

ТВЕРДОФАЗНОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ТЕТРААММИНОВ ПЛАТИНЫ(II) И ПАЛЛАДИЯ(II) С ПЕРРЕНАТОМ АММОНИЯ В ВОЗДУШНОЙ И ИНЕРТНОЙ АТМОСФЕРЕ

В.И. Заражевский, аспирант, В.В. Гребнев, аспирант,

Е.В. Фесик, ассистент, Г.Д. Мальчиков, профессор

кафедра Наноинженерии Самарского государственного аэрокосмического

университета им. акад. С.П. Королева

e-mail: 1707-fesik@mail.ru

Изучено твердофазное взаимодействие в смесях $[Pt(NH_3)_4]Cl_2$ и NH_4ReO_4 и $[Pd(NH_3)_4]Cl_2$ и NH_4ReO_4 на воздухе и в токе аргона. Установлено, что конечными продуктами термолитиз указанных смесей являются двухфазные системы, содержащие платину или палладий и диоксид рения.

The solid phase interaction in systems $[Pt(NH_3)_4]Cl_2 - NH_4ReO_4$ and $[Pd(NH_3)_4]Cl_2 - NH_4ReO_4$ in argon and on air was studied. The final products of the solid phase interaction of the specified mixtures are systems containing platinum or palladium and rhenium dioxide.

Ключевые слова: платина, палладий, рений, диоксид рения, комплексные аммиакаты, биметаллические системы.

Key words: ammonium complex compounds, platinum, palladium, rhenium, bimetallic systems.

Известны способы получения биметаллических систем термическим разложением комплексных соединений [1], их смесей [2, 3] или двойных комплексных солей (ДКС) [4 – 6] в инертной либо восстановительной атмосфере. Они отличаются относительной простотой и позволяют получать порошки металлов и сплавов.

Настоящая работа посвящена выявлению особенностей твердофазного термического разложения смесей $[M(NH_3)_4]Cl_2$, где $M = Pt, Pd$, и NH_4ReO_4 на воздухе и в токе аргона.

Экспериментальная часть

В работе для приготовления смесей использовали дихлориды тетраамминплатины(II) и тетраамминпалладия(II), которые синтезировали по известным методикам [7], реактив перренат аммония производства Уральского завода по обработке цветных металлов, гидроксид калия квалификации «хч».

Синхронный термический анализ проводили на приборе Netzsch 499C Jupiter, он включает в себя термогравиметрию (ДТГ), дифференциально-сканирующую калориметрию (ДСК) и масс-спектрометрию (Aeolos QMS 409) выделяющихся газообразных продуктов. Навески смесей $[Pt(NH_3)_4]Cl_2 - NH_4ReO_4$ и $[Pd(NH_3)_4]Cl_2 - NH_4ReO_4$, взятых в весовых соотношениях 1:2, соответствовали ~ 100 мг. Разложение солей в атмосфере аргона проводили в закрытом корундовом тигле, а на воздухе – в трубчатой воздушной печи при скорости нагрева 5 град/мин. Фазовый состав твердых продуктов изучали методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре ДРОН ($\lambda CoK_\alpha = 1.79 \text{ \AA}$, $U_a = 20 \text{ кВ}$, $I_a = 20 \text{ мА}$, $v_{сч.} = 2^\circ/\text{мин}$), расшифровку рентгенограмм проводили по программам [8, 9].

Результаты и их обсуждение

Система $[Pd(NH_3)_4]Cl_2 - NH_4ReO_4$. Термолитиз соли $[Pd(NH_3)_4](ReO_4)_2$ в атмосфере водо-

рода, по данным [5], приводит к образованию при температуре выше 300 °С однофазного порошка. Совпадение получаемой массы порошка с расчетной для суммы металлов привело авторов к заключению, что указанный порошок представляет собой твердый раствор с гексагональной решеткой на основе структуры рения, имеющий состав $Pd_{0.33}Re_{0.67}$. Термолитиз $[Pd(NH_3)_4](ReO_4)_2$ в атмосфере гелия со скоростью нагрева 10 град/мин сопровождается образованием металлического палладия. В атмосфере гелия двойная комплексная соль начинает разлагаться при 210°C, после чего превращается в *транс*- $[Pd(NH_3)_2Cl_2]$ с выделением 4 – х молекул аммиака. Заметим, что перренат аммония термически стабилен до 300°C, а исходный $[Pd(NH_3)_4]Cl_2$, не содержащий кристаллизационной воды, до ~ 150°C. Авторы [5] утверждают, что отсутствие на дифрактограммах промежуточных и конечного продуктов рефлексов, соответствующих другим фазам, свидетельствует об образовании рентгеноаморфных оксидов рения.

