

УДК 548.3:546.59:542.91

**СИНТЕЗ, КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И ТЕРМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
АЦЕТАТА ДИМЕТИЛЗОЛОТА(III)**© 2007 А.А. Бессонов*, И.А. Байдина, Н.Б. Морозова, П.П. Семянников, С.В. Трубин,
Н.В. Гельфонд, И.К. Игуменов*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск**Статья поступила 17 мая 2006 г.*

Синтезировано соединение диметилзолота(III) с ацетатным фрагментом состава $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOCOCH}_3]_2$. Комплекс идентифицирован по точке плавления, по данным ИК, ^1H ЯМР спектроскопии и масс-спектрометрии. Эффузионным методом Кнудсена с масс-спектрометрической регистрацией состава газовой фазы измерена температурная зависимость давления насыщенного пара над кристаллами и определены термодинамические параметры процесса сублимации: $\Delta H_{\text{субл}} = 100,87 \text{ кДж}\cdot\text{моль}^{-1}$, $\Delta S_{\text{субл}} = 216,67 \text{ Дж}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Термические свойства соединения в твердой фазе исследованы с помощью метода дифференциально-термического анализа. Проведено рентгеноструктурное исследование полученного соединения. Кристаллографические характеристики $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{Au}_2\text{O}_4$: $a = 12,214(5)$, $b = 14,307(3)$, $c = 7,6635(15) \text{ \AA}$; $\beta = 103,39(3)^\circ$, $Z = 4$, $d_{\text{выч}} = 2,917 \text{ г/см}^3$, пр. гр. $P2(1)/c$, $R = 0,0261$. Структурной единицей является димерный комплекс $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOCOCH}_3]_2$ с расстоянием $\text{Au}\dots\text{Au}$ 2,989 \AA . Атом золота имеет плоско-квадратную координацию из двух атомов углерода и двух атомов кислорода, расстояния $\text{Au}\text{—O}$ лежат в интервале 2,118—2,139 \AA . В структуре молекулы организованы в цепочки, связанные ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями.

Ключевые слова: ацетат диметилзолота(III), димер, синтез, кристаллическая структура, термические свойства, давление пара.

К настоящему времени летучие комплексы золота с органическими лигандами могут использоваться для нанесения функциональных золотосодержащих покрытий и пленок методом химического осаждения из газовой фазы [1]. Однако недостаток информации о надежных методах синтеза, структуре и практически полное отсутствие данных о термических свойствах летучих соединений золота сдерживает их практическое применение. Органические комплексы золота(III) можно разделить на четыре основные группы: тетраалкил- и тетраарилзамещенные, триалкил- и триарилзамещенные, диалкил- и диарилзамещенные, моноалкил- и моноарилзамещенные. Лучше других изучены диалкилзамещенные производные. Авторы работы [2] предполагают, что комплексы золота(III) с четным количеством алкильных групп должны быть более стабильны, чем соединения, имеющие нечетное количество органических радикалов. В качестве стабилизирующих лигандов наилучшим образом зарекомендовали себя триалкил- и триарилфосфины и фрагменты, содержащие электронодонорные атомы N, O и S. Для получения устойчивых соединений в качестве алкильных радикалов, как правило, используют метил, а в качестве арильных — нитро- и фторзамещенные радикалы [3, 4]. При замене метильных групп на этильные устойчивость соединений резко падает, но авторы работы [5] предполагают, что неопентильные замещенные соединения золота(III) могут проявлять большую термическую стабильность, хотя исследований в этом направлении проведено не было. Известно, что

* E-mail: bessonov@che.nsk.su

диметильные производные золотоорганических соединений в кристаллическом состоянии стабильнее своих диэтильных аналогов, в то время как ди-*n*-пропил- и ди-*n*-бутилпроизводные в обычных условиях являются жидкостями [6]. Различие в физико-химических свойствах, возможно, связано с особенностями индуктивного влияния алифатических радикалов. На примере β-дикетонатов диметилзолота в зависимости от типа хелатного узла было выявлено увеличение термической устойчивости в последовательности: (O, S)→(O, O)→(S, NH)→(O, NH) [7].

