

**ТЕРМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗНОЛИГАНДНЫХ
КООРДИНАЦИОННЫХ СОЕДИНЕНИЙ НИТРАТА МАГНИЯ**
Джуманазарова З.К. Email: Dzhumanazarova649@scientifictext.ru

Джуманазарова Зулфия Кожабаявна - ассистент,
кафедра общей и неорганической химии,
Каракалпакский государственный университет им. Бердака, г. Ташкент, Республика Узбекистан

Аннотация: синтезированы комплексные соединения нитрата магния с карбамидом, тиокарбамидом, никотиномидом, ацетамидом и нитрокарбамидом. Установлены состав, индивидуальность, способы координации молекул никотиномидом, карбамидом, тиокарбамидом, ацетамидом и нитрокарбамидом и нитратного фрагмента. Методами термического анализа доказаны способы координации органических лигандов, окружение центрального иона и термическое поведение синтезированных соединений. Установлены состав, индивидуальность, способы координации молекулы гексагидрата нитрата магния, никотиномид, карбамида, тиокарбамида, ацетамида и нитрокарбамида и координационных соединений составов $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot NC_5H_4CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$. Показано, что новые координационные соединения существенно различаются между собой и отличаются от подобных им исходных соединений. Следовательно, синтезированные комплексы нитрата магния имеют индивидуальные кристаллические решетки.

Ключевые слова: координационные соединения, синтез, термического анализа, магниевый нитрат, карбамид, ацетамид.

**THERMAL INVESTIGATION OF LIGAND COORDINATIONMAGNESIUM
NITRATE COMPOUNDS**
Dzhumanazarova Z.K.

Dzhumanazarova Zulfiya Kozhabayevna - Assistant,
DEPARTMENT OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY,
KARAKALPAK STATE UNIVERSITY NAMED AFTER BERDAK, TASHKENT, REPUBLIC OF UZBEKISTAN

Abstract: complex compounds of magnesium nitrate with carbamide, thiocarbamide, nicotinamide, acetamide and nitrocarbamide were synthesized. The composition, individuality, methods of coordination of molecules by nicotinamide, carbamide, thiocarbamide, acetamide and nitrocarbamide and the nitrate fragment were established. Methods of thermal analysis have proven methods for coordinating organic ligands, the environment of the central ion, and the thermal behavior of the synthesized compounds. The composition, individuality, coordination methods of the magnesium nitrate hexahydrate, nicotinamide, urea, thiocarbamide, acetamide and nitrocarbamide and coordination compounds of the compositions $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot NC_5H_4CONH_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$. Showed that the new coordination compounds significantly differ from each other and from similar starting compounds. Consequently, the synthesized complexes of magnesium nitrate have individual crystal lattices.

Keywords: coordination compounds, synthesis thermal behavior analysis, magnesium nitrate, carbamide, acetamide.

УДК 546.41

При помощи метода дифференциального термического анализа легко установить направление и величину изменения энтальпии, связанной с химическими реакциями и другими процессами, происходящими в исследуемом веществе под влиянием тепла. С другой стороны, посредством метода термогравиметрии можно с высокой степенью точности определить характер и величину изменения массы пробы с ростом температуры. На основании кривой термогравиметрии можно также производить стехиометрические расчеты или вычисления процентного содержания [1].

В настоящей работе приведены результаты дериватографического изучения разнолигандных координационных соединений нитрата магния состава: $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$ (1), $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2O$ (2), $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot NC_5H_4CONH_2 \cdot H_2O$ (3), $Mg(NO_3)_2 \cdot CO(NH_2)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot H_2O$ (4), $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$ (5), $Mg(NO_3)_2 \cdot CS(NH_2)_2 \cdot CONH_2NHNO_2 \cdot H_2O$ (6).

Термический анализ проводили на дериватографе системы Паулик-Паулик-Эрдей [3] со скоростью 10 град/мин и навеской 0,1 г. на чувствительности гальванометров Т-900, ТГ-100, ДТА-1/10, ДТГ-1/10. Запись вели при атмосферных условиях с постоянным удалением газовой среды с помощью водоструйного насоса. Держателем служил платиновый тигель с диаметром 7 мм без крышки. В качестве эталона использовали Al_2O_3 .