Согласно полученным нами данным, разложение смеси $[Pd(NH_3)_4]Cl_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона имеет сложный характер. Наблюдаемые процессы можно объединить в четыре стадии, характеризующиеся тремя эндо- и одним экзотермическим (рис. 1). На рис. 2 приведены кривые термического анализа смеси $[Pd(NH_3)_4]Cl_2$ и NH_4ReO_4 и данные масс-спектрометрического анализа образующейся газовой фазы. В табл. 1 приведены температурные интервалы, температуры и изменения массы для выше указанных стадий термических превращений, а также данные масс-спектров для соответствующих стадий и состав предполагаемых газообразных и твердых продуктов разложения.

На первой стадии в температурном

интервале 270 – 280°C на кривых ТГ и ДСК наблюдаются эндоэффекты (275, 277°C), экспериментальная потеря массы составляет 3.5%,

что соответствует удалению из смеси одной молекулы аммиака и двух молекул оксида азота(II) ($\Delta m_{\text{теор.}} = 3.4\%$).

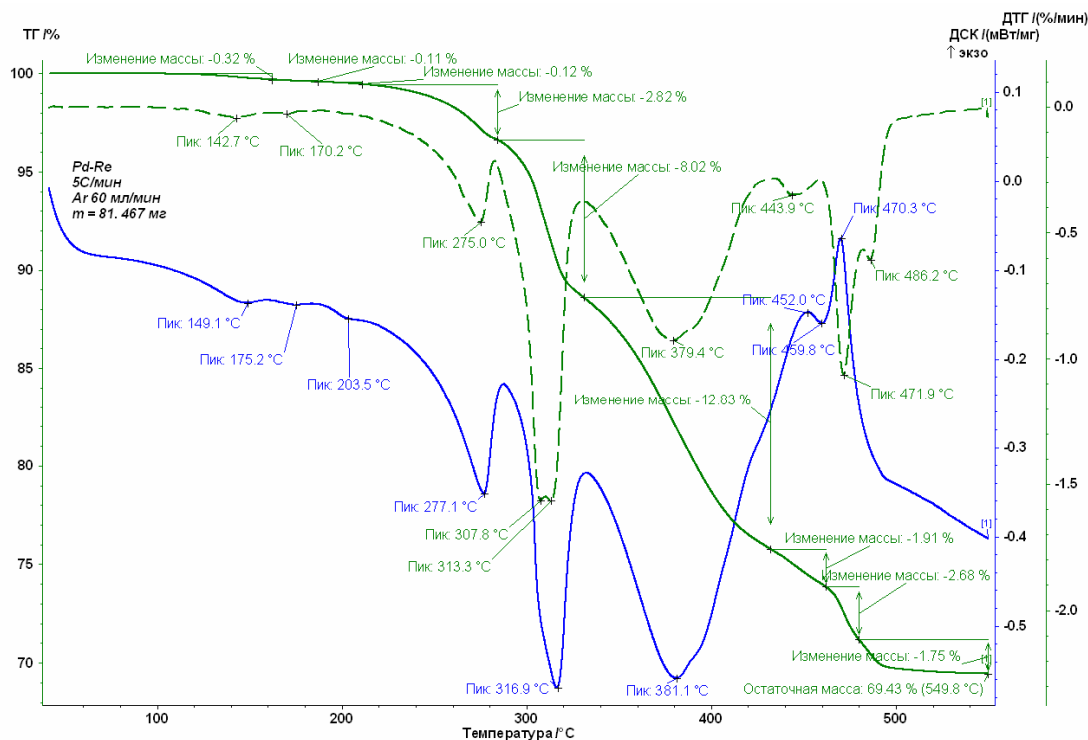


Рис 1. Кривые термического анализа смеси $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона.

