

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СПОСОБНОСТИ ОКСИМА 3-ФЕНИЛ-5,5-ПЕНТАМЕТИЛЕН-4-ИЗОКСАЗОЛОНА К ОБРАЗОВАНИЮ КОМПЛЕКСА С КОБАЛЬТОМ (II)

А.В. Суховерская, Н.М. Ким, Н.Г. Малюта

Спектрофотометрическим методом изучена способность оксима 3-фенил-5,5-пентаметилена-4-изоксазолонна к комплексообразованию с хлоридом кобальта (II) в этиловом спирте. Экспериментально доказано, что в этиловом спирте образуется комплекс оксима с кобальтом (II) в присутствии концентрированного раствора аммиака.

ВВЕДЕНИЕ

Координационные соединения с органическими оксимами изучаются достаточно давно. В зависимости от строения оксимсодержащего лиганда могут образовываться моно- и полиядерные комплексы. Среди производных изоксазолинов особый интерес могут представлять оксимы на основе 3,5-дизамещенных-4-нитроизоксазолина, как удобные объекты для получения комплексных соединений с 3d-металлами. Кроме того, наличие двух гетероатомов в изоксазолиновом кольце могут придавать лиганду новые интересные свойства [1-3].

Цель работы – изучение способности оксима 3-фенил-5,5-пентаметилена-4-изоксазолонна к комплексообразованию с хлоридом кобальта (II) в этаноле.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Оксим получали по методике работы [4], $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, квалификации “хч”, этанол 96%, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (концентрированный). Электронные спектры поглощения комплекса $\text{Co}(\text{II})$ с оксимом 3-фенил-5,5-пентаметилена-4-изоксазолонна (далее оксим) в качестве лиганда в этаноле снимали на фотометре КФК-3-01 в видимой области спектра в интервале 310-480 нм. В качестве раствора сравнения использовали этиловый спирт.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В данной работе проведено спектрофотометрическое исследование способности оксима 3-фенил-5,5-пентаметилена-4-изоксазолонна к комплексообразованию с двухвалентным кобальтом в этиловом спирте. В экспериментах использовали растворы окси-

ма и хлорида кобальта (II) в этиловом спирте с концентрацией 4 мг/мл. Величина концентрации оксима в этаноле обоснована нами ранее [5]. Для получения комплекса оксима с двухвалентным кобальтом в этиловом спирте смешивали равные объемы (по 5 мл) растворов оксима и хлорида кобальта (II) в этаноле и добавляли 5 капель концентрированного раствора аммиака, выдерживали раствор сутки. Раствор представляет собой – прозрачную жидкость, розовато-сиреневого цвета, без осадка.

Концентрация оксима и хлорида кобальта (II) в смеси при сливании равна 2 мг/мл. Так как значение молярных масс оксима 3-фенил-5,5-пентаметилена-4-изоксазолонна и $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ близки (244 г/моль и 237,84 г/моль соответственно), то соотношение оксим:хлорид кобальта (II) в смеси составило примерно 1:1 (таблица 1).

На рисунке 1 представлены спектры поглощения отдельных веществ: спиртовых растворов оксима с концентрацией 2 мг/мл (кривая 1) и кобальта (II) с концентрацией 2 мг/мл (кривая 2). Видно, что оптическая плотность этих растворов в интересующей нас области длин волн 310-400 нм невелика и для оксима максимум поглощения наблюдается при 335 нм. Максимум поглощения кобальта (II) находится левее 310 нм.

