

## СИНТЕЗА И ИДЕНТИФИКАЦИЈА НА ДВОЈНИ СУЛФАТИ НА КОБАЛТ, НИКЕЛ И ЦИНК СО ДИМЕТИЛАМОНИУМ КАТЈОНОТ

В.Јордановска и С.Гуревска

Хемиски институт, Природно-математички факултет, Скопје

Во продолжение на работата на синтеза на двојни сулфати од типот  $M_2M^{II}(SO_4)_2 \cdot xH_2O$ , ги синтетизиравме двојните сулфати на кобалт, никел и цинк со диметиламониум катјонот, за чие постоење не беа најдени литературни податоци.

За оваа цел употребивме водени раствори на метал сулфат и диметиламониум сулфат во молски однос 1:3, во сулфурнокисела средина. Со изотермно испарување на собна температура од смешата изолиравме призматични кристали. Кристалите ги филтриравме, ги миевме со алкохол и сушевме на воздух. Определувањето на составот и стехиометријата на добиените соединенија го направивме со методите на рендгенска прашковна дифракција, термичка анализа, елементарна анализа и инфрацрвена спектроскопија.

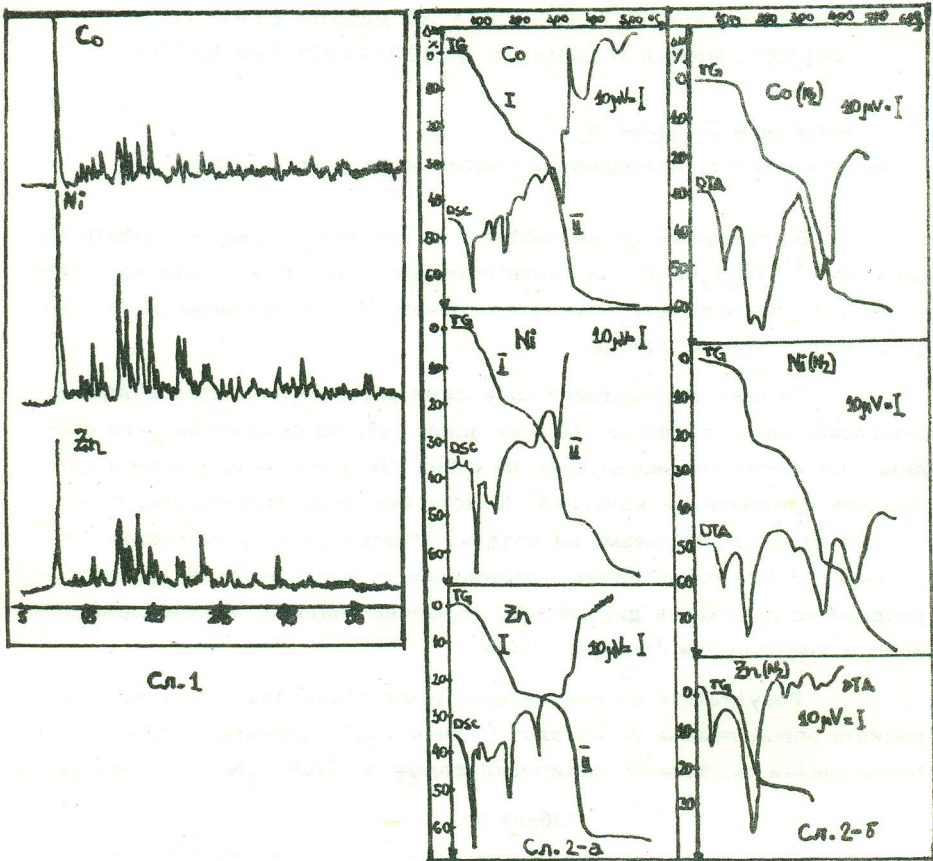
Резултатите од елементарната микроанализа и комплексометриското определување на металот (Табела бр.1) покажуваат дека се добиени двојни сулфати со емпириска формула:  $[(CH_3)_2NH_2]_2M(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ .

