

Ge - P

$(H_2PO_2)_2Ge_2Cl_2(k)$

(T_m)

2974

3652-IV-TXB

Баскаков В.И.

Температура плавления $(H_2PO_2)_2Ge_2Cl_2(k)$, 1 с.

$(GeH_3)_3 P (K) T_m$

~~1977~~

Линчевский С.В.

3651-IVTKB

Температура плавления
тригидрида фосфина, т.е.

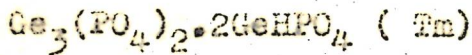
$\text{Ge}_2\text{H}_2 \cdot 3 \text{Ge}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ (к) Т_м ~~1971~~

Шукевич Е. В. 3653-IV ТКВ

Температура плавления
 $\text{Ge}_2\text{H}_2 \cdot 3 \text{Ge}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$, т. е.

BP- 6396 - IV

1953



Everest D.A.

J. Chem. Soc., 1953, Dec., 4117-20
~~4120~~

The chemistry of ...

Be



Ge-P-H

1962

GeH_3PH_3

Ge_2PH_7

Ge_3PH_9

GeP_2H_6

GeH_3PH_2

$\text{Ge}_2\text{H}_3\text{AsH}_2$

4. 83.

Naupenne

CA. 1962. 57. 9

10764 ab

Preparation of mixed hydrides of silicon, germanium, phosphorus, and arsenic. J. E. Drake and W. L. Jolly (Univ. of California, Berkeley). *Chem. Ind.* (London) 1962, 1470-1. Hydrides of Si, Ge, P, and As were prepd. in a silent elec. discharge ozonizer at -78° and 0.25-0.5 atm. by reacting an equimolar mixt. of GeH_4 or SiH_4 with PH_3 or AsH_3 . GeH_4 and PH_3 reacted to give GeH_3PH_2 , Ge_2PH_7 , Ge_3PH_9 , GeP_2H_6 , Ge_2H_6 , Ge_3H_8 , Ge_4H_{10} , and P_2H_4 . Sepn. by gas chromatography was not possible. GeH_4 and AsH_3 yielded only GeH_3AsH_2 , which was sepd. by fractional condensation. A complex mixt. of silylphosphines and silicone hydrides was obtained from SiH_4 and PH_3 . SiH_3PH_2 was isolated. SiH_3AsH_2 and Si_2AsH_7 were isolated from the reaction product of SiH_4 and AsH_3 . Sym. deformation frequencies (cm^{-1}) were measured in the infrared region: Ge_2H_6 , 754, GeH_3PH_2 , 816, GeH_3AsH_2 , 806, Si_2H_6 , 842, SiH_3PH_2 , 905, and SiH_3AsH_2 , 890.

J. A. Schols



10 В14. Получение смешанных гидридов кремния, германия, фосфора и мышьяка. Drake J. E., Jolly W. L. Preparation of mixed hydrides of silicon, germanium, phosphorus and arsenic. «Chem. and Ind.», 1962, № 32, 1470—1471 (англ.)

Изучено взаимодействие GeH_4 с PH_3 (I) и AsH_3 (II) и SiH_4 с I и II в тихом электрич. разряде при -78° (общее давление газовой смеси 0,25—0,5 атм). На основании масс-спектроскопич. анализа установлено образование следующих смешанных гидридов: GeH_3PH_2 (III), Ge_2PH_7 , Ge_3PH_9 , GeP_2H_6 (в продуктах распада найдены Ge_2H_6 , Ge_3H_8 , Ge_4H_{10} , P_2H_4), GeH_3AsH_2 (IV). При $\sim 20^\circ$ наблюдали медленный распад III на H_2 , PH_3 и твердый желтый полимерный гидрид. IV, более устойчивый, чем III, разлагался с образованием GeH_4 и II. В случае SiH_4 фракционированной конденсацией выделен SiH_3PH_2 (V) и получен устойчивый при $\sim 20^\circ$ SiH_3AsH_2 (VI). Кроме того, обнаружено существование Si_2PH_7 , Si_2AsH_7 и, вероятно, SiAs_2H_6 . Обсуждены данные ИК-спектров III—VI.

