

UOT 546.59+547,737

**TRİS –(PIRİDİN – N) – BİS (SALİSİLATO O,O¹) KADMIUM(II) ADDUKT
KOMPLEKS BİRLƏŞMƏSİNİN SİNTEZİ VƏ KRİSTAL QURULUŞU**

M.F.Rzayeva, V.İ.Yusifov, L.N.Səfərova, E.M.Mövsümov

Azərbaycan Dövlət Aqrar Universiteti, Gəncə şəhəri

Tədqiqat işində Cd(II) addukt kompleks birləşməsinin – (o-HOC₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N monokristalları sintez olunaraq onun kristal və molekulyar quruluşu öyrənilmişdir

Açar sözlər: tris (piridin-N)-(bis -salisilat-O, O¹) kadmium (II), kristalloqrafik parametrlər

Benzoy turşusunun oksi törəmələrindən olan orto-hidroksibenzoy turşusu və ya salisil turşusu o-HO-C₆H₄COOH bioloji fəal birləşmə kimi əhəmiyyətli olub, onun Na duzu tibbdə istifadə olunur. Liqandın Co(II), Mn(II), Zn(II), Cd(II) kompleksləri fiziki kimyəvi üsullarla tədqiq edilmişdir [1]. Cd(II) akva kompleksinin kristal quruluşu öyrənilmiş [2] və məlum olmuşdur ki, metal Cd karboksil qrupunun oksigenləri ilə xelat və körpü tipində birləşir və dörd su molekulunun oksigenləri ilə

koordinativ rabitə yaradaraq koordinasiya ədədini yeddiyə çatdırır. Tədqiqat işində Co(II), Mn(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II) salisilatların pirazin və piridin adduktları sintez olunaraq İQ spektr, termoqrafik və rentgenoqrafik üsullarla tədqiq olunmuşdur. Alınan adduktlar içərisində Cd(II) kompleks birləşməsinin –(o-HOC₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N-monokristalları sintez olunaraq Bruker-APEX CCD(İOHX PAH. Москва) avtomatik difraktometrində kristal və molekulyar quruluşu öyrənilmişdir.

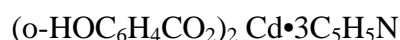
EKSPERİMENTAL HİSSƏ

İstifadə olunan salisil turşusu etil spirtində təkrar kristallaşdırılaraq təmiz halda alındıqdan sonra, NaHCO₃-in təsiri ilə onun Na duzu alınmışdır. Ekvivalent miqdar gözlənilməklə (2:1) Na salisilat və CdSO₄•7H₂O duzlarının qaynar məhlulu (60-70⁰S) qarışdırılmış və otaq temperaturunda soyudulmuşdur. Alınmış krem rəngli kristallar süzülərək eksikatora susuz CaCl₂ üzərində qurudulmuşdur.

Tris (piridin-N) – (bis –salisilat-O, O¹) kadmium (II) birləşməsinin sintezi.

0.63 q Cd(II) salisilat tetra hidrat – (o-HO-C₆H₄COO)₂Cd•4H₂O – akva kompleksi 30-10 qram su–piridin qarışığında həll edilərək süzülür. 4-5 gündən sonra prizmatik formalı

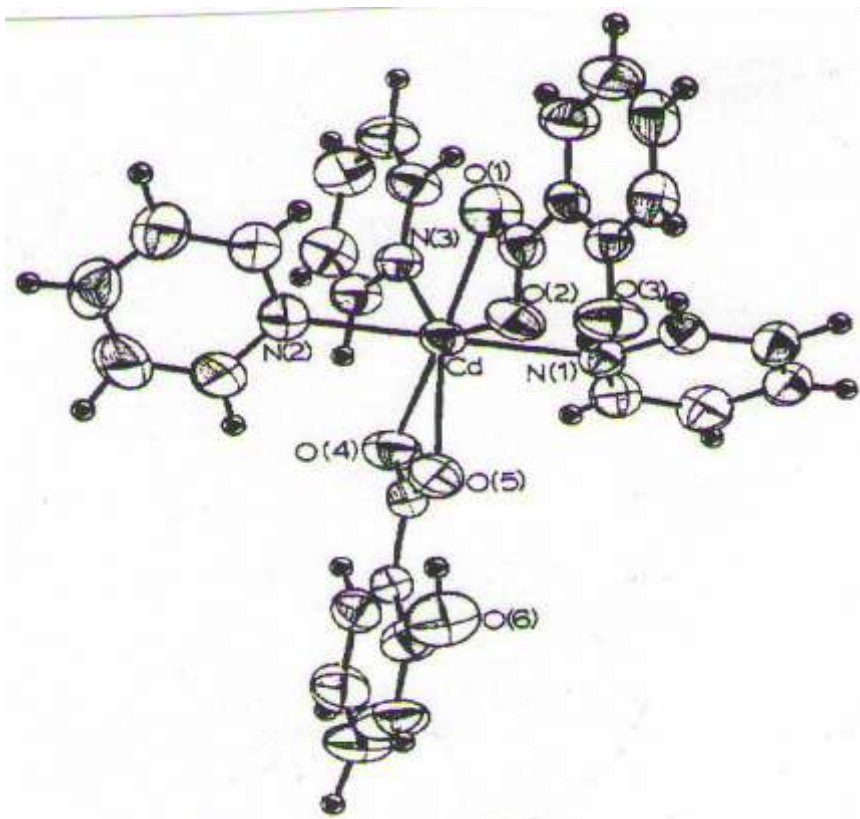
kristallar əmələ gəlir. Element analizinin nəticələrinə əsasən yeni kompleks birləşmənin kimyəvi formulu tapılmışdır.



