

Шапакова Ч.К., Касымова Д.С.

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ С ФЕНИЛАЛАНИНОМ, ТИРОЗИНОМ И ТРИПТОФАНОМ

Ch.K. Shapakova, D.S. Kasymova

X-RAY ANALYSIS STUDIES OF COMPLEX COMPOUNDS OF METALS WITH PHENYLALANINE, TYROSINE AND TRYPTOPHAN

УДК:547.466.123.541,4(04)

В работе комплексные соединения исследованы рентгенографическим анализом. На основании рентгенофавового анализа определены их индивидуальность и кристаллографические константы.

In the work complex compounds was studied X-ray analysis individuality of them was proved and determined crystallographic constants.

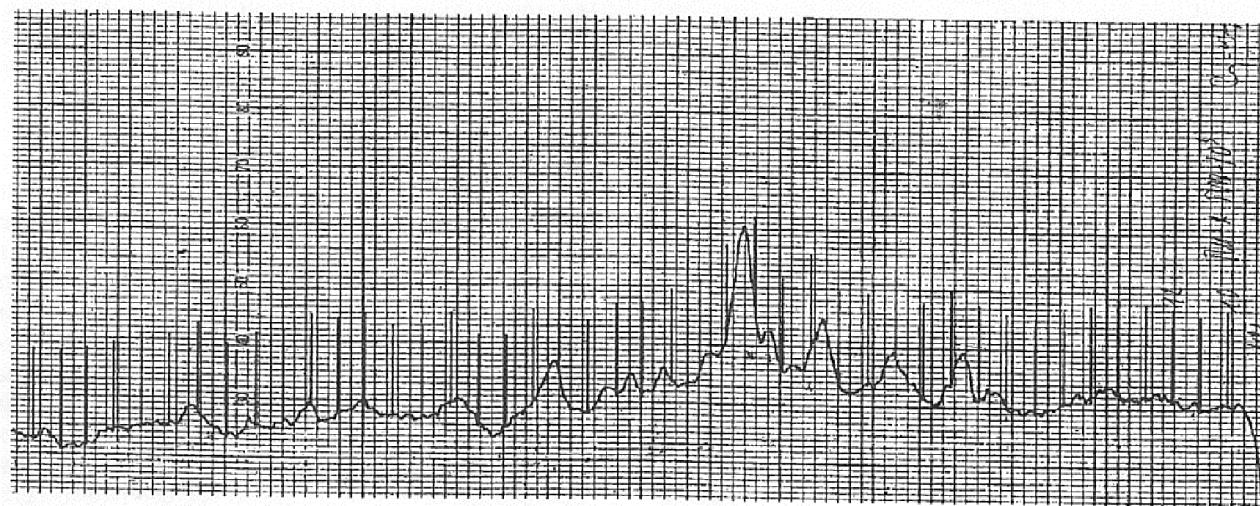
Для подтверждения химической индивидуальности выделенных соединений нами были проведены рентгенофазовые исследования методом порошка [1-8].

Дифрактограммы снимали на приборе БРОН - 3 на кобальтовом излучении при напряжении 30 кВ и анодном токе 10-20mA. Скорость сканирования составляла 1 град/мин [1,6].

Образец готовили в виде тонкого цилиндра диаметром 0,3-0,5 мм, набивая измельченное в порошок исследуемое вещество в тонкостенный капилляр из целлулоида, и покрывали тонким слоем вазелина. На специальной бумаге (где производили записи рентгеновских спектров), называемой дифрактограммами (рис. 1-8), указываются отсчеты в 2° угла отражения и высота пиков дифракционных линий. Расчет меж-плоскостных расстояний проводился по таблице Я.Г. Гиллера [5], интенсивность линий (J/J_0) оценивали по стобальной системе.

Экспериментально-вычисленные данные J , J/J_0 , d_a применены для установления кристаллографических индексов (b, k, l), характеризующих ориентацию атомных плоскостей относительно координатных осей кристаллических ребер элементарной ячейки и для определения параметров элементарной ячейки, объема ячейки, числа формульных единиц или числа молекул в ячейке, рентгеновской плотности (a, b, c, a, p, u, V, 2 и $P_{рентг}$) [9]. Результаты вычисленных данных приведены в таблице 1.