Целью данной работы является исследование термических свойств и расшифровка кристаллической структуры ацетата диметилзолота(III) $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOCOCH}_3]_2$, далее в тексте $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$. Следует отметить, что ранее это соединение было охарактеризовано с помощью ЭА, ИК и ЯМР спектроскопии, на основании чего было предложено димерное строение, а также приведена методика синтеза [8]. Более полная информация о строении и свойствах комплекса в литературе отсутствует.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез $(\text{CH}_3)_2\text{AuI}$. Для получения иодида диметилзолота за основу была взята методика, предложенная в работе [9]. Авторы предлагают в охлажденный до -20 — -10 °С раствор CH_3MgI в токе аргона при интенсивном перемешивании добавлять соль KAuCl_4 . В качестве растворителя использовали смесь 30 мл эфира и 80 мл гексана. Время реакции составляло 20 мин. Выход конечного продукта 45—50 %. В целях определения влияния параметров реакции на выход конечного продукта синтез соединения был проведен в различных условиях. Понижение температуры до -70 — -90 °С, так же как и проведение реакции при $+25$ °С, приводит к уменьшению выхода иодида диметилзолота до 10 %. При увеличении времени реакции до 90 мин выход конечного продукта составил 20 %. Вариация соотношения растворителей оказывает минимальное влияние на выход продукта, однако наилучшие результаты (45 %) были получены при использовании смеси гексана и эфира в соотношении 1:1. На основании проведенных нами исследований можно предположить, что опубликованная в работе [9] методика получения $(\text{CH}_3)_2\text{AuI}$ является наиболее оптимальной.

Иодид диметилзолота получали добавлением тетрахлораурата калия KAuCl_4 (1,00 г, 2,65 ммоль) к заранее приготовленному раствору CH_3MgI , взятому в пятикратном избытке. Реакцию проводили в смеси 70 мл гексана и 40 мл абсолютного диэтилового эфира при -5 — -10 °С в токе аргона в течение 10—15 мин. После отгонки растворителей продукт очищали перекристаллизацией из гексанового раствора. Выход полученного соединения составил 0,37 г (40 %).

Синтез $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$. В качестве исходных реагентов для синтеза ацетата диметилзолота(III) были взяты ацетат серебра CH_3COOAg и иодид диметилзолота $(\text{CH}_3)_2\text{AuI}$. Использование $(\text{CH}_3)_2\text{AuI}$ в отличие от предложенного в работе [8] $(\text{CH}_3)_2\text{AuBr}$ позволило увеличить выход конечного продукта.

В трехгорлую колбу с обратным холодильником и капельной воронкой помещали CH_3COOAg (0,14 г, 0,84 ммоль) и при интенсивном перемешивании осторожно добавляли по каплям растворенный в толуоле $(\text{CH}_3)_2\text{AuI}$ (0,3 г, 0,84 ммоль). Реакцию проводили в 50 мл толуола при комнатной температуре в течение 2 ч при постоянном токе аргона. Смесь отфильтровывали от образовавшегося осадка, а растворитель отгоняли. Продукт очищали перекристаллизацией из гексана при -10 °С. Выход составил 0,223 г (93 %). Соединение представляет собой бесцветное кристаллическое вещество ($t_{\text{пл}} = 95$ — 96 °С, 97 — $97,5$ °С данные [8]), хорошо растворимое во многих органических растворителях и стабильное при комнатной температуре в течение нескольких недель.

Комплекс исследован с помощью ИК, ^1H ЯМР спектроскопии и масс-спектрометрии. Основные данные представлены в табл. 1 и 2. ИК спектр снят в KBr на приборе SPECORD 75IR. Спектр ЯМР зарегистрирован на приборе MSL 300 фирмы Bruker, растворитель CDCl_3 . В качестве внутреннего стандарта использовали CHCl_3 ($\delta_{\text{H}} 7,24$ м.д.). Масс-спектр газовой фазы комплекса изучен на приборе МИ-1201. Энергия ионизирующих электронов 35 эВ.

