

UOT 537.17; 537.245.

TRİS-AKVA-BİS (2-ASETİLAMİDO, 5-NİTROBENZOATO) Cu (II) DİHİDRAT KOMPLEKSİNİN MOLEKULYAR VƏ KRİSTAL QURULUŞU

A.T.Məmmədova, L.N.Səfərova, E.M.Mövsümov

Gəncə Dövlət Universiteti

Gəncə ş., Şah İsmayıl Xətai pr.,187; e-mail:info@qsu.az

2-asetilamido,5-nitrobenzoy turşusunun — $2\text{-CH}_3\text{CONH,5-NO}_2\text{-C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ — yeni mis (II) akva kompleksi sintez edilərək monokristalları alınmış və kristal quruluşu açılmışdır. Məlum olmuşdur ki, mərkəzi atom Cu (II) liqandın karboksil qrupunun oksigenləri ilə monodentat tipində koordinasiya yaradır. Üç su molekulu oksigen atomları vasitəsilə Cu (II) kationuna birləşərək kvadrat -piramidal koordinasiya əmələ gətirir.

Açar sözlər: 2-asetilamid, 5-nitrobenzoy turşusu, Cu (II) kationu, akva kompleks, kristalloqrafik məlumatlar, monodentant koordinasiya.

Ədəbiyyatda Cu(II) kationunun benzoy turşusu və onun bir sıra törəmələri ilə kompleks birləşmələrinin quruluş analizi aparılmışdır [1-4]. Benzol həlqəsində böyük həcmli əvəzləyicilərin quruluşa təsiri nöqtəyi nəzərinə yeni liqand kimi tətbiq olunan 2-asetilamido, 5-nitrobenzoy turşusunun mis

kompleksinin quruluş analizi aparılmamışdır. İşin məqsədi 2-asetilamido,5-nitrobenzoy turşusunun — $2\text{-CH}_3\text{CONH,5-NO}_2\text{-C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ — yeni mis (II) akva kompleksini sintez edərək monokristallarını almaq və kristal quruluşunu açmaq olmuşdur.

EKSPERİMENTAL HİSSƏ

50-60⁰C temperaturda qızdırılmış liqandın natrium duzu üzərinə ekvivalent çəki gözlənilməklə (2:1) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ duzunun qaynar məhlulu əlavə edilərək süzülür. Otaq temperaturunda saxlanılan ana məhluldan bir neçə gün sonra mavi rəngli kristallar çökməyə başlayır. Suda alınmasına baxmayaraq monokristallar suda həll olmur, havanın və işığın təsirinə qarşı davamlıdır.

Kristal quruluşu açmaq üçün lazım olan məlumatlar Bruker AXS SMART (Mo-K α şüalanma, $\lambda=0.71073\text{Å}$, qrafit monoxro-

mator) avtomatlaşdırılmış difraktometrde $0.45 \cdot 0.40 \cdot 0.05\text{mm}^3$ ölçülü monokristalın tədqiqindən alınmışdır.

Kristalloqrafik məlumatlar cədvəl 1-də verilmişdir. Cədvəl 2-də atomların koordinatları, cədvəl 3-də atomlar arası məsafələr, cədvəl 4-də valent bucaqları verilmişdir. Bütün məlumatlar SHELXS-97 [5], SHELXL-97 [6] kompleks proqramlar əsasında həyata keçirilmişdir. Molekulun quruluşu səkində verilmişdir.

Cədvəl 1. Kristalloqrafik məlumatlar

Kimyəvi formulu	$\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{CuN}_4\text{O}_{15}$
Molekul kütləsi	599.95 k.v.
Temperatur	100(2) K
Sinqoniya	Monoklinik
Fəza qrupu	$P2_{1/c}$
a, Å	11.7146(7)
b, Å	16.846(10)
c, Å	13.2408(9)

β , dərəcə	11.896(3)
V , Å ³	2389.1(3)
Z	4
$d_{\text{hes.}}$	1.668
ölçmə bucağı θ , dərəcə	1.90-29.00
İndeks diapazonu	-15<h<=13; -18<=k<=22;
Ümumi əksolunmalar	18700
Asılı olmayan əksolunmalar	6351
R-faktor	0.0338

Cədvəl 2. Atom koordinatları və onların temperatur parametrləri, Å².

