

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 рентгенофазового 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 10-20мА. Скорость сканирования составляла 1 град/мин [1,6].

Образец готовили в виде тонкого цилиндрика 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 столбчатой системе.

Экспериментально-вычисленные данные $J, J/J_0, d_a$ применены для установления кристаллографических индексов (h, 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 ($a, b, c, a, \rho, \gamma, V, Z$ и $P_{\text{рентг}}$) [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 фенилаланином, 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.

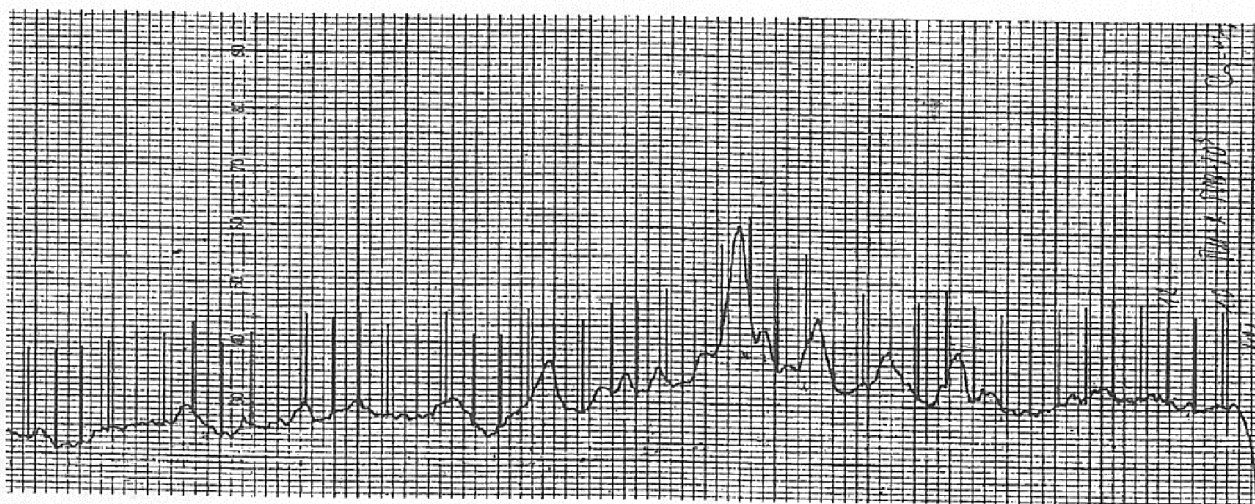


Рис. 1. Дифрактограмма $2C_9H_{11}NO_2 \cdot C_6H_5O_2 \cdot 2H_2O$

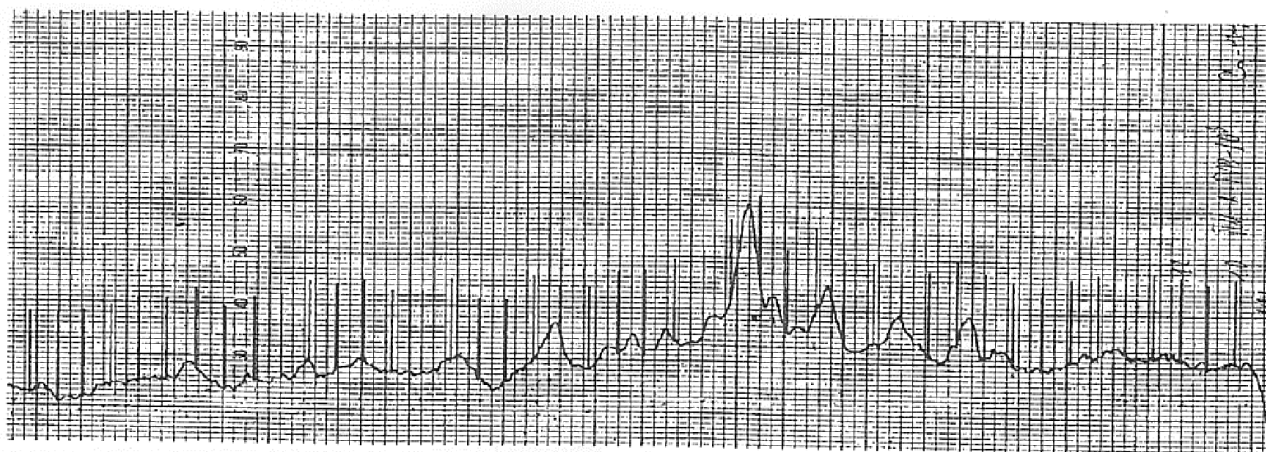


Рис. 2. Дифрактограмма $2C_9H_{11}NO_2 \cdot MgBr_2 \cdot 3H_2O$

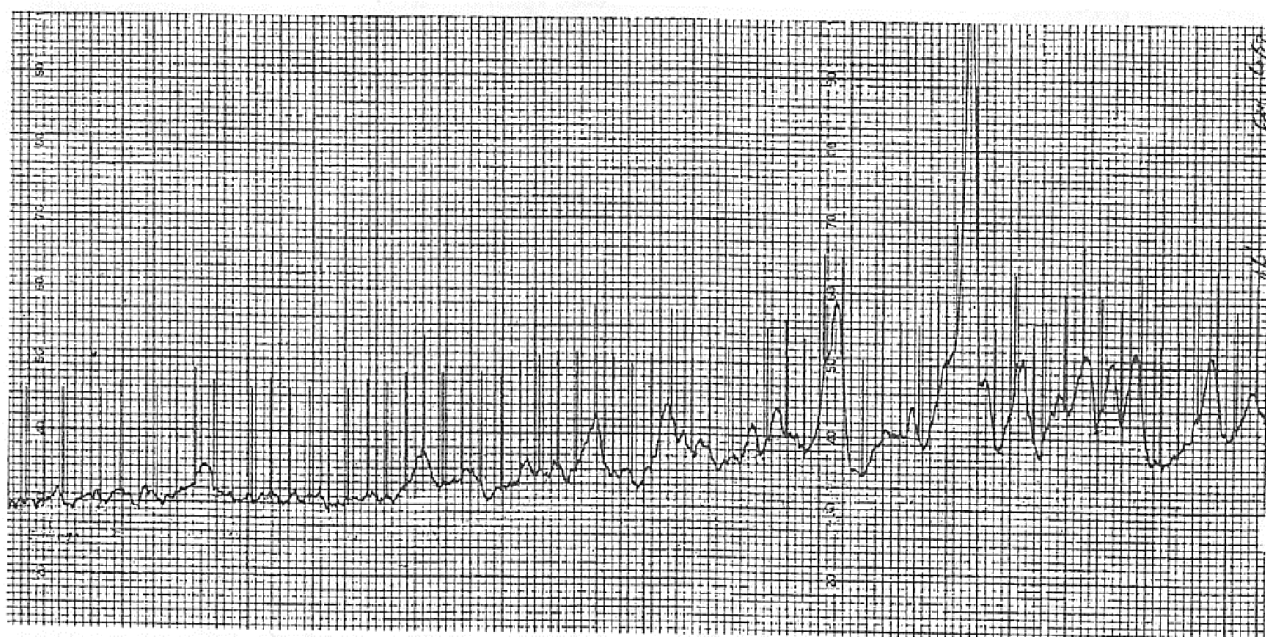