Т а б л и ц а 1

Данные ИК и ^1H ЯМР спектроскопии

| ИК (см^{-1}) | ^1H ЯМР (м.д.) |
|---|--|
| $\delta_{\text{C}}(\text{Au}-\text{CH}_3)$ | 1235 $\delta_{\text{H}}(\text{Au}-\text{CH}_3)$ 1,13 |
| | 1216 $\delta_{\text{H}}(\text{C}-\text{CH}_3)$ 2,06 |
| $\rho(\text{Au}-\text{CH}_3)$ | 826 сл. |
| $\nu_{\text{ac}}(\text{C}-\text{H})(\text{Au}-\text{CH}_3)$ | 2954 сл. |
| $\nu_{\text{c}}(\text{C}-\text{H})(\text{Au}-\text{CH}_3)$ | 2851 сл. |
| $\nu_{\text{c}}(\text{C}-\text{H})$ | 2918 с. |
| ν (деформ. кольца + + Au—O) | 679 |
| $\nu(\text{C}-\text{O})$ | 1579 с. |
| | 1420 с. |

Давление насыщенного пара комплекса измерено масс-спектральным эффузионным методом Кнудсена в интервале температур 18—59 °С. Камера Кнудсена, изготовленная из молибдена, имела эффузионное отверстие 0,3 мм в диаметре, длина канала — 0,4 мм. Температуру измеряли хромель-алюмелевой термопарой с точностью $\pm 0,5$ °С. В работе [10] приведено детальное описание методики измерения и экспериментальной техники.

Термические свойства соединения в твердой фазе изучены методом дифференциально-термического анализа на приборе NETZSCH STA 409 PC/PG. Эксперимент проводили в токе гелия (20—40 мл/мин) и на воздухе со скоростью нагрева 5 и 10 °С/мин в интервале температур 20—300 °С, тигель стандартный открытый.

Рентгенографическое исследование соединения проведено на дифрактометре ДРОН-3М ($\text{CuK}\alpha$ -излучение) в области углов 2θ от 5 до 50° при комнатной температуре, оно свидетельствует об однофазности полученного продукта.

Монокристаллы для рентгеноструктурного исследования выращены методом зонной сублимации при температуре 60 °С и давлении $6 \cdot 10^{-2}$ Торр. Соединение кристаллизуется в виде бесцветных пластинок, принадлежащих к моноклинной сингонии. Параметры элементарной ячейки и экспериментальные показатели интенсивности для расшифровки кристаллической структуры измерены при температуре -30 °С на автоматическом четырехкружном дифрактометре Bruker-Nonius X8 Apex, оснащенный двухкоординатным детектором ($\text{MoK}\alpha$ -излучение, графитовый монохроматор). Кристаллографические данные исследованного соединения и характеристики эксперимента приведены в табл. 3. Структура расшифрована стандартным мето-

Т а б л и ц а 3

Кристаллографические характеристики и параметры дифракционного эксперимента для $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

| | | | |
|-------------------------|--|--------------------------------------|------------|
| Брутто-формула | $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{Au}_2\text{O}_4$ | Z | 4 |
| Молекулярная масса | 572,16 | $d_{\text{выч}}$, г/см ³ | 2,917 |
| $a, b, c, \text{Å}$ | 12,214(5), 14,307(3), 7,6635(15) | Область θ , град. | 1,71—26,35 |
| β , град. | 103,39(3) | Число экспериментальных отражений | 9023 |
| $V, \text{Å}^3$ | 1302,8(7) | Число независимых отражений | 2658 |
| Пространственная группа | $P2(1)/c$ | R для отражений с $I > 2\sigma(I)$ | 0,0261 |
| | | R для всех отражений | 0,0317 |

