

СТРОЕНИЕ ВЕЩЕСТВА
И КВАНТОВАЯ ХИМИЯ

УДК 532.7:536.6:544.012/016.4/22: 54-14/-16: 548.3/5

РАСТВОРИМОСТЬ И РОСТ КРИСТАЛЛОВ *n*-КВАТЕРФЕНИЛА И ЕГО
ПРОИЗВОДНОГО С ТРИМЕТИЛСИЛИЛЬНЫМИ КОНЦЕВЫМИ
ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ

© 2019 г. В. А. Постников^{a,c,*}, М. С. Лясникова^a, А. А. Кулишов^a, В. В. Гребенев^a, О. В. Борщев^b

^a Российская академия наук, ФНИЦ “Кристаллография и фотоника”, Москва, Россия

^b Российская академия наук, Институт синтетических полимерных материалов, Москва, Россия

^c ООО “Смарт Энджинс Сервис”, Москва, Россия

* e-mail: postva@yandex.ru

Поступила в редакцию 24.12.2018 г.

После доработки 24.12.2018 г.

Принята к публикации 15.01.2019 г.

Методом ДСК для *n*-кватерфенила (4P) уточнены, а для его производного с концевыми триметилсилильными заместителями (TMS-4P-TMS) впервые установлены температура и теплота плавления. Исследованы спектры оптического поглощения растворов 4Pи TMS-4P-TMS в толуоле при 25°C. Анализ спектров поглощения позволил установить наличие границ существования агрегированных растворов исследуемых веществ. Форма спектров поглощения концентрированных растворов TMS-4P-TMS позволяет говорить о J-агрегации молекул. Установлено, что растворимость производного TMS-4P-TMS в толуоле при комнатной температуре почти в 6 раз выше, чем у *n*-кватерфенила. Методами роста из растворов получены крупные монокристаллические пленки и пластины исследуемых веществ: для 4P – до 8 мм, для TMS-4P-TMS – до 25 мм. Для TMS-4P-TMS результаты по росту кристаллов представлены впервые.

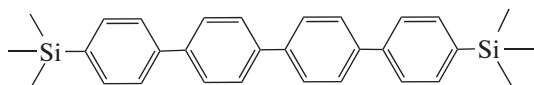
Ключевые слова: растворы, растворимость, спектры поглощения, агрегация, J-агрегаты, рост кристаллов

DOI: 10.1134/S0044453719090188

В настоящее время линейные полупроводниковые олигомеры представляют большой интерес для органической электроники и фотоники с точки зрения возможности формирования на их основе качественных кристаллических структур в оптоэлектронных устройствах [1–3]. Линейные олигофенилы с числом сопряженных звеньев в структуре молекулы $N \geq 4$ являются высокостабильными [4] органическими полупроводниковыми материалами с высоким квантовым выходом люминесценции в синем диапазоне спектра [5]. Согласно литературным данным на сегодняшний день основным методом получения кристаллических структур на основе олигофенилов для задач оптоэлектроники является вакуумное термическое напыление на подложку [6, 7]. Данная технология позволяет получать поликристаллические слои заданной толщины. Однако чтобы достичь хороших рабочих характеристик устройства, важно использовать материалы наилучшего кристаллического качества – монокристаллы с минимальным количеством дефектов-ловушек для электротранспорта [8], для чего данный метод не применим.

Для получения сравнительно крупных монокристаллических образцов наиболее привлекательными с точки зрения простоты и малой затратности являются методы роста кристаллов из растворов. В этой связи растворимость олигомеров в стандартных растворителях играет решающую роль для получения кристаллов. По мере увеличения длины сопряжения молекулы (для олигофенилов – число фенильных колец) происходит снижение до определенного предела ширины запрещенной зоны в кристалле, а спектры поглощения и фотолюминесценции при этом смещаются в красную область спектра [9]. Вместе с тем происходит экспоненциальное снижение растворимости, что является серьезным препятствием для выращивания кристаллов из растворов. Например, если для *n*-терфенила (три сопряженных фенильных кольца) при комнатной температуре растворимость C в толуоле около 8.5 г/л, то для *n*-кватерфенила (четыре сопряженных фенильных кольца) $C = 0.2$ г/л, а для *n*-квинкифенила (пять сопряженных фенильных колец) и *n*-сексифенила $C < 0.1$ и $C < 0.01$ г/л соответственно [4, 10]. Для разработки устройств оптоэлектроники

