

# ТЕРМОГРАФИЧЕСКОЕ И РЕНТГЕНОФАЗОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ ХЛОРИДА ЖЕЛЕЗА (III) С АНТРАНИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ.

АСКАЛИЕВА Н. Р, ДУБАНАЕВА К. ДЖ,  
КАСЫМОВА Д. С, ОРОЗБАЕВА Н.О.

Кыргызский Национальный Университет им.Ж.Баласагына  
Институт химии и химической технологии НАН КР

УДК: 547.495.5:539.26

Ранее нами [1, 2] исследовано комплексообразование в системе хлорида железа (III) с антралиловой кислотой в водно-спиртовой среде при  $25^{\circ}\text{C}$  применением изотермического метода растворимости. Установлено образование одного комплексного соединения, отвечающего химической формуле:  $\text{FeCl}_3 \cdot 3\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$ . Для идентификации и характеристики нового химического соединения нами проведено исследование дифференциально – термическим и рентгенофазовым методами.

Дифференциально – термический анализ[2,3] был проведен на дериватографе Q – 1000/ D системы Ф.Паулик, И. Паулик, Л. Эрдеи фирмы « MOM » [2,3]. Анализ осуществлялся в воздушной среде в диапазоне температур от 20 до  $1000^{\circ}\text{C}$ , режим нагрева – динамический ( $dT / dt = 10$  град/мин), эталонное вещество – прокаленный  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , навеска образцов – 100мг, TG – 100 мг, 500  $\square\text{V}$ , ДТА - 250  $\square\text{V}$ , DTG - 250  $\square\text{V}$ . Результаты термического поведения антралиловой кислоты и антралилата железа (III) приведены на рис.1,2

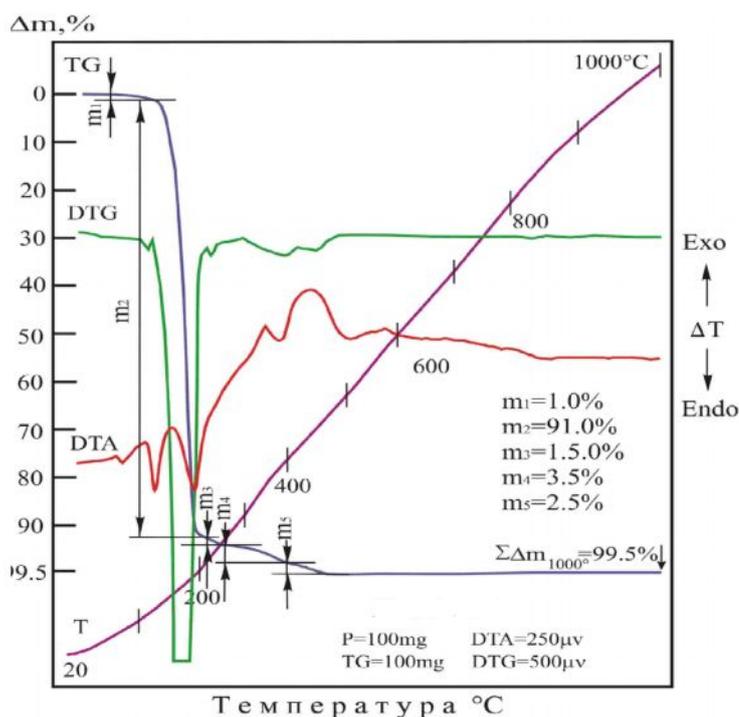


рис1.Дериватограмма  $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$

Как видно из термограммы антралиловой кислоты (рис.1), на кривой ДТА в интервале  $70 - 100^{\circ}\text{C}$  наблюдается небольшой эндотермический эффект, связанный с полиморфным превращением структуры. Об этом свидетельствует отсутствие в указанном промежутке температур каких-либо существенно выраженных потерь веса и соответствующего изменения траектории DTG –кривой. Отмеченный на TG кривой (20-150°C) плавный сброс массы ( $m_1 = 1\%$ ) обусловлен выносом из образца атмосферной влаги, который не связан с рассматриваемым эффектом.

