

УДК 548.736:546.733

**КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ СТРУКТУРЫ  
ОКСАЛАТО(ЭТИЛЕНДИАМИН-*N,N'*-ДИАЦЕТАТО)ХРОМАТОВ(III)  
КАЛЬЦИЯ И БАРИЯ,  $M[Cr(Edda)(C_2O_4)]_2 \cdot 5H_2O$  ( $M = Ca, Ba$ )**

© 2007 М. Цабель<sup>1\*</sup>, А.Л. Позняк<sup>2</sup>, В.И. Павловский<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт неорганической химии университета Регенсбурга, Германия

<sup>2</sup>Институт молекулярной и атомной физики НАН Беларуси, Минск

Статья поступила 18 октября 2006 г.

Методом рентгеноструктурного анализа определена кристаллическая структура  $Ca[Cr(Edda)(C_2O_4)]_2 \cdot 5H_2O$  и  $Ba[Cr(Edda)(C_2O_4)]_2 \cdot 5H_2O$  ( $H_2Edda$  — этилендиамин-*N,N'*-диуксусная кислота). Ближайшее окружение щелочноземельных ионов состоит из атомов кислорода соседних комплексных ионов  $[Cr(Edda)(C_2O_4)]^-$  (5 для Ca и 4 для Ba) и молекул воды, дополняющих координационное число до восьми. Два атома Ca и два комплексных иона связаны друг с другом в цикл, с каждым из атомов Ca цикла связан еще один анион посредством мостикового оксалат-иона. В результате этого образуется centrosymmetric гексаядерный супрамолекулярный ансамбль. Атомы Ba и комплексные анионы, попеременно чередуясь, образуют бесконечную цепочку, каждый атом Ba цепочки связан дополнительно с одним анионом посредством мостикового оксалат-иона.

**Ключевые слова:** кристаллическая структура, комплексы хрома(3+), этилендиамин-*N,N'*-диуксусная кислота, оксалато-лиганды, соли кальция и бария.

Успешно используемая стратегия для получения гетерополиядерных систем заключается в том, чтобы с помощью катионов металлов объединить относительно стабильные координационные соединения, содержащие потенциально мостиковые группы. Хорошо известный мостиковый лиганд — это оксалат-ион. Поэтому во многих случаях в качестве "строительных блоков" для супрамолекулярных систем были использованы оксалатные комплексы. Если ограничиться комплексами хрома(III), то можно назвать анионные комплексы  $[Cr(C_2O_4)_3]^{3-}$  [1–6],  $[Cr(L)(C_2O_4)_2]^-$ , где L — Bpy, Phen [7–10] или Dpa [11, 12], а также  $[Cr(L)(C_2O_4)]^-$ , где L — Salen [13]. Здесь Bpy — 2,2'-бипиридил, Phen — 1,10-фенантролин, Dpa — ди(2-пиридил)амин, Salen — ион 1,2-этиленбис(салицилальдимина). Мы приготовили ранее не изученные соединения ионов кальция и бария с анионом (этилендиамин-*N,N'*-диацетато)оксалатохромата(III)  $M[Cr(Edda)(C_2O_4)]_2 \cdot 5H_2O$ , где M = Ca (I) или Ba (II). В настоящем сообщении мы описываем их кристаллическую структуру.

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

Для получения I и II использовали димерный комплекс  $[Cr(Edda)OH]_2$ , который готовили, руководствуясь работой [14], но в одну стадию, не выделяя промежуточный протонированный комплекс. Затем при обработке гидроксодимера смесью щавелевой кислоты и оксалата натрия получен комплекс  $Na[Cr(Edda)(C_2O_4)]$ , а из его раствора осаждением  $CaCl_2$  или

