

НЕОБЫЧНОЕ ОБРАЗОВАНИЕ ПАРАМАГНИТНОГО ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)CoI₂(PhTeI) И ОСОБЕННОСТИ ЕГО ЭЛЕКТРОННОГО, МОЛЕКУЛЯРНОГО И КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ

© 2020 г. Ю. В. Торубаев¹, И. В. Скабицкий¹, В. В. Минин¹, Е. А. Уголкова¹, П. В. Русина¹, С. С. Шаповалов¹

¹Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия

*e-mail: torubaev@igic.ras.ru

Поступила в редакцию 06.05.2020 г.

После доработки 01.06.2020 г.

Принята к публикации 15.06.2020 г.

При длительном хранении 18-электронный ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph не только заметно разлагается, но и необычным образом трансформируется в 17-электронный ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)CoI₂(PhTeI) (I). Методом РСА (CIF file CCDC № 1991837) изучено его молекулярное и кристаллическое строение, выявившее интересные параллели с молекулярным строением известных металлокомплексов с органотеллургалогенидными лигандами и с упаковкой в кристалле родственных ему однокомпонентных кристаллов ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I и двухкомпонентных ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I–1,4-С₆Н₄I₂. Анализ упаковки молекул I в кристалле выявил новый супрамолекулярный синтон I⋯($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$), определяющий структурные мотивы самосборки не только в I, но и в родственных ему $\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I⋯1,4-С₆Н₄I₂ и ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph. ЭПР исследование I показало, что кобальт находится в низкоспиновом состоянии с полным спином $S = 1/2$.

Ключевые слова: кобальт, циклобутadiенил, металлокомплексы, парамагнетизм, теллургалогениды, ЭПР, РСА, галогенная связь, халькогенная связь, супрамолекулярный синтон, самосборка

DOI: 10.31857/S0132344X20120087

Каталитическая и магнитная активность комплексов кобальта обуславливает все возрастающий интерес к ним. В частности, SrCo(CO)₂ успешно применяется в качестве катализатора тримеризации ацетиленов, [SrCo(CO)I₂] – в функционализации связей С–Н [1] и в сочетании связей С–С [2]. Циклобутadiеновые комплексы [(C₄Me₄)Co(C₆H₆)]PF₆, (C₄Me₄)Co(CO)₂I и [(C₄Me₄)Co(Viру)(MeCN)]PF₆ катализируют окисление алканов и спиртов [3]. В 2012 г. мы обобщили результаты структурных и синтетических исследований органо-теллургалогенидов как нового типа лигандов в комплексах

переходных металлов в обзоре [4]. Одними из наиболее интересных представителей этого класса соединений были диодтеллуорофенильный циклобутadiен-кобальтдикарбонильный комплекс ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph и его гетерогалогенидный аналог ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeIBrPh, образующиеся при формальном внедрении PhTeX (X = Br, I) по связи Co–I в ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I [5] (схема 1).

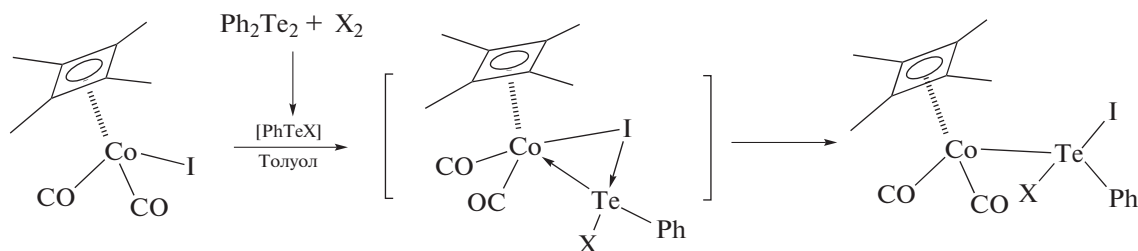


Схема 1.

Спустя почти 10 лет при изучении перспектив использования сэндвичевых [6] и полусэндвичевых металлокомплексов с теллуриорганическими и галогенидными лигандами в дизайне кристаллов [7] мы перекристаллизовали образец ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph, хранившийся все это время при комнатной температуре в механически поврежденной ампуле, и выделили новый парамагнитный комплекс ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)CoI₂(PhTeI) (I), для которого была разработана лабораторная методика получения и проведен ряд физико-химических исследований.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Коммерческий Ph₂Te₂ перед использованием перекристаллизовали, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph получили по методике [5]. Органические растворители осушали по стандартным методикам и перегоняли в атмосфере аргона.

