

Шапакова Ч.К., Намазова Б.С., Касымова Д.С., Касымова С.М.

**ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ГАЛОГЕНИДОВ
МЕТАЛЛОВ С АРОМАТИЧЕСКИМИ И ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИМИ
АМИНОКИСЛОТАМИ**

Ch.K. Shapakova, B.S. Namasova, D.S. Kasymova, S.M. Kasymova

**THERMAL ANALYSIS OF COMPLEX COMPOUNDS METAL HALIDES WITH
AROMATIC AND HETEROCYCLIC AMINOACIDS**

УДК: 547.466.123.541,4(04)

На основании термического анализа определена термическая устойчивость комплексных соединений, определены фазовые переходы, а также эндо- и экзотермические эффекты соединений.

On the basis of thermal analysis, thermal stability defined complexes, phase transitions identified, as well as endo-thermic and exothermic effects of compounds.

Одним из современных - относительно надежных методов физико-химического анализа, позволяющих исследовать характерные фазовые превращения соединений, фиксировать тепловые эффекты в виде экстремумов на кривых нагревания, является термография [1- 7]. Термоаналитические исследования соединений выполнялись на приборе STA 409 PC Luxx производства NETZSCH от 25°C до 500°C. Нагрев вели со скоростью 5°C в мин. Навески исследуемых образцов составляли 18-30 мг. Записывались кривая дифференциально-термического анализа (ДТА), кривая термогравиметрии (ТГ) и дифференциально-сканирующая термогравиметрии (ДБС).

Для определения зарегистрированных превращений были использованы температура пика термоэффекта, убыль массы в миллиграммах и в процентах от искомой массы образца. Данные по термической активности синтезированных комплексов представлены в табл. 1. и на рис. 1-7. На основе проведенного термического исследования аминокислотных комплексов сделано следующее заключение, что комплекс - иодида цинка с триптофаном и иодида кадмия с фенилапанином плавятся с последующим разложением; соединения бромидов магния и кобальта, хлорида кобальта, иодида никеля разлагаются без предварительного плавления; дегидратация соединений происходит в одну стадию; дегидратация и разложение аминокислотных комплексов характеризуются определенными значениями убыли массы вещества по кривой термогравиметрии (ТГ), подтверждающими состав соединений.

