

Абдылдаева Н.Э.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ДИАЛЛОФНАМИД ФОРМИАТА ЖЕЛЕЗА

N.E. Abdylidaeva

PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF IRON DIALLOFANAMID FORMATE

УДК: 547.495.5. 212: 661.8.711(04)

В работе исследованы фазовые равновесия в тройной водной системе, включающие формиат цинка аллофанамид методом растворимости при 25°C. В результате исследований была построена диаграмма растворимости и установлено образование нового комплексного соединения $Fe(HCOO)_2 \cdot 2NH(CONH)_2$. Соединение выделено в твердом виде, охарактеризовано данными термогравиметрическо-го и химического анализов.

Ключевые слова: аллофанамид, комплекс, железо, метод растворимости, синтез, свойства.

Research of phase equilibria in triple system of allofanamide, some transition formate airen at the 25 Cand the synthesis of physiologically active compounds. In the work for the complex formation in triple system, including Fe(II) formate and allofanamide was studied by solubility method at the 25 °C. On researches results of one solubility diagram were built, the formation of new compound was established. The compound were isolated, in solid state at experimental conditions, were identified by chemical analysis and thermal gravimetric analysis.

Key words: allofanamide, complex, ferrum, solubility, synthesis, properties.

Интерес к формиатам и аллофанамиду обусловлен высокими нелинейно-оптическими, биологически активными свойствами образующихся из них соединений.

Настоящая работа продолжает систематическое исследование аллофанамидов с формиатами переходных металлов, представляющих интерес для использования их в качестве стимуляторов роста и развития сельскохозяйственных животных, растений,

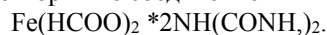
Исследована растворимость в системе формиат железа - аллофанамидов изотермическим методом растворимости при 25°C [1]. Равновесие установилось в течение 7-8 часов. В отобранных пробах жидких и твердых фаз определяли содержание Fe^{+2} комплексометрическим титрованием. Ион Fe^{+2} определяли обратным титрованием избытка трилона Б титрованным раствором сульфата цинка в среде уротропина (рН = 5-6) с индикатором ксиленоловым оранжевым. Переход окраски желтый-оранжевый. Азота в биурете - по методу Кьельдаля [2]. Результаты исследований сведены в табл. 1. В системе наряду с исходными компонентами кристаллизуется

ранее не известное ин- конгруэнтно растворимое соединение $Fe(HCOO)_2 \cdot 2NH(CONH)_2$.

Дигидрат формиата железа(II) синтезировали из нитрата железа марки "ч.д.а." и муравьиной кислоты по схеме: $Fe(NO_3)_2 \cdot Fe(OH)_2 \cdot Fe(HCOO)_2 \cdot 2H_2O$ [3]. Дигидрат формиата железа отделяли от маточника на воронке Шотта №4. Промывали дистиллированной водой и сушили на воздухе.

Обнаружено образование инконгруэнтно растворимого соединения $Fe(HCOO)_2 \cdot 2NH(CONH)_2$ и определена область его существования. Кристаллизующаяся в системе твердая фаза идентифицирована методами Скрейнемакера, ИК - спектроскопии, термического и рентгенофазового анализов.

Результаты сведены в табл. 1. и изображены на рис. 1. Они показывают, что в системе при обеих температурах наряду с исходными компонентами кристаллизуется ранее не известное инконгруэнтно растворимое соединение



Дигидрат формиата железа синтезировали из нитрида железа марки "ч.д.а." и муравьиной кислоты по схеме. Дигидрат формиата железа отделяли от маточника на воронка Шотта №34 промывали дистиллированной водой и сушили на воздухе.

Термический анализ исходного аллофанамидов и комплекса проводился на дериватографе. Дериватограммы аллофанамидов диаллоф. формиата железа представлены на рис. 1-2. Системы F.Paulik, L. Erdey при скорости згаа 10 град/мин от 20°C до 1000°C.

