

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 546.77+546.221;546.23

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ НОВОГО МОЛЕКУЛЯРНОГО ОКТАЭДРИЧЕСКОГО КЛАСТЕРНОГО КОМПЛЕКСА МОЛИБДЕНА — $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

© 2007 Ю. В. Мионов*, Ж. С. Кожомуратова, Д. Ю. Наумов, В. Е. Федоров

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

Статья поступила 15 июня 2006 г.

Получен и структурно охарактеризован кластерный комплекс состава $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Соединение кристаллизуется в триклинной пространственной группе $P\bar{1}$ с параметрами элементарной ячейки: $a = 14,3356(5)$, $b = 15,7882(4)$, $c = 25,3949(8)$ Å, $\alpha = 95,9750(10)$, $\beta = 91,1030(10)$, $\gamma = 112,2570(10)^\circ$, $V = 5279,8(3)$ Å³, $Z = 2$, $\rho_{\text{выч}} = 1,772$ г/см³. Комплекс имеет молекулярное строение. Атомы молибдена кластерного ядра $\{\text{Mo}_6\text{Se}_8\}$ координированы атомами фосфора молекул трифенилфосфина.

Ключевые слова: молибден, октаэдрический кластер, трифенилфосфин, синтез, кристаллическая структура.

Бинарные и тройные гексаядерные кластерные халькогениды молибдена Mo_6Q_8 ($\text{Q} = \text{S}, \text{Se}, \text{Te}$) и MMo_6Q_8 , известные в литературе как фазы Шевреля, привлекают пристальное внимание исследователей в силу своих интересных физических свойств, таких как сверхпроводимость, каталитическая активность. В последнее время появилась еще одна группа соединений, основным структурным фрагментом которых является кластерное ядро Mo_6Q_8 . Недавно было показано, что Mo_6Se_8 взаимодействует с расплавом KCN при температуре 650 °С с образованием нерастворимого в воде кластерного соединения $\text{K}_6[\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{CN})_5]$ [1] с мостиковыми CN-лигандами, а также растворимого в воде комплекса $\text{K}_7[\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{CN})_6]$, который на воздухе претерпевает одноэлектронное окисление, давая кластерный анион $[\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{CN})_6]^{6-}$ [2]. К настоящему времени на основе кластерного ядра Mo_6Q_8 также получена группа соединений с органическими лигандами, такими как $\text{P}(\text{Et})_3$, пиридин, пирролидин, пиперидин [3 — 5]. Все подобные соединения были получены методами растворной химии реакцией конденсации трехядерных халькогалогенидных кластерных комплексов молибдена, либо замещением галогенидных лигандов в $\text{Mo}_6\text{Cl}_{12}$ реакцией с NaSH в присутствии органических лигандов. В настоящей работе представлены данные по синтезу нового октаэдрического комплекса молибдена с органическим лигандом, а именно $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Экспериментальная часть. $\text{Mo}_6\text{Br}_{12}$ получали реакцией металлического молибдена с бромом в вакуумированной запаянной кварцевой ампуле при температуре 650 °С [6]. Остальные реагенты использовали коммерческие. ИК спектры регистрировали в таблетках KBr на фурье-спектрометре Bruker IFS-85. Содержание элементов C, H, N, определяли на приборе CARLO-ERBA 1106.

Получение $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Синтез комплекса проводился в два этапа.

I этап. 300 мг (3,79 ммоль) Se растворяли в 30 мл дегазированной воды в токе аргона, затем при перемешивании добавляли 700 мг (12,96 ммоль) KBH_4 . Смесь перемешивали при комнатной температуре в атмосфере аргона до полного растворения. В раствор добавляли 500 мг (0,32 ммоль) $\text{Mo}_6\text{Br}_{12}$, смесь нагревали при перемешивании до полного исчезновения осадка,

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

затем кипятили в течение 2 ч, охлаждали до комнатной температуры и оставляли на ночь. Образовавшийся продукт черного цвета отфильтровывали на стеклянном фильтре и промывали спиртом (30 мл), а затем эфиром (20 мл). Получили 500 мг черного осадка, нерастворимого в воде и основных органических растворителях.

