

УДК 546.621:548.734

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СТРУКТУРЫ ТРИС-ГЕКСАФТОРАЦЕТИЛАЦЕТОНАТОВ АЛЮМИНИЯ И СКАНДИЯ

© 2011 А.И. Смоленцев*, К.В. Жерикова, М.С. Трусов, П.А. Стабников, Д.Ю. Наумов, С.В. Борисов

Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск

Статья поступила 29 октября 2010 г.

С доработки — 9 марта 2011 г.

Методом РСА определены структуры *трис*-гексафторацетилацетонатов $\text{Al}(\text{hfa})_3$ и $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (дифрактометр Bruker-Nonius X8 Apex, излучение $\text{MoK}\alpha$, $T = 150(2)$ К). Комплекс $\text{Al}(\text{hfa})_3$ кристаллизуется в тригональной сингонии, $a = 17,8944(11)$, $c = 12,4061(11)$ Å, пр. гр. $P-3c1$, $V = 3440,3(4)$ Å³, $Z = 6$, $R = 0,076$. Комплекс $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ кристаллизуется в моноклинной сингонии, $a = 16,0926(4)$, $b = 14,7980(3)$, $c = 24,4020(5)$ Å, $\beta = 125,641(1)^\circ$, пр. гр. $P2_1/c$, $V = 4722,54(18)$ Å³, $Z = 8$, $R = 0,060$. Структуры комплексов образованы нейтральными молекулами; в состав координационной сферы атома металла входят 6 атомов кислорода трех лигандов β -дикетона ($\text{Al}(\text{hfa})_3$) и, дополнительно, атом кислорода молекулы воды ($\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Наименьшее расстояние $\text{Al}\dots\text{Al}$ составляет 6,203(6) Å. За счет водородных связей молекулы $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объединены в димеры с расстояниями $\text{Sc}\dots\text{Sc}$ 5,6992(8) и 5,6853(8) Å. В кристаллах молекулы связаны ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями, кроме того, в структуре $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ имеются межмолекулярные контакты $\text{F}\dots\text{H} \sim 2,5$ Å.

Ключевые слова: алюминий, скандий, β -дикетонаты, рентгеноструктурный анализ, кристаллохимия.

ВВЕДЕНИЕ

Летучие β -дикетонаты металлов находят широкое применение для различных газофазных процессов разделения, анализа и нанесения функциональных металлсодержащих покрытий и пленок методом химического осаждения из паровой фазы (МО CVD). Среди β -дикетонатов трехвалентных металлов наибольшей летучестью обладают гексафторацетилацетонаты $\text{M}(\text{hfa})_3$ [1, 2]. Одним из немаловажных факторов, влияющим на термическое поведение соединения, является его строение как в газовой, так и конденсированной фазе. Структуры некоторых гексафторацетилацетонатов $\text{M}(\text{hfa})_3$ молекулярного типа уже установлены. Так, в Кембриджской базе структурных данных (КБСД, последнее обновление 10.07.10 содержало более 525 000 файлов) приведены кристаллические структуры семи *трис*-гексафторацетилацетонатов металлов, не содержащих других лигандов и дополнительных комплексов: $\text{V}(\text{hfa})_3$ [3], $\text{Cr}(\text{hfa})_3$ [4, 5], $\text{Fe}(\text{hfa})_3$ [6], $\text{Ga}(\text{hfa})_3$ [7], $\text{Mo}(\text{hfa})_3$ [8], $\text{Ru}(\text{hfa})_3$ [9] и $\text{Bi}(\text{hfa})_3$ [10], а также кристаллографические данные еще трех комплексов: $\text{Mn}(\text{hfa})_3$ [11], $\text{Rh}(\text{hfa})_3$ и $\text{Ir}(\text{hfa})_3$ [12]. Известна структура кристаллогидрата $\text{Er}(\text{hfa})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [13] и кристаллографические данные для $\text{Ho}(\text{hfa})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [14]. Кроме того, методом электронной дифракции паровой фазы определено строение молекул ряда *трис*-гексафторацетилацетонатов металлов: $\text{Al}(\text{hfa})_3$ [15]; $\text{Sc}(\text{hfa})_3$ [16]; $\text{Cr}(\text{hfa})_3$ [17]; $\text{Ga}(\text{hfa})_3$ и $\text{In}(\text{hfa})_3$ [18]; $\text{Y}(\text{hfa})_3$ [19]; $\text{Dy}(\text{hfa})_3$, $\text{Ho}(\text{hfa})_3$, $\text{Er}(\text{hfa})_3$, $\text{Yb}(\text{hfa})_3$ [20] и $\text{Lu}(\text{hfa})_3$ [21].

