

UOT 547.442

EFEDRİN ÜZVİ LIQANDLI İTTERBIUM (II) DİHALOGEN BİSTETRAHİDROFURAN SOLVAT KOMPLEKSLƏRİNİN SİNTEZİ, QURULUŞ VƏ TERMİKİ XASSƏLƏRİNİN TƏDQIQI

F.K.Paşayeva, D.Ə.Əliyeva, L.F.Xıdırova, H.Ə.Cavadova

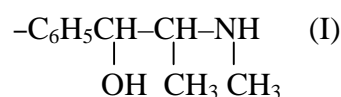
*AMEA-nın M.F.Nağıyev adına Kimya Problemləri İnstitutu
AZ 1143 Bakı, H.Cavid pr.,29; e-mail: itpcht@lan.ab.az*

Məqalə ikivalentli itterbium dihalogen tetrahidrofuran solvat duzlarının efedrin üzvi liqandı ilə kompleks əmələ gətirmək imkanlarının araşdırılmasına, alınmış birləşmələrin quruluş və termiki xassələrinin tədqiqinə həsr edilmişdir.

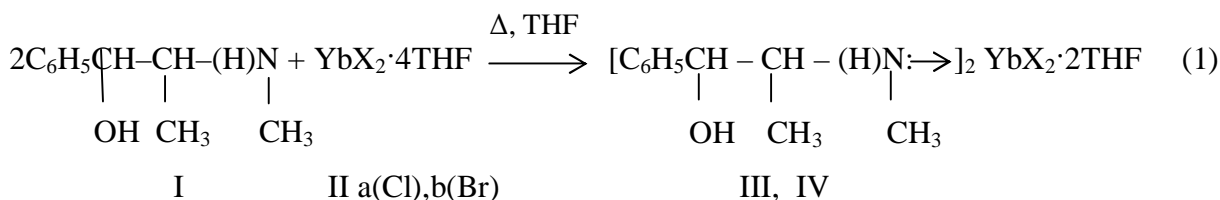
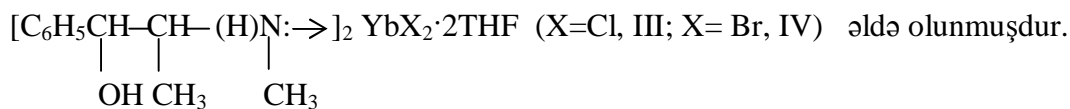
Açar sözlər: itterbium, dihalogen, efedrin, solvatlar, koordinasiya birləşmələri

Keçid elementli koordinasiya birləşmələrinin sintezi və tədqiqi istiqamətində aparılan elmi-tədqiqat işlərinin davamı kimi [1] təqdim olunan işdə nadir torpaq elementi (lantanid) birləşmələrdən iki valentli itterbiumun bioloji aktiv liqandlı komplekslərinin sintezi və tədqiqi ilə əlaqədar alınmış nəticələrin şərhini vermişdir. İki valentli lantanid nümayəndələrindən biri itterbiumun Qrinyar tip reaktivləri $RYbX$ (R_2Yb) istər homogen katalizdəki, istərsə də üzvi sintezdəki xüsusi rolunu nəzərə alaraq, onun xlorid və bromid qalıqlı solvat duzlarından istifadə edərək bioloji aktiv efedrin, üzvi liqandlı

koordinasiya tip komplekslərinin sintezi həyata keçirilmişdir. Bunun üçün efedrin



və $YbX_2 \cdot (THF)_4$ (II a,b) müvafiq olaraq 2:1 mol nisbətləri miqdarında götürülmüş və reaksiya tetrahidrofuran (THF) kimi güclü polyar həlledicisi mühitində aparılmışdır. (1) Reaksiya qarışığı bir neçə saat (2-3) müddətində qaynadılmaqla aparılmışdır. Nəticədə 70-75% çıxımla məqsədli məhsullar: bis-efedrin itterbium dihalogen di tetrahidrofuran solvat kompleksləri