Hesablanmış, % : Cd 17,98 C55,86 N6,74

Tapılmış, % : Cd17,69 C55,94 N 6,59

Yeni addukt kompleks havanın və işığın təsirinə məruz qaldıqda quruluş pozulmadığından difraktometrik üsulla tədqiq edilmişdir. Kompleksin kristal quruluşu şəkildə verilmişdir, atomların fəza koordinatları cədvəl 1-də, atomlar arasındakı məsafələr cədvəl 2-də, rabitə bucaqları isə cədvəl 3-də verilmişdir.



Tris-piridino-bis salisilato Cd(II) kompleksinin kristal quruluşu.

ALINMIŞ NƏTİCƏLƏRİN TƏHLİLİ

Şəkildən görüldüyü kimi Cd para-oksibenzoatın piridin adduktundan fərqli olaraq [3] kristal quruluşa üç piridin molekulu daxil olmuşdur. Salisilat anionu mərkəzi atomu olan kadmium kationu ilə həm ion tipində həm də kovalent tipində birləşir. Üç piridin molekullarının donör azot atomları mərkəzi atomla donör–akseptor tipində rəbitə yaradaraq, metalın ətrafında yaranan çoxüçlünü kvadrat – bipyramidaya çatdırır.

Cd–O rəbitəsi 2.429(2)Å bərabər olub digər metal karboksilatlardakı Cd–O rəbitəsindən (2.351(2)Å) [2,4] bir qədər uzundur. Buna səbəb quruluşa daxil olan böyük həcmli piridin molekullarının yaratdığı sterik effektdir. Benzol həlqəsində olan C–C rəbitələri orta hesabla 1.39 Å olub, ədəbiyyat məlumatları ilə uzlaşır [2,5].

Monomer molekullar güclü hidrogen rəbitəsinin və molekullar arası Van –der-Vaals əlaqələri hesabına bir-biri ilə birləşərək polimer zəncir əmələ gətirir.

Tris(pyridine)bis(o-hydroxybenzoato) kadmium(II) kompleks birləşməsinin kristalloqrafik parametrləri aşağıdakı kimidir :

Kimyəvi formulu:



Molekul kütləsi – 633 k.v., a=14.8316(2), b=10.1921(2), c=18.0261(3)Å, v=623.92Å³, z=4, d=1.54(2)q./sm³, Fəza qrupu P2_{1/n}, R=0.321, kristalın ölçüsü 0.17x0.21x0.25mm, MoK_α udulma =0.71073Å.

Cədvəl 1. (o-HOC₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N kompleksin atomlarının koordinatları (x10⁴) və onların temperatur faktorları (Å²)