* E-mail: smolentsev@ngs.ru

Настоящая работа является продолжением исследований кристаллических упаковок β -дикетонатов металлов. Здесь приведено описание структур двух гексафторацетилацетонатных комплексов трехвалентных металлов — $\text{Al}(\text{hfa})_3$ (**I**) и $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (**II**). Дополнительно на основе полученных и литературных данных проведен анализ упаковок молекул в кристаллах ряда *трис*-гексафторацетилацетонатов металлов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез $\text{Al}(\text{hfa})_3$. 0,40 г (0,003 моль) AlCl_3 поместили в колбу, прилили 50 мл толуола, добавили 1,5 мл (2,08 г, 0,01 моль) лиганда Hhfa . На колбу поместили обратный холодильник и кипятили смесь в течение 4 ч. После охлаждения раствор отфильтровали и упарили. Остаток дважды сублимировали в вакуумной градиентной печи ($t \sim 70^\circ\text{C}$, $p = 10^{-2}$ Торр). Зона конденсации белого порошка $\sim 50^\circ\text{C}$. Выход 1,7 г ($\sim 90\%$). $T_{\text{пл}} = 70\text{—}71^\circ\text{C}$.

Синтез $\text{Sc}(\text{hfa})_3$. В плоскодонную колбу поместили 1,87 г (0,014 моль) Sc_2O_3 и растворили в 20 мл концентрированной азотной кислоты, реакционную смесь упарили. Добавили 15 мл концентрированной соляной кислоты, упарили и снова добавили 15 мл соляной кислоты. Затем реакционную смесь упарили почти досуха. После этого к полученной соли скандия прилили 60 мл CCl_4 и избыток лиганда 12 мл Hhfa (0,081 моль). На колбу поместили обратный холодильник и кипятили смесь в течение 4 ч. После окончания выделения паров HCl раствор охладили, отфильтровали и упарили. Полученное вещество белого цвета сублимировали в вакуумной градиентной печи при $t \sim 70^\circ\text{C}$ и $p = 9 \cdot 10^{-3}$ Торр. Выход $\text{Sc}(\text{hfa})_3$ после очистки составил 7,15 г (38%). $T_{\text{пл}} = 81\text{—}82^\circ\text{C}$. ИК-спектроскопическое исследование показало, что при хранении соединения на воздухе оно поглощает воду с образованием кристаллогидрата $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Элементный анализ очищенных комплексов на содержание C, H, F выполнен на CHN-анализаторе Euro EA 3000 (Italy) по стандартной методике. Для $\text{C}_{15}\text{H}_3\text{F}_{18}\text{O}_6\text{Al}$ найдено, %: C 27,7, H 0,5, F 52,7; вычислено, %: C 27,8, H 0,5, F 52,8. Для $\text{C}_{15}\text{H}_3\text{F}_{18}\text{O}_6\text{Sc}$ найдено, %: C 27,1, H 0,5, F 51,0; вычислено, %: C 27,0, H 0,5, F 51,3.

Хорошо ограненные бесцветные монокристаллы $\text{Al}(\text{hfa})_3$ получены при медленной сублимации данного комплекса в вакууме. При медленном охлаждении на воздухе гептанового раствора $\text{Sc}(\text{hfa})_3$ получены бесцветные монокристаллы кристаллогидрата $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Исследование монокристаллов проведено по стандартной методике на автоматическом четырехкрупном дифрактометре Bruker-Nonius X8 Apex (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор, двухкоординатный CCD-детектор). Интенсивности отражений измерены методом ϕ -сканирования узких ($0,5^\circ$) фреймов. Поглощение учтено эмпирически (по интенсивностям эквивалентных отражений) при помощи программы SADABS [22]. Кристаллографические характеристики и параметры дифракционного эксперимента приведены в табл. 1.

