

СТРУКТУРА НЕОРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ

УДК 548.736

КОЛЬЦЕВОЙ СИЛИКАТ $Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$ И ЕГО АНАЛОГ
 $Cs_4(Tm, Tb)_2[Si_4O_{12}](OH)_2$ – ДВОЙНИКИ МЕРОЭДРИИ© 2023 г. Н. Б. Болотина^{1,*}, А. П. Топникова², Е. Л. Белоконова², О. В. Димитрова²,
А. С. Волков², Л. В. Зорина³¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия²Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия³Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

*E-mail: bolotina@crys.ras.ru

Поступила в редакцию 25.08.2022 г.

После доработки 25.08.2022 г.

Принята к публикации 29.08.2022 г.

Методом гидротермального синтеза получены новые кольцевые силикаты $Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$ и $Cs_4(Tm, Tb)_2[Si_4O_{12}](OH)_2$. Выявлена структурная аналогия между ними и ранее изученными силикатами $K_4Sc_2(OH)_2(Si_4O_{12})$ и $K_2Sc[Si_2O_6]F$. Их кристаллические структуры определены как ромбические мероэдрические двойники по утраченному элементу тетрагональной симметрии. Структуры новых кольцевых силикатов родственны структурам фресноита и тетрагонального меллиита.

DOI: 10.31857/S0023476123010058, EDN: DNOCPX

ВВЕДЕНИЕ

Силикаты редкоземельных элементов (REE) сочетают в себе термическую устойчивость и механическую прочность с нелинейно-оптическими, сегнетоэлектрическими, ионпроводящими, каталитическими, люминесцентными свойствами, востребованными в современных технологиях, что делает актуальным синтез новых фаз, исследование их структуры и свойств.

Структуры силикатов различаются по типу конфигураций из SiO_4 -тетраэдров, образующих изолированные группы, кольца, цепочки, слои и каркасы [1, 2]. В структурах известных Tm- и Tb-силикатов [1, 3] можно выделить конфигурации различного типа: ортогруппы в Tm_2SiO_5 [4], $NaTb_9(SiO_4)_6O_2$ (структурный тип апатита) [5]; диортогруппы в $Tm_2Si_2O_7$ (аналог тортвейтита) [6, 7], $K_3TmSi_2O_7$ [8], $Tb_2Si_2O_7$ [9], $K_3TbSi_2O_7$ [8] и $Tb_4S_3Si_2O_7$ [10]; триортогруппы в $K_3TbSi_3O_8(OH)_2$ [11]; орто- и триортогруппы в $Tm_4(Si_3O_{10})(SiO_4)$ [12]; тетраортогруппы в $Ba_2Tm_2Si_4O_{12}F_2$ и $Ba_2Tb_2Si_4O_{13}$ [13]; шестичленные кольца в $Na_3Tb_3Si_6O_{18} \cdot H_2O$ (синтетический джеренит) [14]; цепочки – неразветвленная $Rb_2TbGaSi_4O_{12}$ [15], волластонитовая $Na_2Tb_{1.08}Ca_{2.92}Si_6O_{18}H_{0.8}$ [16] и спиральная $Na_3TbSi_3O_9 \cdot 3H_2O$ [17]; слои в $Cs_3TmSi_4O_{10}F_2$ и $Cs_3TbSi_4O_{10}F_2$ [18]; пакеты в $Cs_3TbSi_8O_{19} \cdot 2H_2O$ [19] и $Na_4K_2Tb_2Si_{16}O_{38} \cdot 10H_2O$ [20]. Некоторые из

кристаллов силикатов с Tm и Tb обладают люминесцентными свойствами.

В настоящей работе приведены условия гидротермального синтеза новых Cs, Tm- и Cs(Tm, Tb)-силикатов, выполнены структурная расшифровка двойников и кристаллохимический анализ, выявлены структурные связи между родственными силикатами.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез, состав и свойства кристаллов. Кристаллы нового силиката получены в гидротермальных условиях при температуре 280°C и давлении ~100 атм. Коэффициент заполнения автоклава выбран таким образом, чтобы давление оставалось постоянным. Массовое соотношение исходных компонентов составляло $Tm_2O_3 : Tb_2O_3 : SiO_2 = 2 : 1 : 1$ соответственно. Cs_2CO_3 был добавлен в раствор в качестве минерализатора. Отношение твердой и жидкой фаз 1 : 5. Синтез проводили в стандартном автоклаве объемом 5 см³, футерованном фторопластом. Длительность эксперимента составила 14 сут, что было необходимо для полного завершения реакции. Значение pH, измеренное после прохождения реакции, равно 9.