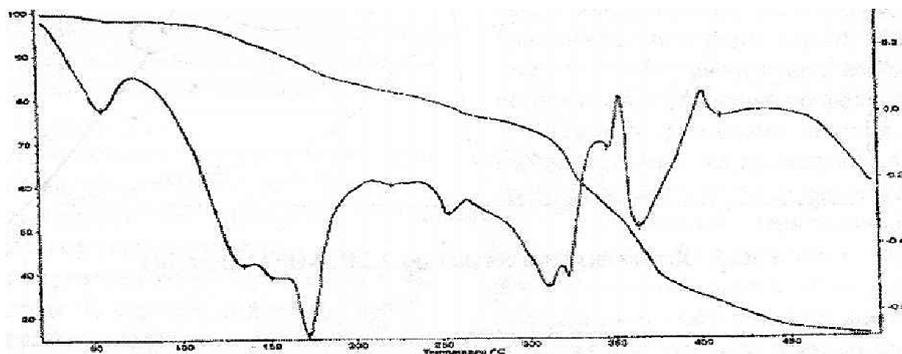


Рис. 1. Дериватограмма соединения $2C_9H_{11}NO_2 \cdot MgBr_2 \cdot 3H_2O$

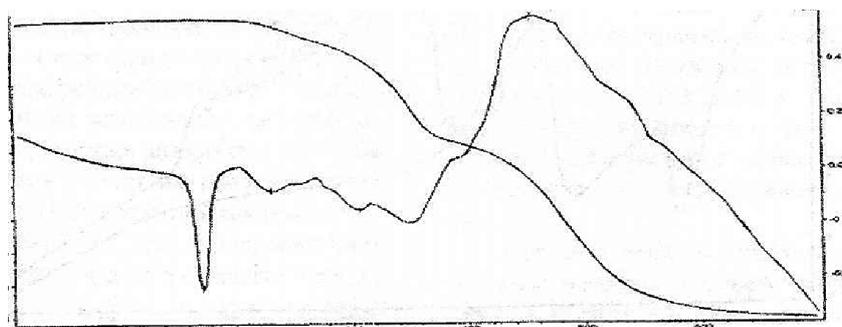


Рис. 2. Дериватограмма соединения $2C_9H_{11}NO_2 \cdot CdI_2$

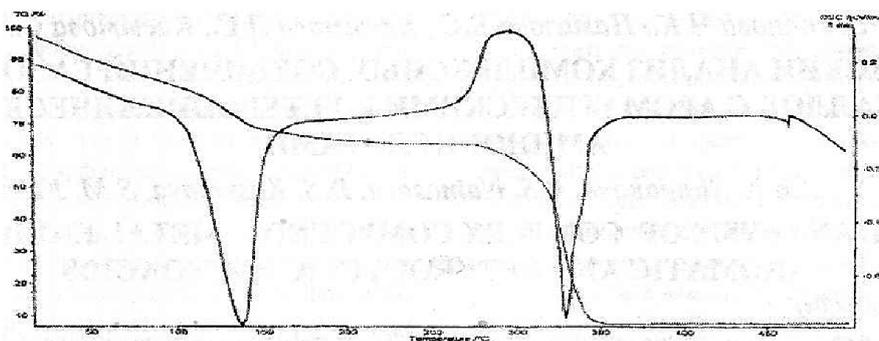


Рис. 3. Дериватограмма соединения $C_9H_{11}NO_2 \cdot NiI_2 \cdot 3H_2O$

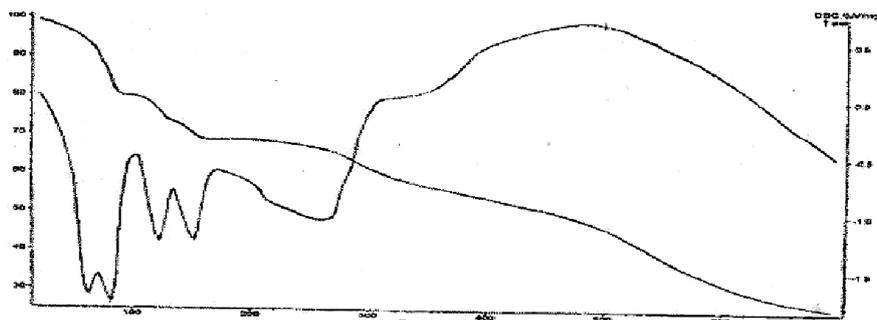


Рис. 4. Дериватограмма соединения $C_9H_{11}NO_3 \cdot CoCl_2 \cdot 2H_2O$

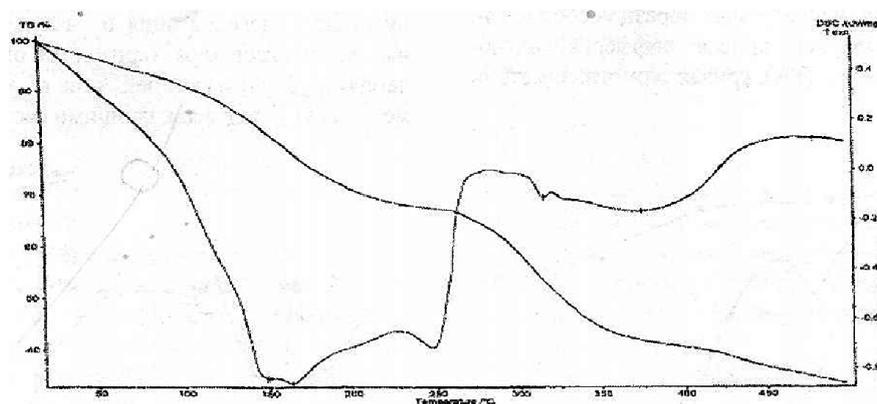


Рис. 5. Дериватограмма соединения $2C_9H_{11}NO_3 \cdot MgBr_2 \cdot 4H_2O$

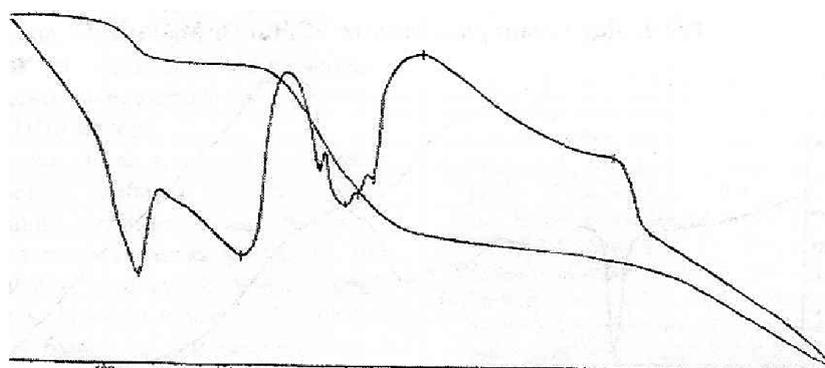


Рис. 6. Дериватограмма соединения $2C_{11}H_{12}N_2O_2 \cdot CoBr_2 \cdot 2H_2O$

Экспериментальные данные термического анализа соединений фенилаланина, тирозина и триптофана с галогенидами Mg, Zn, Cd, Ni, Co

Соединение	Навеска образца, мг	Термоэффект, °С	Убыль массы		Процессы, происходящие в веществах при нагревании
			мг	%	
2C ₉ H ₉ N ₂ O ₂ MgBr ₂ ·3H ₂ O	20,34	57,4	0,4068	2	Плавление и дегидратация удаление двух молекул фенилаланина Окисление
		135,3	1,8306	9	
		150	1,0373	5,1	
		172,9	0,7933	3,9	
		211,4	0,8583	4,22	
		255,3	3,2096	15,78	
		312,6	4,068	20,0	
		337			
		364,2	1,7811		
Выше 450°		8,76			
2C ₉ H ₉ NO ₂ ·CdI ₂	21,1	173,4	-	-	Плавление Ступенчатое удаление двух молекул фенилаланина Горение продуктов распада Окисление
		230			
		310	10,02	47,5	
		350			
		459,8			
C ₉ H ₁₁ NO ₂ ·NiI ₂ ·3H ₂ O	29,776	138,5	9,379	31,5	Полная дегидратация и начало удаление лиганда Горение и разложение промежуточных продуктов распада Полиморфное превращение иодида никеля Возгонка
		297,8	16,594	55,73	
		329,7			
		470	-	-	
		3,812	7,5		