Табела бр.1

	Co		Ni		Zn	
	Теор.	Експ.	Теор.	Експ.	Теор.	Експ.
% $M^{2+}$	13,06	12,82	13,01	12,52	14,28	13,77
% C	10,64	11,14	10,65		10,49	10,70
% H	6,25		6,26	6,20	6,16	6,06
% N	6,21	6,49	6,21	6,52	6,12	6,13

Рендгенските дифрактограми (сл.бр.1) на двојните сулфати на кобалтот, никелот и цинкот покажуваат изоструктурност.

На добиените двојни сулфати направена е и термичка анализа во струја на воздух до  $500^{\circ}C$  (термоанализер Mettler) и во инертна средина – азот (термоанализер Netzch) до температура до  $600^{\circ}C$  (освен за двојниот сулфат на цинкот, каде снимањето е прекинато на  $300^{\circ}C$ ).

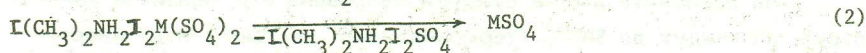
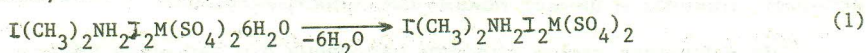


Сл. 1

Сл. 2-а

Сл. 2-б

TG и DSC кривите снимени во струја на воздух (Сл.2-а) покажуваат дека термичкото разложување во температурен интервал од 20-500°C се одвива во две етапи. Во првата етапа се одвива дехидратацијата, а во втората разложувањето на безводните двојни сулфати. Коначен продукт на разложувањето е метал сулфат што е потврдено со снимање на дифрактограми на остатоците од термичката анализа. Разложувањето може да се прикаже со следниве равенки:



Загубата на маса во проценти, во етапата на дехидратација, е приближно иста при снимање во воздух и при снимање во азот (Сл.2-б).

На DTA - кривите снимени во азот, може да се забележи дека во областа на дехидратацијата се јавуваат два пика што укажува на тоа

дека водите се одделуваат во два степени, што упатува на претпоставката дека веројатно во молекулата водите се сврзани на два различни начини.

Во инертна средина безводниот двоен сулфат на кобалтот се разложува до кобалт сулфат, што е потврдено со снимениот дифрактограм на остатокот, а според бојата на остатокот и процентот од масата, заклучуваме дека од диметиламониум сулфат заостанува елементарен јаглерод. Но, за разлика од двојниот сулфат на кобалтот, двојниот сулфат на никелот се разложува до никел(II) оксид и елементарен јаглерод, што е потврдено со снимање на дифрактограм на остатокот од термичката анализа.

Снимени се и IR- спектри на добиените соединенија, чија асигнација е дадена во следнава табела:

$\tilde{\nu}$ (cm <sup>-1</sup> )	3600-2900	2900-2600	1010	990	950 -700	600	470
инт.	s	s	s	sr	sr	sr	sl
асигн.	$\nu_s(=\ddot{N}H_2)$ ; $\nu_{as}(=\ddot{N}H_2)$ ; $\nu_s(H_2O)$ ; $\nu_{as}(H_2O)$	$\nu_s(-CH_3)$ ; $\nu_{as}(-CH_3)$	$\nu(C-N)$	$\nu_1(SO_4)$	$\nu(H_2O)$ $\nu(N-H)$ $\nu(CH_3)$	$\nu(H_2O)$	$\nu_2(SO_4)$

Double sulphates of Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, with dimethylammonium cation, have been obtained by isothermal evaporation at room temperature. Mixture of aqueous solutions of methal sulphate and dimethylammonium sulphate in molar ratio 1:3, was used.

The obtained double sulphates were identified by X-ray powder diffraction, IR-spectroscopy, thermal analysis and elementary analysis.