Кристаллические структуры расшифрованы прямым методом. Атомы водорода локализованы геометрически (за исключением атомов водорода молекулы воды в соединении **II**, положения которых определены из разностного синтеза Фурье) и уточнены в приближении жесткого тела. Окончательное уточнение проведено полноматричным МНК в анизотропном приближении для всех неводородных атомов по независимым отражениям. Все расчеты были выполнены по комплексу программ SHELXTL [23]. Координаты атомов и величины тепловых параметров депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 797325 и 797326 для соединений **I** и **II** соответственно) и могут быть получены у авторов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Описание кристаллических структур. Структура соединения **I** — молекулярная, построена из двух кристаллографически независимых нейтральных молекул, строение которых показано на рис. 1. Атомы Al(1), Al(2) и C(8) располагаются в частных позициях с симметрией 3, 3 $\bar{2}$ и 2 соответственно. Координационная сфера атомов алюминия является октаэдрической, в состав ее входят 6 атомов кислорода трех β -дикетонатных лигандов. Значения длин связей

Кристаллографические характеристики, условия и результаты дифракционного эксперимента для $\text{Al}(\text{hfa})_3$ и $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Параметр	$\text{Al}(\text{hfa})_3$	$\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Брутто-формула	$\text{C}_{15}\text{H}_3\text{AlF}_{18}\text{O}_6$	$\text{C}_{15}\text{H}_5\text{F}_{18}\text{O}_7\text{Sc}$
Молекулярный вес	648,15	684,15
T , К	150(2)	150(2)
Сингония	Тригональная	Моноклинная
Пространственная группа	$P\bar{3}c1$	$P2_1/c$
Z	6	8
a, b, c , Å	17,8944(11), 12,4061(11)	16,0926(4), 14,7980(3), 24,4020(5)
β , град.		125,641(1)
V , Å ³	3440,3(4)	4722,54(18)
$d_{\text{выч}}$, г/см ³	1,877	1,919
Коэффициент поглощения, мм ⁻¹	0,266	0,489
Размер кристалла, мм	0,40×0,05×0,04	0,24×0,16×0,14
Диапазон сбора данных по θ , град.	1,31—25,68	1,56—25,70
Интервалы индексов отражений	$-21 \leq h \leq 21, -21 \leq k \leq 21, -10 \leq l \leq 15$	$-19 \leq h \leq 19, -18 \leq k \leq 12, -29 \leq l \leq 29$
Число измер. / независ. отражений	23742 / 2181	31414 / 8979
Число наблюдаемых отражений [$I \geq 2\sigma(I)$]	1241	6587
Полнота сбора данных, %	99	99
Число уточняемых параметров	184	748
S -фактор по F^2	0,973	1,105
R_1 [$I \geq 2\sigma(I)$]	0,076	0,060
wR_2 [$I \geq 2\sigma(I)$]	0,209	0,166
R_1 (все отражения)	0,130	0,086
wR_2 (все отражения)	0,245	0,179

Al—O лежат в интервале 1,874(4)—1,877(4) Å, их среднее значение составляет 1,876(1) Å. Координационный октаэдр незначительно искажен, хелатные углы O—Al—O немного превышают значение 90° и составляют 90,9(2) и 91,0(2)° (в молекулах первого и второго типов соответственно).

Геометрические характеристики β -дикетонатных лигандов в структуре I следующие (в скобках указаны средние значения): расстояния O—C лежат в интервале 1,245(7)—1,262(7) Å (1,255(9) Å); C—C_γ 1,361(8)—1,387(8) Å (1,371(14) Å); C—C_{CF₃} 1,514(9)—1,543(9) Å (1,534(17) Å);

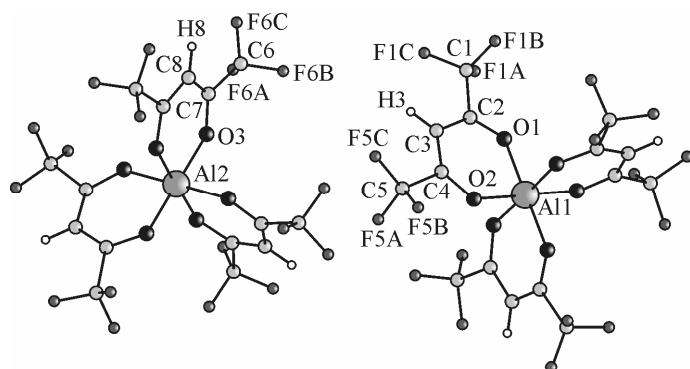
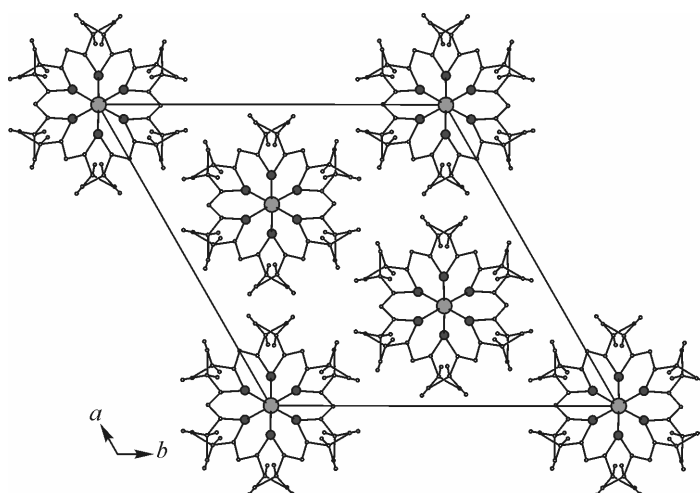