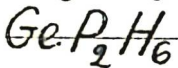
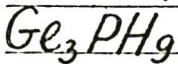
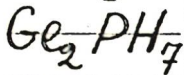
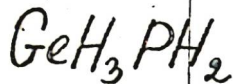
А. Каменев

X-1962-10



13



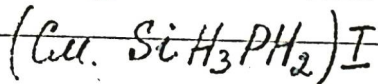


Drake Y.E.,
Jolly W.L.

1963

Univ. Calif. Lawrence Radi-
at. Lab. (Rept.) 1963,
N 10706, 6-7.

Получение смешанных
гидридов кремния, гер-
мания, фосфора и
мышьяка.



1965

20 В7. О фосфате германия. Авдеевская К. А.,
Танаяев И. В. «Ж. неорганич. химии», 1965, 10, № 2,
366—371

Методом рентгенографии и ИК-спектроскопии исследовано полученное ранее (РЖХим, 1963, 17В21) соединение $\text{GeO}_2 \cdot \text{P}_2\text{O}_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (I). Показано, что I имеет строение $(\text{GeH}_2\text{O})(\text{HPO}_4)_2$. При нагревании I до 300 и 700° образуются последовательно $\text{Ge}(\text{HPO}_4)_2$ и $\alpha\text{-GeP}_2\text{O}_7$. Соединение того же состава, но иного кристаллич. строения $\beta\text{-GeP}_2\text{O}_7$ образуется при нагревании до 800° смеси твердых GeO_2 и кислых фосфатов аммония, а также смеси I и H_3PO_4 . Выше 900° GeP_2O_7 (α - и β -формы) начинает отщеплять P_2O_5 , образуя в результате длительного нагревания при т-ре $\sim 1200^\circ$ соединения состава, промежуточного между GeP_2O_7 и GeO_2 . Приведены схемы рентгенограмм, значения межплоскостных расстояний и интенсивностей $(\text{GeH}_2\text{O})(\text{HPO}_4)_2$, $\text{Ge}(\text{HPO}_4)_2$, $\alpha\text{-GeP}_2\text{O}_7$, $\beta\text{-GeP}_2\text{O}_7$, $2\text{GeO}_2 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ и $\text{GeO}_2 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$. Реферат авторов

 GeP_2O_7

X. 1965. 20

Бер - 1394 - IV - 17

1965

$(\text{GeH}_3)_3\text{P}$

(Т.пл.)

и.к. v_i

$+ \frac{1}{2} \text{H}_2$

2.1966. II

11 Б96. Получение и структура тригермилфосфина.
Cradock S., Davidson G., Ebsworth E. A. V.,
Woodward L. A. The preparation and structure of tri-
germylphosphine. «Chem. Commun», 1965, № 21, 515—516
(англ.)

Тригермилфосфин $(\text{GeH}_3)_3\text{P}$ (I) получен обработкой при
~20° трисилилфосфина небольшим избытком гермилбро-
мида. Т. пл. —83,8°, разлагается медленно при ~20°. С
целью установления структуры I исследованы его
ИК-спектр (250—4000 cm^{-1} тв., жидк. и газ. состояние)
и спектр КР. Проведено отнесение полос. Спектры ука-
зывают на пирамидальную структуру скелета Ge_3P , тог-
да как трисилилфосфин имеет плоскую структуру.

Е. Матросов



(GeH₃)₃P

1690 - M1394 - IV

1965

Preparation and structure of trigermylphosphine. S. Cradock, G. Davidson, E. A. V. Ebsworth, and L. A. Woodward (Univ. Chem. Labs., Cambridge, Engl.). *Chem. Commun.* 1965(21), 515-16(Eng). Treatment of trisilylphosphine with a small excess of germyl bromide at room temp. yielded (GeH₃)₃P (I), -83.8°, vapor pressure at 0° 1 mm. and decompd. slowly at room temp. and rapidly at 55°. The spectral (N.M.R., ir, Raman) results implied a structural difference between I and trisilylphosphine, and suggested that (*p* → *d*) π -bonding between P and Ge was not stereochem. significant.

V. K. Ahluwalia

C.A. 1966. 64.4

4570cd



1966

Ge, Sn, Pb - орг.
фосфины

5 В53. Фосфины с атомным скелетом, имеющим пирамидальную форму CPM_2 и PM_3 . Schumann Herbert, Schwabe Peter, Schmidt Max. Phosphine mit dem pyramidenförmigen Atomskellett CPM_2 und PM_3 . «Inorgan. and Nucl. Chem. Letters», 1966, 2, № 10, 309—310 (нем.)