№20

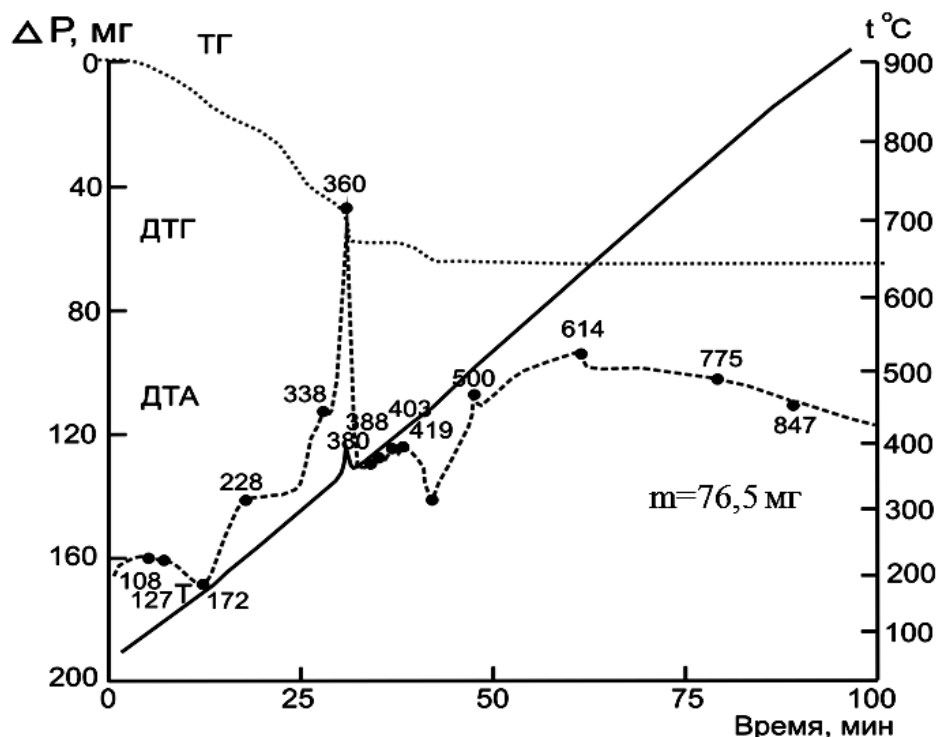


Рис. 1. Дериватограмма молекулы $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot NO_2NHCONH_2 \cdot H_2O$

На кривой ДТА соединения $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2NCONHNO_2$ обнаружены пять эндотермических эффектов при 108, 172, 228, 338, 775 и четыре экзотермических эффекта при 360, 403, 500, 614°C. Природа первого эндоэффекта связана полиморфным превращением соединения $Mg(NO_3)_2 \cdot CH_3CONH_2 \cdot H_2NCONHNO_2$. Характер последующих термоэффектов сопровождается ступенчатым разложением безводного соединения. В температурных диапазонах 80-120, 120-205, 205-313, 313-350, 350-380, 380-480, 480-550, 550-750, 750-840°C потери массы соответственно составляют 15,53; 17,96; 8,25; 7,28; 9,71; 0,49; 4,46; 16,88%. Общая убыль массы в интервале температур 90-840 °C по кривой ТГ составляет 80,58%, что соответствует образованию оксида магния (рис. 1).