Синтез ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)CoI₂(PhTeI) (I). Кристаллический иод (0.026 г, 0.1 ммоль) добавляли небольшими порциями к интенсивно перемешиваемому магнитной мешалкой оранжевому раствору Ph₂Te₂ (0.041 г, 0.1 ммоль) в толуоле (7 мл) при комнатной температуре. Полученную темно-синюю реакционную смесь перемешивали еще 20 мин, затем к ней добавляли ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I (0.70 г, 0.2 ммоль) в один прием. Полученный раствор интенсивно перемешивали при 40°C в течение 12 ч с обратным холодильником или кипятили 2 ч с эффективным обратным холодильником, открытым на атмосферу. Ход реакции контролировали по ИК-спектрам. После исчезновения пиков CO исходного ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I реакционную смесь охлаждали до комнатной температуры, удаляли растворитель в вакууме водоструйного насоса и экстагировали остаток CH₂Cl₂ (10 мл). Отфильтрованный экстракт разбавляли гептаном (2 мл), концентрировали в вакууме водоструйного насоса до легкого помутнения и выдерживали несколько суток при –10°C. Образовавшиеся темно-красные призматические кристаллы отфильтровывали, промывали гексаном и высушивали в вакууме. Выход 0.07 г (46%).

По данным РСА, кристаллы I идентичны полученным при перекристаллизации образца ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph, хранившегося 10 лет при комнатной температуре в поврежденной ампуле.

ИК-спектры записывали на спектрофотометре Bruker Alpha FTIR, снабженном ATR-приставкой (для твердых образцов) и в кюветках (0.1 мм) из CaF₂ (для растворов). Спектры ЭПР записывали на приборе Bruker ELEXSYS E-680X в X-диапазоне при 100 и 293 К.

РСА выполнен на дифрактометре Bruker APEXII CCD. Поглощение учтено методом множественного измерения эквивалентных отражений с использованием программы SADABS. Структура определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов относительно F^2 в анизотропном приближении неводородных атомов с использованием пакета программ SHELXTL и Olex2 [8, 9]. Положения атомов H рассчитаны геометрически. Основные кристаллографические данные и параметры уточнения структуры I приведены в табл. 1, основные длины связей и углы в структуре I – в подписях к рис. 2–4.

Координаты атомов и другие параметры структуры I депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC № 1991837; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Квантово-химические расчеты. Энергетическая структура в кристаллах I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I...1,4-C₆H₄I₂ и ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph построена по данным межмолекулярных энергий, рассчитанных в CrystalExplorer 17.5 (TONTO, B3LYP-DGDZVP) [10] для всех уникальных молекулярных пар в первой координационной сфере молекулы, с использованием экспериментальной геометрии кристалла.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рутинный РСА монокристаллов, полученных при перекристаллизации, показал, что за 10 лет хранения в негерметичных условиях, исходный 18-электронный комплекс ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph не только заметно разложился, но и необычным образом трансформировался в 17-электронный ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)CoI₂(PhTeI) (I) (схема 2).

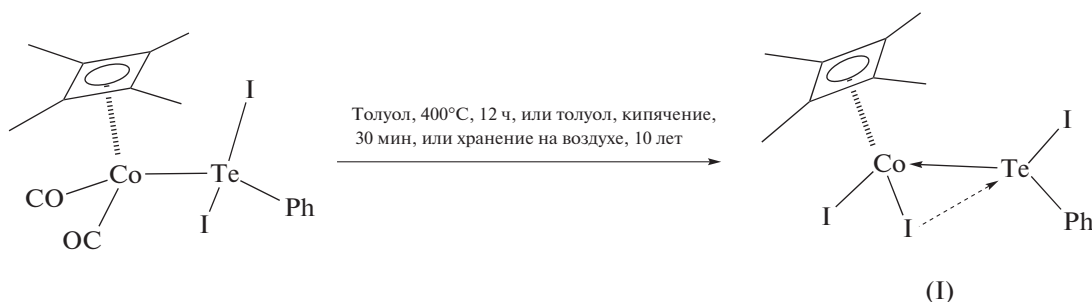


Схема 2.