(светодиод, полевой и светоизлучающий транзисторы) необходимы молекулы с порядком сопряжения $N \geq 4$, имеющие соответственно низкую растворимость при нормальных условиях. Повысить растворимость олигомера можно путем добавления разветвленных концевых заместителей в структуру молекулы. Одними из наиболее распространенных концевых заместителей для повышения растворимости являются алкильные группы “ $-C_nH_{2n+1}$ ” ($n = 1, 2, 3...$) [11]. Недавно нами опубликованы результаты исследования роста и структуры производного n -терфенила с концевыми триметилсилильными заместителями ($-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$) [12]. В сравнении с n -терфенилом, для данного вещества отмечается снижение плотности в кристаллическом состоянии и энтальпии плавления соответственно почти на 10%, что объясняет более высокую наблюдаемую растворимость. При этом спектры поглощения и люминесценции растворов и кристаллов имеют легкое смещение относительно соответствующих спектров n -терфенила. Данная работа посвящена исследованию растворимости и роста из растворов толуола кристаллов n -кватерфенила (4P) и его производного с концевыми заместителями $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ (TMS-4P-TMS):



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исследуемые вещества были синтезированы по схемам реакций металлоорганического синтеза в условиях Сузуки (4P) [13] и Кумады (TMS-4P-TMS) [14].

Тепловые свойства кристаллов исследовали в диапазоне температур $300 \div 630$ К методом ДСК на термоаналитическом комплексе STA Netzsch 449 F1. Эксперименты проводили в потоке сухого аргона 70 мл/мин и при скорости нагревания 10 К/мин. Для предотвращения интенсивной возгонки образцы накрывали сапфировым стеклом, что уменьшало потерю массы за счет возгонки в процессе плавления до 1–3%.

Для определения концентрации насыщенного раствора был применен метод сравнения оптических плотностей эталонных и исследуемого растворов [15]. Спектры поглощения растворов 4P и TMS-4P-TMS в толуоле измеряли на автоматическом двулучевом спектрофотометре Cary 300 UV-Vis в диапазоне длин волн 250–450 нм со скоростью 300 нм/мин. При измерении спектров растворов толуола использовали стандартные кварцевые кюветы с внутренней шириной 1 мм вдоль хода луча спектрофотометра. Взвешивание навесок для растворов производили на аналитических весах (точность 0.00001 г, класс точности – 1 по

ГОСТ 24104-2001). Растворы подготавливали в стеклянных флаконах с известной концентрацией в перерасчете на 40 мл толуола (ОСЧ) с помощью ультразвуковой ванны ПСБ-2835-05, после чего производилась их выдержка в течение суток в термостате при 25°C. Для 4P были получены растворы следующих концентраций (мг/л): 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 250 (наблюдалось выпадение осадка). Для TMS-4P-TMS были получены растворы следующих концентраций (мг/л): 50, 75, 100, 200, 300, 400, 500, 750, 1000, 1170, 1250 (наблюдалось выпадение осадка).

Для получения кристаллических пленок n -кватерфенила и его производного TMS-4P-TMS был применен метод роста из раствора “растворитель–антирастворитель”, в котором обеспечивается условие медленной диффузии осадителя (антирастворителя) из паровой фазы через границу раздела фаз в раствор [2, 12, 13, 16]. Рост кристаллов происходил как на межфазной границе жидкость–воздух, так и на дне сосуда. В качестве растворителя использовали толуол (“ос. ч.”), а в качестве осадителя – изопропанол (“ч.д.а.”) и бутанол-1 (“ч.д.а.”). Для полного растворения вещества применяли либо нагрев с перемешиванием с помощью магнитной мешалки при температуре 40–60°C, либо обработку в ультразвуковой ванне ПСБ-2835-05. После охлаждения до комнатной температуры раствор фильтровали с помощью одноразового ПТФЭ-фильтра (ПТФЭ – политетрафторэтилен) с порами диаметром 0.45 мкм и заливали в стеклянный мерный стакан объемом 50 мл, который далее размещали внутри герметичной стеклянной ростовой камеры с предварительно налитым на дно осадителем. Затем камеру с раствором олигомера выдерживали в термостате при комнатной температуре и по окончании ростового периода с поверхности и со дна раствора кристаллические пленки извлекали с помощью покровного стекла или металлической сеточки.

