Российская академия наук

Дальневосточное отделение

Институт химии

На правах рукописи

04201001468 Панасенко Александр Евгеньевич

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ КИСЛОРОД- И ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ СУРЬМЫ(Ш)

02.00.01 — неорганическая химия

Диссертация на соискание ученой степени кандидата химических наук

Научный руководитель доктор химических наук, профессор J1. А. Земнухова

Владивосток — 2009

-2-

Содержание

ВВЕДЕНИЕ 5

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР 10

1.1. Сурьма. Нахождение в природе, история изучения 10

1.2. Оксиды сурьмы 11

1.2.1. Получение и свойства оксида сурьмьі(ІІІ) 11

1.2.2. Применение оксида сурьмьі(ІІІ) 14

1.2.3. Другие кислородсодержащие соединения сурьмы(Ш) 19

1.3. Галогенсодержащие соединения сурьмы(Ш) 21

1.3.1. Простые галогениды сурьмы(Ш) 21

1.3.2. Комплексные фториды сурьмы(Ш), фторантимонаты(Ш) 23

1.3.3. Фторсодержащие гетеролигандные комплексы сурьмы(Ш) 26

1.3.4. Оксогалогениды сурьмы(Ш) 28

ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА 32

2.1. Синтез веществ 32

2.1.1. Синтез оксида сурьмы(Ш) 32

2.1.2. Синтез оксогалогенидов сурьмы(Ш) 33

2.1.3. Синтез фторидных гомо- и гетеролигандных комплексов сурьмы(Ш) 34

2.2. Методы исследования веществ 35

2.2.1. Методы химического анализа 35

2.2.2. Инструментальные методы исследования 38

-з -

ГЛАВА 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ 42

3.1. Оксид сурьмы(Ш) 42

3.1.1. Синтез, фазовый состав и структура оксида сурьмы(Ш) 42

3.1.2. Морфология оксида сурьмы(Ш) 49

3.1.3. Оптические свойства оксида сурьмы(Ш) 54

3.1.4. Колебательные спектры оксида сурьмы(Ш) 59

3.2. Оксогалогениды сурьмы(Ш) 67

3.2.1. Оксогалогениды сурьмы(Ш) типа SbkOmHaln 67

3.2.2. Оксогалогенантимонаты(Ш) типа MpSbkOmHaln 69

3.2.3. Морфология оксогалогенидов сурьмы(Ш) 73

3.2.4. Оптические свойства оксогалогенидов сурьмы(Ш) 75

3.2.5. Термический анализ комплексов MSb2BrF40 (М — К, Rb, NH4) 78

3.3. Ионная подвижность в координационных соединениях сурьмы(Ш) 81

3.3.1. Ионная подвижность в комплексах типа MSbHalF3 81

3.3.2. Ионная подвижность в оксогалогенидных соединениях сурьмы(Ш) 95

ВЫВОДЫ 101

ЛИТЕРАТУРА

103

Выводы

 СинтезированосемьобразцовоксидасурьмыШизводныхрастворовипутемгидролизавприсутствииНВиЫаВОгсвойствакоторыхизученывсравнениискоммерческимиобразцамиСприменениемметодовхимическогоирентгенофазовогоанализасканирующейэлектронноймикроскопиииспектроскопииИККРЯКРустановленавозможностьполученияизводныхрастворовчистогопутемгидролизавраствореНВлибосмесиаимодификацийСтепеньупорядоченностикристаллическойрешеткисогласноданнымЯКРсинтезированногопутемгидролиза



нижечемреактивовширинасигналовЯКР’большев—раз

 ВыполненквантовохимическийрасчетколебательныхспектровоксидасурьмыШисделаноотнесениелинийпоглощениявспектрахаиПолученныеданныеиспользованыдляанализаколебательныхспектровгалогенидныхсоединенийсурьмыШПредложенспособколичественногоопределенияфазовогосоставанаоснованииспектровКР

 СинтезированыизводныхрастворовпростыеоксогалогенидысурьмыШикомплексныегалогенантимонатьіІІІ Соединение

полученовпервыеМетодомсканирующейэлектронноймикроскопииизученаморфологияполученныхвеществиустановленочторазмерчастицвзависимостиотсостававарьируетотдомкмСоединенияохарактеризованыметодамиИКспектроскопии— см

рентгенофазовогоанализаитермогравиметрии—°С

 ИзученыоптическиесвойствазаписаныспектрыполногоотражениярассчитанысветостойкостьибелизнаоксидасурьмыШпростыхикомплексныхоксогалогенантимонатовІІІ вобласти—нм

Установленозначительноепоглощение дляоксидаипростых

оксогалогенидовсурьмыШвдиапазоне—нмОтражениеизлучениявобластинмдлявразавышечемдля





рЬгОзКомплексныеоксогалогенантимонатыШпосравнениюсоксидомипростымиоксогалогенидамисурьмыШобладаютбольшимпоглощениемвультрафиолетовойобластиспектраБелизнаизученныхвеществлежитвдиапазонеотдоПоказаночтопооптическимпараметрамсоединенияпригодныдляиспользованиявкачествепигментовнаполнителей—вкачествеУФфильтров

 МетодомЯМР’НизученаионнаяподвижностьвгетеролигандныхсоединенияхМ—К——всравнениисихгомолиганднымифториднымианалогамииУстановленочтогетеролигандныесоединениясурьмыШотличаютсяоткомплексныхфтороантимонатовІПменьшейтемпературойплавлениякромеиинымхарактеромионныхдвиженийопределенытемпературыплавленияиначаладиффузиивофториднойподрешетке