На основе рентгенофазового анализа установлено, что кристаллические решетки исследуемых соединений относятся к ромбической и тетрагональной сингонии (табл. 1). Из дифрактограмм комплексных соединений галогенидов металлов с фенилалашшом, тирозином и триптофаном можно сделать вывод, что кристаллические решетки полученных соединений отличаются по строению от исходных компонентов. Для каждого в отдельности химического соединения получена специфичная дифрактограмма, указывающая на наличие собственной кристаллической решетки (рис. 1-8). Также можно отметить, что незначительные отличия в плотности кристаллов, определенные пикнометрическим методом, от рассчитанной рентгеновской плотности, по-видимому, связаны с наличием дефектов кристаллической решетки.

Рис. 1. Дифрактограмма $2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_6\text{C}_{12} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

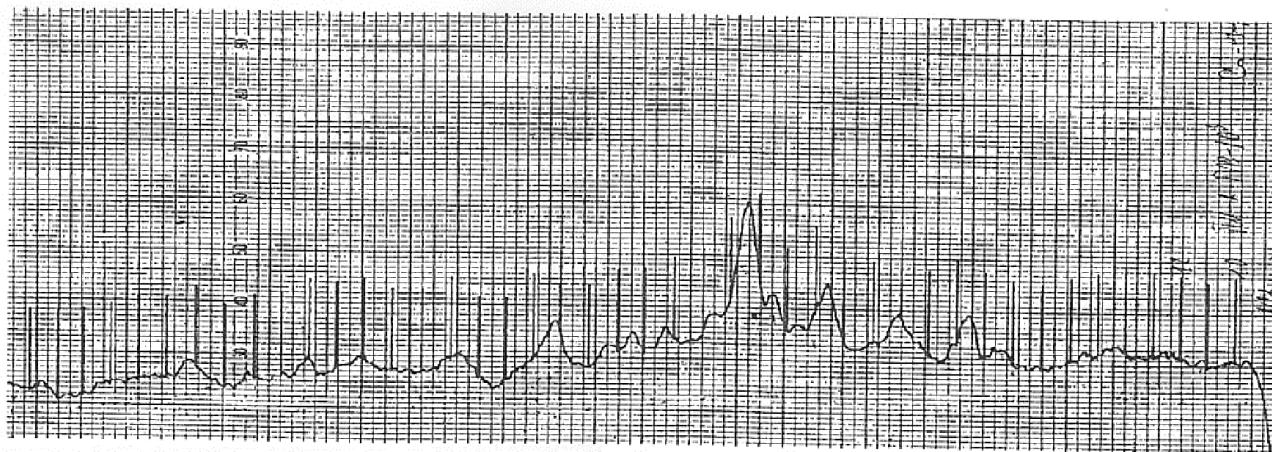


Рис. 2. Дифрактограмма $2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2\cdot\text{MgBr}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