Кристаллы 4P также были выращены методом медленного охлаждения нагретого до 60°C раствора толуола с концентрацией 1.0 г/л. Предварительно раствор в вiale объемом 20 мл растворяли в ультразвуковой ванне в течение 30 мин, в результате чего раствор нагревался до 55°C, при этом визуально отмечалось полное растворение осадка. Далее флакон с раствором, помещенный в массивный латунный стакан, располагали внутри печи сопротивления, предварительно прогретой до 65°C. При данной температуре раствор выдерживался около часа, после чего в течение нескольких минут охлаждался до 60°C. Затем со скоростью 0.1 К/ч подготовленный таким образом раствор охлаждался до 25°C. Управление температурой осуществлялось с помощью одноканального термоконтроллера-самописца Термодат-16К6.

Габитус, морфологию поверхности и толщину кристаллических пленок и пластин 4P и TMS-4P-TMS исследовали с помощью оптического микроскопа Olympus BX61 и лазерного сканирующего конфокального микроскопа Olympus LEXT OLS 3100.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

ДСК. Для исследования фазовых переходов при нагреве в случае с *n*-кватерфенилом использовали перекристаллизованный из толуола кристаллический осадок массой 4.7 мг, а для TMS-4P-TMS выбран монокристалл массой 4.0 мг, выращенный в ходе одного из ростовых экспериментов. На рис. 1 приведены кривые ДСК 4P (1) и его производного (кривая 2). Большие пики на данных кривых характеризуют процессы плавления данных веществ. Установленные значения температуры T_m и энтальпии плавления ΔH_m исследуемых веществ представлены в табл. 1. В литературе для 4P по температуре и энтальпии плавления имеются сведения, полученные методом ДСК [17], которые приведены для сравнения в табл. 1. Как видно из рис. 1 и табл. 1, TMS-4P-TMS имеет более низкие значения параметров плавления: температура плавления $T_{m,2}$ меньше почти на 30 градусов, а энтальпия плавления $\Delta H_{m,2}$ почти в 1.5 раза ниже. На кривой ДСК данного вещества в районе температуры $T_{ir,2} = 151^\circ\text{C}$ наблюдается небольшой эндотермический пик, по всей видимости, характеризующий полиморфный переход в высокотемпературную кристаллическую модификацию. Согласно литературным данным у 4P также отмечается наличие полиморфного перехода, но при более низкой температуре $T_{ir,1} = -40^\circ\text{C}$ [18].

Спектры поглощения растворов и анализ растворимости. Спектры поглощения растворов 4P и TMS-4P-TMS в толуоле измерены при 25°C . На рис. 2а и 2б приведены серии спектров поглощения растворов исследуемых олигомеров разного состава в толуоле. Графики зависимости максимумов оптической плотности D растворов от концентрации C для исследуемых веществ представлены на рис. 2в (4P) и 2г (TMS-4P-TMS). Как видно из данных рисунков, для обоих веществ имеет место нарушение линейного закона поглощения