Под бинокулярным микроскопом обнаружены бесцветные прозрачные кристаллы тетрагонального и кубического облика, некоторые в сростках размером до 1 мм. Помимо них в опыте имелись похожие, но отличающиеся морфологи-

ей призматические бесцветные прозрачные кристаллы, наблюдавшиеся исключительно в сростках. Выход кристаллов был высоким, порядка 90%. Состав кристаллов определен с помощью рентгеноспектрального анализа в лаборатории локальных методов исследования вещества МГУ на микронзондовом комплексе на базе растрового электронного микроскопа Jeol JSM-6480LV. В состав кристаллов кубического облика входят атомы Cs, Tm, Si, O; кристаллы второй разновидности содержат Cs, Tm, Tb, Si, O. Кристаллы первой разновидности преимущественно средние и мелкие, с ребром куба менее 0.2 и 0.1 мм соответственно. Вторая разновидность представлена более крупными кристаллами от 0.15 до 1 мм.

Рентгеноструктурное исследование. Для рентгеноструктурного анализа Cs,Tm-силиката выбрали небольшой монокристалл размером $0.14 \times 0.12 \times 0.11$ мм, по форме близкий к кубу. Интенсивности дифракционных рефлексов измеряли в полной сфере обратного пространства на дифрактометре XCalibur S с CCD-детектором. Для анализа Cs(Tm,Yb)-силиката использовали небольшой изометричный обломок размером $0.112 \times 0.063 \times 0.039$ мм. Набор дифракционных данных получен в полной сфере обратного пространства на дифрактометре Oxford Diffraction Gemini R с CCD-детектором. Обработка данных в обоих случаях выполнена по программе CrysAlisPro [21]. Оба соединения кристаллизуются в тетрагональных решетках с почти одинаковыми периодами $a \approx 9.40$, $c \approx 9.14$ Å.

Структура Cs,Tm-силиката решена прямыми методами по программе SHELXS [22] комплекса WinGX [23] в тетрагональной группе $P4_2/mnm$ (№ 136). Установлены позиции атомов Tm, Cs, Si и атомов кислорода O1–O4 в вершинах полиэдров для Tm (октаэдры) и Si (тетраэдры). Расчет баланса валентных усилий по Полингу показал, что атом в позиции O4 принадлежит гидроксильной группе OH, но позиция атома водорода не была локализована. Структурную модель уточняли методом наименьших квадратов по программе SHELXL [24] комплекса WinGX [23] в анизотропном приближении параметров смещений всех атомов. Фактор уточнения составил $R = 2.48\%$, но был сильно завышен параметр атомных смещений u_{11} атома O4. Тщательный анализ дифракционной картины выявил сверхструктурные рефлексы ($h + 0.5$, $k + 0.5$, l), поэтому был осуществлен переход к базису $\mathbf{a} + \mathbf{b}$, $-\mathbf{a} + \mathbf{b}$, \mathbf{c} . Параметры новой ячейки $a = b = 13.2943(5)$, $c = 9.1434(4)$ Å. Координаты атомов в новом базисе хорошо соответствуют ромбической группе $Pbam$ (№ 55). Хотя у $Pbam$ есть две тетрагональные надгруппы, $P4_2/mbm$ (№ 127) и $P4_2/mbc$ (№ 135), ни одна из них не подходит для данного кристалла. Структура (Cs,Tm)-силиката уточнена по программе Jana2006

[25] в группе симметрии $Pbam$ как структура меэдрического двойника, компоненты которого связаны поворотом на 90° вокруг оси c . Уточнение завершилось с R -фактором 3.45% и с отношением объемов компонент $0.505(3) : 0.495(3)$.

Структуру Cs(Tm,Tb)-силиката изучали по той же схеме в предположении равных количеств Tm и Tb в составе. Уточнение завершилось с R -фактором 2.90%; уточненные объемы компонент двойника составили 0.415(2) и 0.585(2) от объема кристалла.