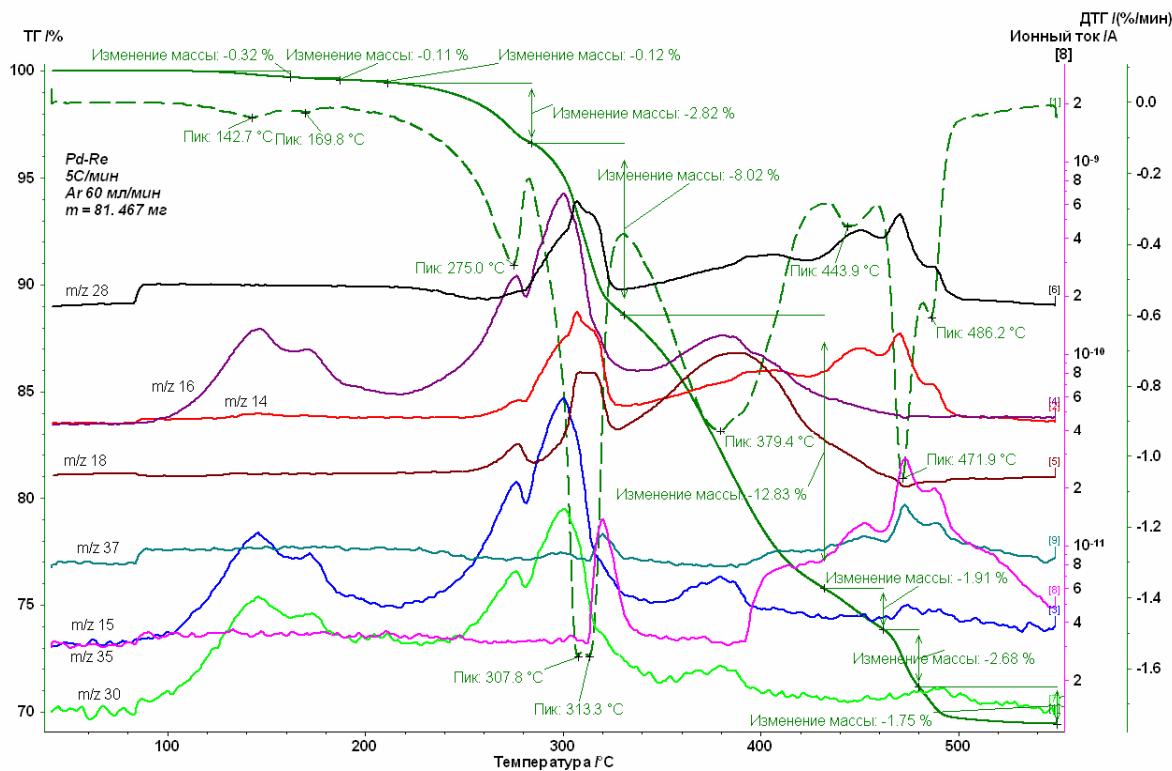


Рис. 2. Кривые термического анализа смеси $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона и данные масс-спектрометрического анализа газовой фазы.

Таблица 1. Данные термического и масс-спектрометрического анализа, интерпретация отдельных стадий разложения смеси $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона.