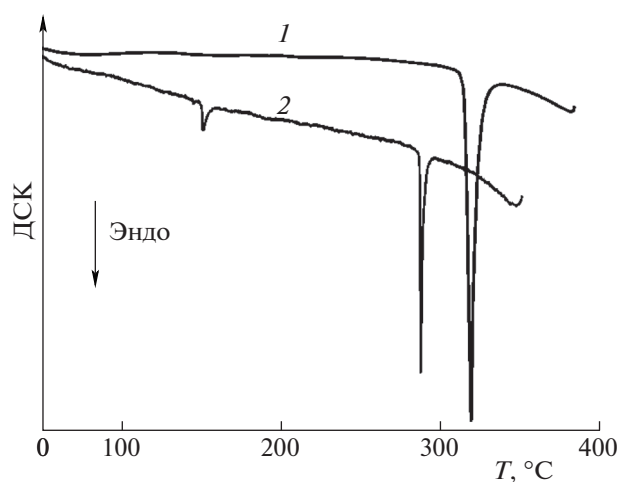


Рис. 1. Кривые ДСК 4P (1) и TMS-4P-TMS (2), характеризующие поведение образцов при нагревании.

Бугера–Ламберта–Бера в области концентрированных растворов: для 4P при $C_1 \geq 125$ мг/л, для TMS-4P-TMS при $C_2 \geq 200$ мг/л. Максимумы спектров поглощения растворов 4P (рис. 2а) незначительно смещаются по мере увеличения концентрации от 300 (кривая 1) до 301 нм (кривая 7). А для растворов TMS-4P-TMS при увеличении концентрации наблюдается более выраженный красный сдвиг максимума поглощения (рис. 2б): от 306 (кривые 1–4) до 332 нм (кривая 10). Данное спектральное поведение, судя по всему, указывает на структурные изменения в растворах по причине агрегации молекул олигомеров [15]. Как видно из рис. 2б, форма спектров поглощения растворов TMS-4P-TMS по мере роста концентрации приобретает выраженную асимметрию, связанную, видимо, с растущим вкладом подсистемы агрегированных молекул со смещенным в длинноволновую область спектром поглощения. Батохромное смещение относительно спектра мономеров позволяет предполагать J-агрегацию, т.е. стэкинг молекул в агрегате друг относительно друга штабелями со смещением в виде кирпичной кладки [19].

Как видно из рис. 2в и 2г, для исследуемых веществ зависимость условной оптической плотности D^* от состава в области концентрированных

Таблица 1. Параметры фазовых переходов для 4P и TMS-4P-TMS, установленные методом ДСК

Вещество	M , г/моль	T_m , К	ΔH_m , кДж/моль	T_{ir} , К	ΔH_{ir} , кДж/моль
4P	306.4	587.2	60.8	233.0 [18]	0.414 [18]
		586.7 [17]	57.6 [17]		
TMS-4P-TMS	450.8	559.5	40.6	424	2.11

Обозначения: M – молярная масса, T_m – температура плавления, ΔH_m – молярная энтальпия плавления, T_{ir} – температура полиморфного перехода, ΔH_{ir} – молярная энтальпия полиморфного перехода.

