальном количестве воды. В результате медленного испарения полученного раствора на воздухе образовались красные кристаллы продукта, исследованные нами рядом физико-химических методов.

Рентгеноструктурный анализ проведен на автоматическом дифрактометре Enraf Nonius CAD-4 (MoK_α-излучение, графитовый монохроматор, область углов θ от 2,53 до 24,96°, 1756 экспериментальных отражений) при комнатной температуре. Кристаллографические данные: H₇Cl₃NNaO₅Ru: *a* = 6,648(2), *b* = 8,216(7), *c* = 10,063(3) Å, α = 89,75(6), β = 70,96(2), γ = 78,76(5), *V* = 967,9(2) Å³, пр. гр. *P*1, *Z* = 4, *d*_{выч} = 2,165 г/см³. Структура решена прямым методом и уточнена в анизотропном (изотропном — для атомов H) приближении. Атомы H частично локализованы и частично заданы геометрически. При окончательном полноматричном уточнении 233 структурных параметров значения факторов расходимости составили: *R*₁ = 0,0460, *wR*₂ = 0,0993, для 1433 отражений с *I* ≥ 2σ(*I*) *R*₁ = 0,0357, *wR*₂ = 0,0960, *S*-фактор по *F*² — 0,937. Все расчеты выполнены по комплексу программ SHELX-97 [24]. Координаты базисных атомов, изотропные (эквивалентные) тепловые факторы, основные межатомные расстояния и валентные углы приведены в табл. 1, 2.

Рентгенографическое исследование проведено на дифрактометре ДРОН-УМ1 (*R* = 192 мм, CuK_α-излучение, Ni-фильтр, детектор сцинтилляционный с амплитудной дискриминацией). После измельчения в среде гептана до кристаллитов размером до 100 мкм порошок наносили тонким слоем на гладкую сторону стандартной кварцевой кюветы. Все обнаруженные рефлексы были проиндексированы согласно параметрам элементарной моноклинной ячейки, измерен-

Т а б л и ц а 1

Координаты атомов и эквивалентные параметры атомных смещений для Na[RuNOCl₃(H₂O)OH]·2H₂O

Атом	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	<i>U</i> _{экв} , Å ²	Атом	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	<i>U</i> _{экв} , Å ²
Ru(1)	0,04065(19)	0,64417(16)	0,98433(14)	0,0307(7)	O(20)	-0,051(5)	0,662(4)	0,8056(19)	0,062(9)
Ru(2)	-0,2150(2)	1,21681(17)	0,46158(14)	0,0306(8)	O(30)	-0,533(3)	1,240(2)	0,605(2)	0,041(5)
Na(1)	-0,399(3)	0,844(3)	0,779(2)	0,115(6)	O(40)	-0,142(5)	1,197(4)	0,642(3)	0,056(7)
Na(2)	-0,810(3)	1,520(3)	0,547(2)	0,124(7)	N(2)	-0,289(4)	1,230(4)	0,312(3)	0,039(7)
Cl(1)	0,0636(17)	0,3607(12)	0,9575(14)	0,051(3)	O(2)	-0,338(6)	1,243(5)	0,225(3)	0,068(9)
Cl(2)	-0,3317(17)	0,6791(15)	1,1078(12)	0,052(3)	N(1)	0,107(4)	0,620(3)	1,129(3)	0,031(7)
Cl(3)	0,0119(19)	0,9331(12)	0,9848(13)	0,056(3)	O(1)	0,166(6)	0,604(5)	1,236(3)	0,063(9)
Cl(4)	-0,2015(18)	0,9259(12)	0,4621(11)	0,047(3)	O(50)	-0,523(4)	1,084(3)	1,007(2)	0,051(7)
Cl(5)	0,1565(17)	1,1674(15)	0,3363(10)	0,045(2)	O(60)	-0,661(4)	1,799(3)	0,442(3)	0,045(6)
Cl(6)	-0,2446(18)	1,5098(13)	0,4894(12)	0,051(3)	O(70)	0,627(2)	0,352(2)	0,8871(15)	0,021(3)
O(10)	0,353(3)	0,593(2)	0,841(2)	0,030(5)	O(80)	-0,770(3)	1,0189(19)	0,6590(13)	0,026(4)

Межатомные расстояния (Å) и валентные углы (град.)