В пределах  $130 - 220^{\circ}\text{C}$  происходит разложение антралиловой кислоты с выбросом в атмосферу летучих соединений ( $m_2 = 91,0\%$ ). Согласно стехиометрии антралиловой кислоты происходит термическое окисление структурно связанного водорода и гидроксильных групп испытуемой пробы с образованием молекул воды. Процесс обезвоживания оставляет на ДТА- кривой траекторию

сложенной из противоположно направленных кривых эффектов – эндо- и экзоэффектов, совпадение хронологии и температурных интервалов развития этих двух разнополярных реакций приводит к формированию (в пределах 110 - 220°C) некоей суммарной линии в виде перевернутого М – образного очертания. Термическая дегидратация изучаемого образца имеет высокое значение энергии активации, о чем свидетельствует наличие на DTG-кривой весьма интенсивного пика, выстроенного в узком промежутке (130 - 220°C) температур. Дальнейший распад системы протекает менее интенсивно и сопровождается выбросом в атмосферу образовавшихся газов ( $m_3=15,0\%$ ;  $m_4=3,5\%$ ;  $m_5=2,5\%$ ). Здесь термогравиметрическая кривая выявила три ступени потери веса, отвечающие выносу из система остатков гидроксильной воды, азота и диоксида углерода. Окисление структурно связанного СО до уровня  $CO_2$  протекает в пределах  $\sim 400-500^\circ C$ . В связи с этим ДТА-кривая в этом диапазоне температур показывает экзотермический пик. Термическое исследование антранилата железа (III)  $FeCl_3 \cdot 3NH_2C_6H_4COOH$  показывает заметное отличие в термическом поведении комплекса.

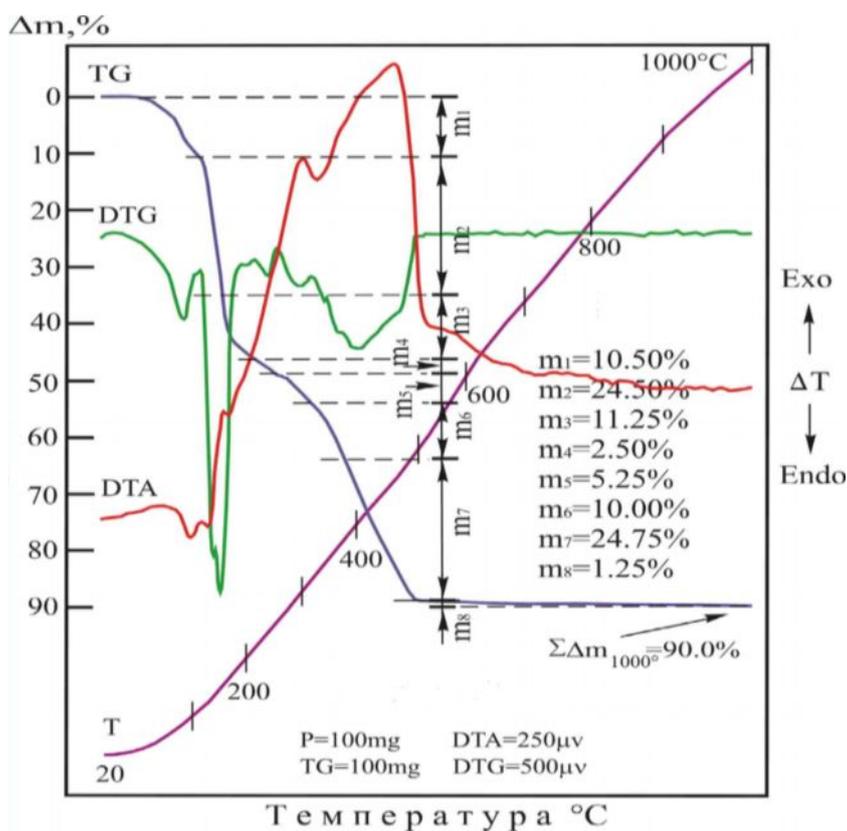


Рис.2. Дериwатограмма  $FeCl_3 \cdot 3NH_2C_6H_4COOH$

(рис.2) В промежутке температур 240-520°C наблюдается более интенсивный экзотермический эффект. Его значительная мощность обусловлена близостью температур формирования углекислого газа из продуктов распада антраниловой кислоты и процессом окисления железа, протекающего в одну стадию. Все сходство и различие термических поведений вызвано наличием в комплексе антраниловой кислоты, деструкция которой протекает до 550°C, а также присутствием хлорида железа. Рентгенофазовое исследование образцов антранилата железа (III) проводилось на дифрактометре ДРОН -3 ( $CuK_{\alpha}$ -излучение, с фильтром).