Взаимодействием $(C_6H_5)MCl$, где $M = Ge, Sn$ и Pb , в присутствии $(C_2H_5)_3N$ в качестве акцептора HCl без доступа влаги и O_2 воздуха с $C_6H_5PH_2$ в бензольном р-ре получены $[(C_6H_5)_3Ge]_2PC_6H_5$ (I), $[(C_6H_5)_3Sn]_2PC_6H_5$ (II) и $[(C_6H_5)_3Pb]_2PC_6H_5$ (III), а с PH_3 — $[(C_6H_5)_3Ge]_3P$ (IV), $[C_6H_5)_3Sn]_3P$ (V) и $[(C_6H_5)_3Pb]_3P$ (VI). После отфильтровывания выпавшего в осадок $(C_2H_5)_3N \cdot HCl$ и отделения

T_m

+2

ающ

х. 1968. 5

X

р-рителя получали маслообразный продукт, бесцветный или светло-желтого цвета, при растирании к-рого с пентаном кристаллизуются I—IV. I—VI чувствительны к кислороду. Т. пл. I 110, II 150, III 110, IV 128, V 201, VI 110°. Спиртовой р-р KOH на воздухе расщепляет I—VI с образованием $(C_6H_5)_3MOH$ и $C_6H_5PO(OH)_2$ или H_3PO_4 . ИК-спектры I—VI имеют следующие полосы поглощения: I 392 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. Ge—P—Ge), 368 см^{-1} (симметрич. вал. кол. Ge—P—Ge), II 368 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. Sn—P—Sn), 327 см^{-1} (симметрич. вал. кол. Sn—P—Sn), III 319 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. Pb—P—Pb), 284 см^{-1} (симметрич. вал. кол. Pb—P—Pb), IV 375 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. PGe_3), 308 см^{-1} (симметрич. вал. кол. PGe_3), V 347 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. PSn_3), 298 см^{-1} (симметрич. вал. кол. PSn_3), VI 307 см^{-1} (несимметрич. вал. кол. PPb_3), 283 см^{-1} (симметрич. вал. кол. PPb_3). Предположено, что атомная решетка полученных соединений имеет пирамидальную форму с симметрией C_{3v} .

Э. Г. Жуков

1969

$\text{Ge}_3(\text{PO}_3)_4$

24 В4. О фосфите германия. Авдеевская К. А.,
Миронова В. С. «Ж. неорганич. химии», 1969, 14, № 8,
2046—2048

Исследовано взаимодействие GeO_2 с H_3PO_3 и уста-
новлено образование гидратированного и безводн. фос-
фитов германия. Резюме

получение

X. 1969. 24

GeH_3PH_2

BQ-8122-XIV 1970
Norman A.D.
Wingeleth D.C.

$T_m, T_b,$

Inorgan. Chem.
1970, 9, 1, 98

$\Delta H_v, p$

$[\text{C}_{60}\text{SiH}_2(\text{PH}_2)_2]_I$

I

GeH_3PH_2

1971.

Zaitsev, N.M., Maslov, P.G.,
Ivolgin, V.I.
Gertsenovskie Cheniya, Obshch.
Eksp. Fiz., Kratk.
1971, 57-58.

$\text{Cp}; \Delta\text{H}_1; \text{S}_1$
 ΔG_1

● (cur. $\text{GeH}_3 \cdot \text{C}_2\text{H}_5; \text{I}$)

GeBr₄ · POCl₃ (2)

1973

Герман А.М., Суворов А.В.,
Трусов В.И., Шарин Д.

(4Hf, 4Sf)

„Материалы Всесоюзн.
конфер.“, Минск, 1973,
май 24-26, стр 53-55.

BeX_3PY_3

$(Y, X = \text{H}, \text{D})$

$(\text{Cp}, \Delta\text{H}, \Delta\text{G}, \text{S})$

1974

Зайцев Н. М.

и др.