Таблица 1. Основные кристаллографические данные и параметры уточнения структуры I

Параметр	Значение
Брутто формула	$C_{14}H_{17}I_3CoTe$
M	752.51
Излучение (λ , Å)	MoK_{α} (0.71073)
T , К	150
Кристаллическая система	Моноклинная
Пр. гр.	$P2_1/c$
Z	4
a , Å	17.9930(13)
b , Å	7.1900(5)
c , Å	14.8942(10)
β , град	93.8320(10)
V , Å ³	3965.85(13)
ρ (выч.), г/см ³	2.600
μ , мм ⁻¹	7.185
$F(000)$	1356.0
Область сбора данных по θ , град	5.482–57.998
Число измеренных отражений	13590
Число независимых отражений	4947
R_{int} , R_{sigma}	0.0264, 0.0340
Число отражений с $I > 2\sigma(I)$	5420
Количество уточняемых параметров	173
R_1 , wR_2 ($I > 2\sigma(I)$)	0.0376, 0.0939
R_1 , wR_2 (по всем данным)	0.0441, 0.0976
GOOF	1.053
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{Å}^3$	2.92/–1.46

Как видно из схемы 2, координация лиганда PhTeI в I напоминает предполагаемую структуру переходного комплекса в реакции внедрения PhTeI по связи Co–I в $(\eta^4-C_4Me_4)Co(CO)_2TeI_2Ph$ (схема 1), что можно считать косвенным доказательством возможности существования такого переходного состояния.

С целью наработки комплекса I в количествах, достаточных для изучения его физико-химических свойств, мы выяснили, что целенаправленно он может быть получен из раствора $(\eta^4-C_4Me_4)Co(CO)_2TeI_2Ph$ в толуоле при кипячении (без изоляции от внешней атмосферы) в течение 30 мин или интенсивном перемешивании в тех же условиях при 40°C в течение 12 ч.

Молекулярную структуру мономерного комплекса I можно представить как тетраметил-циклобутadiен-кобальтовый фрагмент, координирующий два одноэлектронных иодида и один двухэлектронный PhTeI-лиганд, стабилизированный за счет гипервалентного связывания $Te \cdots I$ с одним из концевых

иодидных лигандов с короткими внутримолекулярными контактами $Te \cdots I$ (3.171 Å, рис. 1). Подсчет электронов в соответствии с таким описанием представляет I как 17-электронный комплекс.

По сравнению с исходным $(\eta^4-C_4Me_4)Co(CO)_2TeI_2Ph$ в I следует отметить небольшое увеличение расстояния Co–Te (с 2.547 до 2.569 Å соответственно) и заметное укорочение расстояния Te–I (с ~2.95 до 2.777 Å соответственно). Кристаллическая структура I характеризуется отсутствием заметных межмолекулярных $Te \cdots I$ халькогенных связей (ХС). Характерные для кристаллов некоординированных органотеллургалогенидов межмолекулярные ХС сильно ослабляются при их координации с переходными металлами. Это происходит за счет конкуренции с внутримолекулярным галогенным связыванием $Te \cdots X$ ($X = Br, I$) и общего понижения электрофильности теллура при координации с металлом, усиленного обратным донированием $M \rightarrow Te$) [4].

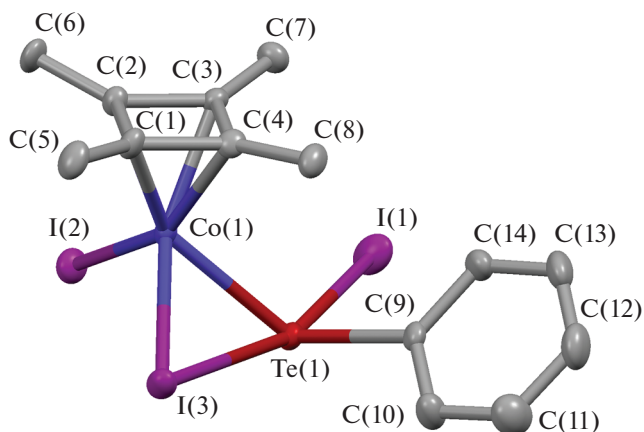


Рис. 1. Молекулярная структура I. Длины связей и валентные углы: Co(1)–Te(1) 2.5688(6), Co(1)–I(3) 2.6260(7), Co(1)–I(2) 2.5664(7), Te(1)–I(1) 2.7769(4); Te(1)–I(3) 3.1713 Å и I(3)Te(1)I(1) 164.79(1)°, Co(1)Te(1)C(9) 111.8(1)°. Атомы водорода опущены.