\* E-mail: manfred.zabel.@chemie.uni-regensburg.de

Основные кристаллографические данные и детали эксперимента для структур I и II

Характеристика	Соединение I	Соединение II
Брутто-формула	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> CaCr <sub>2</sub> N <sub>4</sub> O <sub>21</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> BaCr <sub>2</sub> N <sub>4</sub> O <sub>21</sub>
Молекулярная масса	758,52	855,77
Температура, К	297(1)	173(1)
Сингония	Моноклинная	Моноклинная
Пространственная группа	<i>P</i> 2 <sub>1</sub> / <i>n</i>	<i>P</i> 2 <sub>1</sub> / <i>n</i>
<i>a</i> , <i>b</i> , <i>c</i> , Å	15,6506(13), 9,7588(8), 18,4920(18)	12,8732(14), 9,7207(9), 20,0819(16)
$\alpha$ , $\beta$ , $\gamma$ , град.	90, 91,419(11), 90	90, 90,072(14), 90
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	2823,4(4)	2903,4(4)
<i>Z</i>	4	4
$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	1,785	1,958
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	1,050	2,173
<i>F</i> (000)	1560	1704
Форма кристалла (размеры, мм)	0,24 × 0,18 × 0,06	0,29 × 0,19 × 0,11
Область сбора данных по $\theta$ , град.	2,46—5,83	2,50—5,82
Коэфф. пропускания $T_{\min}/T_{\max}$	0,8120/0,9416	0,5535/0,7893
Интервалы индексов отражений	-19 ≤ <i>h</i> ≤ 19, -11 ≤ <i>k</i> ≤ 11, -22 ≤ <i>l</i> ≤ 22	-18 ≤ <i>h</i> ≤ 18, -11 ≤ <i>k</i> ≤ 11, -24 ≤ <i>l</i> ≤ 24
Измерено отражений	38574	39640
Независимых отражений, <i>N</i> <sub>1</sub>	5402 ( <i>R</i> <sub>int</sub> = 0,0327)	5559 ( <i>R</i> <sub>int</sub> = 0,0553)
Отражений с <i>I</i> > 2σ( <i>I</i> ), <i>N</i> <sub>2</sub>	4288	5290
Число параметров уточнения	488	487
GOOF	0,944	1,083
<i>R</i> -факторы по <i>N</i> <sub>2</sub>	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0262, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,0634	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0187, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,0489
<i>R</i> -факторы по <i>N</i> <sub>1</sub>	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0374, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,0665	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0202, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,0496
Ост. эл. плотность (min/max), е/Å <sup>3</sup>	-0,278/0,318	-0,264/0,577

BaCl<sub>2</sub> — кристаллы I или II. Перекристаллизация для рентгеноструктурного анализа медленным охлаждением горячего водного раствора.

Параметры элементарной ячейки и трехмерный набор интенсивностей отражений получены на дифрактометре STOE-IPDS (излучение MoK $\alpha$ , графитовый монохроматор, охлаждающая приставка Oxford Cryosystems). Поправку на поглощение учитывали численным методом по форме кристалла. Структуры расшифрованы прямым методом (SIR-97 [15]) и уточнены полноматричным анизотропным методом наименьших квадратов (SHELX-97 [16]). Атомы H молекул воды локализованы из разностных синтезов Фурье. Положение атомов H лиганда Edda рассчитано геометрически и уточнено по модели "наездника" [16]. Кристаллографические данные и некоторые детали эксперимента содержит табл. 1. Координаты и температурный фактор неводородных атомов в структурах приведены в табл. 2, длины связей — в табл. 3.

Молекулярная графика выполнена с помощью программы PLATON [17].

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В кристаллах I присутствуют гексаядерные гетеробиметаллические комплексы (A2)—(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Ca(A1)<sub>2</sub>Ca(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>—(A2) (1) и молекулы кристаллизационной воды (O(4w) и O(5w)), где A1 и A2 — комплексные анионы [Cr(Edda)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]<sup>-</sup> с атомами Cr(1) и Cr(2) соответственно. Анионы построены одинаковым, симметричным образом, когда два донорных атома кислорода

Т а б л и ц а 2

*Координаты атомов ( $\times 10^4$ ) и тепловые параметры ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) для структур I и II*