Т а б л и ц а 4

Координаты атомов ($\times 10^4$) и эквивалентные тепловые параметры ($\text{\AA}^2 \times 10^4$) для $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

| Атом | x/a | y/b | z/c | $U_{\text{экв}}$ | Атом | x/a | y/b | z/c | $U_{\text{экв}}$ |
|-------|---------|---------|---------|------------------|-------|---------|---------|----------|------------------|
| Au(1) | 3678(5) | 5258(4) | 3416(5) | 178(5) | C(1M) | 4738(5) | 5948(5) | 2208(9) | 305(16) |
| Au(2) | 1495(7) | 5359(4) | 681(6) | 173(8) | C(2) | 3355(6) | 2809(4) | 151(9) | 309(16) |
| O(1) | 3839(4) | 4037(3) | 1924(6) | 282(11) | C(2M) | 3627(6) | 6415(5) | 4935(9) | 316(16) |
| O(2) | 2107(4) | 4021(3) | 104(6) | 257(10) | C(3) | 1570(5) | 4413(4) | 4272(8) | 183(12) |
| O(3) | 2629(4) | 4503(3) | 4773(6) | 227(10) | C(3M) | 1948(6) | 5924(5) | 1468(8) | 307(16) |
| O(4) | 959(4) | 4747(3) | 2856(6) | 247(11) | C(4) | 987(5) | 3843(4) | 5466(8) | 238(14) |
| C(1) | 3078(5) | 3694(4) | 692(8) | 209(13) | C(4M) | 0811(6) | 6607(4) | 1068(10) | 365(17) |

Т а б л и ц а 5

Межатомные расстояния d , \AA и валентные углы ω , град. для $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

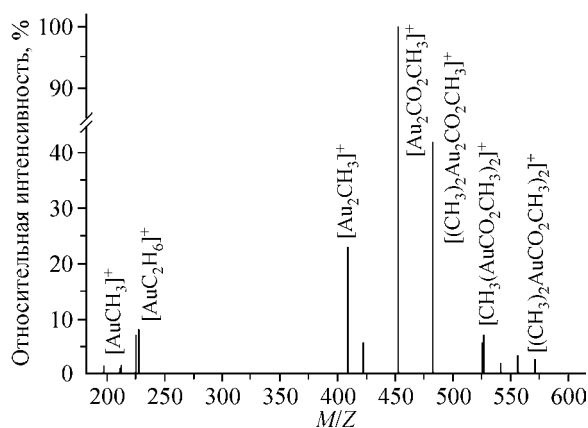
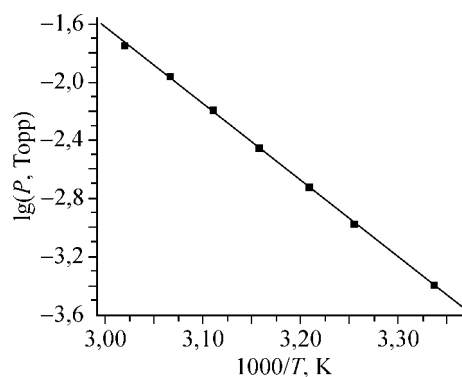
| Связь | d | Связь | d | Связь | d |
|-------------------|------------|-------------------|------------|-----------------|----------|
| Au(1)—C(1M) | 2,016(6) | Au(2)—C(4M) | 2,022(6) | O(2)—C(1) | 1,257(7) |
| Au(1)—C(2M) | 2,032(6) | Au(2)—C(3M) | 2,023(7) | O(3)—C(3) | 1,267(7) |
| Au(1)—O(1) | 2,122(4) | Au(2)—O(4) | 2,117(5) | O(4)—C(3) | 1,260(7) |
| Au(1)—O(3) | 2,123(4) | Au(2)—O(2) | 2,139(4) | C(1)—C(2) | 1,495(8) |
| Au(1)—Au(2) | 2,9889(1) | O(1)—C(1) | 1,261(7) | C(3)—C(4) | 1,521(8) |
| Угол | ω | Угол | ω | Угол | ω |
| C(1M)—Au(1)—C(2M) | 88,4(3) | C(4M)—Au(2)—C(3M) | 88,1(3) | C(1)—O(1)—Au(1) | 125,5(4) |
| C(1M)—Au(1)—O(1) | 90,4(2) | C(4M)—Au(2)—O(4) | 92,1(2) | C(1)—O(2)—Au(2) | 127,2(4) |
| C(2M)—Au(1)—O(1) | 176,4(2) | C(3M)—Au(2)—O(4) | 177,5(2) | C(3)—O(3)—Au(1) | 126,4(4) |
| C(1M)—Au(1)—O(3) | 177,3(2) | C(4M)—Au(2)—O(2) | 175,5(2) | C(3)—O(4)—Au(2) | 127,2(4) |
| C(2M)—Au(1)—O(3) | 91,8(2) | C(3M)—Au(2)—O(2) | 90,8(2) | O(2)—C(1)—O(1) | 126,4(5) |
| O(1)—Au(1)—O(3) | 89,20(17) | O(4)—Au(2)—O(2) | 88,80(17) | O(2)—C(1)—C(2) | 116,7(6) |
| C(1M)—Au(1)—Au(2) | 102,57(19) | C(4M)—Au(2)—Au(1) | 105,8(2) | O(1)—C(1)—C(2) | 116,9(6) |
| C(2M)—Au(1)—Au(2) | 102,8(2) | C(3M)—Au(2)—Au(1) | 102,89(19) | O(4)—C(3)—O(3) | 125,6(6) |
| O(1)—Au(1)—Au(2) | 80,82(12) | O(4)—Au(2)—Au(1) | 79,44(12) | O(4)—C(3)—C(4) | 117,1(5) |
| O(3)—Au(1)—Au(2) | 79,98(12) | O(2)—Au(2)—Au(1) | 78,72(11) | O(3)—C(3)—C(4) | 117,4(5) |