Интересно отметить общие мотивы в упаковке молекул I и ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I в кристалле. В кристаллической структуре последнего, а также его сокристалла 1,4- $\text{C}_6\text{F}_4\text{I}_2$ наблюдаются колонны из молекул, ассоциированных за счет межмолекулярных взаимодействий I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$) [5] (рис. 2б, 2в). Подобные колонны образуются за счет взаимодействий I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$) и Te \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$) в кристалле I (рис. 2а), а в кристалле ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph они стабилизируют зигзагообразную цепочку (рис. 2г), что позволяет говорить о супрамолекулярном синтоне [I \cdots ($\eta\text{-}\pi$ -лиганд)-M], определяющем дальний порядок упаковки [11].

При анализе упаковки кристалла всегда полезно помнить замечания К. Аакероя (редактора CrystEngComm с 2010 по 2019 г.) о субъективной природе видимых, но не подтвержденных расчетами мотивов упаковки [12, 13]. Другой член редколлегии CrystEngComm А. Гавецотти (с 2005 по 2008 г.) был еще более категоричен и настаивал на том, что никакой разумный журнал не должен больше принимать предложения типа “кристаллическая структура состоит из пар/цепочек/слоев, удерживаемых вместе такими-то взаимодействиями...” и аналогичные утверждения, если они не поддерживаются надежными энергетическими данными [14]. С появлением пакета программ Crystal Explorer [15], снабженного функцией Energy Framework (энергетическая структура) [16], которая позволяет эффективно рассчитать и наглядно представить энергетическую структуру кристалла, стало возможным не только находить энергетически обоснованные мотивы упаковки в кристалле, но и визуализировать супрамолекулярные синтоны [17] и супрамолекулярные реакции между ними [18]. Наши расчеты энергии парных межмолекулярных

взаимодействий (TONTO/CE-B3LYP DGDZVP) в кристаллах I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I \cdots 1,4- $\text{C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ и ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph и представление самых сильных из них в виде энергетической структуры (рис. 3а–3г) показали полное соответствие с I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)-ассоциированными колоннами и зигзагами, предложенными выше (рис. 2).

В кристалле I энергия связывания в I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)-ассоциированных цепочках (–9.3 ккал/моль) оказалась близка к энергии связывания между цепочками (–10.3 ккал/моль), но цепочки I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$) в ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I \cdots 1,4- $\text{C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ и зигзаги ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph оказались наиболее сильно ассоциированными молекулярными агрегатами, заметно превосходящими другие. Интересно отметить, что в сокристалле ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I \cdots 1,4- $\text{C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ энергия I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)-связывания (–8 ккал/моль) даже превысила энергию межмолекулярного взаимодействия между галогенно-связанными (I \cdots I) ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)-Co(CO)₂I и 1,4- $\text{C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ (–5.7 ккал/моль). Дисперсионные и электростатические силы вносят приблизительно равный вклад в общую энергию межмолекулярного I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)-связывания в цепочках в I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I, ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂I \cdots 1,4- $\text{C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ и зигзагах в ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph.

Такие же зигзагообразные цепочки, как в ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeI₂Ph (рис. 2г) наблюдаются и в изоструктурном ему гетерогалогенидном ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeIBrPh. Это наблюдение позволяет предположить, что в ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeIBrPh, для которого было отмечено разупорядочение позиций Br и I [5], вследствие заметной большей тенденции иода к образованию галогенных связей, должно наблюдаться преимущественное образование контактов I \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$), а не Br \cdots ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$). Это, в свою очередь, означает, что уточнение позиций атомов иода и брома должно проводиться со “свободной заселенностью”, а не 50/50, как в оригинальной статье [5]. И действительно, повторное уточнение структуры ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$)Co(CO)₂TeIBrPh в таком режиме позволило понизить R_1 с 3.36 до 3.01% и показало, что позиция галогена, контактирующего с ($\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4$) на 80% заселена иодом, а оставшаяся (не имеющая таких контактов) – на 80% бромом (рис. 4). Это еще один важный пример того, как анализ галогенных связей может быть полезен в разрешении позиционной разупорядоченности в кристаллах [7, 19].

