

УДК 546.97:546.541-162.32

**КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА
[Rh(H₂O)₅Cl](C₇H₇O₃S)₂ И Cs[Rh(H₂O)₅NO₃](C₇H₇O₃S)₃·H₂O**

С.Н. Воробьева^{1,2}, И.А. Байдина¹, А.В. Беляев¹, И.В. Корольков^{1,2}, Н.И. Алферова¹

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

E-mail: shagab@ngs.ru

²Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, Россия

Статья поступила 25 ноября 2014 г.

С доработки — 11 февраля 2015 г.

Определены кристаллические структуры соединений состава [Rh(H₂O)₅Cl](C₇H₇O₃S)₂ (**I**) и Cs[Rh(H₂O)₅NO₃](C₇H₇O₃S)₃·H₂O (**II**). Кристаллографические данные для **I**: $a = 10,063(10)$, $b = 7,771(8)$, $c = 13,524(15)$ Å, $\beta = 100,44(3)^\circ$, пространственная группа $P2_1$, $Z = 2$, $d_{\text{выч}} = 1,823$ г/см³; для **II**: $a = 16,221(3)$, $b = 9,646(19)$, $c = 21,307(4)$ Å, $\beta = 92,06(3)^\circ$, пространственная группа $P2_1$, $Z = 8$, $d_{\text{выч}} = 1,833$ г/см³. Соединения охарактеризованы методами ИК спектроскопии и РФА. Атомы родия имеют искаженно октаэдрическое окружение, включающее пять атомов кислорода координированных молекул воды и один хлорид-ион (**I**)/атом кислорода нитрат-иона (**II**) с расстояниями: Rh—O_{H₂O} 1,993—2,075 и Rh—Cl 2,270 Å для **I**, Rh—O_{H₂O} 1,996—2,031 и Rh—O_{NO₃} 1,990 Å для **II**.

DOI: 10.15372/JSC20150823

Ключевые слова: родий, ацидопентааквакомплексы, координационные соединения, кристаллическая структура.

Состав, геометрическое строение, константы образования и взаимопревращений аквахлоридных комплексов родия(III) в растворе детально изучены в работах [1—4]. Однако на данный момент из девяти членов ряда [Rh(H₂O)_xCl_{6-x}]^{3-x} ($x = 0—5$) выделены в кристаллическую фазу и охарактеризованы только три, а именно: [RhCl₆]³⁻ [5—8], [Rh(H₂O)Cl₅]²⁻ [9, 10] и [Rh(H₂O)₂Cl₄]⁻ [11]. Таким образом, интерес представляет получение и выделение в кристаллическую фазу комплексных форм аквахлоридов родия с числом координированных молекул воды больше двух с целью изучения влияния числа молекул воды в координационной сфере родия на кристаллографические характеристики связи Rh—Cl.

Данные о кристаллических фазах, содержащих акванитратные комплексы родия(III), в литературе отсутствуют, поэтому выделение в кристаллическую фазу соединения, содержащего любой комплексный ион [Rh(H₂O)_x(NO₃)_{6-x}]^{3-x} ($x = 0—5$), представляет существенный фундаментальный интерес.

Целью работы было получение и кристаллохимическое изучение твердых фаз [Rh(H₂O)₅Cl]×(C₇H₇O₃S)₂ и Cs[Rh(H₂O)₅NO₃](C₇H₇O₃S)₃·H₂O.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Темно-оранжевые кристаллы [Rh(H₂O)₅Cl](C₇H₇O₃S)₂ были получены изопиестированием водного раствора сульфата родия(III) [12] и *пара*-толуолсульфокислоты над раствором HCl:H₂O = 1:1 с последующим концентрированием при комнатной температуре. Кристаллы растворимы в воде.

ИК спектры регистрировали на ИК Фурье спектрометре SCIMITAR FTS 2000 в таблетках KBr в интервале волновых чисел 400—4000 cm^{-1} .

