

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА И КОНСТАНТЫ НЕСТОЙКОСТИ КОМПЛЕКСА ДИЛИМОНОБОРНОЙ КИСЛОТЫ С ГЛИЦИНОМ

Патеюк С.А.

**Научные руководители: канд. хим. наук Дабижа О.Н., Бурнашова Н.Н.
ФГБОУ ВПО «Забайкальский государственный университет»**

Комплексные соединения бора, обладающие биоцидной активностью, вызывают неустанный интерес исследователей. В этой связи перспективным представляется синтез новых координационных соединений на основе дилимоноборной кислоты и аминокислот. Ранее, на кафедре химии ЗабГУ, Бурнашовой Н.Н. были синтезированы и изучены соединения дилимонноборной кислоты с некоторыми аминами и органическими основаниями - оксихинолином и гуанидином. В продолжение этих исследований проведен синтез комплексного соединения дилимоноборной кислоты с глицином.

3,09 г (0,05 моль) борной и 19,21 г (0,1 моль) лимонной кислот растворяли в 40 мл воды на водяной бане при температуре 50-60°C и постоянном перемешивании. Смесь кислот охлаждали и вносили 3,75 г (0,05 моль) аминокислоты. Кристаллы выпадали в течение недели. Далее их отфильтровывали, промывали дистиллированной водой, этанолом, диэтиловым эфиром и сушили на воздухе.

Ранее нами установлены количественные содержания азота, бора и кристаллизационной воды в синтезированном соединении, которые отражены в предполагаемой формуле соединения $\text{HOOCCH}_2\text{CNH}_3[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7)_2] \times \text{H}_2\text{O}$. Цель настоящей работы заключалась в исследовании реакции комплексообразования дилимоноборной и аминокислот, определении состава и стабильности полученного комплекса спектрофотометрическим и кондуктометрическим методами.

Оптическую плотность растворов измеряли с помощью фотоэлектрического фотометра КФК-3 в кюветах толщиной 0,5 см. Измерения электропроводности проводили кондуктометром К1-4 УПК УПИ при рабочей частоте 1 кГц.

Для спектрофотометрических исследований готовили 11 смесей растворов $\text{H}_3\text{BO}_3 \cdot 2\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ (А) и $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ (В) в разных соотношениях общим объемом 10 см³ (0 и 10; 1 и 9...10 и 0). Из данных табл. 1 видно, что максимум поглощения для выбранных смесей № 11 и № 6 фиксируется при $\lambda_{\text{max}}=320$ нм. Эта длина волны выбрана в качестве оптимальной для регистрации комплексов во всех смесях (таблица 2).

Таблица 1 – Зависимость оптической плотности от длины волны

λ , нм	320	350	400	450	500	550	600	650
$D_{\text{смеси}} \text{ № 11}$	0,334	0,148	0,044	0,014	0,006	0,002	0,004	0,002
$D_{\text{смеси}} \text{ № 6}$	0,308	0,163	0,073	0,047	0,035	0,030	0,027	0,028

Таблица 2 – Результаты измерения оптической плотности при $\lambda = 320$ нм

№ п/п	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$V_{\text{A}} + V_{\text{B}}, \text{ см}^3$	0/10	1/9	2/8	3/7	4/6	5/5	6/4	7/3	8/2	9/1	10/0

$D_{изм}$	0,357	0,393	0,391	0,399	0,308	0,407	0,420	0,417	0,424	0,334
-----------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

По полученным данным рассчитали k_λ для смесей №1 и №11 и для каждой смеси - $D_{теор}$ по формуле (1):

$$D_{теор} = (k_{\lambda,1} \times C_1 + k_{\lambda,2} \times C_2) \times d, \quad (1)$$

где k_λ -молярный коэффициент поглощения, $дм^2/моль$; C -молярная концентрация раствора, $моль/дм^3$, d -толщина кюветы, $дм$.

Определили разность ΔD между теоретически полученной оптической плотностью растворов в отсутствие комплексообразования $D_{теор}$ и экспериментально измеренной оптической плотностью $D_{изм}$. Зависимость ΔD от мольного состава раствора представлена на рисунке (1).