Кристаллографические данные, характеристики эксперимента и результаты уточнения структуры приведены в табл. 1. Табл. 2 содержит координаты атомов и параметры атомных смещений для Cs,Tm-силиката. Основные межатомные расстояния для этого соединения приведены в табл. 3. Координаты атомов и межатомные расстояния в структуре Cs(Tm,Tb)-силиката незначительно отличаются от величин в табл. 2, 3. Полная информация о двух структурах содержится в базе данных CCDC (CSD) [1], номера депозитов 2203488 и 2203489. Рисунки выполнены с использованием программ ATOMS [26] и Diamond.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Tm- и (Tm,Tb)-силикаты относятся к кольцевым силикатам. Анионные радикалы в кристаллической структуре – изолированные четырехчленные кольца из SiO_4 -тетраэдров – перпендикулярны плоскости ab и ориентированы по плоскостям ac и bc . В проекции на плоскость ab (рис. 1а) кольца представлены парами тетраэдров, ориентированных перпендикулярно друг другу. Октаэдры $TmO_4(OH)_2$ и $(Tm,Tb)O_4(OH)_2$ соединяются по вершинам в колонки, вытянутые вдоль оси c (рис. 1б). Боковыми вершинами октаэдров колонки соединяются с кольцами $[Si_4O_{12}]$ и образуют смешанный микропористый каркас, в пустотах которого находятся атомы цезия. Аналогичным образом устроена двойниковая структура (K,Sc)-силиката $K_4Sc_2(OH)_2(Si_4O_{12})$, полученного в близких гидротермальных условиях. Структура была изучена в [27] в группе симметрии $Pbam$. Параметры ромбической элементарной ячейки составили: $a = 12.725(4)$, $b = 12.741(6)$, $c = 8.441(3)$ Å. Структура представляет собой смешанный каркас с анионным радикалом из четырехчленных колец $[Si_4O_{12}]$, скрепленных колонками Sc-октаэдров (проекция структуры (рис. 1в, 1г) построены по координатам из [27]). Отклонения симметрии этой и вновь изученных структур силикатов от тетрагональной проявляются в смещениях атомов из плоскостей симметрии, характерных для группы $P4_2/mnm$ в “малой” ячейке, разворотах SiO_4 -тетраэдров в кольцах и REE-октаэдров в колонках.

Таблица 1. Кристаллографические характеристики, данные эксперимента и результаты уточнения структур $Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$ и $Cs_4(Tm, Tb)_2[Si_4O_{12}](OH)_2$

Химическая формула	$Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$	$Cs_4(Tm, Tb)_2[Si_4O_{12}](OH)_2$
<i>M</i>	1205.8	1195.8
Сингония, пр. гр., <i>Z</i>	Ромбическая, <i>Pbam</i> , 4	
<i>a</i> , <i>b</i> , <i>c</i> , Å	13.2918(5), 13.2968(5), 9.1434(4)	13.2869(3), 13.2934(2), 9.1166(2)
<i>V</i> , Å ³	1616.0(1)	1610.25(6)
<i>D_x</i> , г/см ³	4.956	4.933
Излучение; λ, Å	MoK _α ; 0.71073	
μ, мм ⁻¹	20.152	19.106
<i>T</i> , К	293(2)	150(2)
Размер образца, мм	0.14 × 0.12 × 0.11	0.112 × 0.063 × 0.039
Дифрактометр	XCalibur S	Oxford Diffraction Gemini R
Тип сканирования	ω	
θ _{max} , град	30.76	37.8
Пределы <i>hkl</i>	−19 ≤ <i>h</i> ≤ 18, −18 ≤ <i>k</i> ≤ 18, −13 ≤ <i>l</i> ≤ 12	−22 ≤ <i>h</i> ≤ 22, −22 ≤ <i>k</i> ≤ 21, −15 ≤ <i>l</i> ≤ 15
Количество рефлексов: измеренных/независимых (all), <i>R_{int}</i> / <i>c I</i> ≥ 3 σ(<i>I</i>) (obs)	26 172/2570, 0.0599/2072	14449/4267, 0.0249/3780
Метод уточнения	МНК по <i>F(hkl)</i>	
Весовая схема	1/[σ ² (<i>F</i>) + 0.0009 <i>F</i> ²]	
Число параметров	77	76
<i>R_{all}</i> / <i>wR_{all}</i>	0.0478/0.0637	0.0343/0.0597
<i>R_{obs}</i> / <i>wR_{obs}</i>	0.0345/0.0590	0.0295/0.0560
<i>S</i>	1.25	1.19
Δρ _{min} /Δρ _{max} , э/Å ³	−1.63/1.49	−2.74/3.24
Программы	Jana2006 [25]	