Рис. 1. Строение молекул комплекса $\text{Al}(\text{hfa})_3$

Рис. 2. Упаковка молекул в проекции на плоскость ab в кристаллах $\text{Al}(\text{hfa})_3$



C—F в концевых заместителях находятся в интервале 1,260(13)—1,333(11) Å (1,29(2) Å). Металлоциклы комплекса имеют небольшие перегибы по линиям O...O, углы перегиба составляют 1,5 и 0,2°. Сумма валентных углов в металлоциклах ~ 720°.

Исходя из расположения молекул в структуре **I** можно выделить ряды в направлении оси c (рис. 2). В пределах ряда расстояние Al...Al составляет 6,2030(3) Å. В проекции на плоскость ab эти ряды укладываются по закону гексагональной плотнейшей упаковки, при этом наименьшее расстояние Al...Al между атомами из разных рядов 10,3425(6) Å. Кратчайшие межмолекулярные расстояния F...H и F...F составляют ~2,8 и ~3,0 Å соответственно.

Структура соединения **II** также построена из двух кристаллографически независимых нейтральных молекул, строение которых показано на рис. 3. Координационное окружение атомов скандия включает 7 атомов кислорода, 6 из которых принадлежат β -дикетонатным лигандам, и один — молекуле воды, располагающихся в вершинах слегка искаженной одношапочной тригональной призмы. Значения длин связей Sc—O находятся в достаточно широком (вследствие наличия координированных молекул воды) интервале 2,100(3)—2,240(3) Å, их среднее значение составляет 2,15(4) Å. Хелатные углы O—Sc—O также заметно различаются, их значения лежат в интервале 78,08(10)—80,23(10)° со средним 78,8(9)°. Атомы кислорода молекул воды располагаются практически над центрами боковых граней координационных призм, при этом углы между связями Sc—O(w) и плоскостями этих граней ~89,5°.

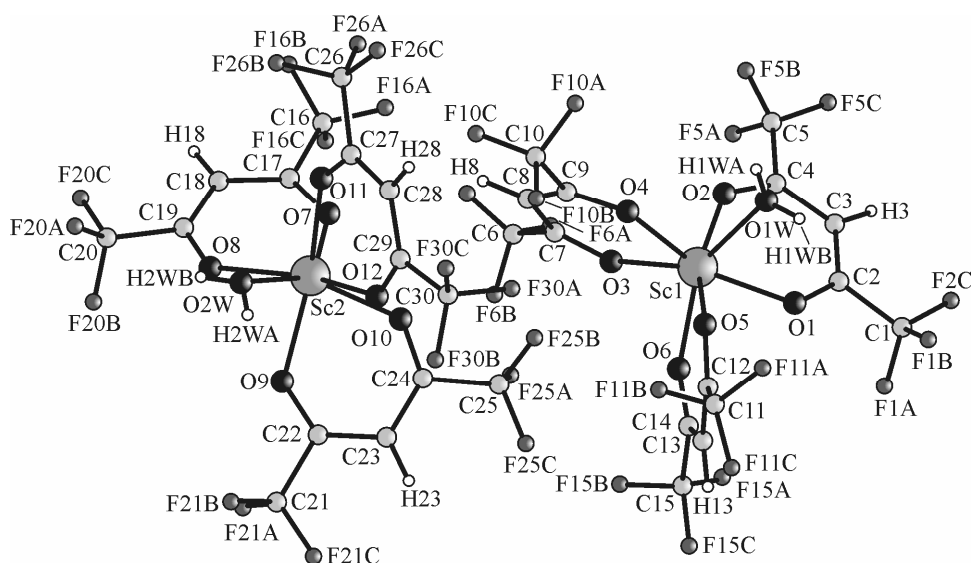


Рис. 3. Строение молекул комплекса $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