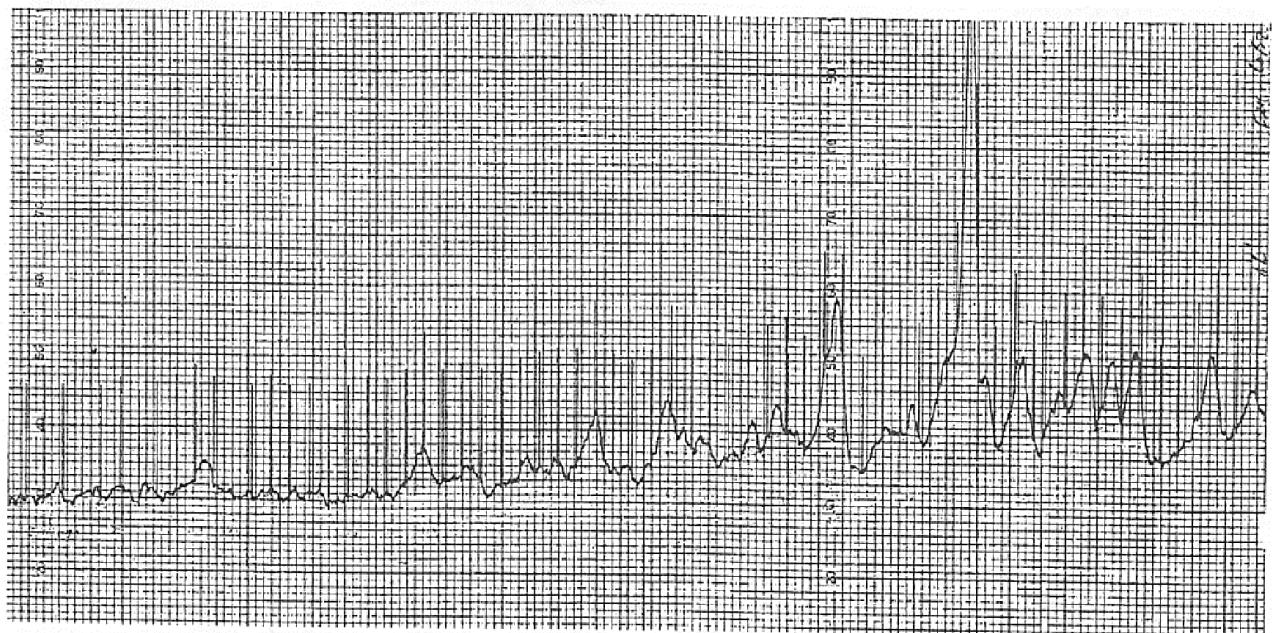


Рис. 3. Дифрактограмма $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2\cdot\text{Cd}12$

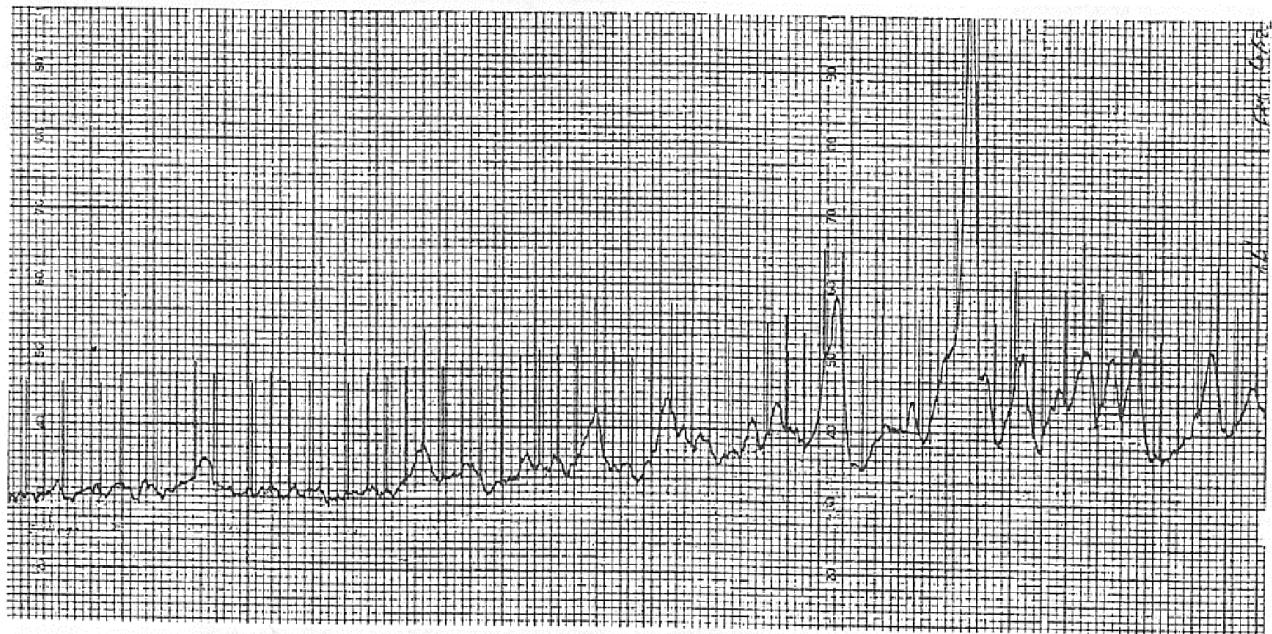
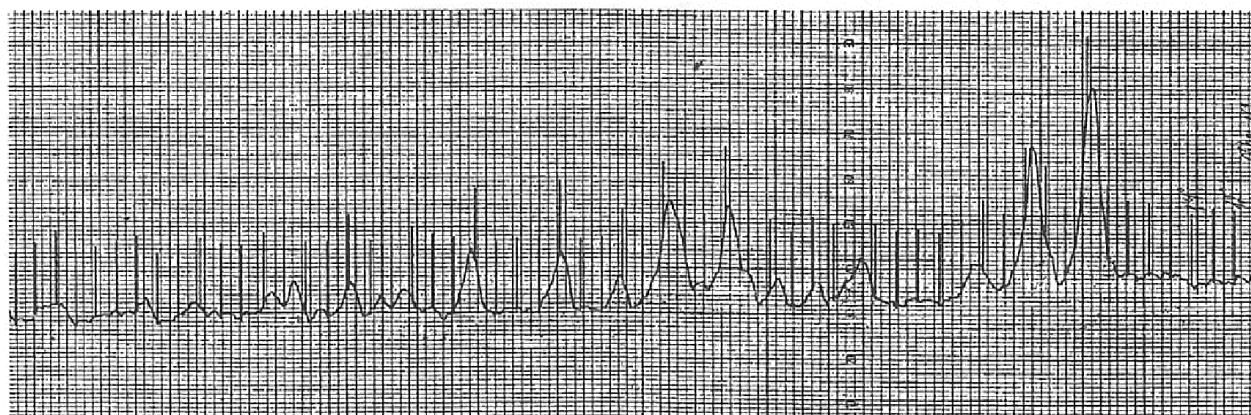
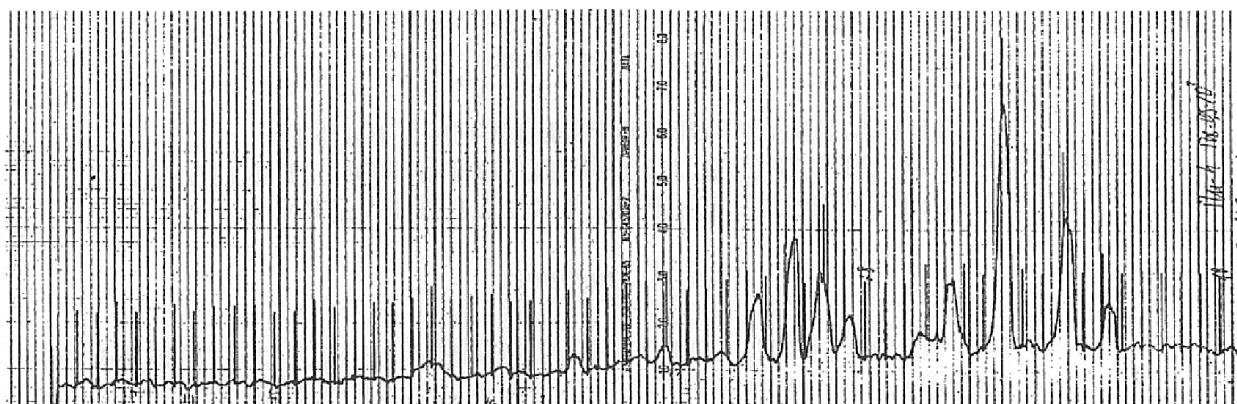