Расстояние	<i>d</i>	Расстояние	<i>d</i>	Расстояние	<i>d</i>
Ru(1)—N(1)	1,65(3)	Ru(2)—O(40)	2,03(3)	Na(1)...O(20)	2,59(3)
Ru(1)—O(10)	2,07(2)	Ru(2)—O(30)	2,107(18)	Na(1)...O(50)	2,83(3)
Ru(1)—O(20)	2,07(2)	Ru(2)—Cl(5)	2,331(11)	Na(1)...O(10)#1	2,83(3)
Ru(1)—Cl(1)	2,315(10)	Ru(2)—Cl(4)	2,374(11)	Na(1)...Cl(4)	3,15(2)
Ru(1)—Cl(3)	2,344(10)	Ru(2)—Cl(6)	2,386(11)	Na(2)...O(20)#2	2,70(3)
Ru(1)—Cl(2)	2,340(11)	N(2)—O(2)	1,03(4)	Na(2)...O(60)	2,75(3)
Ru(2)—N(2)	1,73(3)	N(1)—O(1)	1,26(4)	Na(2)...O(30)	2,84(3)
				Na(2)...Cl(6)#1	3,15(2)
Угол	ω	Угол	ω	Угол	ω
N(1)—Ru(1)—O(10)	97,3(11)	N(1)—Ru(1)—Cl(2)	93,2(9)	O(30)—Ru(2)—Cl(5)	169,4(6)
N(1)—Ru(1)—O(20)	176,8(13)	O(10)—Ru(1)—Cl(2)	167,9(6)	N(2)—Ru(2)—Cl(4)	91,5(10)
O(10)—Ru(1)—O(20)	84,1(9)	O(20)—Ru(1)—Cl(2)	85,2(8)	O(40)—Ru(2)—Cl(4)	87,1(9)
N(1)—Ru(1)—Cl(1)	90,9(9)	Cl(1)—Ru(1)—Cl(2)	89,8(4)	O(30)—Ru(2)—Cl(4)	85,6(6)
O(10)—Ru(1)—Cl(1)	84,1(5)	Cl(3)—Ru(1)—Cl(2)	90,7(5)	Cl(5)—Ru(2)—Cl(4)	89,9(4)
O(20)—Ru(1)—Cl(1)	86,4(10)	N(2)—Ru(2)—O(40)	177,1(14)	N(2)—Ru(2)—Cl(6)	93,7(10)
N(1)—Ru(1)—Cl(3)	96,0(9)	N(2)—Ru(2)—O(30)	95,9(10)	O(40)—Ru(2)—Cl(6)	87,5(9)
O(10)—Ru(1)—Cl(3)	94,1(5)	O(40)—Ru(2)—O(30)	81,5(9)	O(30)—Ru(2)—Cl(6)	90,0(6)
O(20)—Ru(1)—Cl(3)	86,8(9)	N(2)—Ru(2)—Cl(5)	93,9(9)	Cl(5)—Ru(2)—Cl(6)	93,6(4)
Cl(1)—Ru(1)—Cl(3)	173,1(5)	O(40)—Ru(2)—Cl(5)	88,6(8)	Cl(4)—Ru(2)—Cl(6)	173,5(4)

ным на отобранном монокристалле, что свидетельствует об однофазности полученного препарата.

ИК спектры поликристаллических образцов записаны на спектрофотометрах SPECORD IR-75 в области 3800—400 см⁻¹ и SPECORD M-80 в области 500—200 см⁻¹, в таблетках KBr и в виде суспензии в вазелиновом масле в кювете с полиэтиленовыми окнами соответственно. Спектры содержат следующие полосы (см⁻¹): валентных колебаний OH_{коорд} (3575), H₂O_{крист} (3435, 3290), H₂O_{коорд} (3000), N—O (1930, 1925), Ru—N (605), Ru—O (480, 470), Ru—Cl (346), деформационных колебаний H₂O (1675, 1600, 675), OH_{коорд} (850).

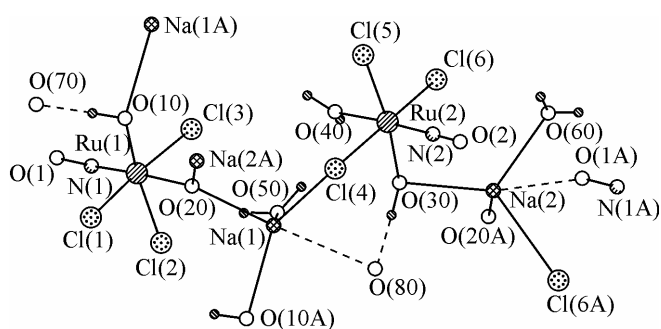
Спектр ЯМР ¹⁴N водного раствора комплекса регистрировали на спектрометре MSL-400 "Bruker" на частоте 28,91 Гц. В спектре наблюдается единственный сигнал с химическим сдвигом $\delta = -18,7$ м.д. относительно внешнего эталона (1 М NaNO₃).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

По данным РСА структурными единицами исследованного соединения являются нитрозотрихлорокомплексы рутения, катионы Na⁺ и молекулы кристаллизационной воды в соотношении Na:Ru:H₂O = 1:1:2.