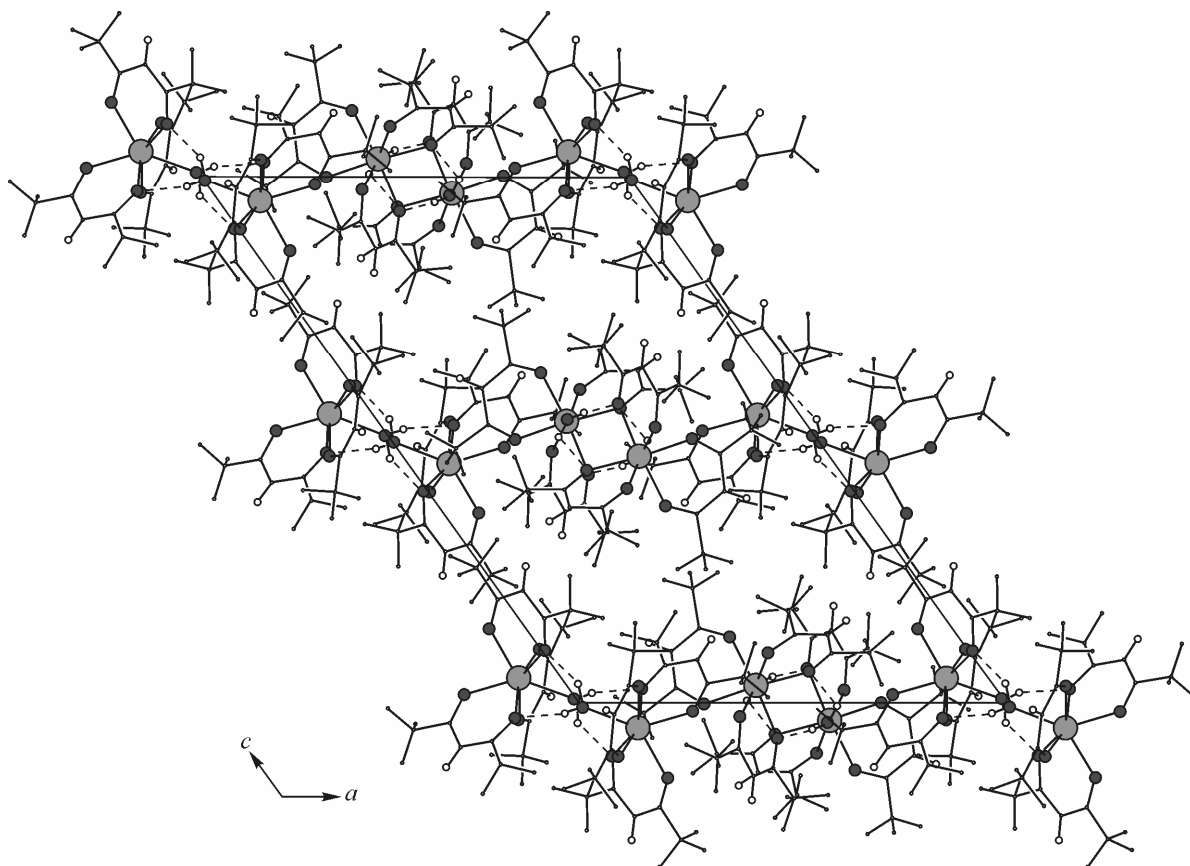


Рис. 4. Упаковка псевдослоев вдоль направления c в кристаллах $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

В структуре II β -дикетонатные лиганды имеют следующие геометрические характеристики (в скобках указаны средние значения): расстояния $\text{O}—\text{C}$ находятся в интервале 1,238(5)—1,275(5) Å (1,258(11) Å); $\text{C}—\text{C}_\gamma$ 1,368(6)—1,408(6) Å (1,386(11) Å); $\text{C}—\text{C}_{\text{CF}_3}$ 1,516(6)—1,532(5) Å (1,527(5) Å); $\text{C}—\text{F}$ 1,205(6)—1,350(7) Å (1,31(3) Å). Почти все металлоциклы имеют значительное отклонение от плоскости, углы перегиба по линии $\text{O} \dots \text{O}$ варьируют в диапазоне 1,5—13,8°. Сумма валентных углов в металлоциклах $\sim 720^\circ$.