Рис. 4. Дифрактограмма $2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2\cdot\text{MgBr}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Параметры кристаллической решетки новых комплексных соединений

Соединение	Сингония	Параметры элементарной ячейки, Å ⁰			Объем ячейки	Число форм, един.	Расч. плотн.	Эксп. плотность
		а	б	с				
2C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·CoCl ₂ ·2H ₂ O	тетрагональная	10,4547		9,5679	1045,78	2	1,5768	1,4948
2C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·MgBr ₂ ·3H ₂ O	ромбическая	10,3944	9,4808	8,5014	837,796	1	1,1259	1,5294
C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·CoBr ₂ ·4H ₂ O	ромбическая	10,2702	8,497	11,104	969,046	1	0,78103	1,0309
2C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·CdI ₂	ромбическая	10,395	7,263	9,91	748,194	1	1,5455	1,209
C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·CoCl ₂ ·2H ₂ O	ромбическая	11,33	7,339	5,002	417,168	1	1,38198	1,53936
2C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·MgB ₂ ·4H ₂ O	тетрагональная	10,6473		8,7603	993,116	2	2,0665	1 7079
2C ₁₁ H ₁₂ N ₂ O ₂ ·MgBr ₂ ·3H ₂ O	ромбическая	18,46	13,87	8,4529	2164,28	3	1,3135	1.31501
2C ₁₁ H ₁₂ N ₂ O ₂ ·CoBr ₂ ·2H ₂ O	ромбическая	18,54	13,48	8,33	2081,82	3	1,58639	1,72039

Рис. 5. Дифрактограмма C₉H₁₁NO₂·CoCl₂·2H₂OРис. 6. Дифрактограмма 2C₉H₁₁NO₂·MgBr₂·4H₂O