Таблица 2. Координаты атомов и эквивалентные параметры атомных смещений в структуре $Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$

Атом	Позиция Уайкова	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	<i>U_{eq}</i> , Å ²
Tm1	8i	0.24908(3)	0.25009(4)	0.25081(8)	0.0152(4)
Cs1	4g	0.9885(2)	0.21830(10)	0	0.0241(5)
Cs2	4h	0.0099(3)	0.14888(11)	0.5	0.0275(5)
Cs3	4g	0.35219(10)	0.9893(2)	0	0.0283(5)
Cs4	4h	0.28561(9)	0.9907(3)	0.5	0.0208(4)
Si1	8i	0.1208(2)	0.00237(16)	0.1799(3)	0.0048(6)
Si2	8i	0.9978(2)	0.3826(3)	0.3200(4)	0.0178(9)
O1	4e	0	0	0.2433(11)	0.005(2)
O2	4f	0	0.5	0.2934(15)	0.019(3)
O3	4g	0.1272(8)	0.0136(8)	0	0.017(2)
O4	4h	0.9899(9)	0.3891(10)	0.5	0.027(3)
O5	8i	0.1733(5)	0.0968(5)	0.2473(7)	0.0101(14)
O6	8i	0.1075(8)	0.3326(7)	0.2663(11)	0.032(2)
O7	8i	0.3251(5)	0.4021(5)	0.2251(8)	0.0104(14)
O8	8i	0.3918(8)	0.1666(7)	0.2530(10)	0.030(2)
Oh1	4g	0.2339(8)	0.2285(9)	0	0.024(2)
Oh2	4h	0.2650(9)	0.2509(8)	0.5	0.022(3)

Таблица 3. Основные межатомные расстояния в Cs₄Tm₂[Si₄O₁₂](OH)₂

Атомы	Расстояния, Å
TmO ₄ (OH) ₂ -октаэдр	
Tm1–O5	2.274(7)
Tm1–O6	2.183(10)
Tm1–O7	2.272(7)
Tm1–O8	2.199(10)
Tm1–Oh1	2.320(2)
Tm1–Oh2	2.288(1)
⟨Tm–O⟩	2.256
SiO ₄ -тетраэдры	
Si1–O1	1.708(5)
Si1–O3	1.654(3)
Si1–O5	1.563(7)
Si1–O7 (iii)	1.570(7)
⟨Si1–O⟩	1.624
Si2–O2 (i)	1.580(5)
Si2–O4	1.651(4)
Si2–O6 (i)	1.675(11)
Si2–O8 (ii)	1.670(10)
⟨Si2–O⟩	1.644

Примечание. (i) $x + 1, y, z$, (ii) $x + 1/2, -y + 1/2, z$, (iii) $-x + 1/2, y - 1/2, z$.

Скандий – элемент-аналог REE – характеризуется наименьшим среди них ионным радиусом и наиболее простым электронным строением. Вершины полиэдров и атомы Cs в Cs, Tm-силикате отстоят друг от друга дальше, чем вершины аналогичных полиэдров и атомы K в K, Sc-силикате. Последний был охарактеризован в [27] как полисинтетический двойник прорастания, в котором близкие по объему компоненты двойникуются плоскостью (1 $\bar{1}$ 0). Для двух новых силикатов закон двойникования определен как поворот на 90° вокруг оси [001]. Оба закона в программе Jana2006 задаются матрицами для преобразования индексов дифракционных рефлексов и приводят к одному результату при уточнении структурной модели. Физически кристаллы двойникуются скорее всего по плоскости, как предполагалось в [27] для K, Sc-силиката.