Спектр поглощения смеси оксима с кобальтом (II) и аммиаком через сутки после смешения представлен кривой 3 (рисунок 2). Видно, что максимум поглощения сдвинулся в батохромную область (в сторону более длинных волн), максимум поглощения комплекса наблюдается при 345-350 нм, и резко увеличилась величина оптической плотности. Как показано ранее [5], это свидетельствует об образовании комплекса кобальта (II) с оксимом.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СПОСОБНОСТИ ОКСИМА 3-ФЕНИЛ-5,5-ПЕНТАМЕТИЛЕН-4-ИЗОКСАЗОЛОНА К ОБРАЗОВАНИЮ КОМПЛЕКСА С КОБАЛЬТОМ (II)

Таблица 1

Характеристики изучаемых растворов

Опыт	С (оксима), мг/мл	С (соли (Co ²⁺)), мг/мл	Количество капель NH ₃ ·H ₂ O	Раствор сравнения	Время выдержки, сутки	λ _{max}	Е при λ _{max}
1	2,0	-	-	этанол	-	335	0,184
2	-	2,0	-	этанол	-	310	0,253
3	2,0	2,0	5	этанол	1	345	1,383
4	-	2,0	5	этанол	-	350	0,098
5	2,0	2,0	5	этанол	2	350	1,658
5	2,0	2,0	5	этанол	3	350	1,735
6	2,0	2,0	5	раствор 4	2	350	1,590

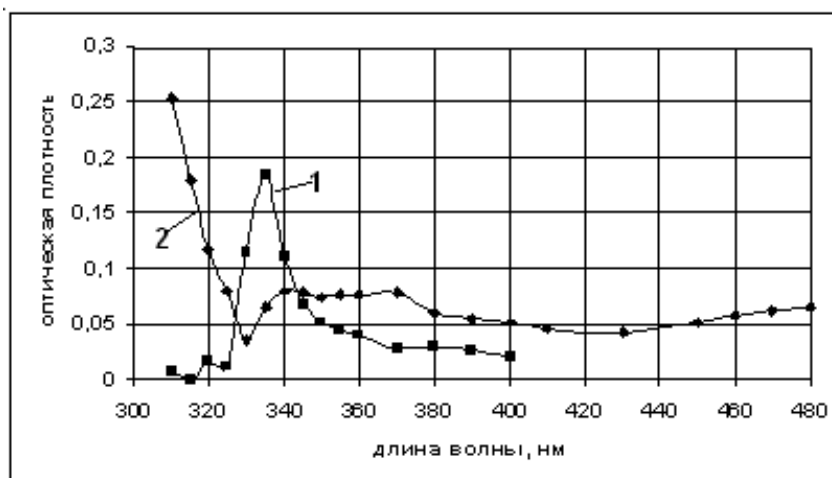


Рисунок 1. Спектры поглощения растворов 1, 2. Номер кривой соответствует номеру раствора в таблице 1

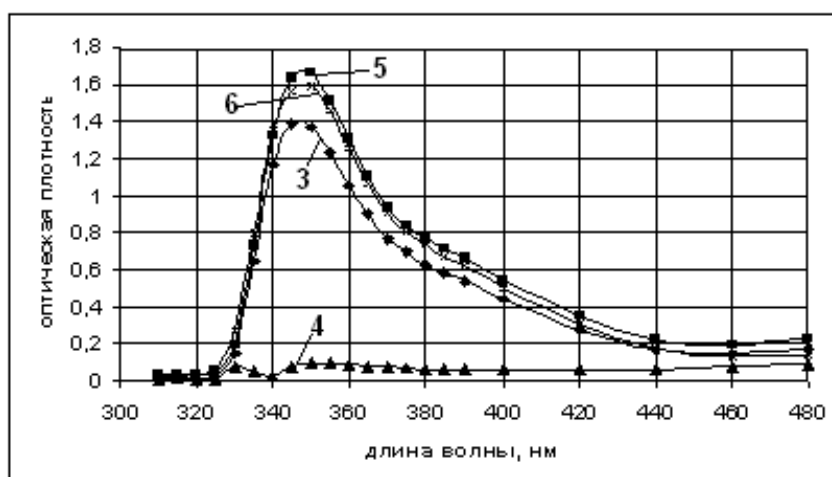


Рисунок 2. Спектры поглощения растворов 3-6. Номер кривой соответствует номеру раствора в таблице 1

Увеличение выдержки раствора до двух суток приводит к небольшому увеличению оптической плотности – кривая 5. Через трое суток величина оптической плотности практически не изменилась (таблица 1). Был снят

спектр поглощения холостой смеси (раствор хлорида кобальта (II) в этаноле (концентрация 2 мг/мл) с добавлением 5 капель аммиака) – кривая 4. Видно, что поглощение в данном интервале длин волн незначительно.