№ стадии	Темперный интервал, °C	T _{эффект} , °C*		Δ m, %		m/формула	Состав, брутто	
		ДТГ	ДСК	Эксп.	Теор.		Газовая фаза	Твердая фаза
1.	210 – 280*	«-» 275	«-» 277	- 3.5	- 3.4	16/ NH_3	NH_3	$\text{Pd}_3\text{Re}_6\text{H}_{57}\text{N}_{15}\text{O}_{22}\text{Cl}_6$
	(100 – 280)					30/ NO	2NO	
2.	280 – 340	«-» 307 «-» 313	«-» 316	- 8.0	- 8.1	16/ NH_3 28/ N_2 18/ H_2O 30/ NO	5 NH_3 N_2 H_2O 2NO	Pd_3 $\text{iRe}_6\text{H}_{40}\text{N}_6\text{O}_{19}\text{Cl}_6$ + iPd
	$\Sigma \Delta m_{1-2}$			- 11.5	- 11.5			
3.	340 – 420	«-» 379	«-» 381	- 12.8	- 12.9	18/ H_2O 37;35/ HCl 16/ NH_3	6 H_2O 3HCl 5 NH_3	$\text{Re}_6\text{H}_{10}\text{O}_{13}\text{N}_1\text{Cl}_3$ + 3Pd
	$\Sigma \Delta m_{1-3}$			- 24.2	- 24.3			
4.	420 – 500	«-» 444 «-» 471 «-» 486	«-» 459 «+» 452 «+» 470	- 6.3	6.2	18/ H_2O 37;35/ HCl 16/ NH_3	H_2O 3HCl NH_3	3Pd + 6 ReO_2 + (2H)
	$\Sigma \Delta m_{1-4}$			30.5	30.5			
	m тв. остатка			69.5	69.5			

* Указаны интервалы температуры, в которых произошли основные изменения; (в скобках – общий интервал) на ДТГ; ** «+» -экзо-, «-» – эндоэффекты; *** $\Sigma \Delta m$ – суммарная потеря массы, относящаяся к протеканию вышестоящих стадий процесса.

Присутствие аммиака и оксида азота(II) в газовой фазе в указанном интервале температур подтверждается сигналом на масс-спектрах продуктов газовой фазы. Далее, на второй стадии, на ДТГ–, ДСК – кривых наблюдаются эндоэффекты при температурах 307, 313, 316°C, сопровождающиеся экспериментальной потерей массы 8.0% ($\Delta m_{\text{теор.}} = 8.1\%$). Сигналы масс-спектров указывают на присутствие в газовой фазе аммиака, воды, хлористого водорода, оксида азота(II) и азота. Если предположить, что на данной стадии удаляются пять молекул аммиака, одна – азота, две – оксида азота(II), одна молекула воды – это означает полное восстановление палладия [10].

Третья стадия разложения отмечается на ДТГ–, ДСК – кривых широкими эндоэффектами при 379, 381°C, соответственно, сопровождающимися потерей массы 12.8%. Эта величина хорошо согласуется с теоретически вычисленным значением потери массы ($\Delta m_{\text{теор.}} = 12.9\%$) в предположении, что удаляются шесть молекул воды, три молекулы хлористого водорода и

пять молекул аммиака. Сигналы в масс-спектрах в указанном температурном интервале подтверждают факт присутствия перечисленных соединений в газовой фазе.

Заключительная стадия разложения смеси сопровождается экзо- (при температурах 444, 459, 486, 471°C) и эндоэффектами – при 452 и 470°C. По данным масс – спектрометрии в газовой фазе присутствуют аммиак, хлористый водород и вода. Экспериментальное значение потери массы составляет 6.3% ($\Delta m_{\text{теор.}} = 6.2\%$). Общая потеря массы – 30.5% ($\Delta m_{\text{теор.}} = 30.5\%$), что соответствует $3\text{Pd} + 6\text{ReO}_2$. Это согласуется с данными работы [11], согласно которым NH_4ReO_4 в инертной атмосфере разлагается до ReO_2 .

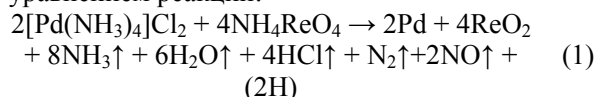
Таким образом, конечный твердый продукт разложения смеси $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ в токе аргона представлен металлическим палладием и диоксидом рения. В табл. 2 суммированы результаты рентгенофазового анализа твердого продукта термолитиза, которые подтверждают присутствие этих фаз.

Таблица 2. Рентгенографические характеристики продукта твердофазного термолитиза системы $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ в токе аргона

Продукт термолитиза – фаза Pd				Продукт термолитиза – фаза ReO_2			
2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)	2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)
47.3	100	2.230	2.23	29.9	100	3.438	3.401*
55.0	50	1.937	1.94	35.6	90	2.926	2.865
81.4	30	1.372	1.371	47.3	80	2.230	2.299
99.7	30	1.170	1.170	48.8	20	2.165	2.169*
105.9	5	1.121	1.120	58.2	20	1.839	1.832
–	–	–	–	72.5	40	1.513	1.520*
				79.0	30	1.406	1.410

Примечание. В таблицах приведены данные для ReO_2 ASTM (9-274); знаком «*» отмечены данные для ReO_2 ASTM (17-600).