дом тяжелого атома и уточнена в анизотропно-изотропном (для Н) приближении, атомы водорода заданы геометрически. Координаты базисных атомов приведены в табл. 4, основные межатомные расстояния и валентные углы комплекса — в табл. 5. Все расчеты выполнены по комплексу программ SHELX-97 [11]. Дифрактограмма изученного соединения полностью проиндексирована по результатам исследования монокристалла.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Масс-спектрометрическое исследование. Анализ масс-спектров показал, что состав молекул пара соответствует химической формуле $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOCOCH}_3]_2$. В изученном интервале температур 18—59 °С относительная интенсивность пиков ионов в масс-спектре не изменяется (рис. 1). Это является свидетельством того, что в данной области температур комплекс термически устойчив.

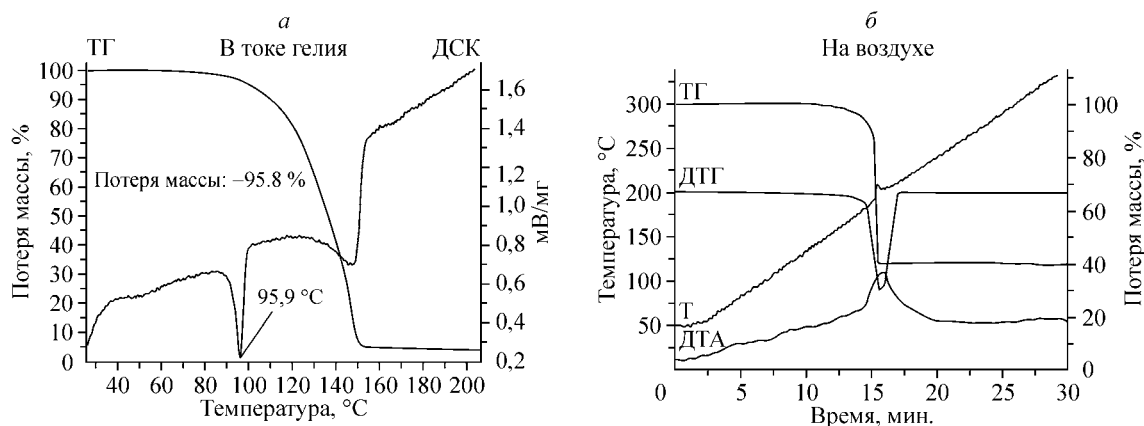
Давление пара. Масс-спектральным эффузионным методом Кнудсена в интервале температур 18—59 °С измерена температурная зависимость парциального давления пара ацетата диметилзолота (рис. 2), которая выражается уравнением: $\lg(P, \text{Torr}) = 14,21 \pm 0,14 - (5275 \pm$