Атом	Соединение I				Соединение II			
	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{eq}}^*$	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{eq}}^*$
Ca/Ba	7505(1)	-213(1)	4790(1)	25(1)	6926(1)	-3442(1)	174(1)	14(1)
Cr(1)	10070(1)	277(1)	2769(1)	24(1)	4958(1)	-917(1)	2782(1)	12(1)
Cr(2)	4983(1)	308(1)	2491(1)	25(1)	4025(1)	-4111(1)	-2453(1)	13(1)
O(1)	9259(1)	-958(1)	3227(1)	30(1)	5787(1)	-2158(1)	2315(1)	16(1)
O(2)	7928(1)	-1165(1)	3612(1)	39(1)	6636(1)	-2459(1)	1414(1)	23(1)
O(3)	10808(1)	1536(1)	2241(1)	31(1)	4057(1)	333(1)	3158(1)	20(1)
O(4)	11600(1)	1750(2)	1262(1)	50(1)	2590(1)	651(2)	3341(1)	28(1)
O(5)	11047(1)	-798(1)	3148(1)	29(1)	5088(1)	-1936(1)	3628(1)	17(1)
O(6)	10232(1)	1310(1)	3695(1)	31(1)	5941(1)	205(1)	3155(1)	17(1)
O(7)	12013(1)	-764(1)	4056(1)	36(1)	5773(1)	-1758(2)	4614(1)	41(1)
O(8)	11053(1)	1227(2)	4708(1)	41(1)	6832(1)	334(1)	4050(1)	25(1)
O(9)	5784(1)	-849(1)	1951(1)	37(1)	4057(1)	-2853(1)	-2052(1)	18(1)
O(10)	6628(1)	-907(2)	1005(1)	76(1)	2628(1)	-2603(2)	-1739(1)	29(1)
O(11)	4144(1)	1486(1)	2948(1)	33(1)	5769(1)	-5310(1)	-2936(1)	18(1)
O(12)	2756(1)	1847(2)	3136(1)	44(1)	6632(1)	-5522(2)	-3836(1)	34(1)
O(13)	5185(1)	-841(1)	3353(1)	34(1)	5893(1)	-2983(1)	-2062(1)	16(1)
O(14)	5926(1)	1427(1)	2915(1)	30(1)	5042(1)	-5175(1)	-1614(1)	18(1)
O(15)	6150(1)	-1087(1)	4254(1)	32(1)	6629(1)	-2725(1)	-1100(1)	20(1)
O(16)	6830(1)	1400(1)	3876(1)	31(1)	5764(1)	-5064(1)	-636(1)	20(1)
O(1w)	8591(1)	1436(2)	4456(1)	47(1)	7257(1)	-650(2)	19(1)	35(1)
O(2w)	6337(1)	815(2)	5445(1)	54(1)	8579(1)	-2925(2)	-375(1)	43(1)
O(3w)	7152(1)	-2303(2)	5393(1)	46(1)	7601(1)	-6073(2)	-277(1)	24(1)
O(4w)	7178(2)	4908(2)	5055(1)	56(1)	5091(1)	-2534(2)	209(1)	26(1)
O(5w)	5114(1)	8090(2)	5447(1)	63(1)	6643(1)	1947(2)	448(1)	29(1)
N(1)	8952(1)	1210(2)	2380(1)	28(1)	4942(1)	66(2)	1857(1)	16(1)
N(2)	10021(1)	-741(2)	1787(1)	27(1)	3838(1)	-1944(2)	2416(1)	15(1)
N(3)	4902(1)	1348(2)	1508(1)	32(1)	3788(1)	-5117(2)	-2786(1)	16(1)
N(4)	3898(1)	-708(2)	2110(1)	30(1)	4884(1)	-3104(2)	-3369(1)	17(1)
C(1)	8924(1)	1006(2)	1579(1)	31(1)	4063(1)	-254(2)	1529(1)	19(1)
C(2)	9178(1)	-460(2)	1422(1)	33(1)	3817(1)	-1738(2)	1680(1)	18(1)
C(3)	8211(1)	604(2)	2753(1)	38(1)	5739(1)	-416(2)	1479(1)	18(1)
C(4)	8467(1)	-596(2)	3235(1)	30(1)	6083(1)	-1792(2)	1740(1)	15(1)
C(5)	10771(1)	-282(2)	1379(1)	37(1)	3035(1)	-1396(2)	2767(1)	21(1)
C(6)	11087(1)	1116(2)	1627(1)	32(1)	3218(1)	-23(2)	3110(1)	19(1)
C(7)	11368(1)	-338(2)	3746(1)	25(1)	5664(1)	-1404(2)	4035(1)	20(1)
C(8)	10854(1)	838(2)	4097(1)	27(1)	6214(1)	-191(2)	3734(1)	16(1)
C(9)	4061(2)	997(2)	1159(1)	40(1)	3741(1)	-4914(2)	-3521(1)	20(1)
C(10)	3854(2)	-493(2)	1313(1)	38(1)	3995(1)	-3438(2)	-3681(1)	22(1)
C(11)	5664(2)	966(2)	1091(1)	43(1)	3006(1)	-4570(2)	-2407(1)	21(1)
C(12)	6062(2)	-364(2)	1353(1)	43(1)	3220(1)	-3233(2)	-2041(1)	19(1)
C(13)	3146(1)	-178(2)	2499(1)	40(1)	5684(1)	-3535(2)	-3758(1)	23(1)
C(14)	3338(1)	1163(2)	2887(1)	32(1)	6063(1)	-4902(2)	-3510(1)	20(1)
C(15)	5836(1)	-458(2)	3736(1)	26(1)	6098(1)	-3335(2)	-1462(1)	14(1)
C(16)	6249(1)	915(2)	3505(1)	25(1)	5602(1)	-4640(2)	-1201(1)	15(1)