Съемку рентгенограмм проводили на диаграммной ленте при непрерывной записи в интервале 20-30° градусоv углового положения детектора приемника излучения. По измеренным угловым положениям и интенсивности определяли межплоскостные расстояния  $\alpha$  и относительные интенсивности, которые приведены в табл.1и дифрактограмме (рис.3)[4]

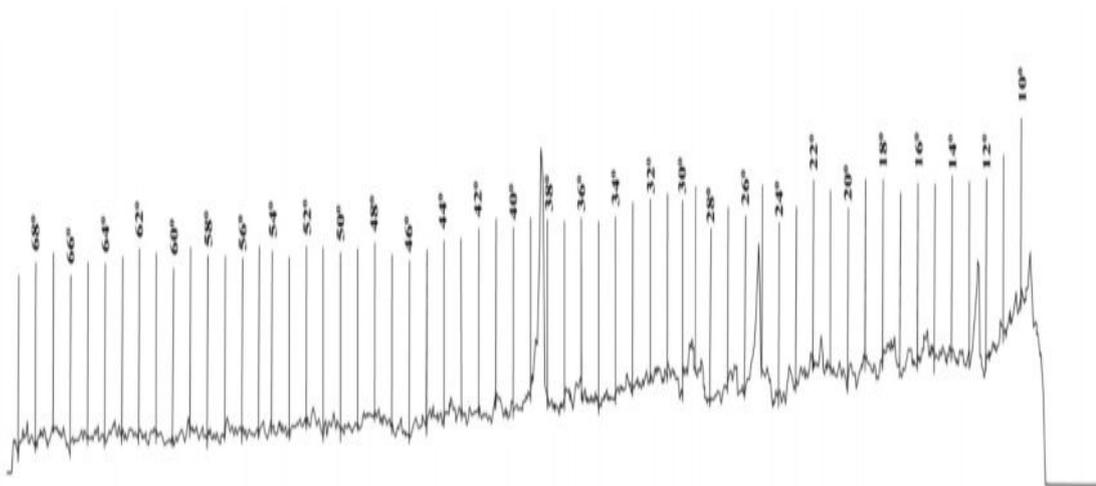


Рис.3 Дифрактограмма  $\text{FeCl}_3 \cdot 3 \text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$   
Рентгенографический анализ  $\text{FeCl}_3 \cdot \text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$

таблица 1.

№	2θ	θ	h	k	l	d(α)	h	k	l	A
1	12,48	6,24	26	44,82	8,2350	1	0	0		
2	15,48	7,74	9	15,51	6,6462	1	1	0		
3	21,52	10,76	9	15,51	4,7944	1	1	1	a= 21,486	
4	25,30	12,65	32	55,17	4,0873	2	0	0		
5	29,12	14,56	8,8	15,71	3,5606	2	1	1		
6	38,38	19,19	58	100	2,7232	3	0	0		

При идентификации рентгенограммы установлено, что комплексное соединение  $\text{FeCl}_3 \cdot 3\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$  имеет кубическую структуру:  $a=21,49\text{Å}$ . Таким образом, нами подтверждена индивидуальность полученного нами комплексного соединения, установлено термическое поведение и тип кристаллической решетки антрацилатожиелеза (III).

#### Литература.

1. Аскалиева Н.Р, Сулайманкулов К.С. «Исследование комплексообразования в системе антрацилато-хлорид железа (III) –вода (спирт) при 25°C». Известия вузов. № 5, 2014. С.11-14. Бишкек.
2. Берг Л.Г. Введение в рентгенографию. 2-е изд., доп./ М: Наука, 1993. с. 395
3. Derivatographic Investigation of the Anthracite of the Don. F. Paulik, Z, Erdey // Analit.chem. 1958-V.160/-№ 4. –S. 241-252.
4. Гиллер Я.Л. Таблица межплоскостных расстояний т.2. М, : Недра. 1966. – 360с