Силикат K₂Sc[Si₂O₆]F [28] обладает несоразмерно модулированной структурой. Симметрия

кристалла представлена (3 + 2)D-группой симметрии $P4_2/mnm(\alpha, \alpha, 0)000s(-\alpha, \alpha, 0)0000$ в рамках “малой” ячейки с параметрами $a = 8.9878(1)$, $c = 8.2694(2)$ Å. Группа симметрии $P4_2/mnm$ базисной структуры та же, что была выбрана на первом этапе для Cs, Tm-силиката, а расхождение в параметрах ячейки обусловлено различием ионных радиусов Cs и K, а также Tm и Sc. Волновые векторы модуляции $\mathbf{q}_1 = 0.2982(4)(\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*)$ и $\mathbf{q}_2 = 0.2982(4)(-\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*)$ равны по длине и ориентированы во взаимно перпендикулярных направлениях, будучи связанными четверной осью симметрии. Базисная структура, установленная в “малой” тетрагональной ячейке (рис. 2), является тетрагональным аналогом ромбических сверхструктур, рассмотренных выше. Параметры (3 + 2)D-структуры, уточненной в [28] с R-фактором 5.14%, были использованы для характеристики межатомных расстояний и координационного окружения катионов на разных участках периода модуляционной волны в реальном кристалле. По аналогии со структурами упомянутых выше силикатов не исключаем для структуры K₂Sc[Si₂O₆]F возможность понижения симметрии до ромбической и двойникования одним из утраченных элементов тетрагональной симметрии. Не подвергая сомнению результаты [28], можно было бы попытаться упростить модель. В качестве группы симметрии для базисной структуры можно выбрать ромбическую подгруппу $Pnmm$ (№ 58) группы $P4_2/mnm$, симметрию модулированной структуры описать группой (3 + 1)D симметрии $Pnmm(\alpha, \beta, 0)000$ с волновым вектором $\mathbf{q} = 0.2982(4)(\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*)$ и дополнить модель двойниковой матрицей, определяющей поворот на 90° вокруг оси [001].

Рассмотрение сходных структур силикатов показывает, что проекция на плоскость ab структуры фресноита Ba₂TiSi₂O₈ [29] ($a = 8.516$, $c = 5.218$ Å, $P4bm$) выглядит практически аналогично соответствующей проекции новой структуры (рис. 1a, 3a). Принципиальное различие состоит в том, что атомы Ti находятся в полукктаэдрах, а вместо колец имеются диортогруппы, что обусловлено отсутствием зеркальной плоскости: смешанные слои остаются полярными и не соединяются в каркас (рис. 3б).

Структуры K₄Sc₂(OH)₂(Si₄O₁₂) и тетрагонального мелилита Ca₂Mg[Si₂O₇] [30] ($a = 7.860$, $c = 5.024$ Å, $P\bar{4}2_1m$) сопоставлены в [27]. Показано, что основное различие состоит в замене крупного мелилитового MgO₄-тетраэдра на еще более крупный полиэдр – октаэдр (рис. 4). Для мелилитов характерны несоразмерные модуляции.