Atomlar	x/a	y/b	z/c	U _{ekv}
Cu(1)	2167 (1)	5146(1)	4997(1)	10(1)
(1S)	2893 (1)	5464(1)	3962(1)	16(1)
O(2S)	1403 (1)	4793(1)	5992(1)	13(1)
O(3S)	4014 (1)	4720(1)	6299(1)	15(1)
O(1)	2328 (1)	6263(1)	5453(1)	13(1)
O(2)	259 (1)	6367(1)	4765(1)	15(1)
O(3)	-2028 (1)	8836(1)	3630(1)	22(1)
O(4)	4929 (1)	8545(1)	6890(1)	24(1)
O(5)	4237 (1)	9723(1)	6306(1)	24(1)
N(1)	-756 (2)	7759(1)	4271(1)	13(1)
N(2)	4083 (2)	9003(1)	6358(1)	17(1)
C(1)	1332 (2)	6667(1)	5136(1)	11(1)
C(2)	1466 (2)	7557(1)	5205(2)	10(1)
C(3)	435 (2)	8084(1)	4756(2)	11(1)
C(4)	644 (2)	8908(1)	4813(2)	15(1)
C(5)	1832 (2)	9205(1)	5332(2)	16(1)
C(6)	2821 (2)	8684(1)	5784(2)	13(1)
C(7)	2660 (2)	7870(1)	5726(2)	12(1)
C(8)	-1885 (2)	8117(1)	3764(2)	15(1)
C(9)	-2974 (2)	7553(1)	3360(2)	19(1)
O(6)	1873 (1)	4082(1)	4361(1)	12(1)
O(7)	-12 (1)	4436(1)	3130(1)	13(1)
O(8)	-3304 (1)	2430(1)	1601(1)	21(1)
O(9)	3539 (2)	1529(1)	4438(1)	29(1)
O(10)	2359 (2)	517(1)	3710(2)	31(1)
N(3)	-1635 (1)	3265(1)	2275(1)	12(1)
N(4)	2520 (2)	1229(1)	3897(1)	19(1)
C(10)	814 (2)	3926(1)	3595(2)	10(1)
C(11)	585 (2)	3064(1)	3272(1)	10(1)
C(12)	-624 (2)	2745(1)	2659(2)	11(1)
C(13)	-764 (2)	1924(1)	2476(2)	13(1)
C(14)	262 (2)	1425(1)	2870(2)	15(1)
C(15)	1432 (2)	1748(1)	3457(2)	13(1)

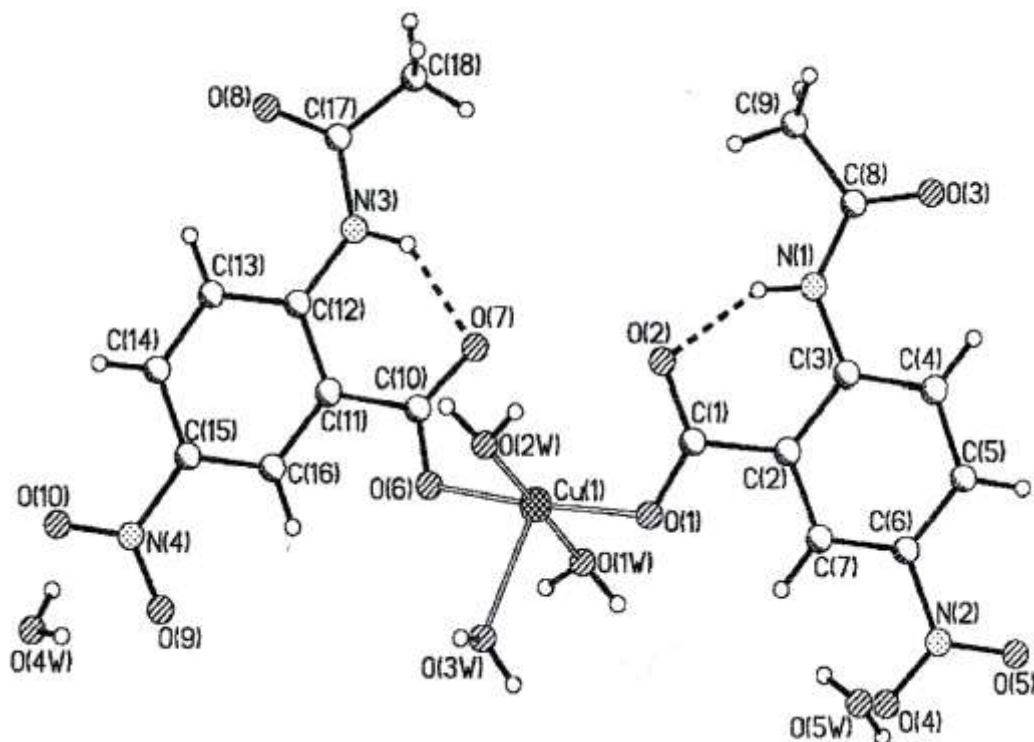
C(16)	1601 (2)	2554(1)	3663(2)	12(1)
C(17)	-2888 (2)	3104(1)	1806(2)	14(1)
C(18)	-3708 (2)	3821(1)	1604(2)	20(1)
O(4S)	3981 (1)	697(1)	8239(1)	18(1)
O(5S)	5044 (1)	8589(1)	9735(1)	22(1)