\*  $U_{\text{eq}}$  определены как одна треть следа ортогонализованного тензора  $U_{ij}$ .

Длины связей  $d$ , Å для структур **I** и **II**

Соединение <b>I</b>				Соединение <b>II</b>			
Связь	$d$	Связь	$d$	Связь	$d$	Связь	$d$
Ca(1)—O(15)	2,469(2)	Cr(2)—O(13)	1,969(2)	Ba(1)—O(2)	2,701(2)	Cr(1)—O(6)	1,972(1)
Ca(1)—O(16)	2,522(2)	Cr(2)—O(14)	1,982(2)	Ba(1)—O(1w)	2,776(2)	Cr(1)—O(5)	1,977(2)
Ca(1)—O(2)	2,473(2)	Cr(2)—N(3)	2,082(2)	Ba(1)—O(2w)	2,742(2)	Cr(1)—N(1)	2,088(2)
Ca(1)—O(7)#1	2,441(2)	Cr(2)—N(4)	2,074(2)	Ba(1)—O(3w)	2,894(2)	Cr(1)—N(2)	2,075(2)
Ca(1)—O(1w)	2,431(2)	Cr(1)—O(3)	1,963(2)	Ba(1)—O(4w)	2,869(2)	Cr(2)—O(9)	1,953(2)
Ca(1)—O(2w)	2,434(2)	Cr(1)—O(1)	1,957(2)	Ba(1)—O(8)#2	2,692(2)	Cr(2)—O(11)	1,969(1)
Ca(1)—O(3w)	2,396(2)	Cr(1)—O(6)	1,997(2)	Ba(1)—O(15)	2,689(1)	Cr(2)—O(13)	1,972(1)
Ca(1)—O(8)#1	2,615(2)	Cr(1)—O(5)	1,968(2)	Ba(1)—O(16)	2,848(2)	Cr(2)—O(14)	1,985(1)
Cr(2)—O(9)	1,976(2)	Cr(1)—N(2)	2,070(2)	Cr(1)—O(1)	1,964(1)	Cr(2)—N(3)	2,065(2)
Cr(2)—O(11)	1,954(2)	Cr(1)—N(1)	2,085(2)	Cr(1)—O(3)	1,961(2)	Cr(2)—N(4)	2,083(2)

Примечание. Операции симметрии для эквивалентных атомов: (#1)  $2-x, -y, 1-z$ ; (#2)  $1,5-x, y-0,5, 0,5-z$ .