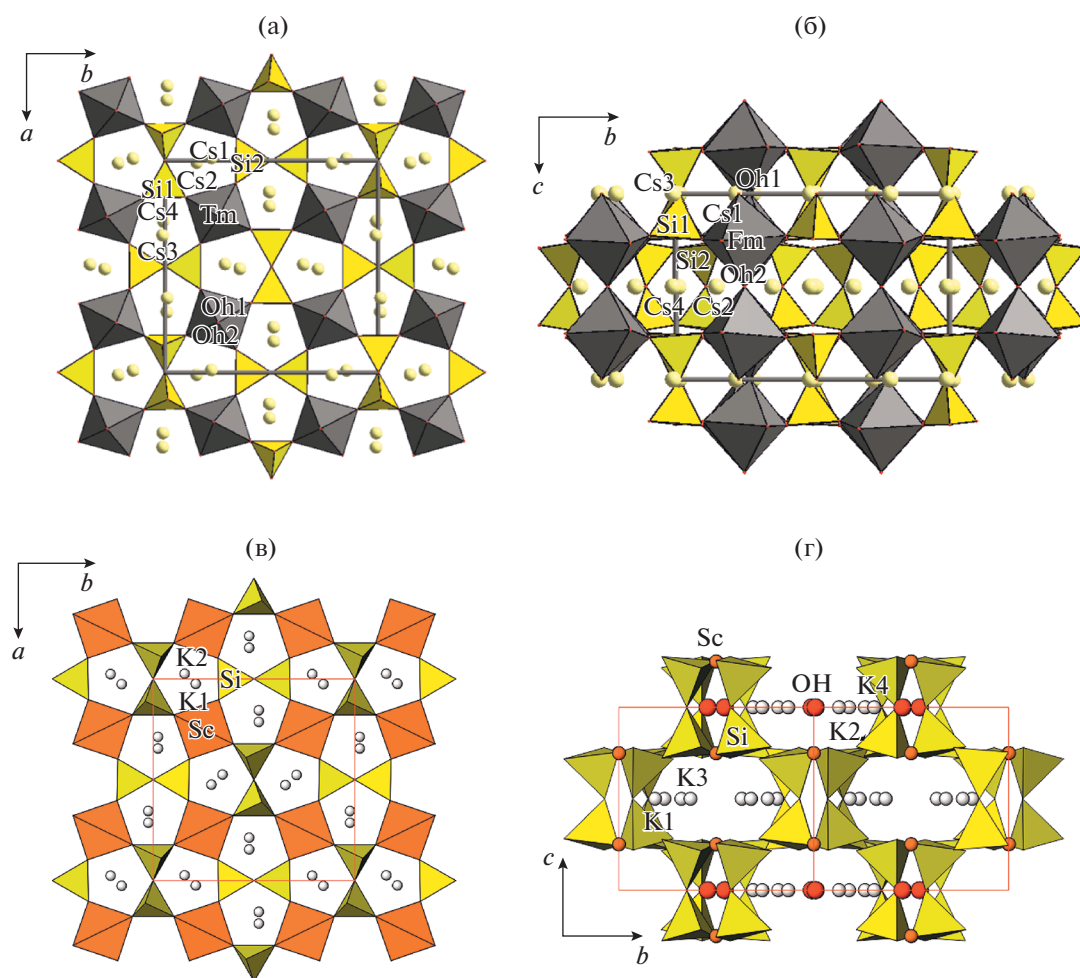


Рис. 1. Кристаллические структуры $\text{Cs}_4\text{Tm}_2[\text{Si}_4\text{O}_{12}](\text{OH})_2$ и $\text{K}_4\text{Sc}_2(\text{OH})_2(\text{Si}_4\text{O}_{12})$ [27] в проекциях на плоскости ab (а, в) и bc (б, г). Показаны SiO_4 -тетраэдры, $\text{TmO}_4(\text{OH})_2$ - и $\text{ScO}_4(\text{OH})_2$ -октаэдры; атомы Tm, Sc, Cs, K и OH-группы изображены шарами.

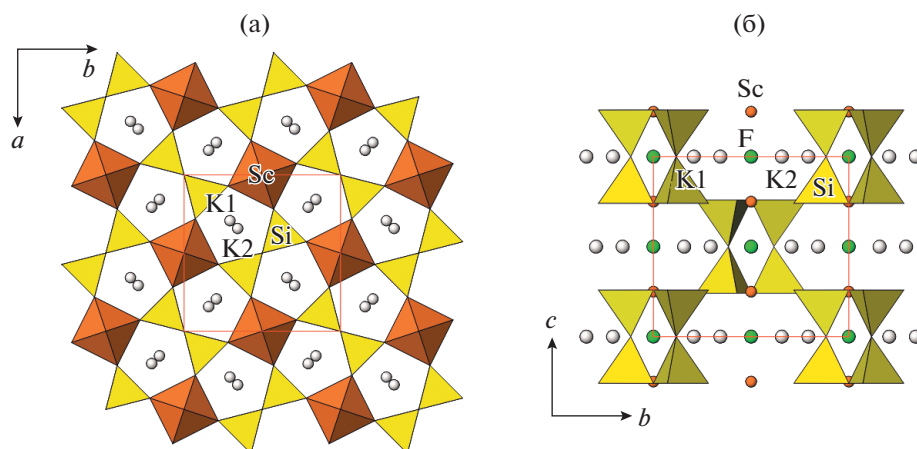


Рис. 2. Базисная структура несоразмерно модулированного кристалла $\text{K}_2\text{Sc}(\text{Si}_2\text{O}_6)\text{F}$ в проекциях на плоскости ab (а) и bc (б). Показаны SiO_4 -тетраэдры, ScO_4F_2 -октаэдры; атомы Sc, K и F изображены шарами.