Наличие 17-электронного атома кобальта ($S = 7/2$) в окружении атомов иода ($S = 5/2$) в I позволяет ожидать необычное сверхтонкое расщепление сигнала в спектре ЭПР. Тем не менее измерения в

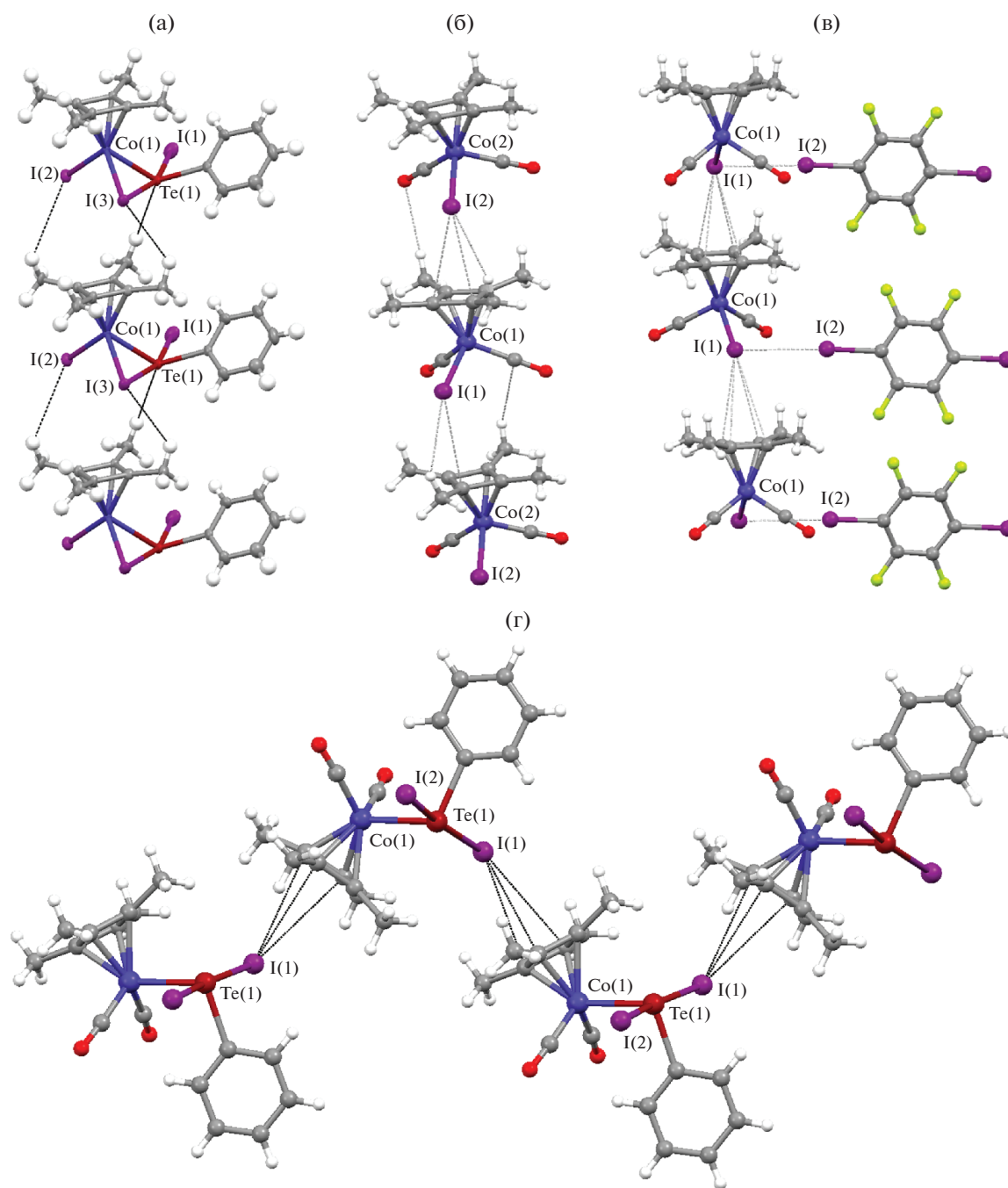


Рис. 2. Цепочки молекул I (а), $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{I}$ (б), $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{I}\cdots 1,4\text{-C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ (в) и $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{TeI}_2\text{Ph}$ (г), ассоциированных за счет взаимодействий $\text{I}\cdots(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)$.

растворе и твердом образце показали отсутствие разрешенной сверхтонкой структуры.

Спектр порошка соединения I при комнатной температуре представляет собой широкую неразрешенную линию с $g = 2.25$. Спектр раствора соединения I в толуоле при комнатной температуре представляет собой широкую неразрешенную линию с $g = 2.228$. Спектр раствора I в толуоле при

низкой температуре (рис. 5) описывается ромбическим спиновым гамильтонианом (СГ)

$$\hat{H} = g_z\beta H_z S_z + g_x\beta H_x S_x + g_y\beta H_y S_y,$$

где g_z, g_x, g_y – z, x, y компоненты g-тензора, S_z, S_x, S_y – проекции оператора спина на координатные оси, $S = 1/2$.