Дериватограмма соединения $Fe(HCOO)_2 \cdot 2NH(CONH)_2$ состоит из 4-х эндоэффектов (рис.2). При 160°C происходит плавление данного комплекса и удаление адсорбированной влаги. При 280°C происходит диссоциация аллофанамидов на циануровую кислоту и карбамид. С повышением температуры идет процесс полимеризации циануровой кислоты с образованием амелида. При 760°C происходит дальнейшее разложение комплекса до оксида железа [4].

Растворимость и твердые фазы в системе формиат железа - аллофанамида - вода при 25°C

FeHCOO) ₂	NH(CONH ₂) ₂	Fe(HCOO) ₂	NH(CONH ₂) ₂	Кристаллизующаяся фаза
-	3,62	-	-	NH(CONH ₂) ₂
1,00	3,50	0,50	52,5	NH(CONH ₂) ₂
2,50	5,00	1,00	60,00	NH(CONH ₂) ₂
4,00	8,50	2,10	55,5	NH(CONH ₂) ₂
4,00	8,50	6,25	50,00	NH(CONH ₂) ₂ + Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂
4,00	8,50	14,00	45,00	Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂
7,50	5,20	15,20	37,00	Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂
10,50	4,00	16,00	32,00	Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂
14,00	8,00	17,00	29,00	Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂
14,00	8,00	25,00	25,00	Fe(HCOO) ₂ *2NH(CONH ₂) ₂ + Fe(HCOO) ₂
14,00	8,00	5,00	30,00	Fe(HCOO) ₂ *2H ₂ O
13,20	4,00	3,00	23,00	Fe(HCOO) ₂ *2H ₂ O
15,00	-	-	-	Fe(HCOO) ₂ *2H ₂ O

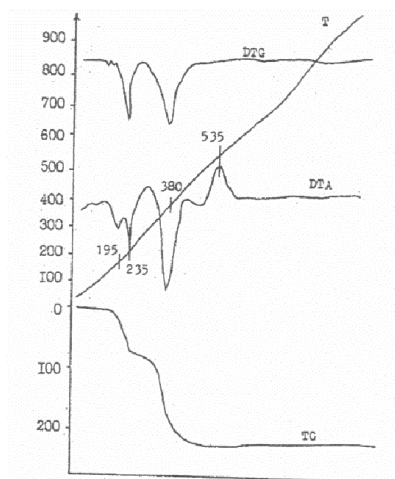


Рис. 1. Дериватограмма NH(CONH₂)₂

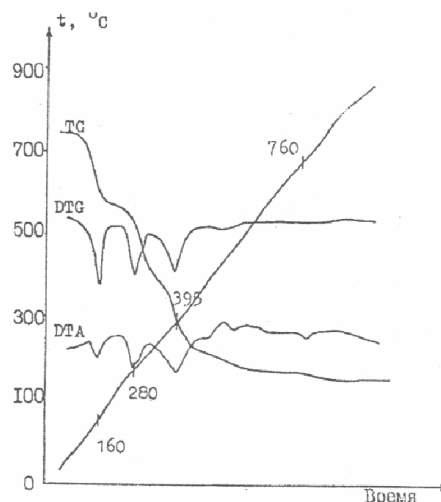


Рис. 2. Дериватограмма соединения Fe(HCOO)₂ *2NH(CONH₂)₂

Выводы:

3. В результате исследования системы формиат железа - аллофанамида - вода при 25°C установлено образование нового комплексного соединения Fe(HCOO)₂ *2NH(CONH₂)₂.
4. Термический анализ аллофанамида и его соединений диаллофанамида формиата железа показало, что температуры термического разложения различны.

Литература:

1. Аносов В.Я., Озерова М.И., Фиалков Ю.Я. Основы физико-химического анализа. М.:Наука,1976.-503с.
2. Шварценбах Г., Флашка Г. Комплексонометрическое титрование. М.: Химия.-1970.-255с.
3. Стоилова Д., Баларев Х., Василева В. И др. Растворимость формиатов в воде при 25оС.- ЖНХ.-1981.
4. Термическое разложение биурета / М.Т.Саибова, Б.Г.Чабров, И.А.Парпиев //Докл. АН Уз.ССР.-1972.-№10.-С. 28-32.

Рецензент: к.биол.н., доцент Махмудова Ж.А.