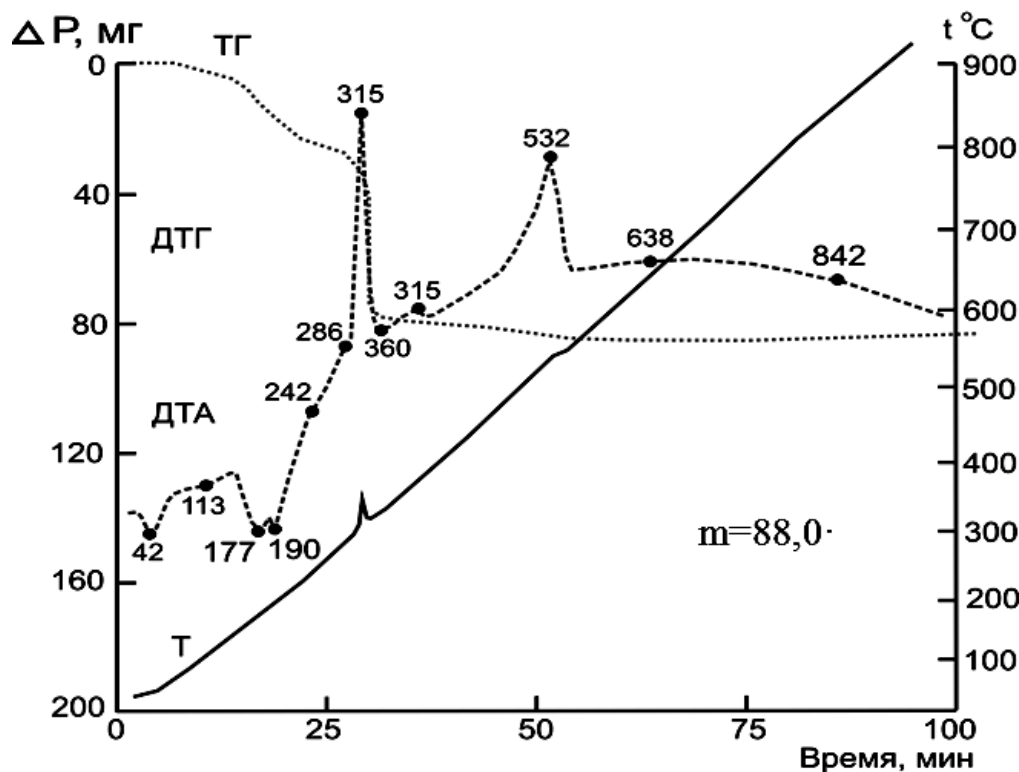


Рис. 2. Дериватограмма молекулы $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{CH}_3\text{CONH}_2 \cdot \text{NC}_5\text{H}_4\text{CONH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

На кривой нагревания соединения $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{CH}_3\text{CONH}_2 \cdot \text{NC}_5\text{H}_4\text{CONH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ обнаружены шесть эндотермических эффектов при 42, 113, 177, 190, 315, 532 и три экзотермических эффекта при 242, 286, 360°C. Появление первого эндозффекта обусловлено удалением 1 молекулы воды. Характер последующих термоэффектов сопровождается ступенчатым разложением безводного соединения. Потеря массы в интервале температур 40-100°C составляет 2,55%, вычислено 2,59%. В температурных диапазонах 100-150, 150-185, 185-230, 230-270, 270-310, 310-350, 350-520, 520-827 °C потери массы соответственно составляют 15,00; 24,44; 2,22; 10,33; 4,78; 3,33; 0,89; 11,33%. Общая убыль массы в интервале температур 60-827 °C по кривой ТГ составляет 74,87%, что соответствует образованию оксида магния (рис. 2).

Термический анализ полученных разнолигандных координационных соединений показывает, что при нагревании до 80-140°C происходит удаление внешнесферных молекул воды. В ацетамидных и карбамидных координационных соединениях при нагревании до 150-250°C происходит разложение координационных соединений и ступенчатое удаление молекул ацетамида и карбамида. В тиокарбамидных соединениях при нагревании выше 200°C происходит разложение молекулы тиокарбамида до H_2S , CS_2 , NH_2CN и образование оксидов магния и кальция. В координационных соединениях никотинамида наблюдаются эндотермические эффекты при 250-300°C, что соответствует декарбоксилированию молекулы никотинамида. Дальнейшее нагревание этих соединений приводит к ступенчатому разложению молекул никотинамида. Экзотермические эффекты при температурах выше 400°C соответствуют разложению нитратов и образованию кислородных соединений металлов [4, 5].

Список литературы / References

1. Альмяшев В.И., Гусаров В.В. Термические методы анализа: Учеб. пособие/ А 57 СПбГЭТУ (ЛЭТИ). СПб., 1999. 40 с.
2. Рентгенометрическая карточка AsTM, 1967. 16-254.
3. Paulik F., Paulik J., Erdey L. Derivatograph. I Mitteilung Ein automatisch registrierender Apparat zur gleichzeitigen Ausguchrund der Differential – ther moqravimetrischen Untersuchungen. // Z. Anal. Chem., 1958. V. 160. № 4. P. 241-250.

4. Джуманазарова З.К., Азизов Т.А., Туракулов Ж.У. Смешаннолигандные координационные соединения ацетата и нитрата кальция с амидами. // Сборник тезисов Республиканская научная конференция молодых ученых «Высокотехнологические разработки в производстве». Ташкент, 2016. С. 28-29.
5. Djumanazarova Z.K., Azizov T.A. Coordination compounds based on magnesium nitrate // XLV INTERNATIONAL SCIENTIFIC AND PRACTICAL CONFERENCE «International Scientific Review of the problems and Prospects of Modern Science and education» USA. Boston. May 25, 2018. P. 13-14.