В данной структуре молекулы ассоциированы в "димеры" благодаря образованию водородных связей между атомами водорода молекул воды и атомами кислорода β -дикетонатных лигандов. Водородные связи характеризуются расстояниями $\text{O} \dots \text{O}$, лежащими в интервале 2,921(3)—2,998(3) Å. Расстояния $\text{Sc} \dots \text{Sc}$ в "димерах" равны 5,6992(8) и 5,6853(8) Å. В структуре можно выделить псевдослои, характеризующиеся более плотной упаковкой комплексов (рис. 4). Центры "димеров", образующих псевдослои, следуют искаженной квадратной сетке с параметром ~ 11 Å.

Между собой "димеры" связаны ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями; можно также указать короткие межмолекулярные контакты $\text{F} \dots \text{H}_\gamma \sim 2,5$ Å и $\text{F} \dots \text{F} \sim 2,8$ Å.

При повторной сублимации образца, содержащего кристаллы $\text{Sc}(\text{hfa})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, в вакуумной градиентной печи ($t \sim 70^\circ\text{C}$, $p = 10^{-2}$ Торр) получен многофазный образец, в котором на фоне бесцветной мелкокристаллической массы выделялись монокристаллы (в зоне конденсации 50°C), один из которых был отобран и исследован методом РСА. Качество этих монокристаллов позволило надежно определить лишь симметричные и метрические характеристики, тогда как полную расшифровку структуры осуществить не удалось. Однако полученных данных оказалось достаточно для того, чтобы сделать вывод о соответствии структуры исследованного

Т а б л и ц а 2

Кристаллографические характеристики трис-гексафторацетилацетонатов некоторых металлов

Комплекс, лит. ссылка	Фаза	T, K, R ₁	Пр. гр., Z	V/Z, Å	a, Å, α, град.	b, Å, β, град.	c, Å, γ, град.
V(hfa) ₃ 2005 [3]	α	203, 0,054	P2 ₁ /n, 4	558,7	8,824	13,167; 91,90	19,245
Cr(hfa) ₃ 2002 [4]	α	91, 0,033	P2 ₁ /n, 4	538,5	8,732	12,942; 92,07	19,074
Cr(hfa) ₃ 2007 [5]	β	198, 0,055	P-3c1, 6	570,3	18,086	18,086	12,079; 120
Mn(hfa) ₃ * 1993 [11]	α	114, 0,036	P2 ₁ /n, 4	538,4	8,879	12,941; 91,35	18,748
Fe(hfa) ₃ 1983 [6]	α	комн., 0,079	P2 ₁ /c, 4	586,2	9,057	13,424; 116,71	21,591
Ga(hfa) ₃ 1994 [7]	α	комн., 0,048	P2 ₁ /n, 4	577,6	9,034	13,399; 92,19	19,100
Mo(hfa) ₃ 2010 [8]	γ	180, 3,02	P-3, 6	567,4	18,488	18,488	11,502; 120
Ru(hfa) ₃ 1999 [9]	α	180, 0,028	P2 ₁ /n, 4	550,1	8,778	13,076; 92,23	19,186
Rh(hfa) ₃ * 1970 [12]	α	комн., —	P2 ₁ /n, 4	589,3	19,110	13,500; 93,10	9,150
Rh(hfa) ₃ * 1970 [12]	β или γ	комн. —	— 3	595,0	18,270	18,270	6,175; 120
Ir(hfa) ₃ * 1970 [13]	β или γ	комн. —	—	—	18,200	18,200	6,160; 120
[Bi(hfa) ₃] ₂ 2005 [10]	δ	173, 0,027	P-1, 4	565,4	8,590; 104,7	12,609; 93,35	21,884; 97,64
Al(hfa) ₃ [данная работа]	β	150, 0,076	P-3c1, 6	573,4	17,8944	17,8944	12,4061; 120
Sc(hfa) ₃ [данная работа]	γ	180, —	P-3, 6	569,0	18,5570	18,5570	11,4479; 120
Ho(hfa) ₃ ·2H ₂ O* 1998 [15]	—	комн., 0,045	P-1, 2	649,9	10,158; 67,02	11,628; 73,95	12,579; 76,12
Er(hfa) ₃ ·2H ₂ O 2006 [14]	—	120, 0,027	P-1, 2	617,7	9,906; 67,91	11,526; 73,79	12,304; 76,09
Sc(hfa) ₃ ·H ₂ O [данная работа]	—	150, 0,060	P2 ₁ /c	590,3	16,0926	14,7980; 125,641	24,4020

* Координаты атомов не приведены.

