

5. Svensson P.H., Kloo L. // Inorg. Chem. 1999. V. 38. P. 3390.
6. Черкасова Т.Г., Аносова Ю.В., Шевченко Т.М. // Журн. неорг. химии. 2004. Т. 49. № 1. С. 22.
7. Кляхин В.А. Об определении плотности тяжелых минералов пикнометрическим методом / Материалы по генетической и экспериментальной минералогии. –Новосибирск: Наука, 1965., с. 303.
8. Winkler F. K. // Acta Crist. 1975. V.31. № 1. P. 268.
9. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеев. – М.: Высш.шк., 2000., с. 494.
10. Пакет прикладных программ для РФА. Версия JCPDS (International Centre for Diffraction Data). Программа Ident. -1997. - V.1.30.

УДК 547(045)

ИК – СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТВЕРДЫХ ПРОДУКТОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ТРИОКСАЛАТОХРОМАТА(III) АММОНИЯ С АММИКАТАМИ ЦИНКА, КАДМИЯ И РТУТИ, ПОЛУЧЕННЫХ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ

А.Л. Ворнаков

Исследованы ИК – спектроскопическим методом твердые продукты осаждения аммиакатов цинка, кадмия и ртути триоксаладохроматом(III) аммония, полученные в открытой и в замкнутой системах. Разработана методика получения чистых кристаллических твердых продуктов.

Ключевые слова: ИК – спектроскопический метод исследования, открытая система, замкнутая система, чистый продукт.

ВВЕДЕНИЕ

Синтез двойных координационных соединений (ДКС) требует строгого соблюдения условий получения этих соединений, а именно: концентрацию, чистоту, стехиометрическое соотношение исходных соединений, температуру проведения синтеза, отсутствия посторонних ионов, которые могут участвовать в синтезе и др. От качества проведенного синтеза зависит состав полученных соединений, и продукт может не подлежать дальнейшему исследованию, и также вообще не получиться. В данной работе будет рассмотрено влияние системы в процессе синтеза ДКС, и анализирование твердых продуктов, полученных в ходе синтеза в открытой и закрытой системах, при помощи ИК – спектроскопического метода анализа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Рассмотрим синтез в открытой системе. В качестве исходных соединений (прекурсоров) использовались: тригидратотриоксаладохромат(III) аммония $(\text{NH}_4)_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, полученный путем смешивания оксалата аммония, щавелевой кислоты и дихромата аммония, с дальнейшим выпариванием раствора и кристаллизацией продукта; гидроксид

тетраамминцинка $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$, полученный путем синтеза осадка гидроксида цинка, промытого водой, и добавления избытка гидроксида аммония; гидроксид тетраамминкадмия $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$ полученный аналогичным методом; нитрат диаминртути $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_2](\text{NO}_3)_2$ полученный путем растворения нитрата ртути в слабом растворе нитрата аммония, и добавления гидроксида аммония.[1]

К раствору аммиакатов в стехиометрических количествах приливался аммиачный раствор триоксаладохромата(III) аммония, и раствор оставался в открытой фарфоровой чашке. По истечении некоторого времени во всех трех образцах выпадал осадок, который отфильтровали и высушили на воздухе. Во всех трех образцах осадок был бледно – зеленого цвета, иногда слабо – фиолетового, с видимой неоднородностью состава твердого продукта. ИК – спектры прекурсоров и полученных осадков показаны на рисунках 1, 2 и 3.

Рассмотрим синтез в замкнутой системе. Прекурсоры и методика синтеза аналогичны методике синтеза в открытой системе. Но, после смешения стехиометрического количества исходных соединений, раствор хранился в закрытых пробкой колбах.

ОБЩАЯ И ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

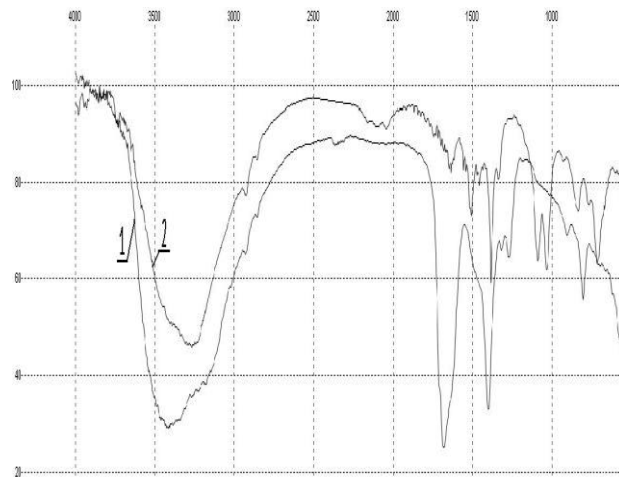


Рисунок 1 - ИК – спектры образца с цинком,
1 – аммиакат цинка; 2 – твердый продукт