Cədvəl 3. Atomlar arası məsafələr d, Å

Əlaqələr	D	Əlaqələr	D
Cu(1)-O(6)	1.9521 (13)	O(7)-C(10)	1.254
Cu(1)-O(1S)	1.9575(14)	O(8)-C(17)	1.222
Cu(1)-O(2S)	1.9603(13)	O(9)-N(4)	1.225
Cu(1)-O(1)	1.9606(14)	O(10)-N(4)	1.224
Cu(1)-O(3S)	2.2686(13)	N(3)-C(17)	1.370
O(1S)-H(1S)	0.8500	N(3)-C(12)	1.393
O(1S)-	0.8499	N(3)-H(3N)	0.8552
H(1SB)	0.8499	N(4)-C(15)	1.459
O(2S)-	0.8499	C(10)-C(11)	1.506
H(2SA)	0.8500	C(11)-C(16)	1.387
O(2S)-	0.8500	C(11)-C(12)	1.423
H(2SB)	1.267(2)	C(12)-C(13)	1.402
O(3S)-	1.256(2)	C(13)-C(14)	1.383
H(3SA)	1.225(2)	C(13)-H(13A)	0.9500
O(3S)-	1.229(2)	C(14)-C(15)	1.385
H(3SB)	1.232(2)	C(14)-H(14A)	0.9500
O(1)-C(1)	1.358(2)	C(15)-C(16)	1.383
O(2)-C(1)	1.391(2)	C(16)-H(16A)	0.9500
O(3)-C(8)	0.8595	C(17)-C(18)	1.499
O(4)-N(2)	1.463(2)	C(18)-C(18A)	0.9800
O(5)-N(2)	1.505(3)	C(18)-H(18B)	0.9800
N(1)-C(8)	1.390(3)	C(18)-C(18C)	0.9800
N(1)-C(3)	1.422(3)	O(4S)-	0.8500
N(1)-H(1N)	1.406(3)	H(4SA)	0.8500
N(2)-C(6)	1.374(3)	O(4S)-	0.8501
C(1)-C(2)	0.9500	H(4SB)	0.8500
C(2)-C(7)	1.382(3)	O(5S)-	0.9800
C(2)-C(3)	1.9500	H(5SA)	0.9800
C(3)-C(4)	1.381(3)	O(5S)-	0.9800
C(4)-C(5)	0.9500	H(5SB)	1.271(2)
C(4)-H(4A)	1.505(3)	C(9)-H(9A)	
C(5)-C(6)		C(9)-H(9B)	
C(5)-H(5A)		C(9)-H(9C)	
C(6)-C(7)		O(6)-C(10)	
C(7)-H(7A)			
C(8)-C(9)			

