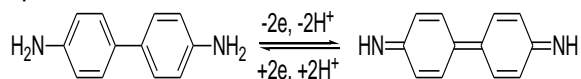


трации анилина в растворе отношение I_2/I_5 приближается к единице (вклад химического взаимодействия при малых скоростях проявляется, при больших нивелируется).

Можно предположить, что этой паре соответствует обратимый электрохимический процесс.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, варьирование площади поверхности электрохимически модифицированного электрода в ЦВА анилина позволяет существенно изменить не только чувствительность его определения, но и количество и параметры пиков окисления-восстановления.

Подготовка воспроизводимой рабочей поверхности торцевого СУЭ менее трудоемка, однако наиболее чувствительное определение анилина на стержневом электрохимически модифицированном СУЭ методом цик-

лической вольтамперометрии возможно в интервале концентраций $(2-85) \cdot 10^{-7}$ моль/л при скорости линейной развертки потенциала 200 мВ/с.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смольский, Г.М., Кумченко Т.А. // Журнал аналитической химии, 1997, Т. 52, № 1. – С. 98-101.
2. Малышева, А.Г. Методические указания по газохроматографическому определению анилина и о-толуидина в воде – Пермь: Госкомсанэпиднадзор России, 1996, МУК 4.1.648-96.
3. Анисимова Л. С., Акенеев Ю. А., Слипченко В. Ф., Шукина Т. И., Пикула Н. П., Цюрупа М. П. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1999. Т. 65. № 2. С. 6-8.
4. Жин М. и др. // Электрохимия. 2006. Т. 42. № 9. – С.1071-1076.
5. Невоструев В.А., Килина И.К., Булгакова О.Н., Иванов Ю.И. // Журнал аналитической химии. – 2000. – Т. 55. № 1. С. 1-5.

ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ КОБАЛЬТА(II) И НИКЕЛЯ(II) С ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДОМ И РЕЙНЕКАТ-ИОНОМ

Т.В. Буланова

Исследованы методом термического анализа на воздухе тетраизотиоцианатодиаминохроматы(III) комплексов кобальта(II) никеля(II) с диметилсульфоксидом (ДМСО). Установлены продукты разложения и окисления веществ методом РФА. Измерены размеры частиц биметаллических оксидных порошков.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время значительное внимание уделяется низкотемпературным методам получения оксидов в виде мелкодисперсных порошков. В этом плане представляет интерес изучение биметаллических координационных соединений, стехиометрия которых строго задает состав образующихся оксидов металлов.[1]

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методом термического анализа были исследованы комплексы:

$[\text{Me}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{DMCO})_4][\text{Cr}(\text{NH})_3(\text{NCS})_4]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, где Me – $\text{Co}^{2+}(\text{I}), \text{Ni}^{2+}(\text{II})$.

Дериватограммы комплексных соединений I и II (рисунок 1), полученных в атмосфере воздуха, сняты на дериватографе SDT – Q 600, фирмы “Термоинструмент”, США. Скорость нагрева – 10 град/мин. Исследования проводили в диапазоне температур 25-900 °С.

ИК спектры твердого остатка при 100 °С регистрировали в области частот 4000-400 cm^{-1} на инфракрасном Фурье – спектрометре System-2000. Для продуктов разложения получены рентгенограммы на дифрактометре ДРОН-3М.

Размеры частиц продуктов разложения комплексных соединений снимали на аналитическом сканирующем электронном микроскопе JSM 6490 LA фирмы JEOL.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Термограммы полученных комплексов имеют сходный характер. Процесс начала дегидратации комплексных соединений осуществляется при температуре выше 66 °С.

Эндотермические эффекты на термограммах соединения I при температурах 66 °С и 99 °С, II– 67 °С и 99 °С, связаны с потерей четырех молекул воды, отщепление которых происходит в две ступени. На ИК спектрах твердого остатка при температуре 100 °С отсутствуют полосы поглощения молекул воды. Начало отщепление молекул ДМСО осуществляется при температуре выше 164 °С.