II этап. 50 мг продукта, полученного на I этапе, и 118 мг (0,45 ммоль) PPh_3 загружали в стеклянную ампулу. Ампулу помещали в печь и нагревали при температуре 200 °С в течение 12 ч, после чего остужали до комнатной температуры со скоростью 10 град./ч. Полученный продукт растворяли в хлористом метиле, осаждали эфиром и отфильтровывали. Осадок промывали эфиром и сушили на воздухе. Монокристаллы для рентгеноструктурного анализа получали кристаллизацией из смеси $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{эфир}$. Получено 30 мг продукта. Выход 33 %. Найдено для $\text{C}_{108}\text{H}_{94}\text{Mo}_6\text{O}_2\text{P}_6\text{Se}_8$: С — 46,28, Н — 3,23 %. Вычислено: С — 46,04, Н — 3,36 %.

РСА. Строение $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ определено методом РСА на монокристалле. Рентгенодифракционный эксперимент проводили на автодифрактометре Brucker-Nonius X8 APEX CCD с использованием излучения MoK_α (0,71073 Å) и графитового монохроматора. Поглощение учтено полуэмпирически, опираясь на интенсивности эквивалентных рефлексов с помощью программы SADABS [7]. Структуры расшифрованы прямым методом и уточнены полноматричным МНК по F^2 в анизотропном для неводородных атомов приближении с использованием пакета программ SHELXL [8, 9]. Кристаллографические данные и основные параметры уточнения приведены в табл. 1. Координаты атомов и эквивалентные тепловые параметры — в табл. 2.

Т а б л и ц а 1

Кристаллографические данные для $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Брутто-формула	$\text{C}_{108}\text{H}_{94}\text{Mo}_6\text{O}_2\text{P}_6\text{Se}_8$
Формульный вес	2816,97
Температура, К	293(2)
Сингония	Триклинная
Размеры кристалла, мм	0,08×0,06×0,06
Пространственная группа	$P\bar{1}$
$a, b, c, \text{Å}$	14,3356(5), 15,7882(4), 25,3949(8)
$\alpha, \beta, \gamma, \text{град.}$	95,9750(10), 91,1030(10), 112,2570(10)
$V, \text{Å}^3$	5279,8(3)
Z	2
$\rho_{\text{выч}}, \text{г/см}^3$	1,772
$\mu, \text{см}^{-1}$	3,587
Пределы по θ , град.	$2,25 < \theta < 28,28$
Интервалы индексов отражений	$-18 \leq h \leq 19, -20 \leq k \leq 11, -32 \leq l \leq 33$
Число измер. / независ. отражений, R_{int}	39787 / 25414, 0,0351
Факторы пропускания	0,8135, 0,7623
Число уточняемых параметров	1165
GOOF	0,914
$R(F) (I > 2\sigma(I))$	0,0520
$R_w(F^2)$ (все данные)	0,1694

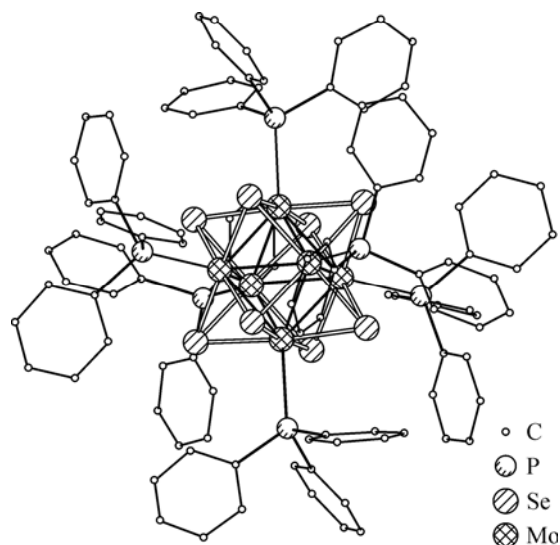
Результаты и их обсуждение. Синтез. В настоящей работе получен новый октаэдрический молекулярный комплекс молибдена с кластерным ядром Mo_6Se_8 . Отметим, что число молекулярных халькогенидных комплексов молибдена невелико; это, в частности, связано с определенными трудностями в получении таких соединений. Полимерные гексаядерные халькогениды молибдена типа Mo_6Q_8 и MMo_6Q_8 ($\text{Q} = \text{S}, \text{Se}$) обладают высокой стабильностью, что делает практически невозможным их использование в качестве прекурсоров для получения соединений с изолированным кластерным фрагментом. Практически единственным примером такого рода превращений является синтез халькоцианидных комплексов молибдена из Mo_6Se_8 [1, 2] и