Мр. прикл. химии

1974, 47 (6), 1407-9

● $(\text{cm. BeH}_3\text{SiD}_3) \text{ I}$

$\text{GeBr}_4 - \text{POCl}_3$

XIV-6307 1975

$\text{GeBr}_4 - \text{POBr}_3$

$\text{GeBr}_4 \cdot \text{POCl}_3$

104073f Germanium tetrabromide-phosphoryl chloride and germanium tetrabromide-phosphoryl bromide systems. Suvorov, A. V.; Sharipov, D. (Leningr. Gos. Univ., Leningrad, USSR). *Zh. Neorg. Khim.* 1975, 20(4), 1064-8 (Russ). The $\text{GeBr}_4 - \text{POCl}_3$ system was studied by DTA. The system is simple eutectic type with eutectic at ~64 mole% POCl_3 and -16° . Pressures of satd. and unsatd. vapors in the $\text{GeBr}_4 - \text{POCl}_3$ and $\text{GeBr}_4 - \text{POBr}_3$ systems were detd. by a static method using a membrane null manometer. The heat and entropy of dissocn. of

the adduct $\text{GeBr}_4 \cdot \text{POCl}_3$ in the vapor phase is 10.3 ± 1.5 kcal/mole and 28.3 ± 1.5 eV, resp. No vapor interaction was obsd. in the $\text{GeBr}_4 - \text{POBr}_3$ system.

4H guccoy

4S guccoy

C.A. 1975. 83 N 12

GeBr₄·POCl₃

XIV-6307

1975

(ΔH, ΔS)

15 Б981. Системы GeBr₄—POCl₃ и GeBr₄—POBr₃.
Суворов А. В., Шарипов Д. «Ж. неорган. химии»,
1975, 20, № 4, 1064—1068

Методом термич. анализа исследована диаграмма
плавкости системы GeBr₄—POCl₃. Установлено, что сис-
тема является эвтектич. Статич. методом с мембранным
нуль манометром измерено давл. насыщ. и ненасыщ. па-
ров в системах GeBr₄—POCl₃ и GeBr₄—POBr₃.
В системе GeBr₄—POCl₃ установлено наличие взаимо-
действия между компонентами в паре. Рассчитаны теп-
лота и энтропия диссоциации парообразного аддукта
GeBr₄·POCl₃: $\Delta H_{480^\circ} = 10,3 \pm 1,5$ ккал/моль, $\Delta S_{480^\circ} = 28,3 \pm$
 $\pm 1,5$ э. е. В системе GeBr₄—POBr₃ взаимодействие в
парах практически отсутствует.

Резюме

Х. 1975 n 15

$\text{GePO}_4 \cdot 100\text{H}_2\text{O}$

1976

Kijowska R.

Pr. nauk. AE Wrocławu "1976",
N 91, 239-245 (ros. tek., pol. sum.)

Ta

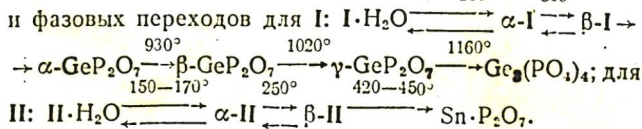
(sum. $\text{LaPO}_4 \cdot 1,1\text{H}_2\text{O}; \text{I}$)

$\text{Ge}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ XIV - 9732 1977

24 Б953. О термораспаде кислых фосфатов германия (IV) и олова (IV): Черноруков Н. Г., Мочалова И. Р., Москвичев Е. П., Сибрина Г. Ф. «Ж. прикл. химии», 1977, 50, № 7, 1618—1621

(Ттх)

Методами хим. анализа, ТСХ, термографии и рентгенографии исследовано термич. поведение кис. л. фосфатов $\text{Ge}(4+)$ и $\text{Sn}(4+)$: $\text{Ge}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (I·H₂O) и $\text{Sn}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (II·H₂O). На основании эксперим. данных предложены след. схемы термич. разложения



Л. Г. Титов

ж. 1977
N 24

$\text{GeBr}_4 \cdot \text{POCl}_3$

1977

Суворова А.В.

Автореферат г.х.н.

ΔH_f° ;
 S° .

