

## СИНТЕЗ И СВОЙСТВА МОНОМЕРНОГО КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ НА ОСНОВЕ АКРИЛАМИДА

**Хамдамова Феруза Амиркуловна**

ассистент, Ташкентский химико-технологический институт Республика Узбекистан, г. Ташкент

E-mail:

**Максумова Ойтура Ситдиқовна**

доктор химических наук, профессор, Ташкентский химико-технологический институт

Республика Узбекистан, г. Ташкент

E-mail: [omaksumovas@mail.ru](mailto:omaksumovas@mail.ru)

### Аннотация

Синтезированы мономерные комплексные соединения на основе акриламида и хлоридов меди. Реакция взаимодействия акриламида с хлоридом меди проводилась при нагревании в растворах с последующим промыванием и высушиванием выпавших кристаллических осадков мономерных солей. Установлено, что мономерные комплексные соли образуются в мольном соотношении металл-акриламид 1:4. Строение и состав синтезированных кристаллических мономерных солей исследованы методами ИК-, ЯМР-спектроскопии, рентгеноструктурным и элементными анализами. Содержание меди в полученных комплексных соединениях составило 18,11%. Показано, что комплексное соединение на основе акриламида и меди обладает высокой степени кристалличности, состоит из 12,63% аморфного и 87,37% кристаллического строения. Идентифицирована тетрадентатная координация меди акриламидом и O-хелатирование за счет донорно-акцепторных связей карбонильной группы -  $[C_{12}H_{24}N_4O_4Zn]$ . В ИК-спектрах синтезированных мономерных комплексных солей проявляются полосы поглощения, характерные для связей Cu-O и смещение максимумов функциональных групп акриламида.

### Экспериментальная часть

Акриламид (2-пропенамид)  $CH_2=CHC(O)NH_2$  - [амид акриловой кислоты](#), представляет собой бесцветные кристаллы с  $T_{пл.}=84,5^{\circ}C$ ,  $T_{кип.}=215^{\circ}C$ , плотностью  $1,122 \text{ г/см}^3$ . Растворяется в воде, этаноле, [ацетоне](#). Этанол (этиловый спирт, метилкарбинол) -  $CH_3CH_2OH$  - одноатомный алифатический спирт, бесцветная легкоподвижная жидкость с характерным запахом.  $T_{пл.}=-114,15^{\circ}C$ ,  $T_{кип.}=78,39^{\circ}C$ , плотность  $0,7893 \text{ г/см}^3$ . Его абсолютировали обезвоживанием оксидом кальция, затем перегоняли и отбирали фракцию с  $T_{кип.} = 78^{\circ}C$ . Хлорид

меди -  $\text{CuCl}_2$  представляет собой голубовато-зеленые кристаллы без запаха с  $T_{\text{пл}}=498\text{ }^\circ\text{C}$ ;  $T_{\text{кип.}}=993\text{ }^\circ\text{C}$ ; плотность  $3,386\text{ г/см}^3$ .

ИК-спектры исходных реагентов и синтезированных мономеров снимались на ИК-Фурье-спектрофотометре IRTracer-100 - разработка компании SHIMADZU (Япония) в диапазоне волновых чисел  $400\text{-}4000\text{ см}^{-1}$  в таблетках KBr. ПМР-спектры исходных реагентов и синтезированных веществ регистрировались на спектрометре «Вариан-Т-6-» с рабочей частотой на ядрах  $^1\text{H}$   $60,0\text{ МГц}$  при температуре  $30\text{ }^\circ\text{C}$ . Для приготовления пробы требуется  $5\text{-}10\text{ мг}$  вещества. Применяемый растворитель в идеальном случае не должен содержать собственных протонов ( $\text{CD}_3\text{COCD}_3$ ). В ампулу вводится также небольшое количество ( $\sim 1\%$ ) ТМС в качестве внутреннего этанола.

ЯМР-спектры регистрировались на спектрометре Avance 500 (Bruker, Германия) с рабочей частотой  $500\text{ МГц}$  для ядер  $^1\text{H}$  и  $126\text{ МГц}$  для ядер  $^{13}\text{C}$  при температуре  $293\text{ К}$ . Использовались следующие параметры записи спектров ЯМР  $^{13}\text{C}$ : время выборки спада свободной индукции ( $\text{AQТ} = 0,5\text{ с}$ ); время релаксационной задержки ( $\text{RD} = 2\text{ с}$ ); количество накоплений ( $\text{NS} = 22\ 000$ ); число точек, описывающих реальный спектр ( $\text{SI}=32\text{ К}$ ). Число накоплений при записи спектров ЯМР  $^1\text{H}$  составляло  $128$ .

Строение синтезированных комплексных соединений акриламида определено методом рентгеноструктурного анализа (РСА). Наборы отражений получены при  $293\text{ К}$  на автодифрактометрах Xcalibur R (Oxford Diffraction, Англия). ( $\text{CuK}_\alpha$ -излучение,  $\lambda=1,54184\text{ \AA}$ ,  $\omega$ -сканирование, графитовый монохроматор). Все неводородные атомы локализованы в разностных синтесах электронной плотности и уточнены по  $F^2_{hkl}$  в анизотропном приближении. Позиции всех атомов  $\text{H}$  рассчитаны геометрически и включены в уточнение в изотропном приближении. Монокристалл имеет форму тонкой прозрачной пластинки размером  $0,42 \times 0,12 \times 0,1\text{ мм}$ .

Элементный анализ на углерод, водород и азот проводили на автоматическом газовом анализаторе CHNS-3 FA 1108 Elemental Analyser (Carlo Erba), на бор и марганец – методом ICP MS на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP 6300 Duo.