Рис. 3. Дифрактограмма $C_9H_{11}NO_2 \cdot C_6Br_2 \cdot 4H_2O$

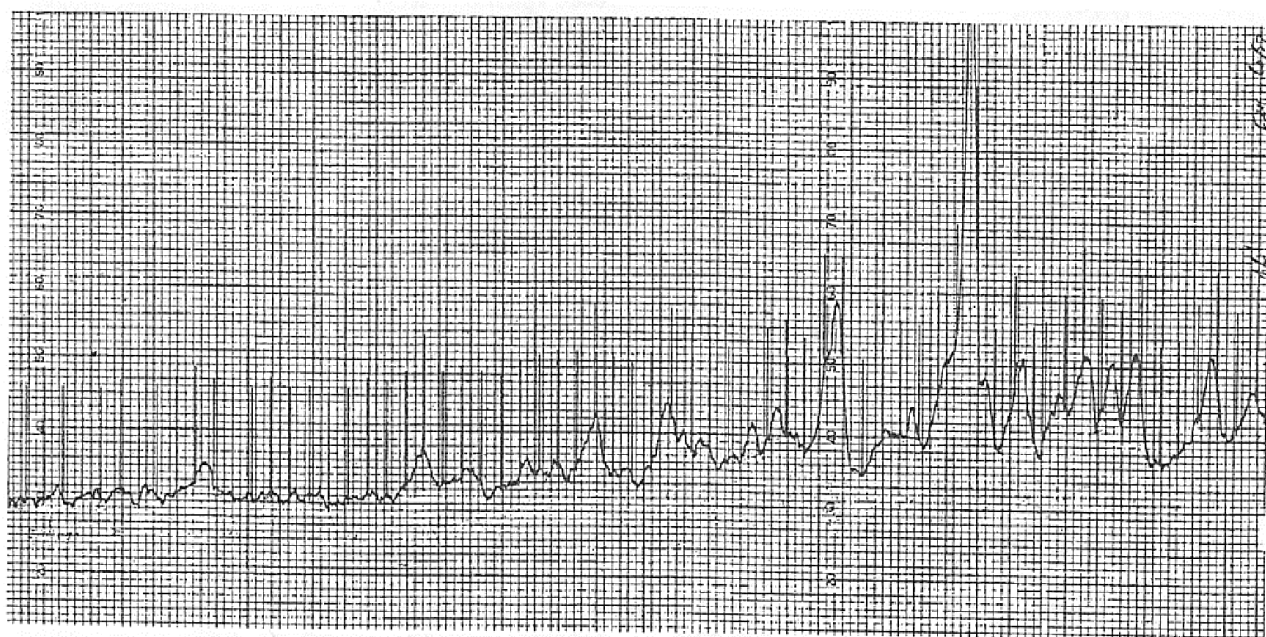


Рис. 4. Дифрактограмма $2C_9H_{11}NO_2 \cdot CdI_2$

Параметры кристаллической решетки новых комплексных соединений

Соединение	сингония	Параметры элементарной ячейки, Å			Объем ячейки $V, \text{см}^3$	Число форм, един.	Расч. плотн. $\rho_{\text{расч.}}$	Эксп. плотность $\rho_{\text{эксп.}}$
		a	b	c				
$2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	тетрагональная	10,4547		9,5679	1045,78	2	1,5768	1,4948
$2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{MgBr}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	ромбическая	10,3944	9,4808	8,5014	837,796	1	1,1259	1,5294
$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{CoBr}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	ромбическая	10,2702	8,497	11,104	969,046	1	0,78103	1,0309
$2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{CdI}_2$	ромбическая	10,395	7,263	9,91	748,194	1	1,5455	1,209