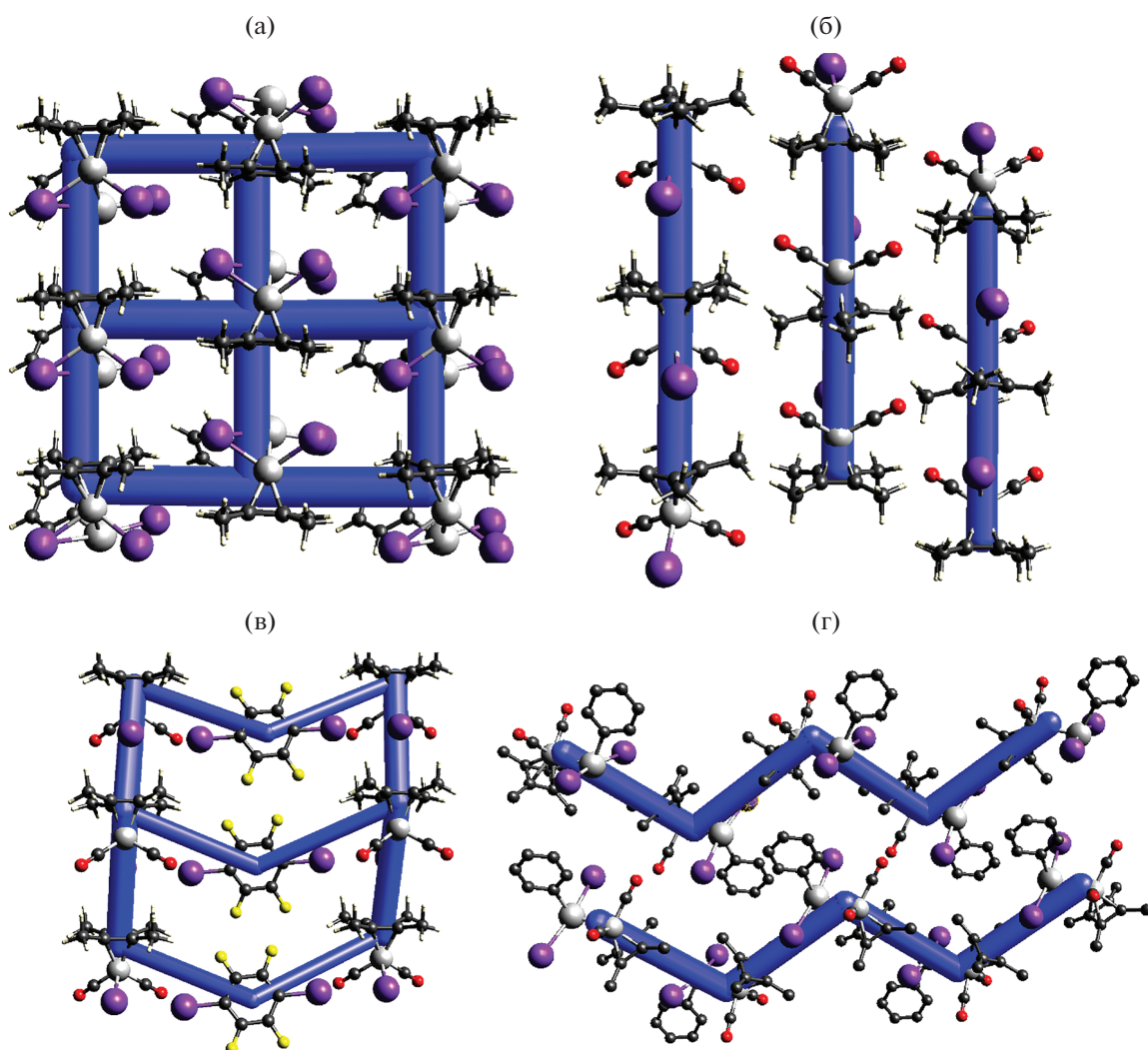


Рис. 3. Энергетические структуры в кристаллах I (а), $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{I}$ (б), $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{I}\cdots 1,4\text{-C}_6\text{H}_4\text{I}_2$ (в) и $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{TeI}_2\text{Ph}$ (г), построенные на основании самых сильных межмолекулярных взаимодействий. Энергетическая структура строится из цилиндров, диаметр и направление которых отражает magnitude энергии молекулярной упаковки в разных направлениях.

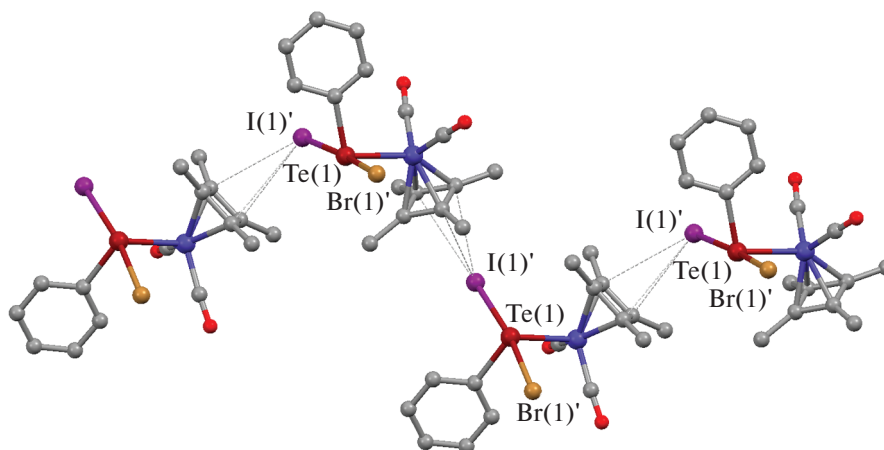


