

3. Геология месторождений угля и горючих сланцев СССР. Т.1. М.: Углехимиздат, 1963. – 1210с.
4. Геология месторождений угля и горючих сланцев СССР. Т.8. М.: Недра, 1964. 790с.
5. Геология месторождений угля и горючих сланцев СССР. Т.7. М.: Недра, 1969. – 912с.
6. *Возбуцкая А.Е.* Химия почвы. М.: ВШ, 1968. 427с.
7. Геологический словарь. Т.1. М.: Недра, 1973. 486с.
8. *Славинская Г.В., Селеменев В.Ф.* Фульвокислоты природных вод. Воронеж: Воронежский ун-т, 2001. 165с.
9. *Добровольский В.В.* Основы биогеохимии. М.: ВШ, 1998. 414с.
10. *Пуцикян Ю.Т., Шаповалов А.А., Степанов А.Л.* Гуминовые кислоты, как особый тип органоминеральных полимеров / Мат-лы XVII Международного съезда по общей и прикладной химии. 2003.
11. *Кухаренко Т.А.* Окисленные в пластах бурые и каменные угли. М.: Недра, 1972. 215с.
12. *Зиммербах О., Шнайдер Г.* Основы химии кокса. Харьков – Киев: Кокс и химия, 1933. 368с.
13. *Гринберг А.А.* Введение в химию комплексных соединений. Л-М.: Госхимиздат, 1951. 464с.
14. *Христева Л.А., Ярчук И.И.* Использование торфа, выветрившихся каменных углей и углистых сланцев для получения гуминовых удобрений / Сб. Новые методы рационального использования местных топлив. – Рига: Изд-во АН Латв. ССР, 1959. С.167-173.
15. *Исхаков Х.А. и др.* Предпосылки для создания почвенного субстрата при рекультивации нарушенных земель / Сб. мат-в научно-пр. конференции. – Кемерово: АгроСибирь, 2005. – С.93-95.

□ Авторы статьи:

Исхаков Хамза Ахметович - докт. техн. наук, проф. , ведущий научный сотрудник Института угля и углехимии СО РАН	Колосова Марина Михайловна - канд. техн. наук, доц., зав. каф. химии Кемеровского Государственного сельскохозяйственного института
--	--

**УДК 54-386:[546.763+546.562+546.48+546.47]:547.298.1.
Е.А. Герасимова, Т.Г. Черкасова**

КОМПЛЕКСЫ ТЕТРАИЗОТИОЦИАНАТОДИАММИНХРОМАТОВ (III) МЕДИ (II), КАДМИЯ (II), ЦИНКА (II) С ДИМЕТИЛФОРМАМИДОМ

Одним из наиболее универсальных реагентов, применяемого в аналитической химии, является тетраизотиоцианатодиамминхромат (III) аммония (соль Рейнеке).

Это координационное соединение применяется для выделения аминов, аминокислот, комплексных катионов металлогорганических основа-

ний, давая с ними трудорастворимые, большей частью, хорошо кристаллизующиеся соли.

Соль Рейнеке используется также для количественного определения различных катионов металлов и органических аминов [1-4].

Данная работа является продолжением исследования координационных соединений, содержа-

Результаты химического анализа

Соединение	Вычислено, %			Найдено, %		
	Cr	NCS	Me	Cr	NCS	Me
[Cu(ДМФА) ₆][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	9,14	40,77	5,62	9,00	40,70	5,58
[Cd(ДМФА) ₆][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	8,77	39,12	9,44	8,68	38,05	9,41
[Zn(ДМФА) ₄][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	10,47	46,71	6,54	10,37	46,65	6,50

Таблица 1

Характеристические полосы ИК спектра

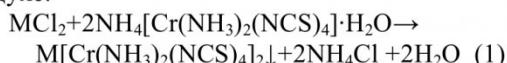
Соединения	Частоты полос поглощения, см ⁻¹				
	v(CN)	v(CS)	δ(NCS)	v(NH ₃)	v(CO)
[Cd(ДМФА) ₆][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	2065	735	530	3265	1655
[Cd(ДМФА) ₆][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	2080	800	530	3255	1640
[Zn(ДМФА) ₄][Cr(NH ₃) ₂ (SCN) ₄] ₂	2087	867	537	3293	1660

Таблица 2

щих тетраизотиоцианатодиамминхромат (III) ион. Нами получены и исследованы три комплексных соединения $[M(\text{ДМФА})_n][\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4]_2$, где $M=\text{Cd}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Zn}^{2+}$; $n=4$ (Zn), 6 (Cd, Cu).