Твердофазное разложение с образованием металлического палладия и диоксида рения в атмосфере аргона можно описать следующим уравнением реакции:



Стехиометрия предложенного уравнения реакции в аргоне требует двух атомов водорода в продуктах реакции, что, очевидно, означает погрешность нашей интерпретации в две атомные единицы.

Таблица 3. Рентгенографические характеристики продукта твердофазного термоллиза системы $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ на воздухе.

Продукт термоллиза – фаза Pd				Продукт термоллиза – фаза ReO ₂			
2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)	2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)
-	-	-	-	29.8	100	3.478	3.401*
47.2	100	2.234	2.23	35.8	95	2.910	2.865
55.0	50	1.937	1.94	48.8	10	2.165	2.169*
81.4	30	1.372	1.37	58.2	20	1.839	1.832
99.8	30	1.169	1.170	60.2	10	1.783	1.783
105.9	5	1.121	1.120	79.0	30	1.406	1.410
-	-	-	-	94.8	3	1.215	1.217

Примечание. В таблицах приведены данные для ReO₂ ASTM (9-274); знаком « » отмечены данные для ReO₂ ASTM (17-600).

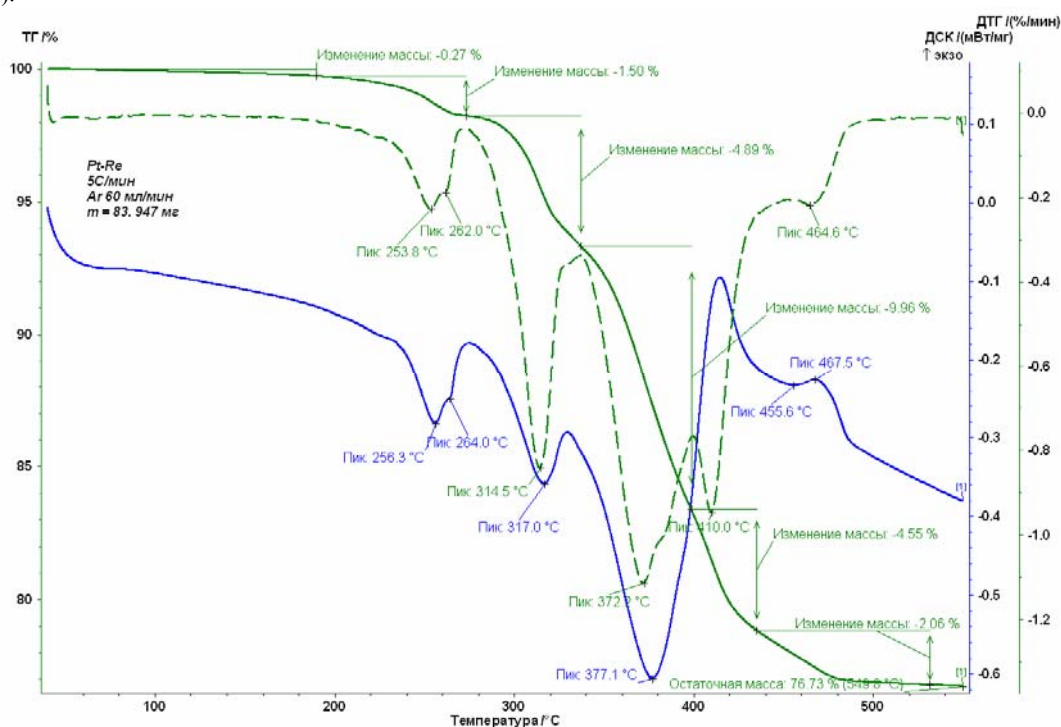


Рис. 3. Кривые термического анализа смеси $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона

Система $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$. На рис. 3 и 4 приведены термограмма термического твердо-фазного разложения смеси $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ в токе аргона и данные масс-спектрометрии для газовой фазы, соответственно.