оксалат-иона находятся в экваториальной плоскости, а атомы кислорода тетраэдратного лиганда Edda занимают аксиальные позиции. Такие же анионы имеются и в кристаллах **II**. Подобные октаэдрические комплексы с лигандами типа Edda хорошо известны [18]. Геометрические параметры ионов A1 и A2 (см. табл. 3) близки к таковым для комплексов Cr(III), содержащих лиганды Edda [19—21] либо  $C_2O_4^{2-}$  [1—5]. В гексамере центральный тетраэдрный цикл образуется за счет того, что два аниона A1, соотносящиеся центром симметрии, образуют связь карбонильным атомом кислорода лиганда Edda с одним атомом Ca, а двумя атомами оксалат-иона — с другим атомом Ca. Кроме того, каждый атом Ca связан с двумя атомами кислорода оксалатного лиганда концевых комплексов A2 (рис. 1). Таким образом, строение гексамера в составе **I** можно схематично изобразить формулой



Поскольку с атомами Ca связаны еще три молекулы воды (O(1w)—O(3w) не показаны на рис. 1), то их координационное число (КЧ) равно 8. Координационный полиэдр атома Ca — тетрагональная антипризма с атомами O(2), O(8)#1, O(3w) и O(15) в одной "крышке" и O(7)#1, O(2w), O(16) и O(1w) в другой.

В кристаллах **II** анионы A1 и атомы Ba образуют бесконечные зигзагообразные цепочки в направлении оси  $b$ , так как атом O(2) лиганда Edda связан с одним атомом Ba, а атом O(8) оксалатного лиганда того же аниона связан с другим атомом Ba, и эти атомы Ba соотносятся винтовой осью  $2_1$  (рис. 2). Функция аниона A2 в кристалле **II**, как и в **I**, — бидентатный "лиганд" по отношению к Ba за счет двух атомов кислорода оксалатного иона. Таким образом, одномерный супрамолекулярный ансамбль в кристаллах **II** можно схематично изобразить формулой



С атомами Ba связаны четыре молекулы воды (O(1w)—O(4w) не показаны на рис. 2). В координационном восьмивершиннике атома Ba атомы O(2), O(4w), O(16), O(3w) и O(8)#2 лежат примерно в одной плоскости, образуя почти правильный пятиугольник. Плоскость остальных трех атомов кислорода (O(15), O(1w) и O(2w)) по другую сторону атома Ba параллельна плоскости пятиугольника.

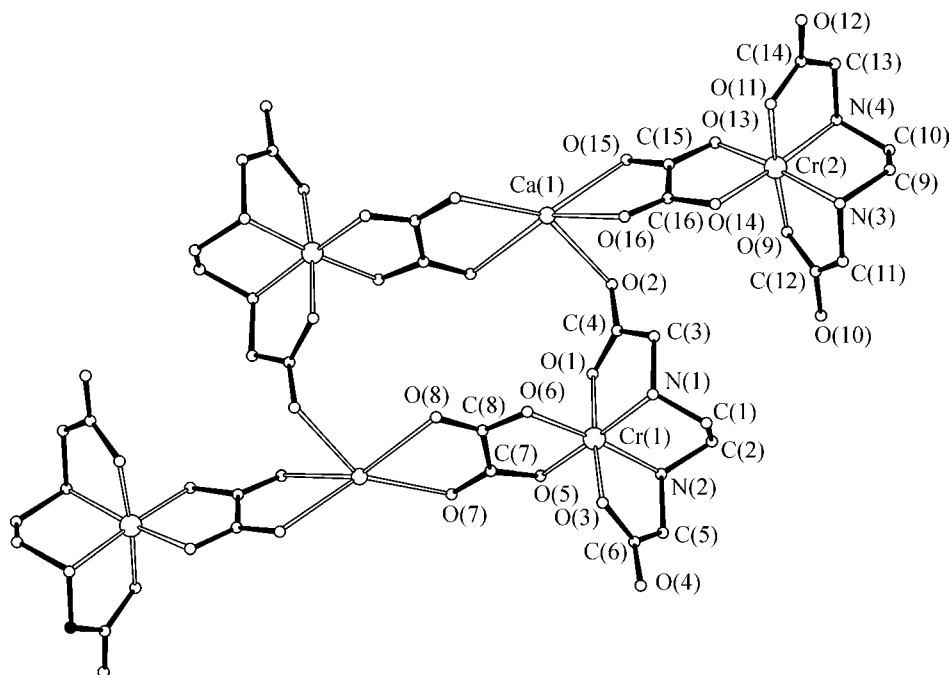
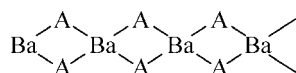


Рис. 1. Гексамерный комплекс  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{O})_3[\text{Cr}(\text{Edda})(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$  в структуре I. Молекулы воды не показаны

В кристаллах I и II водородные связи  $\text{O} \cdots \text{H} \cdots \text{O}$  с участием молекул воды, как связанных с атомами металла, так и кристаллизационных, а также водородные связи  $\text{N} \cdots \text{H} \cdots \text{O}$  объединяют гексамеры (1) или цепочки (2) в трехмерный каркас.