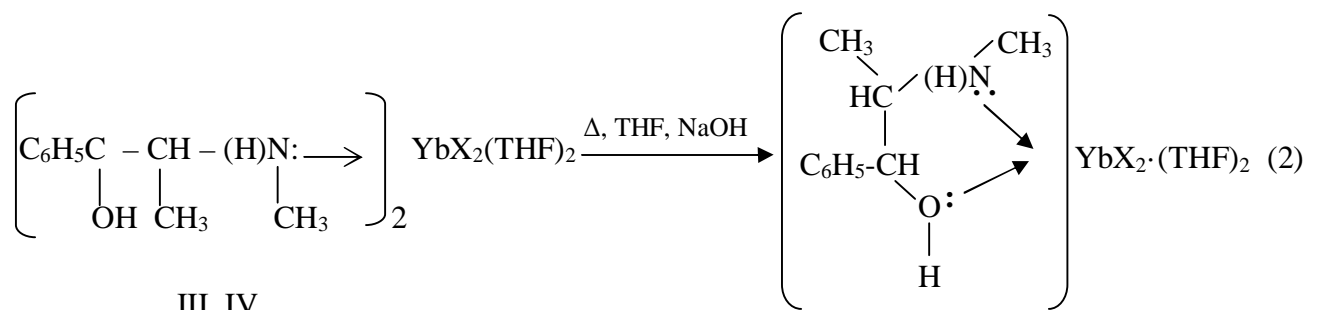


(1) Reaksiya üçün götürülmüş $YbX_2 \cdot 4THF$ solvat duzları [2] metodunun köməyi ilə əldə olunmuşdur. III və IV solvat komplekslərinin reaksiya qarışığından yüksək

təmizlik və itkisiz çıxarılması üçün (1) reaksiyası başa çatdıqdan sonra həlledici – THF reaksiya üçün götürülmüş ümumi həcmnin 70-80% həcmi miqdarında qızdırılmaqla qovulur və

açıq sarı rəngli qalığ üzərinə 3-5 ml olmaqla 3 dəfə mütləqləşdirilmiş diizopropil efiri ilə möhkəm qarışdırılmaqla yuyulur. Qarışdırılma nəticəsində alınmış çöküntü məhluldan dekantasiya yolu ilə ayrılır və N₂ altında qurudulur. Element analizinin nəticələrinə görə III və IV itterbiumlu solvat kompleksləri üçün təklif olunmuş C₂₀H₃₀N₂YbCl₂O₂·2C₄H₈O (III), C₂₀H₃₀N₂YbBr₂O₂·2C₄H₈O (IV) brutto formuluna tam uyğun gəlir. Hər iki solvat kompleksi ərimə deyil, parçalanma temperaturlarına malik olmaqla III > T_{parç.} 118⁰C, IV isə T_{parç.} 137⁰C-dən yuxarı temperaturda parçalanırlar. İQ-spektrin nəticələrinə görə solvatəmələgətirici THF-nin itterbiumlu əmələ gətirdiyi C-O rabitəsinin valent tezlik zolaqlarının ν_{C-O} (as,s) 1080,936 sm⁻¹ udulma tezliklərinə uyğun gəlməsi və sərbəst THF molekulundakı C-O rabitəsinin valent udulma tezliyindən ν_{C-O} 70-80 sm⁻¹ qədərində sürüşməsi THF molekulun Yb-la çox güclü koordinasiya rabitədə olmasını sübut edir. Digər tərəfdən, İQ-spektrin sərbəst efedrin molekulundakı N-H rabitəsinə xarakterizə edən ν_{NH} 2420 sm⁻¹ udulma zolağının III və IV komplekslərində ν_{NH} 2460 sm və ν_{NH} 2480 sm⁻¹ sürüşməsi azot atomunun Yb-la effektiv koordinasiya rabitədə olmasını sübut edir. Maraqlıdır ki, həm III, həm də IV efedrin liqandlı solvat komplekslərinin inert mühitdə 100-200⁰C temperaturda termiki işlənməsi, əvvəlcə, itterbiumlu koordinasiya

olunmuş THF və efedrin molekullarının ayrılması ilə bu birləşmələrin açıq hava mühitində eyni temperatur intervalında işlənməsi isə həm THF, həm də efedrin üzvi liqandlarının oksidləşməsi ilə yanaşı halogenlərində oksihalogenlərə çevrilməsi ilə müşahidə olunur. Nəticədə isə kompleks tam parçalanmaya məruz qalır. (1) Reaksiyası ilə əldə olunan və tədqiq edilən III və IV solvat komplekslərinin həllolma qabiliyyətlərinə gəlincə qeyd edilməlidir ki, bu komplekslər suda pis həll olmaqla asanlıqla hidrolizə uğrayırlar. Aseton, spirt və toluol kimi üzvi həlledicilərdə isə 23-42 q/l intervalında həllolma qabiliyyətləri göstərilir. Onlar, məsələn piridin kimi həlledicilərdə həll edildikləri zaman həm üzvi liqandlı, həm solvatəmələgətiricinin itterbium koordinasiya əhatəsindən çıxarmaqla itterbiumun dihalogen solvat duzları YbX₂·nNC₅H₅ əmələ gətirirlər. Müəyyən edilmişdir ki, III və IV solvat komplekslərinin NaOH mühitində (pH=10-12) (2) reaksiyası ilə reaksiya qarışığının bir neçə saat (2-3) müddətində 30÷40⁰C temperaturda qızdırılmaqla qarışdırılması bu birləşmələrin yenidən qruplaşması baş verir ki, bu da efedindəki sərbəst OH-qruplarının itterbiumlu molekul daxili koordinasiyası hesabına V və VI iki koordinasiya mərkəzli solvat komplekslərinin alınmasına gətirib çıxarır.