монокристалла структуре Mo(hfa)₃. С другой стороны, ИК-спектроскопическое исследование порошкового образца из указанной зоны конденсации показало присутствие в нем молекул воды. Таким образом, сублимация в вакууме Sc(hfa)₃·H₂O приводит к образованию как минимум двух кристаллических фаз — безводного Sc(hfa)₃, соответствующего по структуре Mo(hfa)₃ (табл. 2), и кристаллогидрата.

Особенности упаковок трис-гексафторацетилацетонатов металлов. Имеющийся к настоящему времени массив структурных данных для этих комплексов (см. табл. 2) позволяет провести анализ упаковок. Строение трис-гексафторацетилацетонатов металлов (рис. 5) может

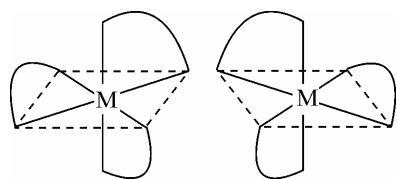


Рис. 5. Две хиральные формы (C и C^*) *трис*-(дипивалоилметаната) металла

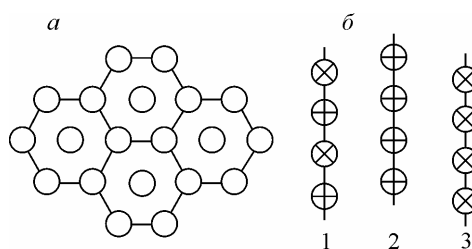


Рис. 6. Ближайшее гексагональное окружение молекул в плотноупакованных плоскостях α -фазы (a); цепочки молекул в упаковке β -фазы (b). Знаками \oplus и \otimes обозначены различные хиральные формы — C и C^*

быть представлено в виде двух хиральных форм C и C^* . Приписывание молекуле в кристалле формы C или C^* проводили так же, как и в [24]. При анализе упаковок с учетом хиральности молекул *трис*-гексафторацетилацетонатов металлов выявлено четыре различные фазы — α , β , γ и δ .

В кристалле α -фазы (например, $\text{Fe}(\text{hfa})_3$, $P2_1/c$) в элементарной ячейке содержится четыре молекулы — две C и две C^* формы. В плоскости (001) молекулы одинаковой хиральности сформированы в гексагональную сетку с расстояниями между центрами молекул 7,9—8,9 Å (рис. 6, a). Вдоль направления [001] идет последовательное чередование плоскостей с изменением хиральности молекул (упаковка $ACAC^*$). Ближайшие расстояния между центрами молекул из разных плоскостей $\sim 9,5$ Å. С учетом хиральности ближайшее окружение для молекулы формы C можно записать $[6C]+2C^*$, а для формы C^* — $[6C^*]+2C$. Таким образом, ближайшее молекулярное окружение в кристалле α -фазы является почти правильной гексагональной бипирамидой.

В кристалле β -фазы (например, $\text{Al}(\text{hfa})_3$, $P-3c1$) 6 молекул в элементарной ячейке — $3C$ и $3C^*$ формы. В структуре выделяется направление c , вдоль которого молекулы образуют ряды, расстояния между центрами $\sim 6,2$ Å. В кристалле три типа таких рядов из молекул (см. рис. 6, b). В проекции на плоскость ab эти ряды располагаются по гексагональному мотиву. Ближайшее расстояние между центрами молекул из разных рядов $> 10,3$ Å. В структуре центры молекул формируют плотноупакованные плоскости (110).

В кристалле γ -фазы (например, $\text{Mo}(\text{hfa})_3$, $P-3$) 6 молекул в элементарной ячейке — $3C$ и $3C^*$ формы. Как и в структуре β -фазы, выделяется направление c , вдоль которого молекулы образуют ряды, расстояния между центрами ~ 6 Å. Но, в отличие от β -фазы, только один тип рядов, в которых хиральности молекул чередуются, как на рис. 6, b (ряд 1). Такие ряды укладываются в проекции на плоскость ab также по гексагональному мотиву. Ближайшее расстояние между центрами молекул из разных рядов > 10 Å. В структуре центры молекул формируют плотноупакованные плоскости (110).