Т а б л и ц а 2

Координаты атомов и эквивалентные тепловые параметры для $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Атом	x	y	z	U_{eq}	Атом	x	y	z	U_{eq}
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Mo(1)	8827(1)	1632(1)	3105(1)	22(1)	C(324)	5639(8)	-1653(9)	4034(5)	79(4)
Mo(2)	8695(1)	977(1)	2066(1)	22(1)	C(325)	5271(9)	-968(9)	4136(4)	78(4)
Mo(3)	7044(1)	1113(1)	2521(1)	23(1)	C(326)	5155(8)	-513(7)	3735(4)	57(3)
Mo(4)	8137(1)	2920(1)	2851(1)	22(1)	C(331)	4207(6)	293(6)	2898(3)	43(2)
Mo(5)	9775(1)	2792(1)	2386(1)	22(1)	C(332)	3325(7)	-352(7)	3056(5)	69(3)
Mo(6)	7994(1)	2264(1)	1808(1)	22(1)	C(333)	2529(8)	-102(9)	3227(5)	83(4)
Se(1)	7792(1)	-35(1)	2764(1)	27(1)	C(334)	2586(7)	749(9)	3169(4)	70(3)
Se(2)	7229(1)	1772(1)	3495(1)	28(1)	C(335)	3405(9)	1348(8)	2982(5)	91(4)
Se(3)	9817(1)	3367(1)	3375(1)	27(1)	C(336)	4218(8)	1146(7)	2857(5)	78(4)
Se(4)	10368(1)	1547(1)	2643(1)	27(1)	C(411)	6856(7)	4510(6)	3403(3)	44(2)
Se(5)	7022(1)	536(1)	1531(1)	29(1)	C(412)	5990(8)	3744(8)	3430(4)	65(3)
Se(6)	6478(1)	2391(1)	2274(1)	28(1)	C(413)	5030(8)	3799(9)	3471(5)	85(4)
Se(7)	9017(1)	3936(1)	2147(1)	28(1)	C(414)	4959(11)	4638(11)	3503(6)	105(5)
Se(8)	9575(1)	2122(1)	1412(1)	27(1)	C(415)	5821(10)	5387(9)	3483(6)	95(4)
P(1)	9412(2)	1044(1)	3922(1)	28(1)	C(416)	6792(9)	5353(7)	3426(5)	82(4)
P(2)	8789(2)	-482(1)	1531(1)	30(1)	C(421)	8951(7)	5383(5)	3222(3)	39(2)
P(3)	5249(2)	-62(1)	2699(1)	33(1)	C(422)	8741(8)	5743(6)	2782(4)	51(2)
P(4)	8043(2)	4330(1)	3420(1)	31(1)	C(423)	9518(9)	6469(6)	2580(4)	64(3)
P(5)	11590(2)	3935(1)	2221(1)	32(1)	C(424)	10483(10)	6838(7)	2831(5)	73(3)
P(6)	7429(2)	2821(1)	985(1)	29(1)	C(425)	10663(8)	6495(7)	3276(5)	67(3)
C(111)	9206(6)	-183(5)	3801(3)	34(2)	C(426)	9913(7)	5765(6)	3463(4)	52(2)
C(112)	9668(7)	-469(6)	3398(3)	43(2)	C(431)	8345(6)	4513(6)	4147(3)	40(2)
C(113)	9576(8)	-1386(6)	3312(4)	59(3)	C(432)	8427(8)	5340(7)	4429(4)	62(3)
C(114)	8959(8)	-2031(6)	3605(4)	60(3)	C(433)	8631(9)	5465(7)	4975(4)	75(3)
C(115)	8484(8)	-1771(6)	3999(4)	64(3)	C(434)	8770(8)	4787(8)	5249(4)	64(3)
C(116)	8589(7)	-827(6)	4106(4)	53(2)	C(435)	8663(7)	3976(7)	4969(4)	56(3)
C(121)	8824(6)	1164(5)	4541(3)	36(2)	C(436)	8468(6)	3815(6)	4409(3)	41(2)
C(122)	7732(7)	788(6)	4532(4)	47(2)	C(511)	12548(6)	3456(6)	2046(4)	43(2)
C(123)	7271(9)	904(8)	4995(4)	73(3)	C(512)	12308(7)	2675(7)	1692(4)	59(3)
C(124)	7838(10)	1383(9)	5457(4)	86(4)	C(513)	13014(8)	2336(7)	1537(5)	66(3)
C(125)	8877(10)	1722(9)	5473(4)	86(4)	C(514)	13979(11)	2771(10)	1740(6)	96(5)
C(126)	9362(7)	1628(7)	5018(4)	55(3)	C(515)	14258(9)	3533(10)	2103(5)	100(5)
C(131)	10763(6)	1515(5)	4142(3)	34(2)	C(516)	13553(8)	3903(9)	2251(4)	81(4)
C(132)	11207(6)	1000(6)	4388(3)	48(2)	C(521)	12251(6)	4820(6)	2772(3)	41(2)
C(133)	12209(7)	1363(7)	4560(4)	60(3)	C(522)	12286(7)	4566(7)	3272(4)	49(2)
C(134)	12766(7)	2238(8)	4480(4)	73(3)	C(523)	12800(7)	5201(8)	3710(4)	62(3)
C(135)	12376(7)	2759(7)	4238(5)	75(4)	C(524)	13259(9)	6066(8)	3668(5)	80(4)
C(136)	11381(7)	2392(6)	4066(4)	49(2)	C(525)	13249(12)	6348(8)	3175(6)	131(7)
C(211)	9946(6)	-713(5)	1649(3)	34(2)	C(526)	12735(9)	5746(7)	2736(5)	90(5)
C(212)	10858(6)	35(6)	1701(3)	42(2)	C(531)	11631(6)	4610(6)	1670(3)	38(2)
C(213)	11740(7)	-87(7)	1778(4)	57(3)	C(532)	12121(8)	4558(7)	1221(4)	60(3)
C(214)	11763(8)	-949(8)	1805(4)	63(3)	C(533)	12098(9)	5074(8)	804(4)	77(3)
C(215)	10847(8)	-1715(7)	1734(4)	54(3)	C(534)	11600(8)	5634(6)	835(4)	61(3)
C(216)	9931(7)	-1593(6)	1666(3)	47(2)	C(535)	11126(7)	5729(6)	1278(4)	54(3)

