

УДК 541.49: 546.677

СИНТЕЗ, РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ И ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ГЕКСАВОЛЬФРАМОХРОМАТА НАТРИЯ

А.В. Орешкина

Московский педагогический государственный университет (МПГУ)
Институт биологии и химии, кафедра общей химии

Синтезирован и исследован методами масс-спектрального, рентгенофазового и термогравиметрического анализов гексавольфрамхромат натрия, который относится к структурному типу Перлоффа. Установлена схема термораспада, наличие термических эффектов.

Ключевые слова: *гетерополисоединения, гексавольфрамхромат натрия, термический анализ, термораспад.*

Гетерополисоединения (ГПС) представляют собой класс координационных соединений, в которых оксометаллатная сфера выступает в качестве единого лиганда по отношению к одному, иногда к нескольким элементам – комплексообразователям, образуя гетерополианионы (ГПА). Чаще всего в состав лигандов комплексных гетерополианионов входят молекулы оксидов только одного металла. Однако существуют гетерополианионы, которые содержат различные лиганды, включающие молекулы оксидов двух различных металлов. Если центральный элемент комплексного аниона и элементы, входящие в состав лигандов, одинаковы, то в этом случае соединение с таким комплексным анионом называется изополисоединением, а соответствующая ему кислота – изополикислотой [1]. Гетерополисоединения могут содержать как один, так и несколько комплексообразующих атомов. В зависимости от этого гетерополисоединения называют одноядерными или многоядерными. Полученное соединение относится к структурному типу Перлоффа и имеет октаэдрическое окружение молекулами оксида вольфрама [2].

Синтез осуществляли по оригинальной методике: к горячему раствору вольфрамата натрия, подкисленного до pH 3 концентрированной азотной кислотой, добавляли горячий раствор ацетата хрома. Полученную смесь нагревали на водяной бане до уменьшения объема в пять раз. Выпаренный раствор отфильтровывали и охлаждали в эксикаторе над щелочью. Спустя 5 суток выпадали красные кристаллы, которые отфильтровывали и промывали дистиллированной водой. Для уточнения количественного состава был проведен масс-спектральный анализ (табл. 1).

Таблица 1

Данные масс-спектрального анализа $\text{Na}_3[\text{CrW}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ГПС	Na	Cr	W	O	H ₂ O
Найдено, %	4.00	3.01	64.08	22.28	6.26
Для $\text{Na}_3[\text{CrW}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Вычислено, %	4.08	3.04	64.02	22.31	6.29

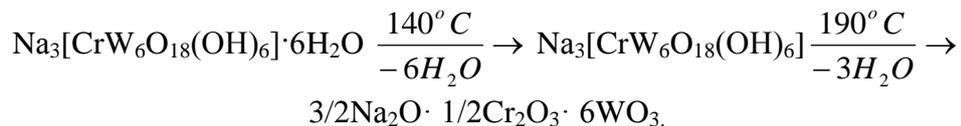
Синтезированный гексавольфрахромат натрия исследовали рентгенофазовым анализом. Сопоставление полученных штрихрентгенограмм с базами данных позволило установить, что соединение не содержит возможных примесей и идентифицировано как самостоятельное соединение, относящееся к моноклинной сингонии, определены параметры элементарных ячеек, числа формульных единиц, пикнометрические плотности по методу Сыромятникова (табл. 2).

Таблица 2

Данные рентгенофазового анализа гексавольфрахромата натрия

ГПС	a, Å	b, Å	c, Å	β , °	V, Å ³	ρ , г/см ³	Z
$\text{Na}_3[\text{CrW}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	10,31	10,31	17,55	100,93	1834,77	3,04	2

Термогравиметрический анализ (ТГА) соединения показал наличие двух эндотермических эффектов. Первый эндоэффект (при 140 °С) отвечает за удаление шести кристаллизационных молекул воды. Второй эндотермический эффект (при 190 °С) соответствует удалению трех молекул воды, образуется смесь оксидов натрия, хрома и вольфрама. Схема термического разложения соединений может быть представлена следующим образом:



Список литературы

1. Поп М.С. Гетерополи- и изополиоксометаллаты. Новосибирск: Наука, 1990. 232 с.
2. Perloff A. // Inorg. Chem. 1970. V. 9, № 10. P. 2228–2239.

**SYNTHESIS, X-RAY PHASE AND THERMAL ANALYSIS
OF SODIUM HEXAVANADATE**

A.V. Oreshkina

Moscow state pedagogical university
Institute of biology and chemistry the Department of General chemistry

Synthesized and studied by mass spectral, x-ray phase and thermogravimetric methods of analysis hexavalentchromium sodium, which belongs to the structural type of Perloff. Established a scheme of thermal decomposition, the presence of thermal effects.

Keywords: *heteropolysaccharide, hexavalentchromium sodium, thermal analysis, thermal decomposition.*

Об авторах:

ОРЕШКИНА Анастасия Васильевна – кандидат химических наук, доцент, доцент кафедры общей химии Института биологии и химии Московского педагогического государственного университета, e-mail: nastjaor2011@yandex.ru