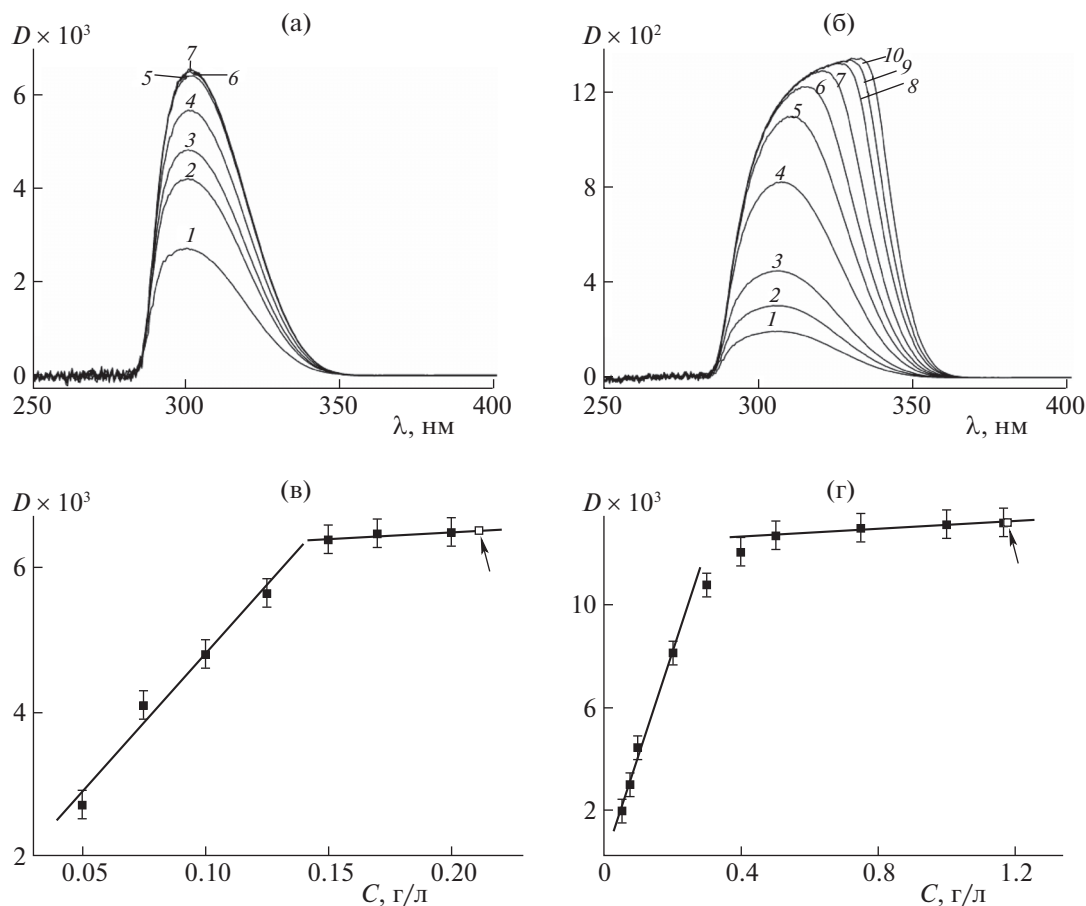


Рис. 2. Спектры поглощения растворов толуола различных составов для 4P (а) кривые 1–7 соответствуют концентрациям 4P (мг/л): 50 (1), 75 (2), 100 (3), 125 (4), 150 (5), 200 (6) и насыщенный раствор (7) (спектральная кривая для раствора состава 175 мг/л не представлена), и TMS-4P-TMS (б), измеренные при 25°C, кривые 1–10 соответствуют концентрациям TMS-4P-TMS (мг/л) – 50 (1), 75 (2), 100 (3), 200 (4), 300 (5), 400 (6), 500 (7), 750 (8), 1000 (9) и насыщенный раствор (10) (спектральная кривая для раствора состава 1170 мг/л не представлена); графики зависимости оптической плотности растворов 4P (в) и TMS-4P-TMS (г) от концентрации.

растворов также имеет линейный характер, что позволяет экстраполировать данную зависимость до точки насыщенного раствора (полая точка отмеченная стрелкой). Таким образом оцененная концентрация насыщенного раствора для 4P $C_{x,1} = 0.21$ г/л, что практически совпадает с литературным значением при 20°C – $C_{0,1} = 0.22$ г/л [4]. Оценка растворимости для TMS-4P-TMS дает значение $C_{x,2} = 1.18$ г/л. Для проверки данного значения был применен прямой способ определения растворимости TMS-4P-TMS при 25°C путем полного выпаривания насыщенного раствора. По известной массе подготовленного насыщенного раствора и веса сухого остатка была определена концентрация насыщенного раствора $C_{0,2} = 1.24 \pm 0.06$ г/л. Как видно, данный результат в пределах погрешности совпадает с оцененным выше значением. Однако о справедливости выше предложенного способа оценки растворимости агрегированных растворов пока еще трудно сле-

датель вывод, и необходимы дальнейшие исследования для его обоснования.