Методика синтеза мономерного комплекса на основе акиламида и  $\text{CuCl}_2$ . Навески  $0,4\text{ моль}$  акриламида и  $0,1\text{ моль}$   $\text{CuCl}_2$  соли растворялись в  $50\text{ мл}$  этаноле и нагревались при  $60\text{ }^\circ\text{C}$  в течение  $5\text{ часов}$ . Затем смесь упаривалась до объёма  $1/3$ . После охлаждения до комнатной температуры выпадал зелёный кристаллический осадок. Методом осаждения из раствора  $\text{AgNO}_3$  удалили ионы хлора. Полученный осадок отфильтровывали, дважды промывали ацетоном и сушили на воздухе. Выпавший осадок имеет состав  $[\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_4\text{Cu}]$ .

### Обсуждение полученных результатов

Молекулярное комплексное соединение на основе акриламида с хлоридом меди синтезировано при соотношении реагентов 4:1. Реакцию их присоединения можно описать по следующей схеме:



Структура и состав полученного комплексного соединения подтверждены данными ИК-спектроскопии и элементного анализа (рис.1,2).

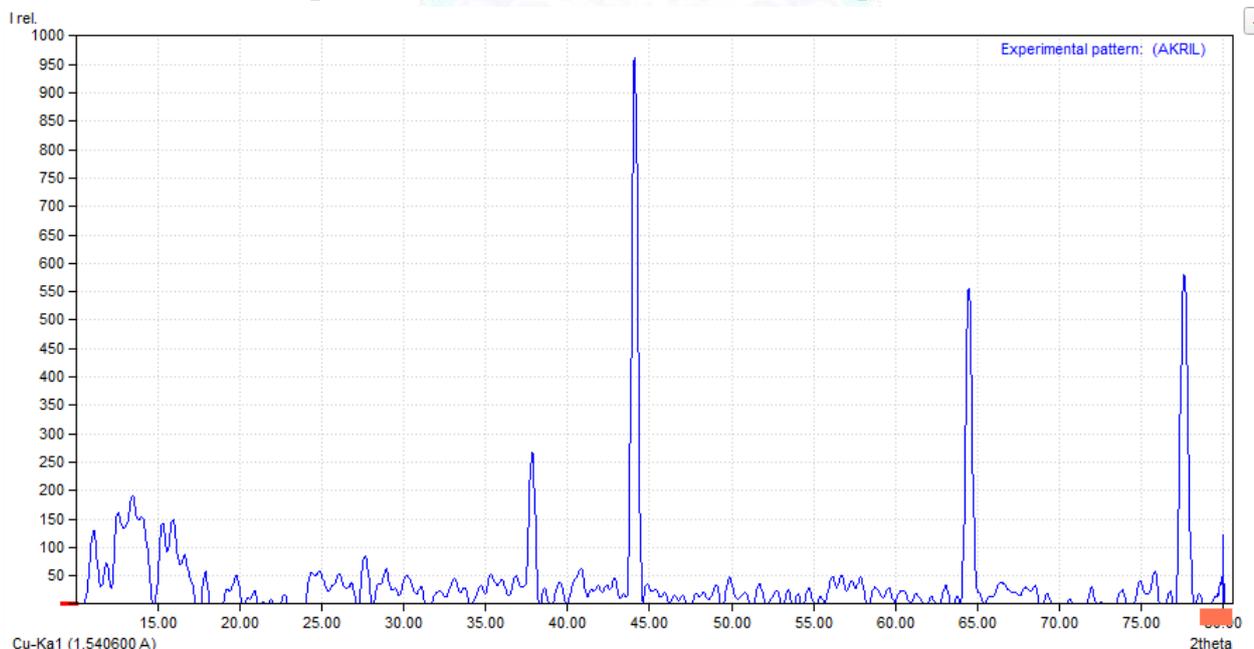


Рис.1. Элементный состав мономерного комплексного соединения на основе акриламида и меди(II).

Синтезированное комплексное соединение хлорида меди с акриламидом представляет собой устойчивое на воздухе зеленые кристаллы, имеющее состав: найдено, % С- 41,10; Н - 6,71; О -18,12; Cu -18,11; N-15,80; вычислено, %: С- 41,00; Н - 6,81; О -18,20; Cu -18,17; N-15,90

Структура синтезированного комплексного соединения установлено ИК-спектроскопическим методом по смещению характерных полос поглощения акриламида [27]. Сравнением ИК-спектров свободного акриламида и комплексного соединения установлено, что сильная широкая полоса, наблюдаемая при  $1673 \text{ см}^{-1}$  в свободном акриламиде сместилась при комплексообразовании к более низким частотам при  $1662 \text{ см}^{-1}$  (рис.2). Полоса поглощения свободного акриламида при  $1614 \text{ см}^{-1}$  сместилось в ИК-спектре комплексного соединения к более низким волновым числам при  $1599 \text{ см}^{-1}$ . Полоса поглощения  $\text{NH}_2$  группы при  $1138 \text{ см}^{-1}$  в свободном акриламиде сместилась к  $1112 \text{ см}^{-1}$ ; полосы поглощения  $\text{C}=\text{C}$  в области  $981 \text{ см}^{-1}$  и  $1276 \text{ см}^{-1}$ , характерных для области неплоских деформационных колебаний  $=\text{CH}$ , а полосы валентных колебания связи  $\text{C}=\text{C}$  в области  $1589 \text{ см}^{-1}$  показывают на сохранении

двойных связей. Результаты ИК-спектроскопии показывают, что акриламидные лиганды связаны с комплексообразователем через атомы кислорода карбонильных групп.