$\text{PF}_2(\text{SGeH}_3)$

1980

B10. Дифтор-(гермилтио)-фосфин. Получение, свойства и строение молекул в газовой фазе. Ebsworth E. A. V., Macdonald E. K., Rankin D. W. H. The preparation, properties and gas-phase molecular structure of difluoro(germylthio)phosphine. «Monatsh. Chem.», 1980, 111, № 1, 221—233 (англ.; рез. нем.)

(Тм; р)

Реакцией эквимол. кол-в GeH_3Cl и $\text{S}(\text{PF}_2)_2$ при комн. т-ре получен $\text{PF}_2(\text{SGeH}_3)$ (I) с выходом 87%, кроме I образуются PClF_2 и следовые кол-ва $\text{PF}_2\text{H}(\text{S})$ и GeH_4 . При синтезе I необходима точная дозировка исходных в-в, т. к. I нельзя отделить вакуумной перегонкой от $\text{S}(\text{PF}_2)_2$ или $\text{S}(\text{GeH}_3)_2$; образованию $\text{PF}_2\text{H}(\text{S})$ способствуют следы влаги в установке или HCl в GeH_3Cl . Для I т. пл. 199 К, давл. пара 31,5 мм/273 К. Сняты ИК-спектр газ. I и спектр КР жидк. I, отнесены колебания. Получены спектры ПМР, ЯМР ^{19}F и ^{31}P , масс-спектр I. При взаимодействии I с HCl , HBr или Cl_2 при комн. т-ре происходит разрыв связи $\text{Ge}-\text{S}$: I+

x 1980 N 17

$+HX \rightarrow GeH_3X + PF_2H(S)$ [$X = Cl, Br$], $I + Cl_2 \rightarrow GeH_3Cl + PClF_2(S)$. Р-ция I с $PClPh_2$ при комн. т-ре дает SPF_2PPh_2 и малое кол-во SPh_2PPh_2 . В р-ции с B_2H_6 I ведет себя подобно прочим фторофосфинам, образуя комплекс с донорными атомами Р. При комн. т-ре I и тетракарбонил-(ноборнадие)-молибден образуют $Mo(CO)_4(PF_2SGeH_3)_2$ (II). Даны спектры ПМР, ЯМР ^{11}B , ^{19}F , ^{31}P $GeH_3SPF_2 \cdot BH_3$ и ПМР, ЯМР ^{19}F , ^{31}P II. Методом ЯМР ^{31}P изучены р-ции I с комплексами Pt в CCl_3D или CCl_2D_2 . Р-ция I с транс- $PtCl_2(PEt_3)_2$ дает GeH_3Cl и транс- $PtCl(PEt_3)_2(PF_2S)$ (III), а также 2 неидентифицированных комплекса в небольшом кол-ве. I и транс- $PtClH(PEt_3)_2$ дают GeH_3Cl и транс- $PtH(PEt_3)_2(PF_2S)$ (IV), к-рый при комн. т-ре медленно превращается в III. Обменной р-цией с транс- $PtJ_2(PEt_3)_2$ получен транс- $PtJ(PEt_3)_2(PF_2S)$, р-ция с $[PtH(PEt_3)_3][BPh_4]$ дает IV, PEt_3 и GeH_3Cl (GeH_3Cl образуется за счет р-ции с р-рителем — CH_2Cl_2). Даны результаты электронографич. исследования строения I.

И. В. Никитин

Ge(OH)PO₄

1983

20 В17. О фосфорно- и мышьяковокислых гидроксоортопроизводных германия (IV). Черноруков Н. Г., Коршунов И. А., Сибрина Г. Ф. «Ж. неорган. химии», 1983, 28, № 6, 1448—1451

Методами рентгенографии, ИК-спектроскопии, термографии и хим. анализа проведено исследование гидроксоортопроизводных германия (4+) состава Ge(OH)PO₄ и Ge(OH)AsO₄. Определены кристаллографич. и ИК-спектроскопич. характеристики данных соединений, на основании к-рых установлен их аналогичный функциональный состав и структурное подобие. Резюме

(4) ~~17~~

X. 1983, 19, № 20

Ge-P

1985

106: 183415p The Ge-P (germanium-phosphorus) system. Oleśinski, R. W.; Kanani, N.; Abbaschian, G. J. (Dep. Mater. Sci. Eng., Univ. Florida, Gainesville, FL 32611 USA). *Bull. Alloy Phase Diagrams* 1985, 6(3), 262-6, 289-90 (Eng). The Ge-P phase diagram was critically assessed and crystal structure data are given for the various phase. Solid soly. of P in Ge, decompn. pressure of

Ge P, heat of alloying and free energy of fusion values of Ge and P are also given.

payst. guay.