В структуре две кристаллографически независимых комплексных частицы, имеющих искаженную октаэдрическую координацию с координационным узлом RuN(O)₂Cl₃. В экваториальной плоскости комплексов расположены 3 атома хлора и атом кислорода, в *транс*-положении ко второму атому кислорода находится координированная нитрозогруппа (рис. 1). Геометрические характеристики фрагмента Ru—N—O хорошо согласуются с данными для комплексов, содержащих устойчивую линейную группировку (RuNO)³⁺ [25]; отклонения валентных углов Ru—N—O от линейного не превышают 3°. Атомы Ru(1) и Ru(2) смещены из среднеквадратичных плоскостей экваториальных атомов в сторону нитрозогруппы на 0,18 и 0,14 Å соот-

Рис. 1. Фрагмент кристаллической структуры $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



ветственно. Валентные *цис*-углы при атоме Ru отклоняются от 90° на $0,9$ — $8,5^\circ$. Длины связей Ru—Cl изменяются в интервале $2,315$ — $2,386$ Å, их среднее значение составляет $2,348$ Å.

Все расстояния Ru—O лежат в пределах $2,03(2)$ — $2,10(2)$ Å, что практически совпадает с диапазоном, характерным для связей Ru—OH₂ ($2,04$ — $2,11$ Å). Однако комплексный нитрозотрихлорид рутения состава $[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})_2]$ имеет нулевой заряд, в то время как в структуре исследованного соединения присутствуют катионы натрия. Для компенсации положительного заряда катионов комплексной частице следует приписать единичный отрицательный заряд, что возможно в случае депротонирования одной из молекул координированной воды. Наличие в составе выделенного соединения как координированных молекул воды, так и координированных гидроксогрупп однозначно подтверждается данными ИК спектроскопии. Следовательно, его состав может быть выражен формулой $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Ближайшее окружение двух кристаллографически независимых катионов Na^+ — искаженное тетраэдрическое и соответствует формуле NaO_3Cl . Оно образовано атомом хлора ($\text{Na—Cl}_{\text{cp}} = 3,158$ Å) и тремя атомами кислорода, два из которых координированы к рутению, а третий принадлежит кристаллизационной молекуле воды O(50) или O(60). Все расстояния Na—O укладываются в интервал $2,626$ — $2,838$ Å. Координированные молекулы воды и гидроксогруппы выполняют роль своеобразных мостиков (см. рис. 1), связывая в структуре катионы Na^+ и комплексные анионы $[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}]^-$, при этом кратчайшие расстояния Ru—Na $4,034$ — $4,220$ Å.

В кристалле есть еще две молекулы кристаллизационной воды O(70) и O(80), которые непосредственно не участвуют в координации Ru и Na, но участвуют в образовании водородных связей между координированными атомами кислорода и молекулами воды, входящими в окружение Na, т.е. также связывают ионы в кристалле. Для этих водородных связей оценки расстояний O—O лежат в интервале $2,65$ — $2,78$ Å. Таким образом, в структуре имеются две пары неэквивалентных молекул кристаллизационной воды, различающихся характером взаимодействия с ближайшими соседями.

Ближайшие расстояния между центрами комплексных анионов Ru—Ru лежат в интервале $5,928$ — $6,648$ Å. Для анализа мотива взаимного расположения комплексных анионов мы использовали метод трансляционных подрешеток, предложенный в [26]. Он основан на анализе дифрактограммы поликристаллов. В этом анализе необходимо найти три наиболее интенсивных и некопланарных отражения с индексами Миллера, составляющими матрицу с детерминантом, равным числу комплексов в элементарной ячейке (Z), т.е. в нашем случае — 2. Этому требованию удовлетворяет тройка отражений: 0-11, 100 и 011. Взаимное расположение семейств плоскостей (0-11) и (011) показано на рис. 2. Вектора подрешетки выражаются через вектора исходной элементарной ячейки как: $\mathbf{a}_k =$