Судя по характеру полученных кривых, в этом случае также можно выделить четыре стадии. В табл. 4 приводятся экспериментальные данные для четырех стадий термичес-

Аналогичные результаты были получены при разложении смеси $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 на воздухе: при 550°C образуется твердый продукт, представленный металлическим палладием и диоксидом рения. Результаты подтверждаются данными РФА (табл. 3).

Следовательно, твердофазное взаимодействие тетраамминпалладий(II) дихлорида с перренатом аммония в воздушной и инертной атмосферах приводит к образованию одинаковых продуктов – металлического палладия и ReO_2 .

характеристики продукта твердофазного термолитиза системы $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ на воздухе.

2 θ , град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)
29.8	100	3.478	3.401*
35.8	95	2.910	2.865
48.8	10	2.165	2.169*
58.2	20	1.839	1.832
60.2	10	1.783	1.783
79.0	30	1.406	1.410
94.8	3	1.215	1.217

М (9-274); знаком «*» отмечены данные для ReO₂ ASTM

ких превращений, а также состав предполагаемых газообразных и твердых продуктов, соответствующих потерям массы.

На первой стадии происходит удаление двух молекул аммиака и одной молекулы оксида азота(II), что подтверждается сигналами в масс-спектрах и соответствует потере массы на кривой ТГ 1.8% (расчетная масса при этом составляет 2.4%). В температурном интервале 300 – 340°C потеря массы составляет 4.9%

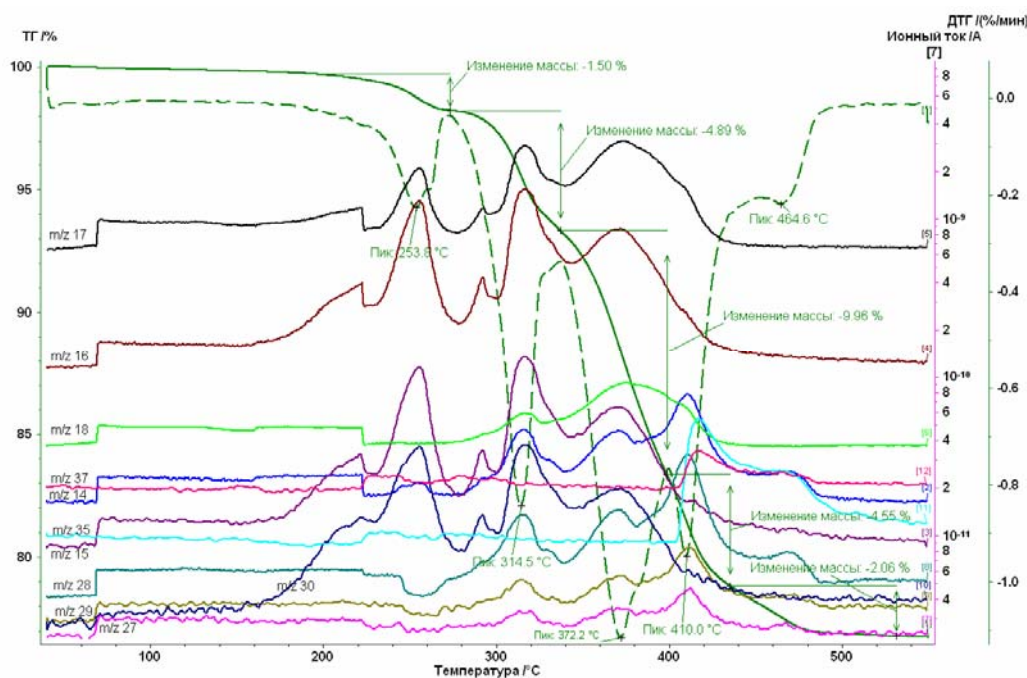


Рис 4. Кривые термического анализа смеси $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона и данные масс-спектрометрического анализа для газовой фазы.