Рост кристаллов. Ростовые характеристики исследуемых веществ в серии опытов приведены в табл. 2. Рост монокристаллов 4P методом “растворитель–антирастворитель” и их структура были подробно описаны ранее в работе [13]. В данном случае монокристаллические пленки и пластины толщиной от нескольких сот нанометров до 50 мкм вырастают в длину до 5–8 мм в течение 20–25 суток. В качестве примера на рис. За представлена фотография группы кристаллов на прозрачном стекле под УФ-освещением, снятых с поверхности раствора. Монокристаллические пленки, достигающие наибольших размеров L_m в ходе роста на границе раздела фаз являются наиболее тонкими с толщиной $H_m \sim 10^{-3}–10^{-4}L_m$. Как правило, данные пленки имеют гладкую поверхность морфологию с наличием значительной долей участков с шероховатостью на уровне не-

Таблица 2. Характеристики роста 4P и TMS-4P-TMS из раствора методом “растворитель–антирастворитель”: Р – растворитель, А – антирастворитель (осадитель), C_0 – начальная концентрация раствора, T – период роста, L_m , H_m – соответственно максимальная длина и толщина кристаллов в опыте, Λ – область роста (1 – граница раздела жидкость–воздух, 0 – на дне раствора)

Вещество	Р	А	C_0 , г/л	T , сутки	L_m , мм	H_m , мкм	Λ
4P	толуол	изопропанол	0.17	20	5	0.5–5	1
	толуол	изопропанол	0.17	25	8	50	0
	толуол	бутанол-1	0.16	5	1.5	25	1
TMS-4P-TMS	толуол	бутанол-1	1.00	13	22	15	1
	толуол	бутанол-1	1.00	7	3	320	1
	толуол	бутанол-1	1.00	14	6	170	1
	толуол	изопропанол	1.00	5	2	120	1

скольких молекулярных слоев [13]. Наиболее толстые монокристаллические пластины *n*-кватерфенила имеют грубую поверхностную морфологию, характеризуемую наличием сросток, макроступеней роста, дислокационных холмиков и пирамид. Характерное соотношение толщины и длины для таких кристаллов $H_m \sim 10^{-2}L_m$ (табл. 2). В результате роста методом медленного охлаждения нагретого до 60°C раствора со скоростью 0.1 К/ч по истечении 14 суток на дне ростового сосуда зафиксирована группа кристаллов длиной до 5 мм. На рис. 3б в качестве примера приведено оптическое микроизображение (Olympus LEXT OLS 3100) одной из монокристаллических пластинок, полученной в данном опыте. Пластина толщиной около 70 мкм сравнительно гладкая, имеет форму параллелограмма длиной 3.5 мм по наибольшей диагонали.

Кристаллы TMS-4P-TMS впервые были выращены методом “растворитель–антирастворитель”. Исследуемое вещество проявляет высокую склонность к росту на границе раздела жидкость–воздух. В одном из опытов удалось полу-

чить рекордную по размерам четырехугольную монокристаллическую пленку, дальнейший рост которой в длину был ограничен размерами ростового стакана (рис. 4а). Фотоизображение пленки, извлеченной на стеклянную подложку, представлено на рис. 4а. За 13 суток кристалл вырос до 25 мм по диагонали, при этом по толщине достигнув всего лишь 15 мкм. Поверхность пленки была сравнительно гладкой. Как и для 4P, наиболее быстрорастущие в длину пленки обладают гладкой верхней гранью и имеют соотношение толщины к длине $H_m \sim 10^{-3}–10^{-4}L_m$. Для кристаллов с грубой поверхностной морфологией характерно соотношение $H_m \sim 10^{-1}–10^{-2}L_m$. Как правило, монокристаллические пластинки TMS-4P-TMS значительно толще адекватных по длине пластинок 4P. Например, на рис. 4б представлена часть монокристалла длиной 3 мм и толщиной 320 мкм. Как видно из данного рисунка, кристалл имеет пирамидальную форму со ступенчатой поверхностной морфологией. При более детальном исследовании на поверхности данного кристалла