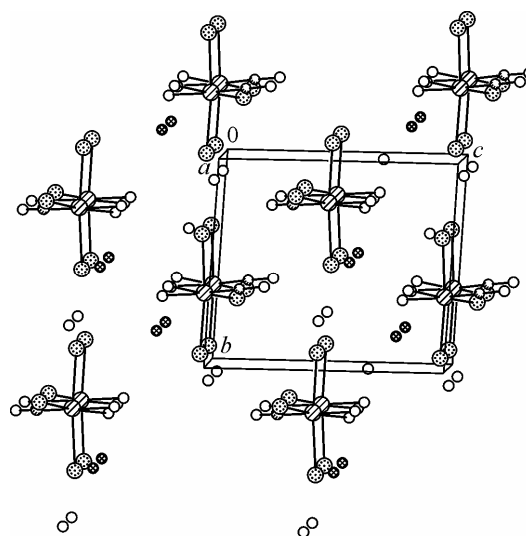


Рис. 2. Упаковка структуры $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в направлении оси x

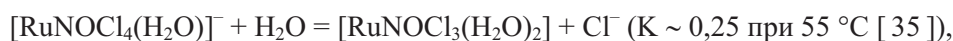
$= -b/2 + c/2$, $b_k = a$, $c_k = b/2 + c/2$. Подъячейка достаточно изометричная, ее метрики: $a_k = 6,48$, $b_k = 6,65$, $c_k = 6,51$ Å, $\alpha_k = 68,0$, $\beta_k = 78,5$, $\gamma_k = 82,5^\circ$.

Рентгеноструктурный анализ не позволил определить точное расположение координированных к рутению молекулы воды и ОН-группы. Для ответа на этот вопрос мы проанализировали положения частоты $\nu(\text{NO})$ в ИК спектре комплекса и химсдвига $\delta(\text{NO})$ в спектре ЯМР ^{14}N его водного раствора, которые зависят от состава лиганда, находящегося в *транс*-позиции к NO [27, 28]. Для комплексов, содержащих нитрозогруппу в трансположении к H_2O , частоты $\nu(\text{NO})$ в ИК спектре находятся в интервале $1900\div 1935$ cm^{-1} [15, 19, 27, 29, 30]; в *транс*-положении к OH^- — в интервале $1845\div 1893$ cm^{-1} [27, 31, 32]. Характерные для NO на *транс*-координате $\text{ON}-\text{Ru}-\text{OH}_2$ химсдвиги $\delta(\text{NO})$ в спектре ЯМР ^{14}N лежат в узкой области $-17\div -21$ м.д.; на *транс*-координате $\text{ON}-\text{Ru}-\text{OH}$ — в области $-34\div -42$ м.д. [27, 33, 34]. Поскольку в спектрах синтезированного нами соединения найдены значения $\nu(\text{NO}) = 1930$ cm^{-1} , а $\delta(\text{NO}) = -18,7$ м.д., можно заключить, что оба метода указывают на то, что в *транс*-положении к NO-группе находится координированная молекула воды.

Таким образом, нами установлено, что в результате многократной перекристаллизации соединения $\text{Na}[\text{RuNOCl}_4(\text{H}_2\text{O})] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ образуется новый комплекс состава $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Показано, что комплексные анионы $[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}]^-$ имеют мономерное строение, а молекула воды находится в *транс*-положении к нитрозогруппе. Суммарно протекающий процесс может быть описан следующим уравнением:



По сути, в растворе реализуются два последовательных равновесия:



Константы гомогенных равновесий невелики, однако на ход этого процесса существенное влияние оказывает возможность удаления продуктов из раствора. По всей видимости, растворимость $\text{Na}[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})\text{OH}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ заметно меньше, чем у $[\text{RuNOCl}_3(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, вследствие чего перекристаллизация смещает равновесие в сторону депротонированной формы. Испарение растворов досуха приводит к удалению хлороводорода, что способствует дальнейшему смещению этих двух равновесий и более глубокой акватации тетрахлоорокомплекса при добавлении новых порций растворителя.

Авторы выражают благодарность Н.И. Алферовой и С.В. Ткачеву за регистрацию ИК и ЯМР спектров соответственно.