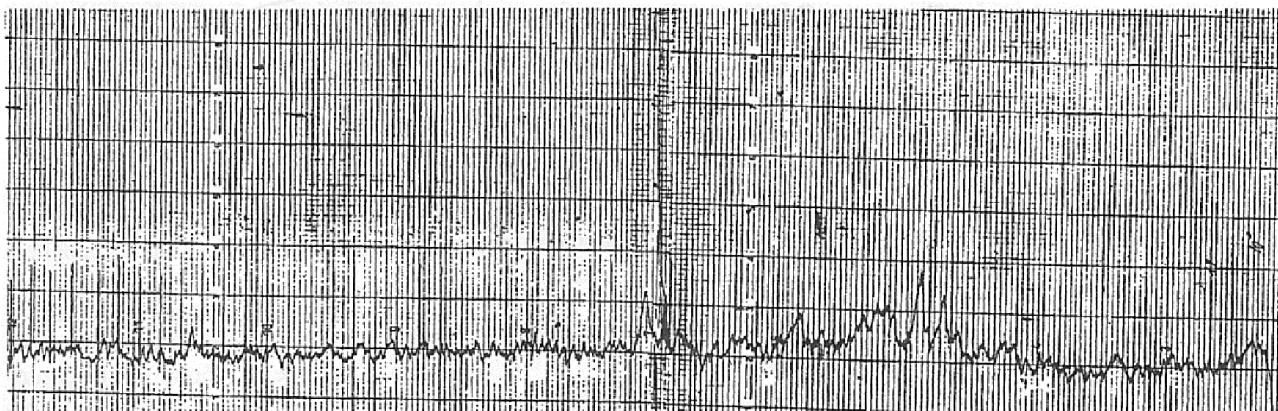


Рис. 7. Дифрактограмма $2\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2\cdot\text{MgBr}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

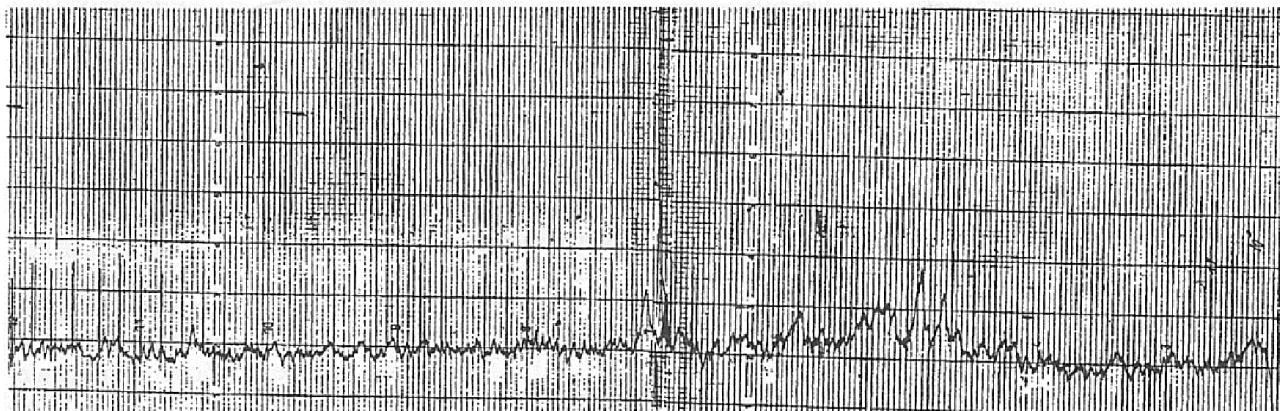


Рис. 8. Дифрактограмма $2\text{C}, \text{D}_2\text{K}_2\text{O}, \text{CoBr}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Литература:

1. Л.Азаров, М.Бургер. Метод порошка в рентгенографии. -М.: Изд. Иностр. лит.,1961. -363с.
2. Г.Б.Бокий, М.А. Порай-Кошиц. Рентгеноструктурный анализ.-2-е изд.-М.: Изд-во МГУ, 1964. Т.1. -489с.
3. Р.В.Богданов. От молекулы к кристаллу. -Л.: Химия, 1972. -128с.
4. Л.И. Миркин.Рентгеноструктурный анализ. -М.:Наука, 1976. -810с.
5. Я.Л.Гиллер. Таблицы межплоскостных расстояний. -М.: Недра, 1966. Т.2. -360 с.
6. Л.М.Ковба, В.К.Трунов. Рентгенофазовый анализ. -Изд. МГУ, 1969. -232с.
7. Г.Липсон, Г.Стипл. Интерпретация порошковых рентгенограмм. -М.:Мир, 1972. -384с.
8. Van der Waals interaction and the packing of molrcular crystals/Shoemaker D.P., Donohue J., Schomaker V., Correy R.B.// J.Amer.Chem.Soc. -1950. -72,- P.2328.
9. Практические работы по физической химии. /Под ред. К.П.Мищенко,А.А.Равделя, А.М.Пономаревой. -С.Пб.: Професия, 2002.-384 с,

Рецензент: д.хим.н. Турдумамбетов К.Т.