Рис. 1. Масс-спектр газовой фазы $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$ Рис. 2. Зависимость парциального давления пара комплекса $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

$\pm 44)/T$, К. Для статистической обработки эксперимента были использованы результаты измерения давления пара при семи значениях температуры. Из данных зависимости $P - T$ рассчитаны термодинамические параметры процесса сублимации: $\Delta H_{\text{субл}} = 100,87 \text{ кДж}\cdot\text{моль}^{-1}$, $\Delta S_{\text{субл}} = 216,67 \text{ Дж}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$.

Термогравиметрическое исследование. По данным ТГ установлено, что ацетат диметилзолота в токе гелия сублимируется практически без разложения, потеря массы составила 96 % (рис. 3, а). На кривой ДСК наблюдается эндотермический эффект, соответствующий плавлению соединения, причем температура плавления по данным ДСК ($95,9^\circ\text{C}$) совпадает с температурой, измеренной на столике Кефлера ($95\text{—}96^\circ\text{C}$) (см. рис. 3, а). По данным ТГ на воздухе сублимация ацетата диметилзолота составила 60 % (см. рис. 3, б). На кривой ДТА можно видеть экзотермический пик, соответствующий, по-видимому, окислению и термическому разложению комплекса. Разложение ацетата диметилзолота на воздухе с одновременной сублимацией происходит в температурном интервале $140\text{—}230^\circ\text{C}$ (см. рис. 3, б).

Описание кристаллической структуры. Структура исследованного соединения относится к молекулярному типу, построена из нейтральных биядерных молекул $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOSCOCH}_3]_2$, строение которых с нумерацией атомов показано на рис. 4. Расстояние $\text{Au}\dots\text{Au}$ в димере составляет $2,989 \text{ \AA}$, что немного больше расстояния между атомами золота в металле ($2,88 \text{ \AA}$). Следует отметить, что склонность соединений золота к образованию связей $\text{Au}\dots\text{Au}$ была отмечена относительно давно [12]. Подобный вид связи наблюдали также на примере много-

Рис. 3. Термогравиметрическое исследование $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$ в токе гелия (а) и на воздухе (б)

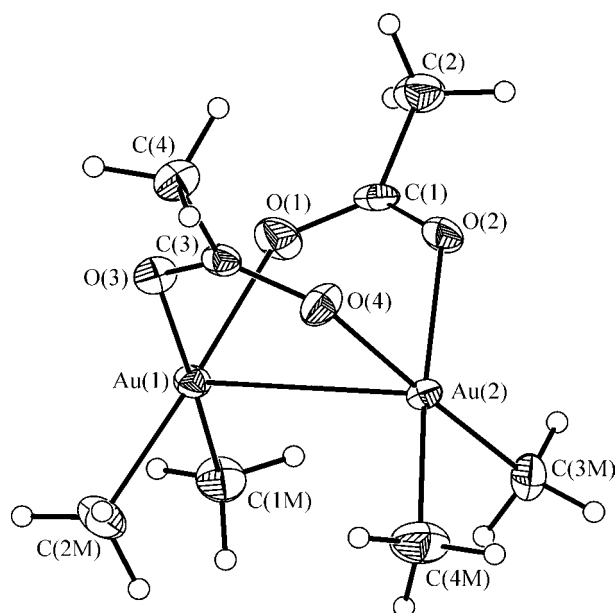


Рис. 4. Строение молекулы $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$ с нумерацией атомов