(расчетная масса – 6.1%), что соответствует удалению в газовую фазу четырех молекул аммиака, одной молекулы азота, двух молекул воды и одной молекулы оксида азота(II). Таким образом, суммарное значение экспериментальной потери массы на рассмотренных двух пос-

ледовательных стадиях составляет 6.7% (расчетное значение – 8.5%). Далее, на третьей стадии, при температурах 340 – 400°C (минимум 372°C на ДСК) отмечается потеря массы 9.9%, что соответствует удалению в газовую фазу аммиака, воды и азота (расчетная потеря массы – 11.4%).

Таблица 4. Данные термического и масс-спектрометрического анализа, интерпретация отдельных стадий разложения смеси $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ и NH_4ReO_4 в токе аргона.

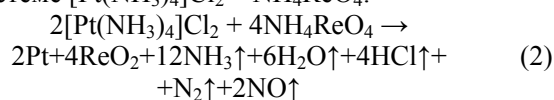
Отдельных стадий разложения смеси $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ и Pt_4ReO_4 в токе аргона.								
№ стадии	Темперный интервал, °C	Т _{эффект} , °C*		Δ m, %		m/формула	Состав, брутто	
		ДТГ	ДСК	Эксп.	Теор.		Газовая фаза	Твердая фаза
1.	240 – 300* (100 – 300)	«-»253	«-»256	- 1.8	- 2.4	16/ NH_3	2 NH_3	$\text{Pt}_3\text{Re}_6\text{H}_{54}\text{N}_{15}\text{O}_{23}\text{Cl}_6$
		«-»262	«-»264			30/ NO	NO	
						16/ NH_3	4 NH_3	
2.	300 – 340	«-» 314	«-» 317	- 4.9	- 6.1	28/ N_2	N_2	$\text{Pt}_{3-i}\text{Re}_6\text{H}_{38}\text{N}_8\text{O}_{20}\text{Cl}_6$ + iPt
						18/ H_2O	2 H_2O	
						30/ NO	NO	
ΣΔ m ₁₋₂				- 6.7	- 8.5			
3.	340 - 400	«-» 372	«-» 377	- 9.9	- 11.4	28/ N_2	N_2	$\text{Re}_6\text{H}_8\text{Cl}_5\text{O}_{12} + 3\text{Pt}$
						18/ H_2O	7 H_2O	
						30/ NO	NO	
ΣΔ m ₁₋₃				- 16.6	- 19.9			
4.	420 – 500	«-» 464	«-» 455	- 6.6	- 6.8	36;35;37/ HCl	5 HCl	3Pt + 6 ReO_2 +(3H)
			«+» 467					
			ΣΔ m ₁₋₄					
m тв. остатка				76.8	73.3			

** Указаны интервалы температуры, в которых произошли основные изменения; (в скобках – общий интервал) на ДТГ; ** «+» -экзо-, «-» -эндозффекты; ** ΣΔ m – суммарная потеря массы, относящаяся к протеканию вышестоящих стадий процесса.

Общая потеря массы при термическом разложении смеси – 23.2% (расчетное значение – 26.7 %), а масса твердого остатка – 76.8% (расчетное значение – 73.3%).

Конечный твердый продукт взаимодействия тетра-амминплатины(II) дихлорида с перренатом аммония представляет собой смесь металлической платины и диоксида рения, о чем свиде-

тельствуют данные РФА (табл. 5). Принимая во внимание результаты РФА, анализа газовой фазы и потери массы, можно предложить следующее уравнение реакции взаимодействия в системе $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$:



В процессе термического разложения той же смеси на воздухе образуется две фазы – металлическая платина и диоксид рения (табл. 6).

Следует подчеркнуть, что, согласно [12], при

разложении на воздухе соли $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ (оно начинается при 370 °С и полностью заканчивается при 444 °С) конечным продуктом разложения является металлическая платина.

Таблица 5. Рентгенографические характеристики продукта твердофазного термолиза системы $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ в токе аргона.

Продукт термолиза – фаза Pt				Продукт термолиза – фаза ReO_2			
2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)	2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)
46.8	100	2.252	2.27	29.9	100	3.438	3.401*
54.4	90	1.957	1.956	35.5	95	2.934	2.865*
80.6	80	1.383	1.385	48.8	20	2.169	2.169*
96.8	70	1.180	1.179	58.0	20	1.845	1.848*
–	–	–	–	71.8	40	1.525	1.520
–	–	–	–	82.8	5	1.352	1.348
				84.0	5	1.337	1.344

Примечание. В таблицах приведены данные для ReO_2 ASTM (9-274); знаком «*» отмечены данные для ReO_2 ASTM (17-600).