Кристаллическая фаза $\text{Cs}[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}_3](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ была получена следующим способом: к раствору нитрата родия (1,8 ммоль Rh), приготовленному растворением гидроксида родия в азотной кислоте и упаренному до вязкой жидкости, добавили CsNO_3 в соотношении $\text{Rh:Cs} \sim 1:3$ и 0,32 г *пара*-толуолсульфокислоты. Концентрирование полученного раствора при комнатной температуре привело к образованию окрашенных в желто-оранжевый цвет пластинчатых кристаллов в вязкой жидкости.

В ИК спектрах I и II область 400–1500 cm^{-1} представлена частотами, относящимися к колебаниям атомов аниона *пара*-толуолсульфокислоты. Валентные колебания координированных молекул воды $\nu(\text{O}—\text{H})$ проявляются в виде широкой полосы с центром при 3068 cm^{-1} ; деформационные колебания δ 1601 cm^{-1} . Валентные колебания координированной нитратной группы в ИК спектре II $\nu_3(\text{N}—\text{O})$ 1293 и 1530; ν_1 1036 cm^{-1} .

Рентгенофазовый анализ поликристаллов проводили на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 (CuK_α -излучение, Ni-фильтр, диапазон 5–60° 2θ, шаг 0,03° 2θ, накопление 1 с). Образцы для исследования готовили следующим образом: поликристаллы истирали в агатовой ступке в присутствии гептана; полученную суспензию наносили на полированную сторону стандартной кварцевой кюветы; после высыхания гептана образец представлял собой тонкий ровный слой (толщина ~100 мкм).

Параметры элементарных ячеек и экспериментальные интенсивности для расшифровки кристаллических структур I и II измерены при 296 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре Bruker-Nonius X8 Apex, оснащенном двухкоординатным CCD-детектором (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор). Кристаллографические характеристики исследованных соединений и параметры эксперимента приведены в табл. 1. Структуры расшифрованы прямым методом и уточнены в анизотропно-изотропном (для H) приближении. Почти все атомы водорода в структурах локализованы. Основные величины межатомных расстояний и валентных углов приведены в табл. 2. Все расчеты выполнены по комплексу программ SHELX-97 [13]. Координаты базисных атомов депонированы в Кембриджском банке структурных данных под номерами I № 1022693 и II № 1022692.

Дифрактограммы соединений I и II были проиндцированы по теоретическим дифрактограммам соответствующих монокристаллов. В обоих случаях на экспериментальных дифрактограммах в диапазоне углов 5–6,6° присутствует три непроиндцированных пика малой интенсивности, что свидетельствует о наличии в порошковых образцах некоторого количества примесей.

ОПИСАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР И ВЫВОДЫ

Состав исследованных соединений уточнен в процессе расшифровки их кристаллических структур. Оба кристалла принадлежат к моноклинной сингонии и кристаллизуются в нецентральносимметричной P_1 пространственной группе.

Структура соединения I построена из комплексных катионов $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^{2+}$ и анионов *пара*-толуолсульфокислоты $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S}^-$, строение ионов с нумерацией атомов показано на рис. 1. Катион родия имеет искаженно-октаэдрическое окружение, образованное пятью молекулами координированной воды и атомом хлора. Расстояния Rh— O_w лежат в интервале 1,993–2,074 Å, причем длина связи Rh— O_w , находящейся в *транс*-положении к хлорид-иону, на 0,06 Å больше среднего значения (2,015 Å) длин экваториальных связей. Длина связи Rh—Cl в исследованном соединении составляет 2,270 Å, что несколько короче величин, обычно наблюдаемых для хлоридных комплексов родия. Сравнение описанной структуры с ранее изученными хлоридами и аквахлоридами родия [5–10] позволяет сделать вывод о некотором уменьшении расстояния Rh—Cl в $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_2$ по сравнению с таковым для $[\text{RhCl}_6]^{3-}$ (ср. 2,34 Å) [5–8], но близком к расстоянию Rh—Cl в $[\text{RhCl}_5(\text{H}_2\text{O})]^{2-}$ [9, 10] в *транс*-положении к молекуле координированной воды, которое составляет 2,28 Å. Отклонения валентных углов в октаэдре родия