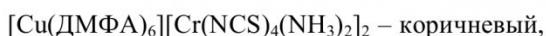
Координационные соединения получали следующим образом: при добавлении к водному раствору соли металла раствора тетраизотиоцианатодиамминхромата (III) аммония (в мольном соотношении 2 : 1) выпадал осадок (реакция 1). Его отфильтровывали, промывали дистиллированной водой и высушивали в экскаторе в темном месте. Полученные осадки – мелкодисперсные, окрашенные порошки: $\text{Cu}[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4]_2$ – темно-желтый, $\text{Cd}[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4]_2$ – розовый, $\text{Zn}[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4]_2$ – розовый.

Рейнекаты металлов обладают следующими свойствами: практически нерастворимы в воде, ацетоне, этиловом спирте, растворимы в полярных органических растворителях (диметилсульфоксид, диметилформамид), разлагаются под действием концентрированных кислот и щелочей, устойчивы на воздухе.

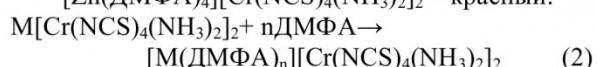


Полученные соединения металлов растворяли в небольшом избытке лиганда (диметилформамида) и по каплям добавляли дистиллированную воду до появления на поверхности раствора перламутровой пленки, затем раствор оставляли в темном месте на несколько часов до выпадения осадка, который потом отфильтровывали, промывали водой и высушивали в экскаторе при комнатной температуре. Реакция получения координационных соединений приведена ниже (реакция 2).

Все полученные координационные соединения – мелкоизделические окрашенные порошки:



$[\text{Cd}(\text{ДМФА})_6][\text{Cr}(\text{NCS})_4(\text{NH}_3)_2]_2$ – красный ,
 $[\text{Zn}(\text{ДМФА})_4][\text{Cr}(\text{NCS})_4(\text{NH}_3)_2]_2$ – красный.



Синтезированные комплексы практически нерастворимы в воде, плохо растворимы в ацетоне, этаноле, бутаноле. Хорошо растворимы в ДМСО, ДМФА, ацетонитриле, толуоле. Разлагаются под действием концентрированных кислот и щелочей.

Полученные комплексы проанализированы на содержание хрома, роданид-иона, металла. Хром определяли йодометрическим титрованием, предварительно окисляя хром (III) до хрома (VI). Роданид-ион – гравиметрически в виде роданида серебра (AgSCN). Металлы определены также гравиметрическим методом [5]. Результаты химического анализа представлены в табл. 1.

Для исследуемых комплексов были сняты ИК спектры с помощью инфракрасного Фурье – спектрометра System – 2000 фирмы «Perkin-Elmer» с использованием фотоакустического детектора MTEC Model 200 в диапазоне волновых чисел 400 – 4000 cm^{-1} с прессованием образцов в таблетки с KBr. Основные полосы приведены в табл. 2.

В ИК-спектрах всех соединений наблюдается смещение полос характеристических колебаний.

Так, в соответствии с табл. 2, можно утверждать о связи органического лиганда с металлом через кислород, это подтверждается смещением полос валентных колебаний группы CO. Роданид – ион связан с ионом комплексообразователя через азот, что соответствует валентным колебаниям $\nu(\text{CN})$. Кроме того, в спектре присутствуют полосы, соответствующие валентным колебаниям аммиака.

Все данные ИК спектроскопического анализа полученных комплексов хорошо согласуются с литературными данными.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Щербов Д.Л. Аналитическая химия элементов. Кадмий. –М.: Наука, 1973.
2. Подчайнова В.Н. Аналитическая химия элементов. Медь. –М.: Наука, 1990. 279с.
3. Накамото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений. -М.: Мир, 1966. 412с.
4. Shukla P.R. Characterization of some copper(I) and silver(I) complexes containing tetraisothiocyanato-N-diaminechromate (III) // J. Indian. Chem. Soc. 1984, 61, №10, с. 898-899.
5. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. - М.: Химия, 1965. 976с.

□ Авторы статьи:

Герасимова
Елена Александровна
– ассистент каф. химии и технологии
неорганических веществ

Черкасова
Татьяна Григорьевна
– докт.хим.наук, проф., зав. каф. химии
и технологии неорганических веществ