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
C(221)	8697(6)	-637(6)	814(3)	36(2)	C(536)	11173(6)	5232(6)	1700(4)	48(2)
C(222)	8610(7)	33(6)	529(4)	46(2)	C(611)	7482(6)	4011(6)	1067(3)	36(2)
C(223)	8627(8)	-90(7)	-53(4)	62(3)	C(612)	6987(7)	4240(6)	1462(4)	52(2)
C(224)	8679(8)	-849(7)	-320(4)	59(3)	C(613)	6964(8)	5117(7)	1544(4)	65(3)
C(225)	8705(9)	-1556(9)	-17(5)	91(4)	C(614)	7515(9)	5784(6)	1221(4)	65(3)
C(226)	8755(9)	-1416(7)	535(4)	65(3)	C(615)	8016(10)	5561(7)	841(5)	95(5)
C(231)	7743(6)	-1521(5)	1684(3)	35(2)	C(616)	8006(9)	4686(6)	745(4)	74(4)
C(23)	6828(7)	-1850(6)	1365(4)	55(3)	C(621)	8242(6)	2807(5)	438(3)	30(2)
C(233)	5989(8)	-2589(7)	1512(6)	77(4)	C(622)	9255(7)	3397(6)	475(4)	50(2)
C(234)	6073(10)	-2993(7)	1961(6)	85(4)	C(623)	9867(8)	3336(7)	76(4)	60(3)
C(235)	6965(9)	-2666(6)	2278(4)	62(3)	C(624)	9517(8)	2736(7)	-365(4)	57(3)
C(236)	7787(7)	-1927(6)	2135(4)	44(2)	C(625)	8541(8)	2135(7)	-414(4)	60(3)
C(311)	4560(6)	-929(5)	2139(3)	35(2)	C(626)	7889(7)	2176(6)	-9(4)	50(2)
C(312)	4535(6)	-617(6)	1648(3)	45(2)	C(631)	6157(6)	2242(6)	675(3)	39(2)
C(313)	4062(7)	-1220(7)	1212(4)	63(3)	C(632)	5808(9)	2595(9)	294(6)	111(5)
C(314)	3554(8)	-2132(7)	1247(5)	70(3)	C(633)	4838(11)	2128(10)	23(6)	107(5)
C(315)	3573(9)	-2449(7)	1720(5)	90(4)	C(634)	4242(9)	1377(10)	161(6)	100(5)
C(316)	4060(8)	-1855(6)	2158(4)	73(4)	C(635)	4575(11)	1047(10)	560(7)	159(9)
C(321)	5341(6)	-735(6)	3226(3)	38(2)	C(636)	5580(3)	1526(3)	821(2)	120(6)
C(322)	5704(6)	-1430(5)	3124(4)	50(2)	O(1)	5006(3)	1689(3)	4470(2)	79(2)
C(323)	5847(8)	-1891(7)	3530(5)	66(3)	O(2)	14238(3)	6524(3)	5081(2)	116(4)