В кристалле δ -фазы (например, $[\text{Bi}(\text{hfa})_3]_2$, $P-1$) 4 молекулы в элементарной ячейке, которые образуют две димерные молекулы. Расстояние $\text{Bi}\dots\text{Bi}$ в димере ~ 4 Å. В направлении a димеры упакованы более плотно с расстоянием $\text{Bi}\dots\text{Bi}$ 8,6—8,8 Å. В целом структуру можно представить как упаковку димерных комплексов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Moshier R.W., Sievers R.E. Gas Chromatography of Metal Chelates. — Oxford: Pergamon Press, 1965.
2. Игуменов И.К., Чумаченко Ю.В., Земсков С.В. В кн. Проблемы химии и применения β -дикетонатов металлов / Под ред. В.И. Спицина. — М.: Наука, 1982. — С. 100—120.
3. Calderazzo F., Englert U., Pampaloni G., Volpe M. // J. Organomet. Chem. — 2005. — **690**. — P. 3321.
4. Jessop P.G., Olmstead M.M., Ablan C.D. et al. // Inorg. Chem. — 2002. — **41**. — P. 3463.
5. Harada Y., Girolami G.S. // Polyhedron. — 2007. — **26**. — P. 1758.
6. Pfluger C.E., Haradem P.S. // Inorg. Chem. Acta. — 1983. — **69**. — P. 141.

7. *Ballarin B., Battiston G.A., Benetollo F. et al.* // *Inorg. Chim. Acta.* – 1994. – **217**. – P. 71 – 78.
8. *Champouret Y., Poli R., Daran J.-C.* // *Acta Crystallogr. Sect. E.* – 2010. – **E66**. – P. m299 – m300.
9. *Baird I.R., Rettig S.J., James B.R., Skov K.A.* // *Canad. J. Chem.* – 1999. – **77**. – P. 1821.
10. *Dikarev E.V., Haitao Zhang, Bo Li* // *J. Amer. Chem. Soc.* – 2005. – **127**. – P. 6156.
11. *Bowman E., Caulton K.G., Christon G. et al.* // *Inorg. Chem.* – 1993. – **32**. – P. 3463.
12. *Davignon L., Manoli J.M., Dereigne A.* // *J. Less-Common Met.* – 1970. – **21**. – P. 341.
13. *Tan R.H.C., Motevalli M., Abrahams I. et al.* // *J. Phys. Chem. B.* – 2006. – **110**. – P. 24476.
14. *Joung Hae Lee, Young Sook Jung, Youn Soo Sohn, Seong-Joo Kang* // *Bull. Korean Chem. Soc.* – 1998. – **19**. – P. 231.
15. *Morris M.L., Hilderbrandt R.L.* // *J. Mol. Struct.* – 1979. – **53**. – P. 69 – 80.
16. *Belova N.V., Girichev G.V., Hinchley S.L. et al.* // *J. Mol. Struct.* – 2005. – **779**. – P. 23 – 29.
17. *Thomas B.G., Morris M.L., Hildebrandt R.L.* // *Inorg. Chem.* – 1978. – **17**. – P. 2901 – 2905.
18. *Brain P.T., Burhl M., Robertson H.E. et al.* // *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* – 1998. – P. 545.
19. *Гуричев Г.В., Рыбкин В.В., Твердова Н.В. и др.* // *Журн. структур. химии.* – 2007. – **48**, № 5. – С. 871 – 879.
20. *Твердова Н.В., Гуричев Г.В., Рыбкин В.В. и др.* // *Журн. структур. химии.* – 2008. – **49**, № 6. – С. 1041 – 1050.
21. *Гуричев Г.В., Твердова Н.В., Гуричева Н.И. и др.* // *Журн. физ. химии.* – 2007. – **81**, № 4. – С. 672 – 679.
22. *Bruker (2004).* APEX2 (Version 1.08), SAINT (Version 7.03), SADABS (Version 2.11). Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
23. *Sheldrick G.M.* // *Acta Crystallogr. Sect. A.* – 2008. – **A64**. – P. 112 – 122.
24. *Стабников П.А., Жаркова Г.И., Комиссарова Л.А. и др.* // *Журн. структур. химии.* – 2010. – **51**, № 3. – С. 575 – 586.