Таблица 1

Кристаллографические данные и параметры дифракционного эксперимента

Комплекс	[Rh(H ₂ O) ₅ Cl](C ₇ H ₇ O ₃ S) ₂ (I)	Cs[Rh(H ₂ O) ₅ NO ₃](C ₇ H ₇ O ₃ S) ₃ ·H ₂ O (II)
Стехиометрическая формула	C14H24ClN0O11RhS2	C10.50H16.50Cs0.50N0.50O9Rh0.50S1.50
Молекулярный вес	570,81	459,74
Температура, К	296(2)	296(2)
Сингония	Моноклинная	Моноклинная
Пространственная группа	<i>P</i> 2 ₁	<i>P</i> 2 ₁
Параметры ячейки <i>a</i> , <i>b</i> , <i>c</i> , Å;	10,0628(10), 7,7709(8), 13,5240(15);	16,221(3), 9,6456(19), 21,307(4);
β, град.	100,445(3)	92,06(3)
Объем, Å ³	1040,01(19)	3331,4(11)
<i>Z</i>	2	8
Плотность (расчетная), г/см ³	1,823	1,833
Коэффициент поглощения, мм ⁻¹	1,205	1,853
<i>F</i> (000)	580	1832
Размер кристалла, мм	0,22×0,17×0,15	0,30×0,10×0,08
Диапазон сбора данных по θ, град.	от 2,06 до 33,14	от 0,96 до 30,71
Диапазон <i>h</i> , <i>k</i> , <i>l</i>	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 8, -10 ≤ <i>k</i> ≤ 11, -19 ≤ <i>l</i> ≤ 20	-23 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -13 ≤ <i>k</i> ≤ 13, -30 ≤ <i>l</i> ≤ 29
Число измер. / независ. рефлексов	11587 / 7282 [<i>R</i> (int) = 0,0319]	37464 / 20452 [<i>R</i> (int) = 0,0341]
Полнота сбора данных по θ = 25,25°, %	99,9	99,8
Макс. и мин. пропускание	0,8399 и 0,7775	0,8659 и 0,6064
Метод уточнения	Полноматричный МНК по <i>F</i> ²	Полноматричный МНК по <i>F</i> ²
Число рефлексов / о гр. / параметров	7282 / 16 / 368	20452 / 37 / 891
<i>S</i> -фактор по <i>F</i> ²	1,066	1,040
<i>R</i> -фактор [<i>I</i> > 2σ(<i>I</i>)]	<i>R</i> 1 = 0,0233, <i>wR</i> 2 = 0,0587	<i>R</i> 1 = 0,0322, <i>wR</i> 2 = 0,0712
<i>R</i> -фактор (все данные)	<i>R</i> 1 = 0,0275, <i>wR</i> 2 = 0,0609	<i>R</i> 1 = 0,0433, <i>wR</i> 2 = 0,0746
Параметр абсолютности структуры	0,52(4)	0,178(11)
Коэффициент экстинкции	0,0006(5)	0,00030(7)
Макс. и мин. остаточной эл. плотности, е/Å ³	0,639 и -0,946	1,041 и -1,037

от идеальных 90 и 180° не превышают 5,2°. Внутримолекулярные контакты Cl...H—O в октаэдре имеют оценки 2,68—2,93 Å.

В структуре два кристаллографически независимых аниона C₇H₇O₃S⁻, расстояния S—O в них меняются в пределах 1,446—1,495 (ср. 1,463) Å, длины связей S—C_{Me} равны и составляют 1,767 Å. Валентные углы на атомах серы варьируют в пределах 105—113°. Бензольные кольца в каждом анионе развернуты (разупорядочены) по двум позициям, углы разворота между плоскостями разупорядоченных колец имеют оценки 61° (для S1) и 82° (для S2), средние значения связей C—C и C—C_{Me} в *para*-толуолсульфонатных анионах равны 1,384 и 1,515 Å соответственно.