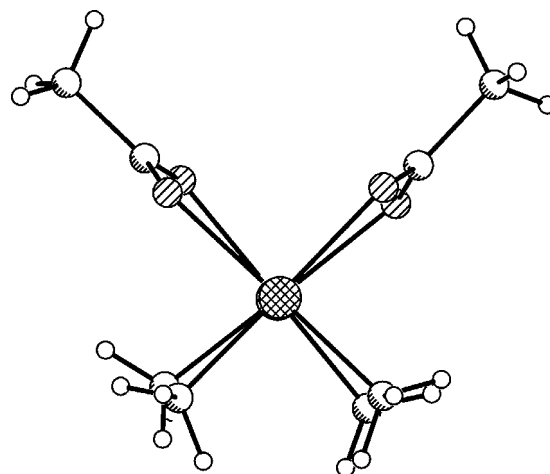


Рис. 5. Строение молекулы $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

ядерных кластеров Au^0 [13]. Две ацетатные группы в структуре молекулы, выполняя роль мостиков, образуют два четырехчленных металлоцикла, угол между нормальными к плоскостям металлоциклов составляет $90,2^\circ$ (рис. 5). Квадратная координация Au образована двумя атомами углерода метильных групп и двумя атомами кислорода двух мостиковых ацетатных групп. Средние значения расстояний Au—CH₃ и Au—O равны 2,023 и 2,125 Å соответственно (см. табл. 5). Валентные углы на атомах Au отклоняются от 90° не более чем на $2,1^\circ$. Угол между нормальными к плоскостям координационных квадратов Au(1) и Au(2) в димере равен $33,4^\circ$. Торсионные углы C(1M)Au(1)Au(2)C(3M) и C(2M)Au(1)Au(2)C(4M) не превышают $7,5^\circ$ (см. рис. 5). Координация атома золота дополняется до бипирамидальной с одной стороны ато-

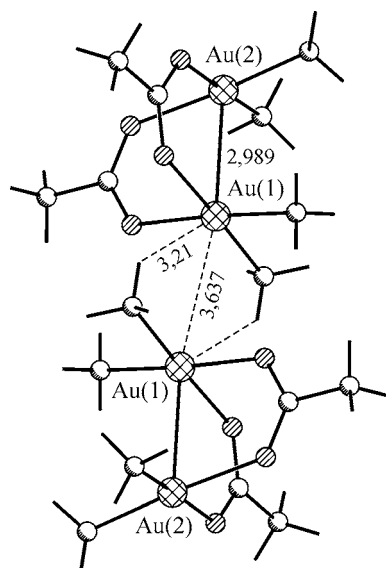


Рис. 6. Фрагмент упаковки из молекул $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$