$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	ромбическая	11,33	7,339	5,002	417,168	1	1,38198	1,53936
$2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{MgBg}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	тетрагональная	10,6473		8,7603	993,116	2	2,0665	1 7079
$2\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{MgBr}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	ромбическая	18,46	13,87	8,4529	2164,28	3	1,3135	1,31501
$2\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{CoBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	ромбическая	18,54	13,48	8,33	2081,82	3	1,58639	1,72039

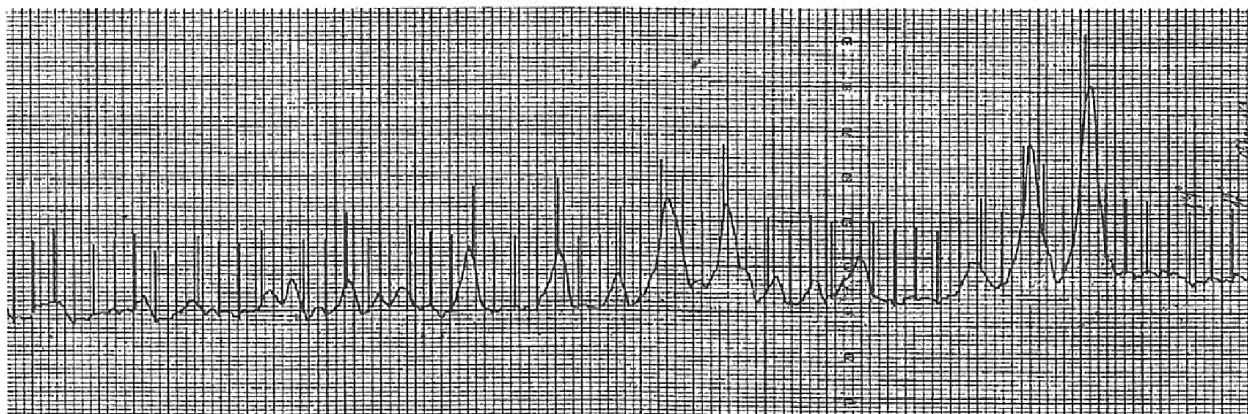


Рис. 5. Дифрактограмма $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

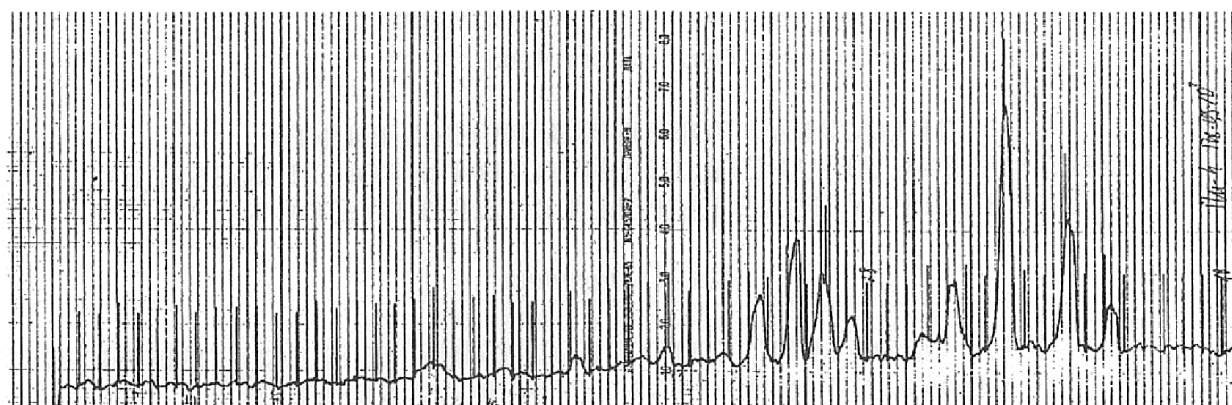


Рис. 6. Дифрактограмма $2\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{MgBr}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