Проекция структуры **I** вдоль оси *Y* приведена на рис. 2, структура носит слоистый характер, чередующиеся слои катионов и анионов перпендикулярны оси *Z*. В кристалле комплексные катионы родия связаны между собой и с анионами водородными связями, в которых участвуют все координированные молекулы воды катиона. Межмолекулярные связи типа O—H...Cl имеют оценки расстояний O...Cl 3,23—3,58 Å, оценки многочисленных связей O—H...O_{ts} лежат

Таблица 2

Основные межатомные расстояния (\AA) и углы (град.)

$[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_2$ (I)					
Rh(1)—O(4)	1,993(5)	O(4)—Rh(1)—O(2)	94,90(6)	O(2)—Rh(1)—O(5)	90,6(2)
Rh(1)—O(2)	2,009(5)	O(4)—Rh(1)—O(3)	87,4(2)	O(3)—Rh(1)—O(5)	88,0(2)
Rh(1)—O(3)	2,030(5)	O(2)—Rh(1)—O(3)	177,3(2)	O(1)—Rh(1)—O(5)	86,9(2)
Rh(1)—O(1)	2,028(5)	O(4)—Rh(1)—O(1)	174,8(2)	O(4)—Rh(1)—Cl(1)	89,70(16)
Rh(1)—O(5)	2,0746(11)	O(2)—Rh(1)—O(1)	89,6(2)	O(2)—Rh(1)—Cl(1)	89,79(14)
Rh(1)—Cl(1)	2,2700(4)	O(3)—Rh(1)—O(1)	88,08(5)	O(3)—Rh(1)—Cl(1)	91,63(16)
		O(4)—Rh(1)—O(5)	90,5(2)	O(1)—Rh(1)—Cl(1)	92,90(15)
				O(5)—Rh(1)—Cl(1)	179,58(8)
$\text{Cs}[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}_3](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (II)					
Rh(1)—O(1N2)	1,992(3)	O(31)—Cs(1)#2	3,188(3)	O(11)—Cs(2)#1	3,260(3)
Rh(1)—O(5)	1,996(3)	O(32)—Cs(1)#2	3,751(5)	O(12)—Cs(2)	3,573(3)
Rh(1)—O(1)	2,005(3)	O(33)—Cs(1)	3,660(3)	O(13)—Cs(2)#1	3,554(4)
Rh(1)—O(2)	2,019(3)	O(42)—Cs(1)#2	3,283(3)	O(13)—Cs(2)	3,745(4)
Rh(1)—O(4)	2,023(3)	O(1N1)—Cs(1)#2	3,338(3)	O(22)—Cs(2)#1	3,311(3)