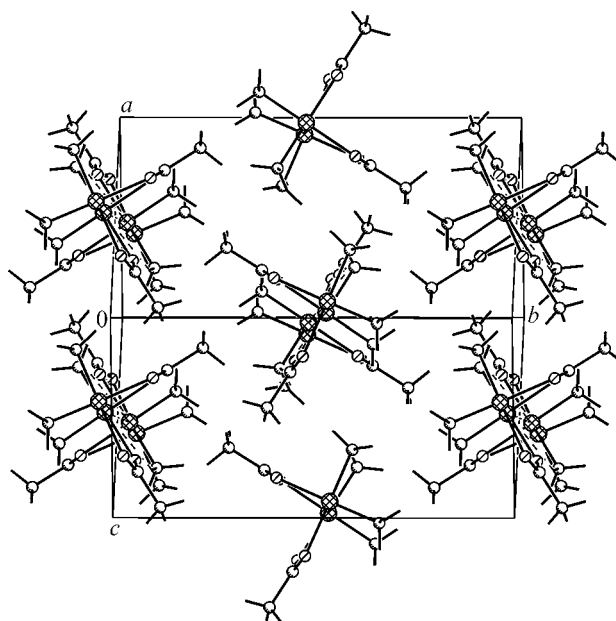


Рис. 7. Упаковка молекул $[\text{Me}_2\text{AuOAc}]_2$ в кристалле

мом Au из димера (2,989 Å), с другой — контактами с атомами водорода метильных групп соседних комплексов на расстоянии Au...H 3,21 Å (рис. 6). В структуре биядерные молекулы упакованы в бесконечные цепочки, вытянутые вдоль направления $[-111]$ с расстоянием Au...Au в цепочке между димерами 3,637 Å (см. рис. 6, 7). Межмолекулярные взаимодействия между отдельными цепочками ван-дер-ваальсовы. Кратчайшие межмолекулярные контакты H...O и H...H имеют оценки 2,6 и 2,47 Å. Общий вид кристаллической структуры показан на рис. 7.

В настоящей работе по модифицированной методике синтезирован комплекс ацетата диметилзолота(III), в качестве исходного соединения использовали иодид диметилзолота(III). Эффузионным методом Кнудсена с масс-спектрометрической регистрацией состава газовой фазы определена температурная зависимость давления насыщенного пара ацетата диметилзолота(III) в интервале температур 18—59 °C и рассчитаны термодинамические характеристики процесса сублимации комплекса. Показано, что в изученном температурном интервале пар состоит из молекул $[(\text{CH}_3)_2\text{AuOCOCH}_3]_2$ и комплекс термически стабилен. Расшифровка кристаллической структуры ацетата диметилзолота подтвердила, что он имеет димерное строение с расстоянием Au...Au 2,989 Å.

Авторы выражают благодарность И.В. Королькову за проведение РФА и Н.В. Куратьевой за проведение рентгеноструктурного эксперимента.

Работа выполнена при финансовой поддержке НПФ ООО "ТЕХНОЛЕТ-ЗОЛОТО" в рамках Государственного контракта № 3631p/6147 с Фондом содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *The Chemistry of Metal CVD* / Eds. T.T. Kodas, M.J. Hampden-Smith. — Weinheim, N. Y., Basel, Cambridge, Tokyo: VCH, 1994.
2. Rice G.W., Tobias R.S. // *Inorg. Chem.* — 1975. — **14**, N 10. — P. 2402 — 2407.
3. Anderson G.K. // *Adv. Organomet. Chem.* — 1982. — **20**. — P. 39 — 114.
4. Puddephatt R.J. *Topics in Inorganic Chemistry and General Chemistry.* — 16 / Ed. R.J.H. Clark. — Amsterdam: Elsevier, 1978.
5. Gilman H., Woods L.A. // *J. Amer. Chem. Soc.* — 1948. — **70**, N 2. — P. 550 — 552.
6. Brain F.H., Gibson C.S. // *J. Chem. Soc.* — 1939. — P. 762 — 767.
7. Жаркова Г.И., Тюкалевская Н.М., Игуменов И.К., Земсков С.В. // *Изв. СО АН СССР. Сер. хим.* — 1988. — **5**, № 5. — С. 145 — 148.
8. Bergfeld M., Schmidbaur H. // *Chem. Ber.* — 1969. — **102**, N 7. — P. 2408 — 2413.
9. Жаркова Г.И., Игуменов И.К., Земсков С.В. // *Координац. химия.* — 1980. — **6**, № 5. — С. 720 — 723.
10. Semyannikov P.P., Igumenov I.K., Trubin S.V. et al. // *Thermochim. Acta.* — 2005. — **432**. — P. 91 — 98.
11. Sheldrick G.M. SHELX-97. Release 97-1. — University of Göttingen, 1997.
12. Несмеянов А.Н., Перевалова Э.Г., Грандберг К.И., Леменовский Д.А. // *Изв. АН СССР.* — 1974. — № 5. — С. 1124 — 1137.
13. Cariati F., Naldini L. // *Inorg. Chim. Acta.* — 1971. — **5**. — P. 172 — 174.