III, IV

X = Cl (III, V), X = Br (IV, VI)

(2) Reaksiyası nəticəsində sintez edilən V və VI metalkomplekslərinin parçalanma temperaturları müəyyən edilərkən müvafiq olaraq III və IV solvat komplekslərindən xeyli yuxarı ν -T_{parç.} 182⁰C, ν -T_{parç.} > 196⁰C

parçalanma temperaturlarına malik olmaları müəyyən edilmişdir. Reaksiya zamanı efedindəki OH qruplarının Yb-la molekul daxili koordinasiya rabitə ilə yeni birləşmə əmələ gətirməsi İQ-spektrin nəticələrinə görə bir

mənalı təsdiq edilmişdir. Belə ki, III və IV komplekslərindəki OH- qruplarının valent udulma zolaqlarının İQ-spektri 3560 sm^{-1} və 3562 sm^{-1} -də yerləşməsi və onların (2) reaksiyasına spektrdəki müvafiq zolaqlarının nəticəsində OH- qruplarının $\nu_{\text{OH}} 3450\text{ sm}^{-1}$ və $\nu_{\text{OH}} 3452\text{ sm}^{-1}$ sürüşməsi OH-grupunun Yb-la molekul daxili koordinasiya olmasını təsdiq edir. Bu zaman III və IV komplekslərindəki NH-gruplarına aid valent udulma zolaqları isə V və VI komplekslərində əksinə - spektrin $\nu_{\text{NH}} 2470\text{ sm}^{-1}$ (V) və $\nu_{\text{NH}} 2475\text{ sm}^{-1}$ (VI) yuxarı hissəsinə

sürüşməklə $N \rightarrow Yb$ rəbitəsinin zəifləməsini təsdiq edir.

Beləliklə, iki valentli itterbiumun dioxlorid və dibromid tetrahidrofuran solvat duzları ilə efedrin üzvi liqandın reaksiyası ilə nəticəsində bis-efedrin itterbium dihalogen solvat tip komplekslər əmələ gəlməsi və onların quruluş və termiki xassələrinin tədqiqi aparılmışdır. Bu komplekslərin əsasi mühitdə işlənməsi, onların yenidən qruplaşması hesabına iki koordinasiyalı efedrin üzvi liqandlı yeni solvat komplekslərinin əmələ gəlməsinə səbəb olur.

ƏDƏBİYYAT

1. Paşayeva F.K., Süleymanov G.Z. //Azərbaycan Kimya Jurnalı. 2003. №3. S.30.
2. Сулейманов Г.З., Рыбакова Я.Ф., Сюткина О.П. и др. Авт. Свид. СССР. 1984. № 117115.

СИНТЕЗ И ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ТЕРМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДИГАЛОГЕНИД БИС-ТЕТРАГИДРОФУРАНОВЫХ СОЛЬВАТНЫХ КОМПЛЕКСОВ ИТТЕРБИЯ (II) С ОРГАНИЧЕСКИМ ЛИГАНДОМ ЭФЕДРИНОМ

Ф.К.Пашаева, Д.А.Алиева, Л.Ф.Хыдырова, Г.А.Джавадова

Статья посвящена синтезу, изучению структурных и термических свойств дигалогенид бис-тетрагидрофурановых сольватных комплексов двухвалентного иттербия с органическим лигандом эфедрином.

Ключевые слова: иттербий, эфедрин, сольваты, координационные соединения.

SYNTHESIS AND STUDY INTO STRUCTURAL AND THERMAL PROPERTIES OF DIHALOGENIDE OF BIS-TETRAHYDROFURAN SOLVATE COMPLEXES OF YTTERBIUM (II) WITH ORGANIC LIGAND-EPHEDRINE

F.K.Pashayeva, D.A.Aliyeva, L.F.Khidirova, H.A.Javadova

The paper deals with synthesis and study into structural and thermal properties of dihalogen bis-tetrahydrofuran solvate complexes of bivalent ytterbium with organic ligand ephedrine.

Keywords: ytterbium, ephedrine, solvate, coordination compounds.

Redaksiyaya daxil olub 14.11.2012.