Rh(1)—O(3)	2,023(3)	O(2N1)—Cs(1)#2	3,145(4)	O(63)—Cs(2)	3,259(4)
Rh(2)—O(1N1)	1,987(3)	O(2N1)—Cs(1)	3,189(4)	O(1N2)—Cs(2)#1	3,291(3)
Rh(2)—O(6)	2,008(3)	O(3N1)—Cs(1)	3,351(4)	O(2N2)—Cs(2)#1	3,122(4)
Rh(2)—O(10)	2,013(3)	O(32)—Cs(1)	3,693(5)	O(2N2)—Cs(2)	3,192(4)
Rh(2)—O(9)	2,019(3)	O(52)—Cs(1)	3,196(4)	O(3N3)—Cs(2)	3,304(4)
Rh(2)—O(7)	2,026(3)	Cs(1)—O(1W)	3,258(4)	Cs(2)—O(2W)	3,210(4)
Rh(2)—O(8)	2,031(3)	O(1N2)—Rh(1)—O(5)	96,77(12)	O(6)—Rh(2)—O(9)	88,47(13)
N(1)—O(3N1)	1,211(6)	O(1N2)—Rh(1)—O(1)	84,29(11)	O(10)—Rh(2)—O(9)	177,36(11)
N(1)—O(2N1)	1,227(5)	O(5)—Rh(1)—O(1)	88,75(13)	O(1N1)—Rh(2)—O(7)	96,92(12)
N(1)—O(1N1)	1,319(4)	O(1N2)—Rh(1)—O(2)	85,20(11)	O(6)—Rh(2)—O(7)	174,62(12)
N(2)—O(3N3)	1,214(6)	O(5)—Rh(1)—O(2)	176,91(11)	O(10)—Rh(2)—O(7)	94,78(13)
N(2)—O(2N2)	1,226(5)	O(1)—Rh(1)—O(2)	89,08(12)	O(9)—Rh(2)—O(7)	86,52(12)
N(2)—O(1N2)	1,332(4)	O(1N2)—Rh(1)—O(4)	172,87(13)	O(1N1)—Rh(2)—O(8)	174,44(13)
		O(5)—Rh(1)—O(4)	86,26(13)	O(6)—Rh(2)—O(8)	89,96(12)
		O(1)—Rh(1)—O(4)	89,34(12)	O(10)—Rh(2)—O(8)	85,62(13)
		O(2)—Rh(1)—O(4)	91,52(12)	O(9)—Rh(2)—O(8)	92,13(12)
		O(1N2)—Rh(1)—O(3)	95,96(12)	O(7)—Rh(2)—O(8)	88,24(12)
		O(5)—Rh(1)—O(3)	95,79(14)		
		O(1)—Rh(1)—O(3)	175,39(13)	O(3N1)—N(1)—O(2N1)	125,5(4)
		O(2)—Rh(1)—O(3)	86,35(13)	O(3N1)—N(1)—O(1N1)	119,6(4)
		O(4)—Rh(1)—O(3)	90,13(12)	O(2N1)—N(1)—O(1N1)	114,8(4)
		O(1N1)—Rh(2)—O(6)	84,71(11)	O(3N3)—N(2)—O(2N2)	124,9(4)
		O(1N1)—Rh(2)—O(10)	95,96(13)	O(3N3)—N(2)—O(1N2)	120,1(4)
		O(6)—Rh(2)—O(10)	90,14(14)	O(2N2)—N(2)—O(1N2)	115,0(4)
		O(1N1)—Rh(2)—O(9)	86,15(11)		

