

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 546.882

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА ДВУХ ПОЛИМОРФНЫХ МОДИФИКАЦИЙ
ТИОБРОМИДА НИОБИЯ NbS_2Br_2 М.Н. Соколов^{1,2}, А.В. Рогачев¹, А.В. Вировец¹, С.С. Яровой¹,
Ю.В. Миронов¹, В.П. Федин^{1,2}¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск

E-mail: caesar@niic.nsc.ru

²Новосибирский государственный университет

Статья поступила 3 апреля 2012 г.

Методом рентгеноструктурного анализа на монокристаллах определено строение двух кристаллических модификаций тиобромида ниобия NbS_2Br_2 — триклинной и моноклинной. Показано, что в обоих случаях реализуется слоистая структура, в которой кластерные фрагменты $\{\text{Nb}_2(\mu\text{-S}_2)_2\}^{4+}$ связываются бромидными мостиками в двумерные слои $[\text{Nb}_2(\text{S}_2)_2\text{Br}_{8/2}]$. Различие между двумя полиморфными модификациями заключается лишь в мотивах укладки слоев. Межатомные расстояния и валентные углы идентичны для обоих полиморфов.

Ключевые слова: ниобий, сера, бром, полиморфизм, кристаллическая структура.

Полупроводниковые халькогалогениды ниобия состава NbQ_2X_2 ($\text{Q} = \text{S}, \text{Se}$; $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$) существуют в двух полиморфных модификациях — триклинной (низкотемпературной) и моноклинной (высокотемпературной) [1]. Исключение составляет лишь тиохлорид NbS_2Cl_2 , для которого известна лишь моноклинная модификация. Хотя во всех случаях были определены параметры элементарной ячейки, лишь для триклинной модификации NbSe_2Cl_2 и моноклинной модификации NbS_2Cl_2 был проведен полный рентгеноструктурный анализ [1]. В данной работе мы сообщаем о рентгеноструктурном исследовании обоих полиморфов тиобромида ниобия NbS_2Br_2 (триклинного, 1 и моноклинного, 2).

Экспериментальная часть. Обе полиморфных модификации были получены в виде красных кристаллов при нагревании 200 мг (2,15 ммоль) порошка металлического ниобия, 140 мг (4,37 ммоль) серы, 240 мг (2,15 ммоль) порошка кадмия и 220 мкл (4,30 ммоль) брома в течение двух суток при температуре 500 °С. В качестве второго продукта реакции образовывался CdBr_2 в виде бесцветных игл.

Рентгеноструктурный анализ. Все измерения проведены по стандартной методике на автоматическом четырехкружном дифрактометре Bruker Nonius X8 Apex, оснащенный двухкоординатным CCD-детектором с использованием излучения молибденового анода ($\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$) и графитового монохроматора. Интенсивности отражений измерены методом φ - и ω -сканирования узких ($0,5^\circ$) фреймов. Поглощение учтено эмпирически по программе SADABS [2]. Структуры расшифрованы прямым методом и уточнены полноматричным МНК в анизотропном для неводородных атомов приближении по комплексу программ SHELXTL [3]. Большие значения остаточной электронной плотности объясняются большим вкладом эффекта поглощения в интенсивности рефлексов. Кристаллографические характеристики комплексов и детали дифракционных экспериментов приведены в табл. 1. CIF-файлы, содержащие полную инфор-