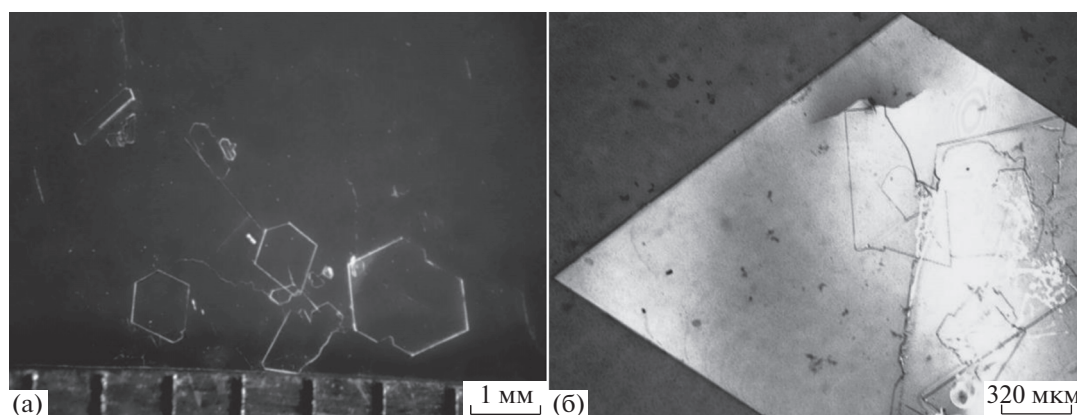


Рис. 3. Кристаллы 4P: а – группа кристаллов под УФ-освещением, выращенных на межфазной границе жидкость–воздух методом “растворитель–антирастворитель”; б – оптическое микроизображение кристалла, выращенного методом медленного охлаждения нагретого раствора (в отраженных лучах).

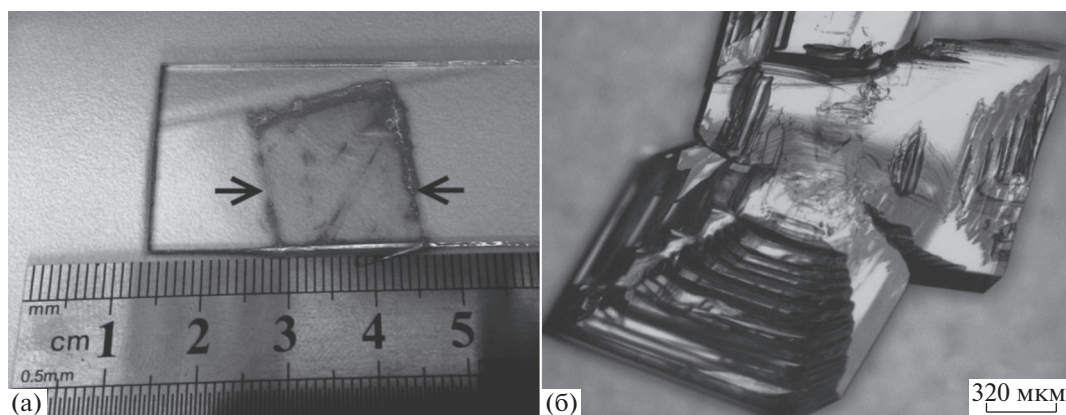


Рис. 4. Кристаллы TMS-4P-TMS, выращенные на межфазной границе жидкость–воздух: а – крупная монокристаллическая пластинка не стеклянной подложке под УФ-освещением; б – оптическое микроизображение кристалла (в отраженных лучах).

можно наблюдать дислокационные холмики и пирамиды роста.

Таким образом, наличие концевых триметилсилильных заместителей в структуре молекулы TMS-4P-TMS практически в 6 раз увеличивает растворимость в толуоле в сравнении с растворимостью *n*-кватерфенила. Данный эффект концевых заместителей указывает на ослабление сил межмолекулярных взаимодействий в кристаллическом состоянии за счет разрыхления структуры, о чем также свидетельствует значительное уменьшение энтальпии и температуры плавления (табл. 1). Как показано выше, более высокая растворимость способствует серьезному улучшению характеристик роста кристаллов TMS-4P-TMS из растворов. Сравнительно толстые монокристаллические пластины обоих веществ с соотношением толщины к длине $H_m/L_m \sim 10^{-1}–10^{-2}$ характеризуются послойным ростом по дислокационному механизму. С другой стороны механизм послойного роста тонких монокристаллических пленок и пластин, выращенных на межфазной границе жидкость–воздух с $H_m/L_m \sim 10^{-3}–10^{-4}$, по-видимому, иной. В данном случае выращенные таким образом монокристаллические образцы с гладкой верхней гранью наиболее подходящие для задач оптоэлектроники, поскольку качество интерфейса кристалла играет решающую роль в осуществлении транспорта зарядов. Заслуживает особого внимания установленная концентрационная граница существования агрегированных растворов для исследованных веществ. Судя по форме асимметричных спектров поглощения растворов TMS-4P-TMS (рис. 2б) с возрастанием с ростом концентрации батохромным уширением спектра, можно предполагать кластеризацию молекул по типу J-агрегатов. Данный тип агрегации в растворе адекватен способу упаковки линейных молекул с массивными конце-