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

в интервале 2,68—3,11 \AA (для расстояний O...O). Кратчайшее расстояние между центрами комплексных катионов Rh...Rh в структуре составляет 5,836 \AA .

Кристаллическая структура соли II относится к островному типу, построена из комплексных нитратопентааквакатионов родия состава $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{NO}_3)]^{2+}$, катионов Cs^+ , внешнесферных анионов *пара*-толуолсульфокислоты и молекул кристаллизационной воды (рис. 3).

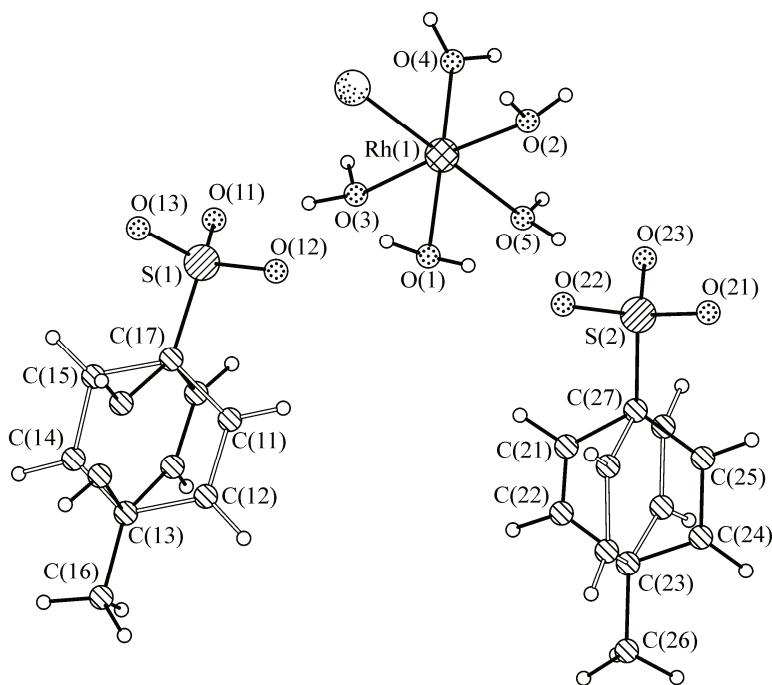


Рис. 1. Строение структурных единиц $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_2$ с соответствующей нумерацией атомов

В структуре два кристаллографически независимых комплексных катиона, имеющих близкое строение. Координационное окружение атомов Rh образовано пятью молекулами координированной H_2O и атомом кислорода одного монодентатно координированного нитрат-иона. Длины связей Rh— $\text{O}_{\text{H}_2\text{O}}$ меняются в интервале 1,996—2,031 (ср. 2,016) Å и близки к таковым для акваиона родия в соединениях $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_6]_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{PO}_4$ [14]. Среднее значение длин связей Rh— O_{NO_3} составляет 1,990 Å, отклонения валентных углов от идеальных 90 и 180° на атоме родия не превышают 7,1°. В координированных нитрато-группах связи N—O, так же как величины углов O—N—O, заметно различаются: с координированным атомом кислорода средняя длина связи 1,326 Å, что ~ на 0,10 Å больше, чем со свободными — 1,212 и 1,226 Å, средние значения валентных углов O—N—O составляют 115, 120 и 125°. Плоскости монодентатно координированных NO_3 -групп образуют с экваториальной плоскостью (RhO_4) координационного октаэдра углы 93 и 95°.

Два кристаллографически независимых катиона цезия в структуре имеют одинаковое окружение (4+6+1), образованное атомами кислорода NO_3 -групп, *пара*-толуолсульфонат-аниона