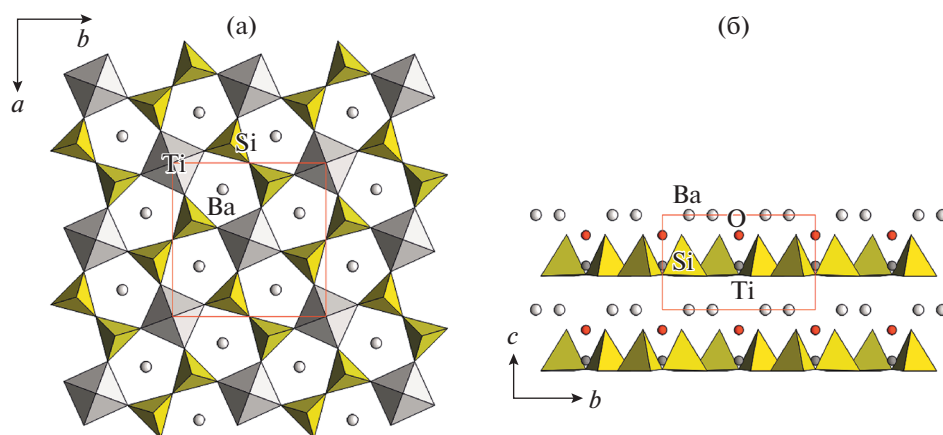


Рис. 3. Проекция кристаллической структуры фресноита на плоскость: ab (а), bc (б). Показаны SiO_4 -тетраэдры, TiO_5 -полуоктаэдры; атомы Ba, Ti изображены шарами.

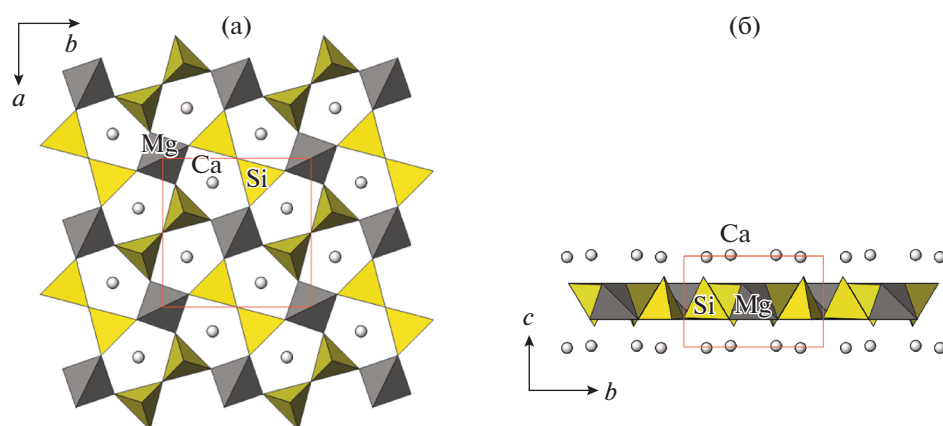


Рис. 4. Проекция кристаллической структуры мелилита на плоскость: ab (а), bc (б). Показаны SiO_4 - и MgO_4 -тетраэдры; атомы Ca изображены шарами.

ВЫВОДЫ

Получены и структурно изучены новые силикаты $Cs_4Tm_2[Si_4O_{12}](OH)_2$ и $Cs_4(Tm,Tb)_2[Si_4O_{12}](OH)_2$. Выявлена структурная аналогия между ними и ранее изученными силикатами $K_4Sc_2(OH)_2(Si_4O_{12})$ и $K_2Sc[Si_2O_6]F$. Показано, что понижение симметрии новых силикатов от тетрагональной до ромбической сопровождается двойникованием по утраченному элементу тетрагональной симметрии. Структуры новых кольцевых силикатов родственны структурам фресноита и тетрагонального мелилита.

Авторы выражают благодарность Н.В. Зубковой за помощь в получении экспериментальных данных, а также сотрудникам лаборатории локальных методов исследования вещества МГУ за определение состава кристаллов.