Работа выполнена в рамках Госконтракта № 02.740.11.0628.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Reese I., Preetz W. // Z. Anorg. Allg. Chem. – 1999. – **625**. – S. 1991.
2. Reese I., Preetz W. // Z. Anorg. Allg. Chem. – 2000. – **626**. – S. 645.
3. Bottomley F., Hahn E., Pickardt J. et al. // J. Chem. Soc. Dalt. Trans. – 1985. – N 11. – P. 2427.
4. Ефименко И.А., Курбакова А.П., Балакаева Т.А. и др. // Журн. неорганической химии. – 1991. – **36**, № 7. – С. 1765.
5. Shevyakova I.Yu., Zorina L.V., Khasanov S.S. et al. // J. Solid State Chem. – 2002. – **168**, N 3. – P. 514.
6. Емельянов В.А., Храненко С.П., Беляев А.В. // Журн. неорганической химии. – 2001. – **46**, № 3. – С. 404.
7. Souza D.H.F., Oliva G., Teixeira A., Batista A.A. // Polyhedron. – 1995. – **14**, N 8. – P. 1031–1034.
8. Schultz A. J., Henry R. L., Reed J., Eisenberg R. // Inorg. Chem. – 1974. – **13**, N 3. – P. 732–736.
9. Ishiyama T., Matsumura T. // Bull. Chem. Soc. Jpn. – 1979. – **52**, N 12. – P. 619.
10. Townsend R.E., Coskran K.J. // Inorg. Chem. – 1971. – **10**, N 8. – P. 1661.
11. Wang H., Hagihara T., Ikezawa H. et al. // Inorg. Chim. Acta. – 2000. – **299**, N 1. – P. 80.
12. Fergusson J.E., Page C.T. // Aust. J. Chem. – 1976. – **29**, N 10. – P. 2159.
13. Fairy M.B., Irving R.J. // J. Amer. Chem. Soc. – 1966. – **18**, N 5. – P. 475.
14. Емельянов В.А., Громилов С.А., Байдина И.А. и др. // Журн. структурной химии. – 1999. – **40**, № 6. – С. 1091.

15. Емельянов В.А., Байдина И.А., Громилов С.А. и др. // Журн. структур. химии. – 2000. – **41**, № 3. – С. 567.
16. Veal J.T., Hodgson D.J. // Inorg. Chem. – 1972. – **11**, N 6. – P. 1420.
17. Ruedlinger M., Schefer J., Fischer P. et al. // J. Solid State Chem. – 1993. – **103**, N 1. – P. 170.
18. Емельянов В.А., Байдина И.А., Храненко С.П. и др. // Журн. структур. химии. – 2003. – **44**, № 1. – С. 48.
19. Невский Н.Н., Сеницын Н.М., Светлов А.А. // Журн. неорган. химии. – 1990. – **35**, № 5. – С. 1159.
20. Ходашова Т.С., Порай-Кошиц М.А., Сергиенко В.С. и др. // Журн. структур. химии. – 1972. – **13**, № 6. – С. 1105.
21. Балакаева Т.А., Анцышкина А.С., Езерницкая М.Г. и др. // Журн. неорган. химии. – 2001. – **46**, № 5. – С. 751.
22. Шусторович Е.М. // Журн. структур. химии. – 1963. – **4**, № 2. – С. 245.
23. Mercer E.E., Campbell W.M., Wallace Jr., Wallace R.M. // Inorg. Chem. – 1964. – **3**, N 7. – P. 1018.
24. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. – 2008. – **A64**, N 1. – P. 112.
25. Inorganic Crystal Structure Database, ICSD, Fachinformationszentrum Karlsruhe, D-1754 Eggenstein—Leopoldshafen, Germany, 2008.
26. Борисов С.В. // Журн. структур. химии. – 1986. – **27**, № 3. – С. 164.
27. Ильин М.А., Емельянов В.А., Беляев А.В. и др. // Журн. неорган. химии. – 2008. – **53**, № 7. – С. 1152.
28. Федотов М.А. // Изв. АН. Сер. химич. – 2003. – № 4. – С. 743.
29. Ильин М.А., Кабин Е.В., Емельянов В.А. и др. // Журн. структур. химии. – 2009. – **49**, № 2. – С. 341.
30. Кабин Е.В., Емельянов В.А., Воробьев В.А. и др. // Журн. неорган. химии. – 2011. – **56**. – в печати.
31. Mercer E.E., McAllister W.A., Durig J.R. // Inorg. Chem. – 1966. – **5**, N 11. – P. 1881.
32. Емельянов В.А., Громилов С.А., Байдина И.А. // Журн. структур. химии. – 2004. – **45**, № 5. – С. 923.
33. Федотов М.А., Беляев А.В. // Координац. химия. – 1991. – **17**, № 1. – С. 103.
34. Беляев А.В., Емельянов В.А., Храненко С.П., Федотов М.А. // Координац. химия. – 2001. – **27**, № 3. – С. 203.
35. Leroy A.F., Morris J.C. // J. Inorg. Nucl. Chem. – 1971. – **33**. – P. 3437.