Среди исследованных кристаллов с оксалатными комплексами Cr(III) состава  $\text{MA}_2$  нет аналогов структурам I и II. В кристаллах  $\text{Ba}[\text{Cr}(\text{Вру})(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  формируется каркасная структура [ 8 ], а в  $\text{Sr}[\text{Cr}(\text{Dpa})(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Ba}[\text{Cr}(\text{Phen})(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  — слоистая структура [ 9, 11 ]. Кристаллы  $\text{Ba}[\text{Cr}(\text{Вру})(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  содержат бесконечные цепочки следующего вида с кристаллографически эквивалентными анионами А [ 9 ]:



Опубликованы данные о других структурах с анионами типа  $[\text{Cr}(\text{L})(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^-$ , но они содержат катионы 3*d*-металлов или  $\text{Ag}^+$  и поэтому не имеют прямой связи с темой настоящей работы.

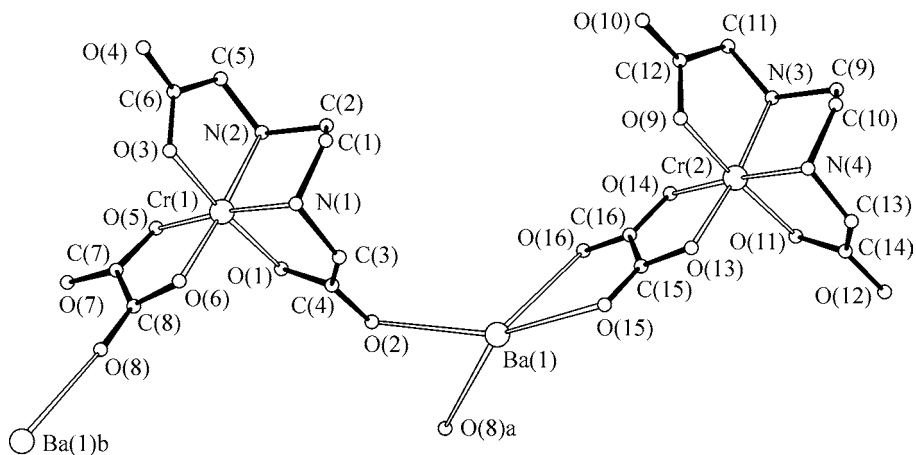


Рис. 2. Фрагмент цепочки  $\text{Ba}(\text{H}_2\text{O})_4[\text{Cr}(\text{Edda})(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$  в структуре II. Молекулы воды не показаны