Atomlar	x		y		z		L _{eg}	
Cd	0.24913	(1)	0.48003	(1)	0.67816	(0)	3.071	(7)
O(1)	0.3843	(1)	0.5832	(1)	0.7620	(1)	5.25	(7)
O(2)	0.4726	(2)	0.4597	(1)	0.72129	(9)	4.43	(7)
O(3)	0.7164	(2)	0.4281	(1)	0.7456	(1)	5.70	(7)
O(4)	0.0945	(2)	0.3983	(1)	0.59495	(9)	4.81	(7)
O(5)	0.2806	(2)	0.3289	(1)	0.62328	(9)	4.70	(7)
O(6)	0.3298	(2)	0.1781	(1)	0.5625	(1)	6.3	(1)
N(1)	0.3259	(2)	0.5499	(1)	0.5705	(1)	3.49	(7)
N(2)	0.1709	(2)	0.4116	(1)	0.7853	(1)	4.07	(7)
N(3)	0.0844	(2)	0.5898	(1)	0.68497	(9)	3.32	(7)
C(1)	0.6091	(2)	0.5549	(2)	0.7981	(1)	3.09	(7)
C(2)	0.7203	(2)	0.5023	(1)	0.7898	(1)	3.49	(7)
C(3)	0.8402	(2)	0.5261	(2)	0.8260	(2)	4.5	(1)
C(4)	0.8494	(3)	0.5991	(2)	0.8707	(1)	5.5	(1)
C(5)	0.7406	(3)	0.6517	(2)	0.8804	(2)	5.8	(1)
C(6)	0.6217	(2)	0.6297	(2)	0.8444	(1)	4.7	(1)
C(7)	0.4808	(2)	0.5320	(2)	0.7587	(1)	3.8	(1)
C(8)	0.1275	(2)	0.2567	(1)	0.5385	(1)	3.05	(7)
C(9)	0.2087	(3)	0.1836	(2)	0.5282	(1)	4.4	(1)
C(10)	0.1627	(4)	0.1133	(2)	0.4808	(2)	6.4	(2)
C(11)	0.0415	(4)	0.1163	(2)	0.4465	(2)	6.5	(2)
C(12)	0.0405	(3)	0.1889	(2)	0.4561	(2)	6.0	(1)
C(13)	0.0018	(2)	0.2580	(2)	0.5012	(1)	4.1	(1)
C(14)	0.1689	(2)	0.3327	(1)	0.5882	(1)	3.40	(7)
C(15)	0.2489	(2)	0.5564	(2)	0.5075	(1)	4.1	(1)
C(16)	0.2883	(3)	0.5943	(2)	0.4435	(1)	4.8	(1)
C(17)	0.4145	(3)	0.6285	(2)	0.4425	(1)	4.5	(1)
C(18)	0.4955	(2)	0.6236	(2)	0.5068	(1)	4.3	(1)
C(19)	0.4487	(2)	0.5834	(2)	0.5688	(1)	3.81	(7)
C(20)	0.1026	(3)	0.3348	(2)	0.7801	(2)	5.9	(1)
C(21)	0.0419	(4)	0.2998	(2)	0.8406	(2)	7.3	(2)
C(22)	0.0559	(3)	0.3433	(2)	0.9080	(2)	6.6	(2)
C(23)	0.1272	(3)	0.4191	(2)	0.9137	(2)	5.7	(1)
C(24)	0.1832	(2)	0.4523	(2)	0.8509	(2)	4.3	(1)
C(25)	0.0367	(2)	0.5768	(2)	0.6519	(1)	4.0	(1)
C(26)	0.1363	(2)	0.6388	(2)	0.6557	(2)	4.9	(1)
C(27)	0.1131	(3)	0.7178	(2)	0.6944	(2)	5.2	(1)
C(28)	0.0098	(3)	0.7320	(2)	0.7285	(2)	5.0	(1)
C(29)	0.1055	(2)	0.6667	(2)	0.7222	(1)	4.2	(1)

Cədvəl 2. (o-HOC₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N kompleksində atomlar arası məsafələr, d Å

Rabitələr	d Å	Rabitələr	d Å
Cd-O(1)	2.497(2)	C(10)-C(11)	1.345(5)
Cd-O(2)	2.375(2)	C(11)-C(12)	1.382(5)
Cd-O(4)	2.424(2)	C(12)-C(13)	1.359(4)
Cd-O(5)	2.481(2)	C(13)-C(8)	1.407(3)
Cd-N(1)	2.372(2)	N(1)-C(15)	1.336(3)
Cd-N(2)	2.360(2)	C(15)-C(16)	1.364(4)
Cd-N(3)	2.350(2)	C(16)-C(17)	1.384(4)
O(1)-C(7)	1.248(3)	C(17)-C(18)	1.375 (4)
O(2)-C(7)	1.266(3)	C(18)-C(19)	1.377 (4)
O(4)-C(14)	1.246(3)	C(19)-N(1)	1.348 (3)
O(5)-C(14)	1.266(3)	N(2)-C(20)	1.335 (4)
C(7)-C(1)	1.484(3)	C(20)-C(21)	1.386 (5)
C(14)-C(8)	1.481(3)	C(20)-C(21)	1.372(5)
C(1)-C(2)	1.392(3)	C(21)-C(22)	1.339 (5)
C(2)-C(3)	(3)	C(22)-C(23)	1.387 (4)
C(2)-O(3)	1.356(3)	C(23)-C(24)	1.324 (3)
C(3)-C(4)	1.349(4)	C(24)-N(2)	1.347 (3)
C(4)-C(5)	1.377(4)	N(3)-C(25)	1.375 (4)
C(5)-C(6)	1.374(4)	N(3)-C(25)	1.377 (4)
C(6)-C(1)	1.389(3)	C(26)-C(27)	1.373 (4)
C(8)-C(9)	1.386(3)	C(28)-C(29)	1.386 (4)
C(9)-C(10)	1.406(4)	C(29)-N(3)	1.333 (3)
C(9)-O(6)	1.345(3)		