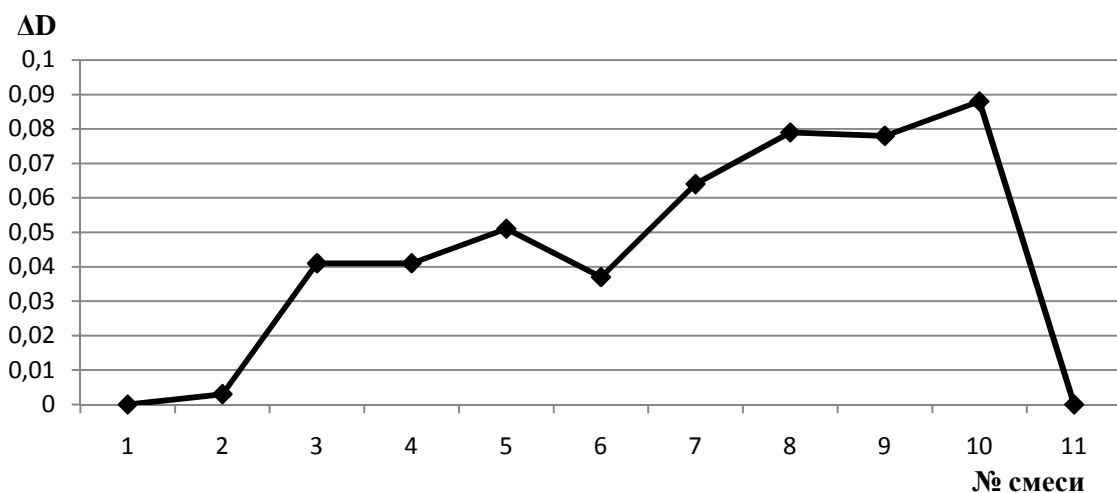


Рисунок 1 – Зависимость ΔD от соотношения между компонентами реагирующей смеси

По рисунку 1 определили, что наиболее вероятному составу в комплексе соответствует раствор №5, в котором содержание компонентов 1:1.

Из полученных данных рассчитали константу нестойкости комплекса по закону разбавления Оствальда. Степень диссоциации комплексного соединения определили по формуле (2):

$$\alpha = \frac{D_{max} - D}{D_{max}} = \frac{0,424 - 0,308}{0,424} = 0,274, \quad (2)$$

где D_{max} -максимальная оптическая плотность, D - оптическая плотность, соответствующая наиболее вероятному соотношению в комплексе.

Получили значение константы нестойкости K для исследуемого комплексного соединения по формуле (3):

$$K = \frac{\alpha^2 \times c}{1 - \alpha} = \frac{0,274^2 \times 0,1}{1 - 0,274} = 1,03 \times 10^{-2} \dots \dots \dots (3)$$

Для кондуктометрического исследования готовили смеси с различными соотношениями между компонентами (табл. 3) и определяли их электрическое сопротивление.

Таблица 3 – Объемы рабочих растворов и их сопротивление

№ раствора	1	2	3	4	5	6	7
------------	---	---	---	---	---	---	---

$V_A+V_B, \text{ см}^3$	8+2	7+3	6+4	5+5	4+6	3+7	2+8
R, Ом	20	30	50	80	100	80	80

Постоянная кондуктометрической ячейки, определенная согласно стандартной методики, равна $K=82,95 \text{ м}^{-1}$. Результаты расчетов удельной электрической проводимости реакционных смесей представлены в табл.4.

Таблица 4 – Результаты кондуктометрического исследования

№ п/п	С, моль/л		$\kappa, \text{ См} \times \text{м}^{-1}$
	$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$	$\text{H}_3\text{BO}_3 \cdot 2\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	
1	0,10	0,48	4,1475
2	0,15	0,42	2,7660
3	0,20	0,36	1,6590
4	0,25	0,30	1,0369
5	0,30	0,24	0,8295
6	0,35	0,18	1,0369
7	0,40	0,12	1,0369

Рассчитывали разницу между суммой удельных электрических проводимостей компонентов и удельной электрической проводимостью смеси $\Delta\kappa$ по формуле (4):

$$\Delta\kappa = (\kappa(\text{дил.}) + \kappa(\text{гл.})) - \kappa(\text{смеси}) \quad (4)$$

Полученные при расчетах значения представлены в таблице 5.

Таблица 5 – $\Delta\kappa$ для смесей реакционных растворов

№ колбы	1	2	3	4	5	6	7
$\Delta\kappa$	-3,3126	-1,9265	-0,8195	-0,2020	0,0054	-0,2020	-0,2020

Из таблицы 5 следует, что наиболее вероятное соотношение компонентов в комплексе 1:1 (колба № 5).

В результате кондуктометрического и спектрофотометрического исследований, определен состав синтезированного комплексного соединения $\text{HOOCCH}_2\text{CNH}_3[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2] \times \text{H}_2\text{O}$, и определена его константа нестойкости $K=1,03 \times 10^{-2}$.