Cədvəl 4. Valent bucaqları, ω , dərəcə

Bucaqlar	ω	Bucaqlar	ω
O(1)-Cu(1)-O(3S)	97.25	C(2)-C(7)-H(7A)	120.3
Cu(1)-O(1S)-H(1SA)	111.0	O(3)-C(8)-N(1)	124.05(19)
Cu(1)-O(1S)-H(1SB)	113.9	O(3)-C(8)-C(9)	121.81(18)
H(1SA)-O(1S)-H(1SB)	105.7	N(1)-C(8)-C(9)	114.15(18)
Cu(1)-O(2S)-H(2SA)	121.3	C(8)-C(9)-H(9A)	109.5
Cu(1)-O(2S)-H(2SB)	115.7	C(8)-C(9)-H(9B)	109.5
H(2SA)-O(2S)-H(2SB)	98.7	H(9A)-C(9)-H(9B)	109.5
Cu(1)-O(3S)-H(3SA)	122.0	C(8)-C(9)-H(9C)	109.5
Cu(1)-O(3S)-H(3SB)	118.3	H(9A)-C(9)-H(9C)	109.5
H(3SA)-O(3S)-H(3SB) C(1)-	93.4	H(9B)-C(9)-H(9C)	109.5
O(1)-Cu(1)	116.93(12)	C(10)-O(6)-Cu(1)	118.54(12)
C(8)-N(1)-C(3)	130.24(18)	C(17)-N(3)-C(12)	129.53(17)
C(8)-N(1)-H(1N)	120.1	C(17)-N(3)-H(3N)	115.5
C(3)-N(1)-H(1N)	109.6	C(12)-N(3)-H(3N)	114.5
O(4)-N(2)-O(5)	123.25(17)	O(10)-N(4)-O(9)	123.81(18)
O(4)-N(2)-C(6)	181.51(17)	O(10)-N(4)-C(15)	117.96(18)
O(5)-N(2)-C(6)	118.21(16)	O(9)-N(4)-C(15)	118.22(17)
O(2)-C(1)-O(1)	123.65(18)	O(7)-C(10)-O(6)	124.09(18)
O(2)-C(1)-C(2)	119.23(17)	O(7)-C(10)-C(11)	120.51(16)
O(1)-C(1)-C(2)	117.12(16)	O(6)-C(10)-C(11)	115.39(16)
C(7)-C(2)-C(3)	118.91(17)	C(16)-C(11)-C(12)	118.93(17)
C(7)-C(2)-C(1)	117.90(17)	C(16)-C(11)-C(10)	117.65(16)
C(3)-C(2)-C(1)	123.18(17)	C(12)-C(11)-C(10)	123.26(17)
N(1)-C(3)-C(4)	122.31(17)	N(3)-C(12)-C(13)	122.38(17)
N(1)-C(3)-C(2)	118.00(17)	N(3)-C(12)-C(11)	118.18(17)
C(4)-C(3)-C(2)	119.69(17)	C(13)-C(12)-C(11)	119.43(17)
C(5)-C(4)-C(3)	120.39(18)	C(14)-C(13)-C(12)	120.77(18)
C(5)-C(4)-H(4A)	119.8	C(14)-C(13)-H(13A)	119.6
C(3)-C(4)-H(4A)	119.8	C(12)-C(13)-H(13A)	119.6
C(4)-C(5)-C(6)	119.14(19)	C(13)-C(14)-C(15)	118.93(18)
C(4)-C(5)-H(5A)	120.4	C(13)-C(14)-H(14A)	120.5
C(6)-C(5)-H(5A)	120.4	C(15)-C(14)-H(14A)	120.5
C(7)-C(6)-C(5)	122.35(18)	C(16)-C(15)-C(14)	121.81(18)
C(7)-C(6)-N(2)	118.68(17)	C(16)-C(15)-N(4)	118.54(17)
C(5)-C(6)-N(2)	118.96(17)	C(14)-C(15)-N(4)	119.64(18)
C(6)-C(7)-C(2)	119.49(18)	C(15)-C(16)-C(11)	120.13(18)
C(6)-C(7)-H(7A)	120.3	C(15)-C(16)-H(16A)	119.9
O(8)-C(17)-C(18)	119.9	H(4SA)-O(4S)-H(4SB)	109.5
N(3)-C(17)-C(18)	122.89(19)	H(5SA)-O(5S)-H(5SB)	109.5
C(17)-C(18)-H(18A)	122.72(18)		109.5
C(17)-C(18)-H(18B)	114.36(17)		109.5
	109.5		113.3
	109.5		97.6



[(2-CH₃CONH, 5-NO₂C₆H₃COOH)₂Cu•3H₂O]•2H₂O
kompleks birləşməsinin kristal quruluşu.