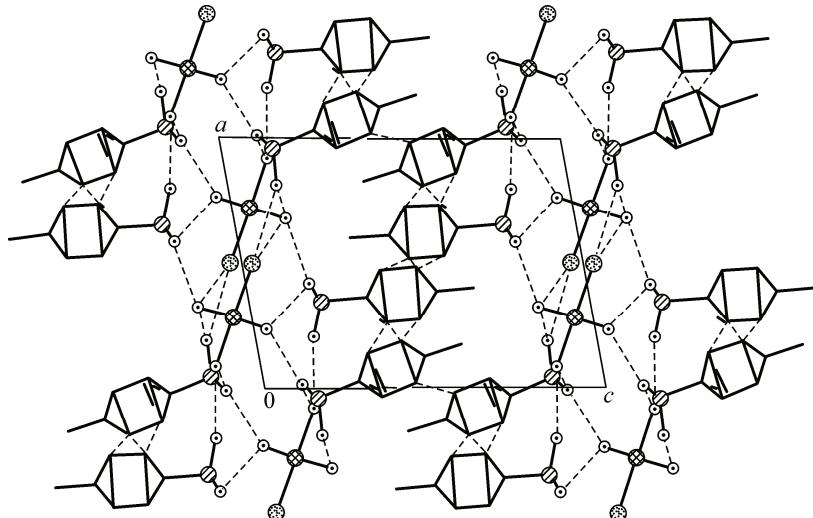


Рис. 2. Проекция структуры I вдоль оси Y

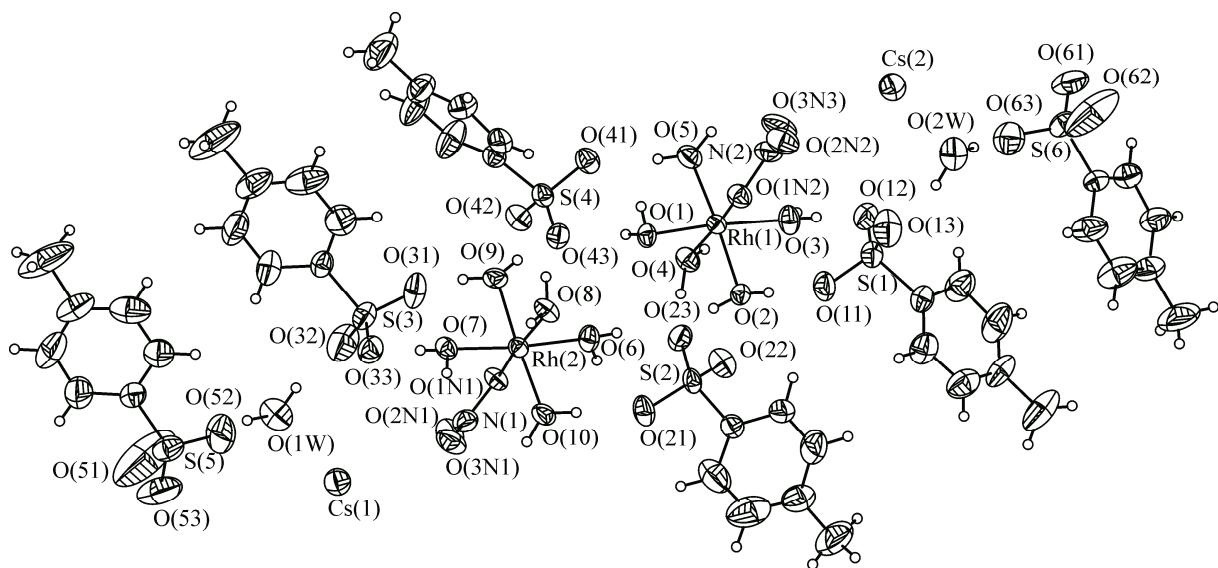


Рис. 3. Строение структурных единиц соединения $\text{Cs}[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}_3](\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

и молекулы кристаллизационной воды. Расстояния $\text{Cs}-\text{O}$ лежат внутри интервала значений 3,122—3,751 Å (сумма ковалентных радиусов Cs и O 3,43 Å). Кратчайшие расстояния между катионами $\text{Cs}\dots\text{Cs}$ и $\text{Rh}\dots\text{Cs}$ имеют оценки 5,70 и 4,97 Å.

В структуре шесть кристаллографически независимых внешнесферных анионов $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S}^-$, средние значения длин связей $\text{S}-\text{O}$ и $\text{S}-\text{C}$ в них равны 1,444 и 1,764 Å. Валентные углы на атомах S лежат в интервале 104—114°, средние значения длин связей $\text{C}-\text{C}$ и $\text{C}-\text{C}_{\text{Me}}$ в толуольных фрагментах равны 1,374 и 1,513 Å соответственно.

Проекция структуры вдоль направления Y приведена на рис. 4. Можно отметить слоистый характер структуры. В кристалле структурные фрагменты связаны между собой водородными связями типа $\text{O}-\text{H}\dots\text{O}$, в которых участвуют все молекулы координированной и кристаллизационной воды. Расстояния $\text{O}\dots\text{O}$, характеризующие эти связи, находятся в интервале 2,51—2,80 Å.