C ₉ H ₁₁ NOI·CoCl ₂ ·2H ₂ O	21,0	66,3			Дегидратация двух молекул воды и частичное разложение тирозина Полное удаление лиганда и горение продуктов распада Окисление
		85,2	5,45	25,97	
		126,5	7,61	36,24	
		155,5			
		482,4	4,62	22,0	
700					
2C ₉ H ₁₁ NO ₃ MgBr ₂ ·4H ₂ O	27,86	150,9			Полная дегидратация и частичное разложение лиганда Конец разложения лиганда и горение продуктов распада Окисление
		164,4	8,77	31,49	
		316,9			
		374,1			
		477,8			
Выше 477°	11,62	41,7			
2C _n H ₁₂ N ₂ O ₂ ·CoBr ₂ ·2H ₂ O	18,00	127,1	2,8764	6,98	Дегидратация и начало процесса удаления лиганда Полное удаление триптофана Полиморфное превращение Окисление
		213,3	0,3240	0,90	
		270,0			
		298,3			
		318	9,7900	27,20	
		330			
		358,6	-	-	
		519	-	-	
Выше 519°	5,0096	27,83			
2C _n H ₁₂ N ₂ O ₂ ·ZnI ₂	22	187	-	-	Плавление Удаление первой молекулы триптофана
		224,1	6,24	28,4	
		280			

		282,5			
		303,0			
		310			
		320			
		335			
		353,5	6,10	28,27	Удаление второй молекулы триптофана
		376,7			
		392			
		425			
		442			
		480			
		500	9,66	16,33	Возгонка

Литература:

1. Л.Г.Берг. Введение в термографию.-М.:Наука, 1969. -395с.
2. Г.О.Пилоян. Введение в теорию термического анализа. -М.: Наука, 1964.-232с.
3. Рекомендуемая терминология в термическом анализе. // Журнал неорганической химии. -1984. -Т.29.-Вып.8.-С.2170
4. Н.Д. Топор. Термический анализ минералов и неорганических соединений. -М.: Изд-во МГУ, 1987.-190с.
5. У.Уэндландт. Термические методы анализа. -М: Мир, 1978.-526с.
6. Я.Шестак. Теория термического анализа. -М.:Мир, 1987. -455с.
7. Ф.П.Спиридонов. Физико-химические методы анализа. Термический анализ. - Чебоксары: Чувашский унив., 1978. -96с.

Рецензент: д.х.н., профессор Турдумамбетов К.Т.