Şəkildən görüldüyü kimi mərkəzi atom Cu(II) iki ədəd liqandın karboksil qrupunun oksigenləri ilə monodentat tipində koordinasiya yaradır. (Cu-O(6) = 1.9521(13)Å, Cu-O(1) = 1.9606(1)Å. Mərkəzi atomla koordinasiya olunmuş 3 ədəd su molekulu aksial vəziyyətdə yerləşərək quruluşu kvadrat-

piramidal çoxüzlüyə çatdırır. (Cu-O(su) = 1.9575(14)Å, Cu-O(2su) = 1.9603(13)Å, Cu-O(3su) = 2.2686(13)Å.

Koordinasiya olunmuş iki ədəd su molekulları güclü hidrogen rabitəsi ilə (N(3)-H(3N)•••O(7su) = 2.689(2)Å “c” oxu boyunca polimer zəncir əmələ gətirir.

Ə D Ə B İ Y Y A T

1. Takavizawa S., Nakatac E., Yokayama N. İnorq. Catena-(tetrakis)-(benzoato)-pirazinozine-di Copper (II). // Chem. Commun. 2003. 6. p.764 -748.
2. Zhu-Lonq Guan, Kitaqava S.J. İnorq. Catena-(bis salisylato) (Pirazino)-liaqua-li Copper(II). // Orqanometallic Polym. 2002. 1.p.196 -201.
3. Tahir M.N., Ülkü D., Mövsümov E.M. Tetra akua bis(p-nitrosalisilato) kompleksis of

4. Cu(II), Zn(II), Co(II). // Acta Cryst., 1996. v. 52c. p. 2436 -2439.
4. Tahir M.N., Üçkü D., Mövsümov E.M. Crystal structure of p-NO₂-C₆H₄COOAg. // Acta Cryst., 1997. v.53c. p.176 -180.
5. Sheldrick G.M.SHELXL-97. Program for the Refinement of Crystal Structures. Göttingen (Germany): Univer. of Göttingen. 1997.
6. Sheldrick G.M.SHELXL-97. Program for the Solution of Crystal Structures.

МОЛЕКУЛЯРНАЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА ТРИС-АКВА-БИС (2-АЦЕТИЛ-АМИДО, 5-НИТРОБЕНЗОАТО) Cu(II) ДИГИДРАТА

А.Т.Мамедова, Л.Н.Сафарова, Э.М.Мовсумов

Синтезирован новый комплекс трис-аква-бис (2-ацетил-амидо, 5-нитробензоато) Cu(II) дигидрат и изучена его молекулярная кристаллическая структура. Установлено, что центральный атом Cu(II) монодентатно координируется с кислородами карбоксильной группы лигандов. Три молекулы воды, присоединяясь к катиону Cu(II) через атомы кислорода, образуют квадратно-пирамидальную координацию.

Ключевые слова: *2-ацетамидо, 5-нитробензойная кислота, катион Cu(II), аквакомплекс, кристаллографические данные, монодентантная координация*

MOLECULAR CRYSTALLINE STRUCTURE OF TRIS-AKVA-BIS (2-ASETILAMIDO, 5-NITRO BENZOATO)Cu(II)-DEHYDRATE

A.T.Mamedova, L.N.Safarova, E.M.Movsumov

A new complex of tris-aqua-bis (2-asetilamido, 5-nitro benzoato) Cu(II)-dehydrate has been synthesized and its molecular crystalline structure studied. It revealed that the central atom Cu(II) is coordinated monodentantly with oxygens of carboxile group of lygands. Three water molecules join cation Cu(II) through atoms of oxygen form quadratic-pyramidal coordination.

Keywords: *2-asetilamido, 5-nitro benzoato acid, cation Cu(II), aquacomplex, crystallographic data, monodentant coordination.*

Redaksiyaya daxil olub 11.09.2012.