Строение молекулярного комплекса $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6$

именно: получение лиганда в расплаве [11, 12]. В результате такой реакции был получен молекулярный комплекс $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, растворимый в CH_2Cl_2 , что позволило очистить его от побочных продуктов и получить монокристаллы, пригодные для РСА диффузией эфира в раствор комплекса в CH_2Cl_2 . Ранее комплексы подобного строения были получены для вольфрама $\text{W}_6\text{S}_8(\text{PPh}_3)_6$ [13], рутения $\text{Ru}_6\text{S}_8(\text{PPh}_3)_6$ [14] и кобальта $\text{Co}_6\text{Q}_8(\text{PPh}_3)_6$ (Q = S, Se) [15, 16].

Строение. $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ имеет молекулярное строение (см. рисунок). Кластерное ядро $\{\text{Mo}_6\text{Se}_8\}$ содержит практически правильный октаэдр из атомов молибдена, каждая грань которого координирована μ_3 -мостиковым атомом селена, образуя таким образом куб из атомов селена, в который вписан октаэдр Mo_6 . Расстояния Mo—Mo и Mo—Se в кластерном ядре $\{\text{Mo}_6\text{Se}_8\}$

ZnMo_6S_8 с расплавом KCN при 650 °C [10]. В настоящей работе нами предложен двухстадийный синтез молекулярного комплекса $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{PPh}_3)_6$, исходя из $\text{Mo}_6\text{Br}_{12}$. Мы полагаем, что на первой стадии происходит замещение всех внутренних атомов галогена на атомы селена, при этом наиболее вероятным продуктом реакции является комплекс состава $\text{K}_{6/7}[\text{Mo}_6\text{Se}_8\text{Br}_6]$. Однако выделить его в чистом виде и получить монокристаллы на данном этапе не удалось, что затрудняет идентификацию этого соединения. На второй стадии нами был применен прием, ранее использованный для синтеза октаэдрических комплексов рения с органическими лигандами, а