Рис. 4. Цепочки молекул $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{TeI}_2\text{BrPh}$, ассоциированных преимущественно за счет взаимодействий $\text{I}\cdots(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)$ (а не $\text{Br}\cdots(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)$). Атомы водорода опущены для ясности; атомы галогенов показаны с максимальной заселенностью.

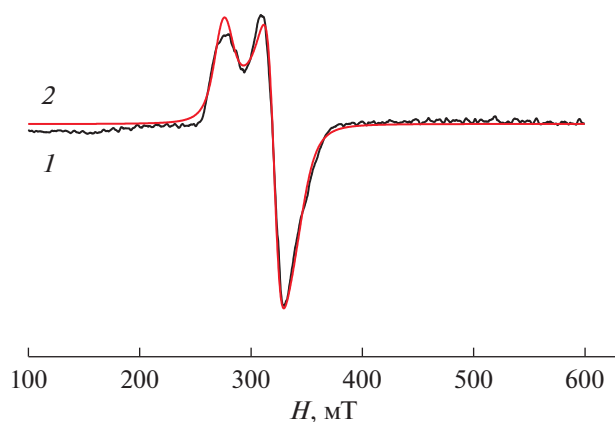


Рис. 5. Спектр раствора I в толуоле при $T = 100$ К: экспериментальный спектр (1), симуляция с параметрами СГ ($g_z = 2.490$, $g_x = 2.132$, $g_y = 2.030$) (2).