(+2) $\otimes$ Ge (smf)
P (smf)

c. A. 1987, 106, N 22

СтР₂ О₇

1988

Малышников А. Е.

Физика и химия селе-
ктивов. През. докл. на
конгр. молод. учёных, Ле-
нинград, 23-25 мая, 1988.
Л., 1988, 22. (см. СтР₂ О₇; I)

BeP₂D₇
и гр.

(ом- 28971)

1988

сметы
и

свойства

Мальшиков А-Е.,
Зорова О-В. и гр.,

гл. Неотан. химии,
1988, 33, N 5, 1277-
1282.



Ge P₂ O₇ 1988
Малышников А. Е.

Високотемператур. химич.
соединений и оксидов. Тез.

Т_м; Докл. 6 Всес. совещ., Ленин-
град, 19-21 апр., 1988, Л., 1988,
17-19.

(сер. Si P₂ O₇; I)

$\text{Ge}_5\text{O}(\text{PO}_4)_6$ Bondar T. A., 1989
 GeP_2O_7 Mal'shikov A. E. et al.

11 Int. Conf. Phosphorus
Chem., Tallinn, July 3-7,
1989: Abstr. Post. Vol. 2.
46; Tallinn, 1989. C. 2.

(ex. Si $\bullet$ P_2O_7 ; I)

GeP_2O_7

1990

Бондарь И. А.,

Мальшиков А. Э.

Тт,

Печ. докл. Всес. ссссс.

сскрукт.

Фосфорей. майер. Ч. 1.

Ататиты, 1990. с. 9.

(сск. SiP_2O_7 ; I)

GePO₃

1990

(kp)

114: 70022e Mass spectrometric study of vaporization processes and thermodynamic properties in the germanium oxide-phosphorus(V) oxide system. Stolyarova, V. L.; Shornikov, S. I.; Ivanov, G. G.; Shults, M. M. (Inst. Silic. Chem., 199155 Leningrad, USSR). *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 1990, 4(12), 510-12 (Eng). The Knudsen effusion mass spectrometric method was used to study the vaporization processes and thermodyn. properties of the GeO₂-P₂O₅ system at 1423 K. The GeO, PO₂, P₄O₁₀, GePO₃ and O₂ mols. were identified in the gas phase above the GeO₂-P₂O₅ system. A correlation was shown between the phase diagram and the thermodyn. properties attained in the GeO₂-P₂O₅ system.

C.A. 1991, 114, n 8

Be-гроссрам

1992

Patrono P., La Ginestra A.,
et al.

термическое J. Therm. Anal. 1992.
разложение, 38, N 12. C. 2603-
T_{tz} 2612.

(сер. d - $\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; I)

62 P207

1995

124: 99178c Vaporization of silicon and germanium diphosphates. Lopatin, S. I.; Semenov, G. A. (St. Peterburg Gos. Univ., St. Petersburg, Russia). *Zh. Obshch. Khim.* 1995, 65(7), 1060-4 (Russ). The vaporization of silicon and germanium diphosphates was studied by high-temp. mass-spectrometry. The vapor compns. over the two compds. are different despite the similarity in crystal structures of silicon diphosphate and germanium diphosphate. The std. formation enthalpies were calcd.: $\Delta_f H^\circ(\text{GeP}_2\text{O}_7, \text{cr.}, 298 \text{ K}) = -2146 \pm 35 \text{ kJ/mol}$, $\Delta_f H^\circ(\text{GePO}_3, \text{gas}, 0 \text{ K}) = -668 \pm 6 \text{ kJ/mol}$.

$\Delta_f H^\circ$

GePO_3

Semenov, Berman, Lopatin
Sergey,

1996

Thermodynamic Properties of
the rare earth phosphates of
(ΔH_f , K_p) bismuth, tin and lead
determined by the high
temperature mass spectro-
metry method.

14th

IUPAC

Conference on

Thermodyn. Abstracts, Baker,
1996, 583.