Т а б л и ц а 3

Межатомные расстояния (Å) в комплексе $\text{Mo}_6\text{Se}_8(\text{Ph}_3\text{P})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Связь	Длина связи	Связь	Длина связи	Связь	Длина связи
Mo(1)—Mo(2)	2,7083(9)	Mo(1)—Se(3)	2,5711(9)	Mo(5)—Se(3)	2,5700(10)
Mo(1)—Mo(3)	2,7239(8)	Mo(1)—Se(4)	2,5626(9)	Mo(5)—Se(4)	2,5538(9)
Mo(1)—Mo(4)	2,7018(8)	Mo(2)—Se(1)	2,5471(9)	Mo(5)—Se(7)	2,5491(9)
Mo(1)—Mo(5)	2,7275(8)	Mo(2)—Se(4)	2,5814(9)	Mo(5)—Se(8)	2,5533(9)
Mo(2)—Mo(3)	2,7255(8)	Mo(2)—Se(5)	2,5478(9)	Mo(6)—Se(5)	2,5617(9)
Mo(2)—Mo(5)	2,7160(8)	Mo(2)—Se(8)	2,5678(9)	Mo(6)—Se(6)	2,5576(9)
Mo(2)—Mo(6)	2,7139(8)	Mo(3)—Se(1)	2,5498(9)	Mo(6)—Se(7)	2,5312(9)
Mo(3)—Mo(4)	2,7135(8)	Mo(3)—Se(2)	2,5485(10)	Mo(6)—Se(8)	2,5738(9)
Mo(3)—Mo(6)	2,7089(8)	Mo(3)—Se(5)	2,5784(10)	Mo(1)—P(1)	2,608(2)
Mo(4)—Mo(5)	2,7137(8)	Mo(3)—Se(6)	2,5679(9)	Mo(2)—P(2)	2,599(2)
Mo(4)—Mo(6)	2,7173(9)	Mo(4)—Se(2)	2,5617(9)	Mo(3)—P(3)	2,621(2)
Mo(5)—Mo(6)	2,7127(9)	Mo(4)—Se(3)	2,5409(9)	Mo(4)—P(4)	2,574(2)
Mo(1)—Se(1)	2,5292(9)	Mo(4)—Se(6)	2,5703(10)	Mo(5)—P(5)	2,616(2)
Mo(1)—Se(2)	2,5876(9)	Mo(4)—Se(7)	2,5512(9)	Mo(6)—P(6)	2,579(2)

находятся в интервалах 2,7018(8)—2,7255(8) Å (Mo—Mo) и 2,5292(9)—2,5876(9) Å (Mo—Se) соответственно (табл. 3). Дополнительно каждый атом молибдена координирован атомами фосфора лиганда PPh_3 . Длины связей Mo—P варьируют в интервале 2,579(2)—2,621(2) Å. В элементарной ячейке комплекса имеются две молекулы кластерного комплекса и четыре молекулы воды. Наличие воды подтверждается данными ИК спектроскопии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты 05-03-32123, 05-03-08090).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Magliocchi C., Xie X., Hughbank T. // *Inorg. Chem.* – 2000. – **39**. – P. 5000 – 5001.
2. Mironov Y.V., Virovets A.V., Naumov N.G. et al. // *Chem. Eur. J.* – 2000. – **8** – P. 6.
3. Saito T, Yamamoto N., Nagase T., Tsuboi T. et al. // *Inorg. Chem.* – 1990. – **29**. – P. 764 – 770.
4. Saito T., Yamamoto N., Yamagata T., Imoto H. // *J. Amer. Chem. Soc.* – 1988. – **110**. – P. 1646.
5. Hilsenbeck S.J., Young V.J., Jr., McCarley R.E. // *Inorg. Chem.* – 1994. – **33**. – P. 1822 – 1832.
6. Хуторной А.В., Наумов Н.Г., Миронов Ю.В. и др. // *Координац. химия.* – 2002. – **28**, № 3. – С. 193 – 201.
7. Bruker AXS Inc. (2004). APEX2 (Version 1.08), SAINT (Version 7.03), and SADABS (Version 2.11). Bruker Advanced X-ray Solutions, Madison, Wisconsin, USA.
8. Sheldrick G.M. SHELXS-97, Program for the Solution of Crystal Structures. – University of Göttingen, Göttingen, 1990.
9. Sheldrick G.M. SHELXL-97, Program for the Crystal Structure Refinement. – University of Göttingen, Göttingen, 1997.
10. Брылев К.А., Вировец А.В., Наумов Н.Г. и др. // *Изв. АН. Сер. хим.* – 2001. – № 7. – С. 1088 – 1091.
11. Mironov Y.V., Brylev K.A., Shestopalov M.A. et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2006. – **359**. – P. 1129 – 1134.
12. Mironov Y.V., Shestopalov M.A., Brylev K.A. et al. // *Eur. J. Inorg. Chem.* – 2005. – P. 657 – 661.
13. Jin S., Zhou R., Scheuer E.M. et al. // *Inorg. Chem.* – 2001. – **40**. – P. 2666 – 2674.
14. Eckermann A.L., Wunder M., Fenske D. et al. // *Ibid.* – 2002. – **41**. – P. 2004 – 2006.
15. Hong M., Huang Z., Lei X. et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 1989. – **159**. – P. 1 – 2.
16. Hong M., Huang Z., Lei X. et al. // *Polyhedron.* – 1991. – **10**, N 9. – P. 927 – 934.