Проведенный Н.Б. Болотиной анализ двойниковой структуры силикатов выполнен при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН. Получение экспериментальных данных при низких температурах Л.В. Зориной частично выполнено в рамках госзадания ИФТТ РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. The Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC). Inorganic Crystal Structure Data Base – ICSD. <https://www.ccdc.cam.ac.uk/>, <http://www.fiz-karlsruhe.de>
2. Пуцаровский Д.Ю. // Структурная минералогия силикатов и их синтетических аналогов. М.: Недра, 1986. 160 с.

3. Crystallography Open Database. crystallography.net/cod
4. *Mueller-Bunz H., Schleid T.* // *Z. Anorg. All. Chem.* 1999. B. 625. S. 613.
5. *Garra W., Marchetti F., Merlino S.* // *J. Solid State Chem.* 2009. V. 182. P. 1529.
6. *Kahlenberg V., Aichholzer P.* // *Acta Cryst. E.* 2014. V. 70. P. i34.
7. *Fleet M.E., Liu X.* // *Am. Mineral.* 2004. V. 89. P. 396.
8. *Vidican I., Smith M.D., zur Loye H.C.* // *J. Solid State Chem.* 2003. V. 170. P. 203.
9. *Fleet M.E., Liu X.* // *Z. Krist.* 2003. B. 218. S. 795.
10. *Sieke C., Hartenbach I., Schleid T.* // *Z. Natur. B.* 2002. B. 57. S. 1427.
11. *Ananias D., Kostova M., Paz F.A.A. et al.* // *J. Am. Chem. Soc.* 2004. V. 126. P. 10410.
12. *Hartenbach I., Lissner F., Schleid T.* // *Z. Natur. B.* 2003. B. 58. S. 925.
13. *Fulle K., Sanjeewa L.D., McMillen C.D., Kolis J.W.* // *Acta Cryst. B.* 2017. V. 73. P. 907.
14. *Topnikova A.P., Belokoneva E.L., Dimitrova et al.* // *Crystallography Reports.* 2016. V. 61. № 4. P. 566.
15. *Lee Ch.-Sh., Liao Yu.-C., Hsu J.-T. et al.* // *Inorg. Chem.* 2008. V. 47. P. 1910.
16. *Bao X., Liu X., Liu X.* // *RSC Adv.* 2017. V. 7. P. 50195.
17. *Wang G., Li J., Yu J. et al.* // *Chem. Mat.* 2006. V. 18. P. 5637.
18. *Morrison G., Latshaw A.M., Spagnuolo N.R., Zur Loye H.-C.* // *J. Am. Chem. Soc.* 2017. V. 139. № 41. P. 14743.
19. *Zhao X., Li J., Chen P. et al.* // *Inorg. Chem.* 2010. V. 49. P. 9833.
20. *Ananias D., Ferreira A., Rocha J. et al.* // *J. Am. Chem. Soc.* 2001. V. 123. P. 5735.
21. Agilent Technologies, CrysAlisPro Software System, version 1.171.3735. Agilent Technologies UK Ltd. Oxford, UK, 2014.
22. *Sheldrick G.M.* // *Acta Cryst. A.* 2008. V. 64. P. 112.
23. *Farrugia L.J.* // *J. Appl. Cryst.* 2012. V. 45. P. 849.
24. *Sheldrick G.M.* // *Acta Cryst. C.* 2015. V. 71. P. 3.
25. *Petříček V., Dušek M., Palatinus L.* // *Z. Kristallogr.* 2014. B. 229. S. 345.
26. *Dowty E.* // ATOMS. Shape Software, Kingsport, Tennessee, USA, 2006.
27. *Пятенко Ю.А., Воронков А.А., Жданова Т.А.* // Докл. АН СССР. 1979. Т. 248. С. 868.
28. *Hejny C., Kahlenberg V., Eberhard T., Krüger H.* // *Acta Cryst. B.* 2016. V. 72. P. 209.
29. *Masse R., Grenier J.C., Durif A.* // *Bull. Soc. Franc. Mineral. Crist.* 1967. V. 90. P. 20.
30. *Bindi L., Bonazzi P., Dusek M. et al.* // *Acta Cryst. B.* 2001. V. 57. P. 739.