выми триметилсилильными заместителями в кристалле в виде уложенных штабелями со смещением молекулярных рядов, формирующих плоскость (001) [12]. Выявленные структурные особенности концентрированных растворов 4P и TMS-4P-TMS необходимо учитывать при развитии термодинамической и кинетической моделей зародышеобразования и роста кристаллов, поскольку наряду с мономерами “строительными блоками” в растворе могут также выступать и кластеры агрегированных молекул [20].

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта № 16-02-00931-а) с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wang C., Dong H., Jiang L., Hu W. // Chem. Soc. Rev. 2018. V. 47. P. 422.
2. Postnikov V.A., Odarchenko Y.I., Iovlev A.V. et al. // Cryst. Growth Design. 2014. V. 14. P. 1726.
3. Kudryashova L.G., Kazantsev M.S., Postnikov V.A. // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2016. V. 8. № 16. P. 10088.
4. Ried W., Freitag D. // Angew. Chem. 1968. V. 80. P. 932.
5. Piaggi A., Lanzani G., Bongiovanni G. et al. // Phys. Rev. B. 1997. V. 56. № 16. P. 10133.
6. Al-Shamery K., Rubahn H.-G., Sitter H. Organic Nanostructures for Next Generation Devices. Springer, 2008. 358 p.
7. Sparenberg M., Zykov A., Beyer P. et al. // Phys. Chem. Chem. Phys. 2014. V. 16. P. 26084.
8. Салех Б., Теїх М. Оптика и фотоника. Принципы и применения. Т. 2. Долгопрудный: Издательский Дом “Интеллект”, 2012. С. 163.
9. Красовицкий Б.М., Болоти Б.М. Органические люминофоры. М.: Химия, 1984.

10. *Birks B., Fry D.W., Costrell L., Kandiah K.* The Theory and Practice of Scintillation Counting. Pergamon Press Ltd., 1964. P. 290.
11. *Hirase R., Ishihara M., Katagiri T. et al.* // Organic Electronics. 2014. V. 15. № 7. P. 1481.
12. *Постников В.А., Сорокина Н.И., Алексеева О.А. и др.* // Кристаллография. 2018. Т. 63. № 5. С. 801.
13. *Постников В.А., Сорокина Н.И., Алексеева О.А. и др.* // Кристаллография. 2018. Т. 63. № 1. С. 152.
14. *Parashchuk O.D., Mannanov A.A., Konstantinov V.G. et al.* // Adv. Funct. Mater. 2018. V. 28. Iss. 21. 1800116.
15. *Корешков А.П.* Основы аналитической химии. Т. 3. М.: Химия, 1970. 472 с.
16. *Постников В.А., Чертопалов С.В.* // Кристаллография. 2015. Т. 60. № 4. С. 651.
17. *Wasicki J., Radomska M., Radomski R.* // J. Thermal Analysis. 1982. V. 25. P. 509.
18. *Saito K., Atake T., Chihara H.* // J. Chem. Thermodynam. 1985. V. 17. P. 539.
19. *Lindon J.C., Tranter G.E., Koppenaal D.W.* Encyclopedia of spectroscopy and spectrometry. 3d Ed. V. 1 (A-F). Elsevier, 2017. P. 509.
20. *Александров В.Д., Постников В.А.* // Журн. физ. химии. 2004. Т. 78. № 2. С. 370.