То же относится и к комплексам  $[\text{Cr}(\text{Salen})(\text{C}_2\text{O}_4)]^-$ , а также  $[\text{Fe}(\text{Salen})(\text{C}_2\text{O}_4)]^-$ , которые содержат тетраденатный лиганд типа  $(\text{N})_2(\text{O})_2$  и поэтому подобны  $[\text{Cr}(\text{Edda})(\text{C}_2\text{O}_4)]^-$  [13, 22]. Топологическим аналогом **I** может служить  $\text{Ba}[\text{Co}(\text{Edds})_2] \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  [23], хотя в этих кристаллах гексамер построен на основе центрального плоского цикла  $\text{Ba}(\mu\text{-O})_2\text{Ba}$ , в котором атомы кислорода принадлежат двум различным комплексам  $[\text{Co}(\text{Edds})]^-$ . Бесконечные цепочки по типу (2) обнаружены в кристаллах  $\text{Ca}[\text{Fe}(\text{Edds})_2] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  [24] и *транс*(N)- $\text{Ca}[\text{Co}(\text{Nta})(\text{Pic})]_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  [25] ( $\text{H}_4\text{Edds}$ ,  $\text{H}_3\text{Nta}$  и  $\text{HPic}$  — соответственно этилендиаминдиянтарная, нитрилотриуксусная и 2-пиколиновая кислоты).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Coronado E., Galan J.R., Marti-Gastaldo C. // *Inorg. Chem.* – 2006. – **45**, N 5. – P. 1882 – 1884.
2. Belomba M.M., Nenwa J., Mbiangue Y.-A. et al. // *Dalton Trans.* – 2003. – N 11. – P. 2117 – 2119.
3. Coronado E., Galan-Mascaros J.R., Gomez-Garcia C.J. // *Inorg. Chem.* – 2001. – **40**, N 1. – P. 113 – 120.
4. Costisor O., Mereiter K., Julve M. et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2001. – **326**, N 1-2. – P. 352 – 358.
5. Masters V., Gahan L.R., Kennard C.H.L. // *Acta Crystallogr.* – 1997. – **53C**, N 11. – P. 1576 – 1577.
6. Tamaki H., Zhong Z.-J., Matsumoto N. et al. // *J. Amer. Chem. Soc.* – 1993. – **114**, N 18. – P. 6974 – 6979.
7. Andruh M., Melanson R., Sager C., Rochon F.G. // *Inorg. Chim. Acta.* – 1996. – **251**, N 1-2. – P. 309 – 317.
8. Rochon F.D., Melanson R., Andruh M. // *Inorg. Chem.* – 1996. – **35**, N 21. – P. 6086 – 6092.
9. Marinescu G., Andruh M., Julve M. et al. // *Crystal Growth and Design.* – 2005. – **5**, N 1. – P. 261 – 267.
10. Coronado E., Gimenez M.C., Gomez-Garcia C.J., Romero F.M. // *Polyhedron.* – 2003. – **22**, N 23. – P. 3115 – 3122.
11. Lescouezec R., Marinescu G., Carmen-Munoz M. et al. // *New J. Chem.* – 2001. – **25**, N 10. – P. 1224 – 1235.
12. Vivas C.Y. et al. // *Cryst. Eng. Comm.* (on-line computer file) – 2004. – N 6. – P. 11 – 18. (CA 2004 141(16) 270402).
13. Ohba M., Tamaki H., Matsumoto N., Okawa H. // *Inorg. Chem.* – 1993. – **32**, N 23. – P. 5385 – 5390.
14. Fujii Y., Kyuno E., Tsuchiya R. // *Bull. Chem. Soc. Japan.* – 1969. – **42**, N 6. – P. 1569 – 1575.
15. Altomare A., Burla M.C., Carnalli M. et al. // *J. Appl. Crystallogr.* – 1999. – **32**, N 1. – P. 115.
16. Sheldrick G.M. SHELX-97. Program for the Solution and Refinement of Crystal Structures. – University of Göttingen, Germany, 1997.
17. Spek A.L. // *J. Appl. Crystallogr.* – 2003. – **36**, N 1. – P. 7.
18. Sabo T.J., Grguric-Sipka S.R., Trifunovic S.R. // *Synth. & React. in Inorg. & Metal-Org. Chem.* – 2002. – **32**, N 9. – P. 1661 – 1717.
19. Srdanov G., Herac R., Radanovic D.J., Veselinovic D.S. // *Inorg. Chim. Acta.* – 1980. – **38**, N 1. – P. 37 – 42.
20. Green C.A., Place H., Willett R., Legg J.I. // *Inorg. Chem.* – 1986. – **25**, N 26. – P. 4672 – 4677.
21. Sakagami N., Nakahanada M., Ino K. et al. // *Ibid.* – 1996. – **36**, N 3. – P. 683 – 688.
22. Засурская Л.А., Полюнова Т.Н., Письменская Е.Б., Позняк А.Л. // *Кристаллография.* – 1997. – **42**, № 1. – С. 107 – 115.
23. Засурская Л.А., Полякова И.Н., Полюнова Т.Н. и др. // Там же. – 2002. – **47**, № 5. – С. 849 – 855.
24. Pavelcik F., Kettman V. // *Coll. Czech. Chem. Comm.* – 1983. – **48**, N 5. – P. 1376 – 1389.
25. Засурская Л.А., Полякова И.Н., Полюнова Т.Н. и др. // *Кристаллография.* – 2002. – **47**, № 5. – С. 849 – 855.