Параметры комплекса находили методом наилучшего приближения между экспериментальным и теоретическим спектром, который строили способом, описанным в [20]. В качестве функции формы линии использовали сумму функций Лоренца и Гаусса [21]. В ходе минимизации варьировали g -факторы, ширину и формы линий. Наилучшие параметры СГ приведены в подписи к рис. 5.

Таким образом, мы показали, что 17-электронный комплекс циклобутаденил-кобальта I можно получить при разложении $(\eta^4\text{-C}_4\text{Me}_4)\text{Co}(\text{CO})_2\text{TeI}_2\text{Ph}$. Были определены параметры спинового гамильтониана комплекса методом наилучшего приближения между экспериментальным и теоретическим спектром. Также определены энергии связывания ассоциированных цепочек в кристалле. Учитывая важность 17-электронных комплексов кобальта в катализе, предполагается продолжить исследования в данном направлении.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

БЛАГОДАРНОСТИ

РСА и ЭПР выполнены на оборудовании ЦКП ФМИ ИОНХ РАН в рамках государственного задания ИОНХ РАН в области фундаментальных научных исследований

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chirila P.G., Whiteoak C.J. // Dalton Trans. 2017. V. 46. P. 9721.
2. Suzuki Y., Sun B., Sakata K. et al. // Angew. Chem. Int. Ed. 2015. V. 54. P. 9944.
3. Shul'pin G.B., Loginov D.A., Shul'pina L.S. // Molecules. 2016. V. 21. P. 1593.
4. Torubaev Y., Pasynskii A., Mathur P. // Coord. Chem. Rev. 2012. V. 256. P. 709.
5. Torubaev Yu.V., Pasynskii A.A., Galustyan A.R. et al. // Russ. J. Coord. Chem. 2009. V. 35. № 1. P. 1. <https://doi.org/10.1134/s1070328409010011>
6. Torubaev Y.V., Lyssenko K.A., Barzilovich P.Y. et al. // CrystEngComm. 2017. V. 19. P. 5114.
7. Torubaev Y.V., Skabitskiy I.V., Rusina P. et al. // CrystEngComm. 2018. V. 20. P. 2258.
8. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. C. 2015. V. 71. P. 3.
9. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J. et al. // J. Appl. Cryst. 2009. V. 42. P. 339.
10. Turner M.J., Thomas S.P., Shi M.W. et al. // Chem. Commun. 2015. V. 51. P. 3691.
11. Nangia A., Desiraju G.R. // Design of Organic Solids. Topics in Current Chemistry. Vol. 198 / Eds. Weber E. et al. Berlin, Heidelberg: Springer, 1998. P. 57–95. https://doi.org/10.1007/3-540-69178-2_2
12. Aakeroy C.B., Salmon D.J. // CrystEngComm. 2005. V. 7. P. 439.
13. Aakeroy C.B., Desper J., Elisabeth E. et al. // Z. Kristallogr. 2005. V. 220. P. 325.
14. Gavezzotti A. // CrystEngComm. 2013. V. 15. P. 4027.
15. Turner M.J., McKinnon J.J., Wolff S.K. et al. // Cryst. Explorer. 17. Univ. of Western Australia, 2017.
16. Turner M.J., Thomas S.P., Shi M.W. et al. // Chem. Commun. 2015. V. 51. P. 3691.
17. Torubaev Y.V., Skabitskiy I.V. // CrystEngComm. 2019. V. 46. P. 7057.
18. Torubaev Y.V., Rai D.K., Skabitskiy I.V. et al. // New J. Chem. 2019. V. 43. P. 7941.
19. Aakeröy C.B., Chopade P.D., Desper J. et al. // Cryst. Growth Des. 2013. V. 13. P. 4145.
20. Ракитин Ю.В., Ларин Г.М., Минин В.В. // Интерпретация спектров ЭПР координационных соединений. М.: Наука, 1993. 339 с.
21. Лебедев Я.С., Муромцев В.И. // ЭПР и релаксация стабилизированных радикалов. М.: Химия, 1972. С. 25.