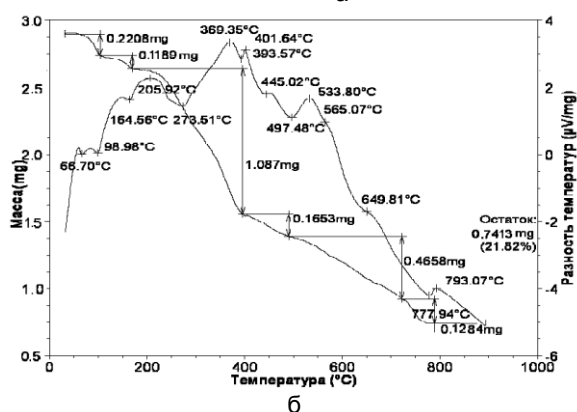
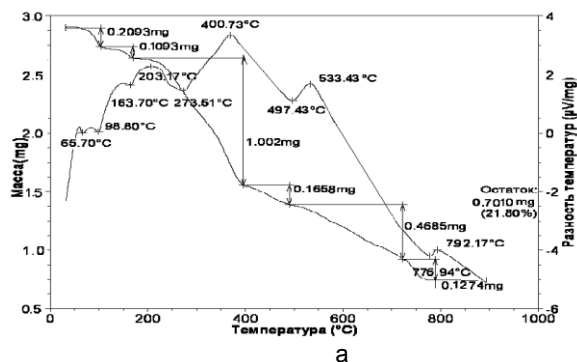
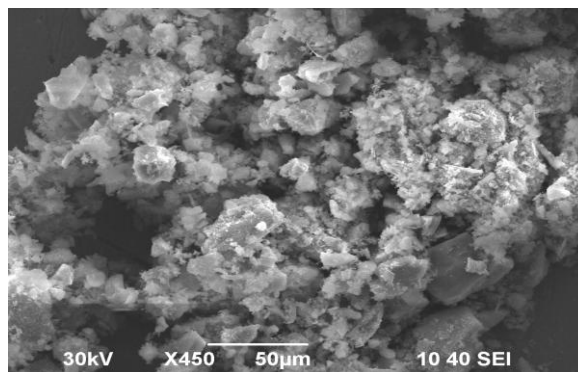


Рисунок 1. Термограммы соединений:
 а- $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{DMCO})_4][\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
 б- $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{DMCO})_4][\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

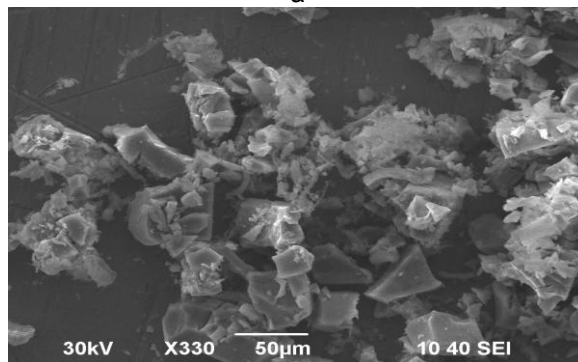
Одновременно с отщеплением органических лигандов происходит разложение анионной части комплексных соединений. Остаток термического разложения образцов I, II.

на воздухе при температуре 800 °С составляет 21,8 %, вычислено– 21,1 %.

По данным РФА, твердые продукты разложения комплексов при температуре выше 800 °С состоят из смеси оксидов металлов: Cr_2O_3 , CoO в соединении I; Cr_2O_3 , NiO – II.



а



б

Рисунок 2. Электронные микрофотографии биметаллических оксидных порошков:
 а- Cr_2O_3 , CoO ; б- Cr_2O_3 , NiO

Полученные мелкодисперсные биметаллические оксидные порошки имеют размер частиц в диапазоне 10-50 мкм (рисунок 2).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты термического анализа свидетельствует о сравнительно низкой температуре полного разложения соединений, что может быть использовано для получения смешанных оксидных мелкодисперсных порошков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Домонов, Д.П. Автореф. дисс.хим.н., Новосибирск. 2009.18с.