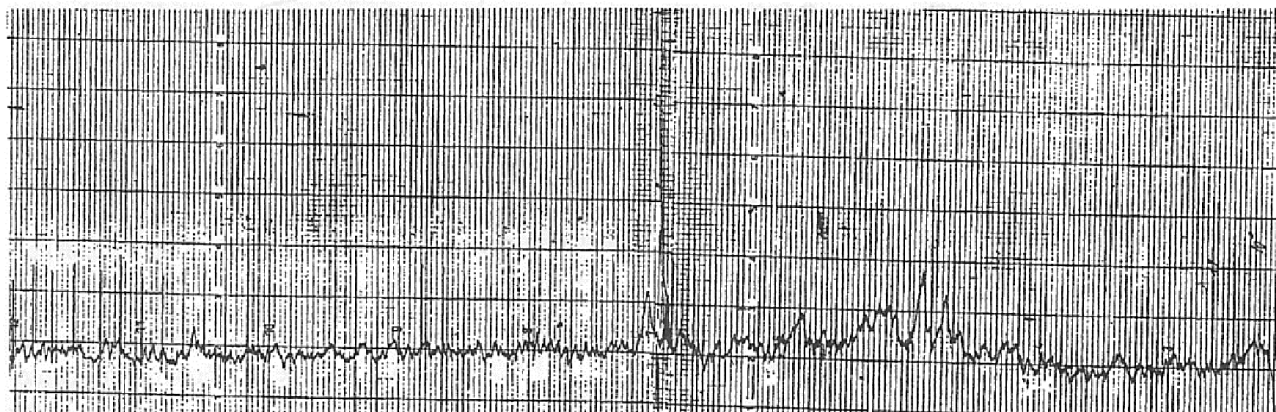


Рис. 7. Дифрактограмма $2C_{11}H_{12}N_2O_2 \cdot MgBr_2 \cdot 3H_2O$

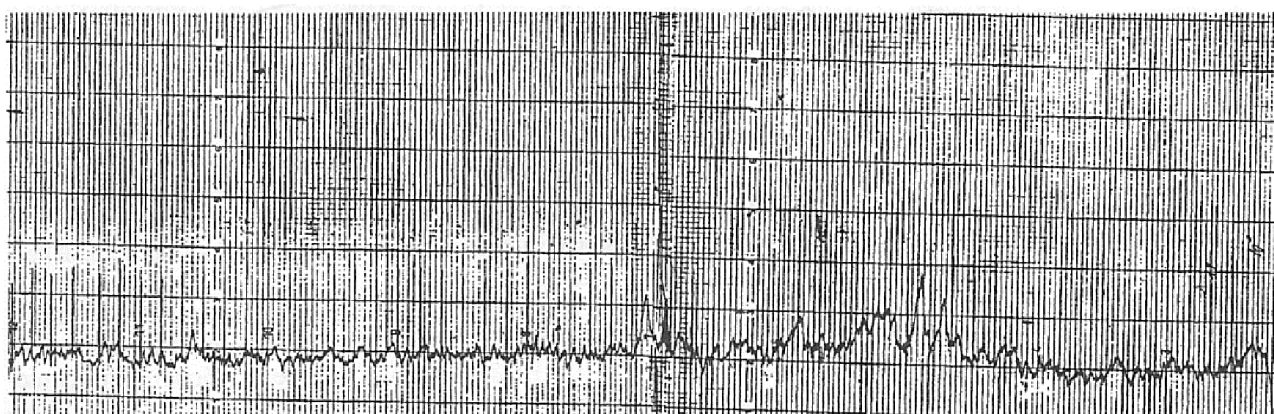


Рис. 8. Дифрактограмма $2C, D_2K_2O, -CoBr_2 \cdot 2H_2O$

Литература:

1. Л.Азаров, М.Бургер. Метод порошка в рентгенографии. -М.: Изд. Иностран. 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.Стилл. Интерпретация порошковых рентгенограмм. -М.: Мир, 1972. -384с.
8. Van der Waals interaction and the packing of molecular 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.: Профессия, 2002.-384 с,

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