Таблица 6. Рентгенографические характеристики продукта твердофазного термолиза системы $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 - \text{NH}_4\text{ReO}_4$ на воздухе.

Продукт термолиза – фаза Pt				Продукт термолиза – фаза ReO_2			
2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)	2θ, град	I, %	d/n, Å (эксп.)	d/n, Å (ASTM)
46.9	100	2.248	2.27	30.3	100	3.456	3.401*
–	–	–	–	35.7	95	2.918	2.865
54.5	90	1.953	1.956	48.9	80	2.161	2.169*
80.8	90	1.380	1.385	58.0	20	1.845	1.848*
98.4	80	1.182	1.179	60.3	10	1.781	1.783
104.6	60	1.130	1.3	79.0	30	1.406	1.410
–	–	–	–	94.8	3	1.215	1.217

Примечание. В таблицах приведены данные для ReO_2 ASTM (9-274); знаком «*» отмечены данные для ReO_2 ASTM (17-600).

В заключении отметим, что твердофазное взаимодействие смеси солей палладия (платины) и рения в инертной атмосфере и на воздухе протекает с образованием одинаковых продуктов

– металлических порошков палладия (платины) и диоксида рения. Промежуточные твердые продукты (см. табл. 1 и 4) требуют дополнительных исследований.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Influence of Pretreatment Temperature on the Bimetallic Interactions in Pt-Re/ Al_2O_3 Reforming Catalysts Studied by X-Ray Absorption Spectroscopy / M. Rønning [et al.] // J. of Catalysis. – 2001. – Vol. 204, Is. 2. – P. 292–304.
2. Catalytic reforming *n*-octane on Pt-Re/ Al_2O_3 catalysts promoted by different additives / G. D. Zakumbaeva [et al.] // Catalysis Today. – 2001. – Vol. 65, Is. 2-4. – P. 191–194.
3. Borgna, A. Simultaneous deactivation by coke and sulfur of bimetallic Pt-Re(Ge, Sn)/ Al_2O_3 catalysts for *n*-hexane reforming / A. Borgna, T. F. Garetto, C. R. Apesteguía // Applied Catalysis A: General. – 2000. – Vol. 197, Is. 1. – P. 11–21.
4. Синтез и структура двойных комплексов платиновых металлов - предшественников металлических материалов / С. В. Корнев [и др.] // Журн. структур. химии. – 2003. – Т. 44, № 1. – С. 58–73.
5. Синтез, структурные характеристики и термические свойства $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ и $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4](\text{MnO}_4)_2$ / А. В. Задесенец [и др.] // Журн. коорд. Химии. – 2006. – Т. 32, № 5. – С. 389–394.
6. Исследование металлических твердых растворов, полученных при термолизе солей, содержащих Pt и Re. Кристаллическая структура $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{ReO}_4]_2$ [Текст] / И. В. Корольков [и др.] // Журн. структурн. химии. – 2006. – Т. 47, № 3. – С. 503–511.
7. Синтез комплексных соединений металлов платиновой группы. Справочник. / Под ред. И. И. Черняева. – М.: Наука, 1964. – 325 с.
8. Миркин, Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л. И. Миркин. – М., 1961. – 528 с.
9. Картоотека ASTM. ASTM X-ray diffraction data card file and key. 1977.
10. Термические превращения $[\text{Pd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ в различной газовой среде [Текст] / И. И. Смирнов [и др.] // Журн. неорган. Химии. – 1985. – Т. 30, вып. 12. – С. 3139–3143.
11. Химия и технология редких и рассеянных элементов. Т. 3. / Под ред. К. А. Большакова. – М.: Высшая школа, 1976. – 282 с.
12. Исследование металлических твердых растворов, полученных при термолизе солей, содержащих Pt и Re. Кристаллическая структура $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{ReO}_4]_2$ / И. В. Корольков [и др.] // Журн. структурн. химии. – 2006. – Т. 47, № 3. – С. 503–511.