Также был снят спектр поглощения смеси растворов оксима, хлорида кобальта (II) и аммиака, относительно холостой смеси (кривая 6), для того, чтобы устранить поглощение раствора хлорида кобальта (II) в этаноле в присутствии аммиака. Как и для раствора 3 (рисунок 2), наблюдается резкое увеличение величины оптической плотности раствора 6 в максимуме поглощения при 345-350 нм. Это также подтверждает образование комплекса оксима с кобальтом (II).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Согласно полученным экспериментальным данным доказано образование комплексного соединения кобальта (II) с оксимом 3-фенил-5,5-пентаметил-4-изоксазолона в

этиловом спирте в присутствии концентрированного раствора аммиака.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Страшнова С.Б., Авраменко О.В., Чураков А.В. // Журнал неорг. химии. 2008. Т. 53. № 10. С. 1697-1701.
2. Devenci P., Özcan E., Taner B. // Коорд. химия. 2007. Т. 33. № 12. С.938-942.
3. Коган В.А., Бурлов А.С. // Коорд. Химия. 1987. Т. 13. № 7. С. 879-885.
4. Суховерская А.В., Черкасова Т.Г., Малюта Н.Г., Чурилова Н.Н. // Журнал естественных и технических наук. 2005. № 12. С. 48-53.
5. Суховерская А.В., Ким Н.М., Малюта Н.Г. // Ползуновский вестник. 2008. № 3. С. 14-16.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ТЕТРАЙОДОМЕРКУРАТА(II) КОМПЛЕКСА ЛАНТАНА(III) С ε-КАПРОЛАКТАМОМ

А. В. Тихомирова

Получено соединение тетрайодомеркурата(II) комплекса лантана(III) с ε-капролактамом. Проведены ИК спектроскопическое, гравиметрическое исследования. Качественно определена растворимость в воде и органических растворителях.

ВВЕДЕНИЕ

Выбор исходных компонентов был обусловлен следующим: тетрайодо-меркурат(II) калия находит применение в качестве реагента для определения некоторых органических анионов и аммиака, кроме того, на основе тетрайодомеркурата(II) – иона получены соединения, обладающие обратимым термохролизмом. Также координационные соединения, содержащие тетрайодо-меркурат-ион образуют полимерные цепи.

Лантаноиды являются прекрасными комплексообразователями с широким спектром координационных чисел.

Выбор ε-капролактама в качестве лиганда обусловлен его доступностью как крупнотоннажного продукта химической промышленности. Вместе с тем, комплексы металлов с ε-капролактамом весьма немногочисленны.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных веществ использованы $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (х.ч), тетрайодомеркурат(II) калия (синтезирован по методике [1]) и ε-капролактама.

К водному раствору соли приливали водный раствор тетрайодомеркурата(II) калия, а затем раствор ε-капролактама.

При pH от 4 до 8 выпадает желтоватый творожистый осадок.

При pH < 4 ε-капролактама и тетрайодомеркурат(II) калия образуют соединение – тетрайодомеркурат(II) капролактама, а при pH > 8 выпадает белый творожистый осадок гидроксида лантана(III).

Содержание лантана в полученном соединении определяли гравиметрическим методом [2].

Для решения вопроса о строении комплекса был использован ИК спектроскопический метод. ИК спектр записан на спектрофотометре Specord-75IR в области частот 4000