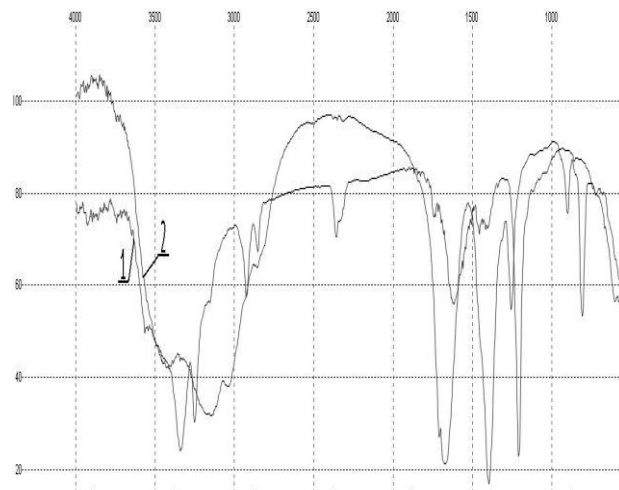


Рисунок 2 - ИК – спектры образца с кадмием,
1 – аммиакат кадмия; 2 – твердый продукт

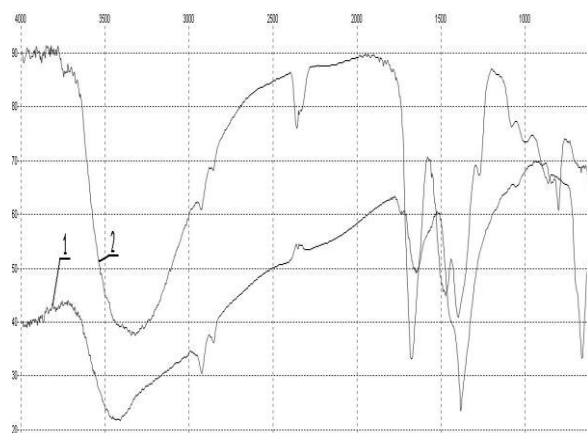


Рисунок 3 - ИК – спектры образца со ртутью,
1 – твердый продукт; 2 – аммиакат ртути

По истечении времени выпадение осадка не наблюдалось. Спустя две недели на стенках закрытой колбы стали видны мелкие кристаллы темно – фиолетового цвета. Данные кристаллы были изъяты со стенки колбы и высушены. Сухой твердый продукт имел однородный темно – фиолетовый цвет, и не подвергался разложению на воздухе.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

По данным ИК – спектров твердых продуктов, полученных в открытой системе, заметно незначительное смещение полос по сравнению с прекурсорами, но говорить о образовании комплексного соединения сложно, т.к существенную роль на спектры оказали примеси содержащиеся в твердых продуктах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

УДК 547(045)

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КООРДИНАЦИОННЫХ СОЕДИНЕНИЙ КАДМИЯ С ϵ -КАПРОЛАКТАМОМ

Ю.Р. Гиниятуллина, Э.С Татаринаова, Т.Г. Черкасова

Разработаны условия синтеза новых координационных соединений. Полученные соединения исследованы методом ИК спектроскопического анализа. Изучены процессы термоллиза на воздухе и в инертной атмосфере комплекса $CdCl_2 \cdot \epsilon-C_6H_{11}NO$ (1:1) термогравиметрическим методом.

Ключевые слова: синтез, кадмий, ϵ -капролактан, ИК спектроскопический анализ, термический анализ.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы возрос интерес к координационным полимерам. Это вызвано возможностью использования их как материалов с наноразмерными монодисперсными порами. Интересным свойством координационных полимеров любой размерности является их способность переплетаться, образуя пространственно неразделимые, но химически не связанные конгломераты. Известно, что кристаллы, содержащие такие конгломераты, проявляют особые механические, электрические, магнитные, оптические и каталитические свойства [1].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных веществ для синтеза были использованы кристаллические $CdCl_2 \cdot 2.5H_2O$ и ϵ -капролактан марок "хч". Координационные соединения кадмия(II) с ϵ -капролактамом закристаллизовались из водных растворов $CdCl_2 \cdot 2.5H_2O$ и ϵ -капролактама в мольных соотношениях 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 и 1:6. С помощью рентгенофазо-

Таким образом, исследовав ИК – спектроскопическим методом твердые продукты, полученные в открытой системе, можно судить о содержании в продукте смеси прекурсоров, соединения неизвестного состава, а также смесь продуктов разложения этого соединения. Твердый однородный продукт, полученный в замкнутой системе, не был изучен ИК – спектроскопическим методом. Однако, при визуальном осмотре твердого продукта, можно судить о образовании соединения неизвестного состава, возможно и координационного.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Брауэр Г., Руководство по неорганическому синтезу, Т.4. – М.: «Мир», 1985. – 1501 с.

вого анализа установлено, что индивидуальные соединения кадмия с ϵ -капролактамом соответствуют составу 1:1 (I) и 1:2 (II). Дифрактограммы соединений представлены на рисунках 1 и 2.

Полученные соединения представляют собой мелкокристаллические порошки белого цвета, хорошо растворимые в воде, бутаноле, этаноле, диметилсульфоксиде, диметилформамиде, ацетоне, ацетонитриле, пентане, нерастворимые в толуоле.

Для снятия ИК спектров полученные соединения запрессовывали в таблетки с KBr. Результаты регистрировали на инфракрасном Фурье – спектрометре System – 2000 фирмы "Perkin - Elmer".

Термический анализ соединения I был проведен на воздухе и в инертной атмосфере аргона при скорости нагревания 10 град / мин в интервале температур 25-1000 °С на синхронном термоанализаторе NETZSCH STA 449 C Jupiter.