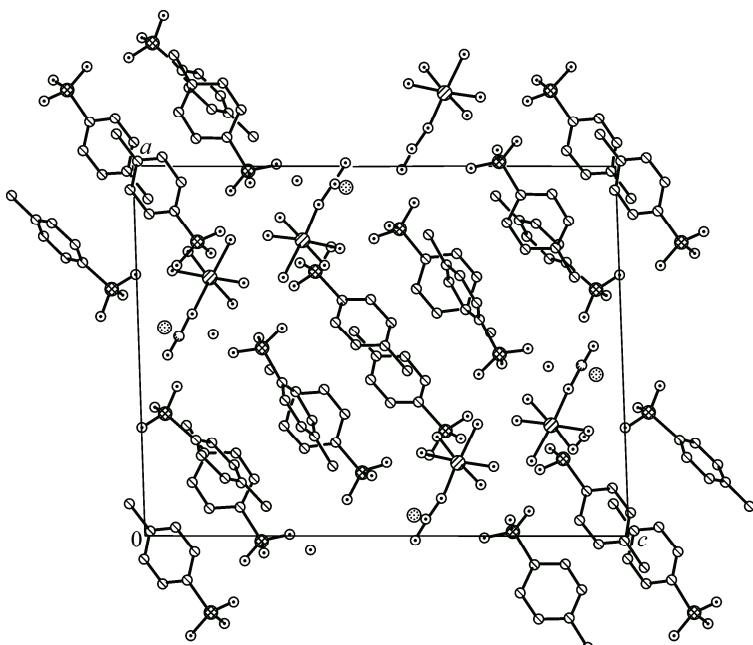


Рис. 4. Проекция структуры II
вдоль оси моноклинности

В результате проведенного исследования были выделены две новые ранее неизвестные кристаллические фазы, структурным элементом которых являются ацидопентааква-ионы родия: $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^{2+}$ и $[\text{Rh}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}_3]^{2+}$. Установлен факт уменьшения длины связи Rh—Cl в аквахлоридных комплексах родия с увеличением числа молекул координированной воды. Расстояния Rh—O на координате X—Rh—OH₂ подвержены сильному изменению в зависимости от природы X (2,074 для хлорид-иона и 2,031 Å для нитрат-иона), что свидетельствует о большем трансвлиянии хлоридного лиганда по сравнению с нитратным. Монодентатная координация одного нитрат-иона к родию вызывает незначительное искажение координационного узла по сравнению с гексааквакатионом.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Palmer D.A., Harris G.M. // Inorg. Chem. – 1975. – **14**, N 6. – P. 1316.
2. Carr Chr., Glaser J., Sandström M. // Inorg. Chim. Acta. – 1987. – **131**. – P. 153.
3. Федотов М.А., Беляев А.В. // Координац. химия. – 1984. – **10**, № 9. – С. 1236.
4. Geswindt Th.E., Gerber W.J., Brandt D.J., Koch K.R. // Analyt. Chim. Acta. – 2012. – **730**. – P. 93.
5. Fergusson J.E., Sherlock R.R. // Aust. J. Chem. – 1977. – **30**. – P. 1445.
6. Treiber U., Zwilling M. // Z. Naturforsch. – 1986. – **41b**. – S. 1.
7. Frank W., Reiss G.J. // Z. Naturforsch. – 1996. – **51b**. – S. 1464.
8. Puranik V.G., Tavale S.S., Umapathy P., Dorai C.S. // J. Cryst. and Spectr. Research. – 1993. – **23**, N 4. – P. 345.
9. Bugli P.G., Potvin C. // Acta Crystallogr. – 1981. – **B37**. – P. 1394.
10. Tavale S.S., Puranik V.G., Umapathy P., Dorai C.S. // J. Cryst. and Spectr. Research. – 1993. – **23**, N 1. – P. 19.
11. Thomas C.K., Stanko J.A. // J. Coord. Chem. – 1973. – **3**, N 2. – P. 211.
12. Шагабутдинова С.Н., Федотов М.А., Беляев А.В., Ильинович В.Д., Павлова Е.И. // Координац. химия. – 2008. – **34**, № 12. – С. 930.
13. Sheldrick G.M. SHELX-97 and SHELXL. Program for refinement of Crystal Structure. – Germany: University of Göttingen, 1997.
14. Воробьева С.Н., Байдина И.А., Беляев А.В., Алферова Н.И. // Журн. структур. химии. – 2012. – **53**, № 1. – С. 130.