Cədvəl 3. (o-HOC₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N kompleksində rabitə bucaqları, ω dərəcə

Rabitə bucaqları	ω	Rabitə bucaqları	ω
O(1)-Cd-O(2)	53.36 (6)	O(4)-C(14)-C(8)	120.3(2)
O(1)-Cd-O(4)	171.39 (8)	O(5)-C(14)-C(8)	118.5 (2)
O(1)-Cd-O(5)	135.57 (5)	C(2)-C(1)-C(6)	118.0(2)
O(1)-Cd-N(1)	91.47(6)	C(2)-C(1)-C(7)	121.2(2)
O(1)-Cd-N(2)	88.52(6)	C(6)-C(1)-C(7)	120.8 (2)
O(1)-Cd-N(3)	84.82 (6)	C(1)-C(2)-C(3)	120.1 (2)
O(2)-Cd-O(4)	135.00 (5)	C(1)-C(2)-O(3)	121.7(2)
O(2)-Cd-O(5)	82.41 (5)	C(3)-C(2)-O(3)	118.1 (2)
O(2)-Cd-N(1)	87.78 (6)	C(2)-C(3)-C(4)	120.5 (2)
O(2)-Cd-N(2)	92.69 (6)	C(3)-C(4)-C(5)	120.4(2)
O(2)-Cd-N(3)	138.08 (7)	C(4)-C(5)-C(6)	119.8(3)
O(4)-Cd-O(5)	52.99 (5)	C(5)-C(6)-C(1)	121.1 (2)
O(4)-Cd-N(1)	87.20(6)	C(22)-N(2)-Cd	173.8 (2)
O(4)-Cd-N(2)	92.72 (7)	C(9)-C(8)-C(13)	118.6 (2)
O(4)-Cd-N(3)	86.69 (6)	C(9)-C(8)-C(14)	122.0 (2)
O(5)-Cd-N(1)	90.71 (6)	C(13)-C(8)-C(14)	119.4 (2)
O(5)-Cd-N(2)	89.71 (6)	C(8)-C(9)-O(6)	121.6 (2)
O(5)-Cd-N(3)	139.51 (3)	C(8)-C(9)-C(10)	119.0 (2)
N(1)-Cd-N(2)	179.40 (7)	C(10)-C(9)-O(6)	119.4 (2)
N(1)-Cd-N(3)	90.83 (7)	C(9)-C(10)-C(11)	120.8(3)

N(2)-Cd-N(3)	88.58 (6)	C(10)-C(11)-C(12)	120.8 (3)
Cd-0(1)-C(7)	90.1 (1)	C(11)-C(12)-C(13)	119.5 (3)
Cd-0(2)-C(7)	95.3 (1)	C(12)-C(13)-C(8)	121.1 (2)
Cd-0(4)-C(14)	94.4 (1)	N(1)-C(15)-C(16)	123.7 (2)
Cd-0(5)-C(14)	91.3 (1)	C(15)-C(16)-C(17)	119.1 (2)
C(17)-N(1)-Cd	178.8 (7)	C(16)-C(17)-C(18)	118.4 (2)
Cd-N(1)-C(15)	121.0(2)	C(17)-C(18)-C(19)	118.7 (2)
Cd-N(1)-C(19)	122.4(1)	C(18)-C(19)-N(1)	123.4(2)
C(15)-N(1)-C(19)	116.6(2)	N(2)-C(20)-C(21)	121.4 (3)
Cd-N(2)-C(20)	120.8 (2)	C(20)-C(21)-C(22)	119.4 (3)
Cd-N(2)-C(24)	120.8(2)	C(21)-C(22)-C(23)	119.1 (3)
C(20)-N(2)-C(24)	118.1 (2)	C(22)-C(23)-C(24)	119.1 (3)
Cd-N(3)-C(25)	120,9(1)	C(23)-C(24)-N(2)	122.8 (3)
Cd-N(3)-C(29)	121.9(1)	N(3)-C(25)-C(26)	122.7 (2)
C(25)-N(3)-C(29)	117.1 (2)	C(25)-C(26)-C(27)	119.5 (2)
O(1)-C(7)-O(2)	121.2 (2)	C(26)-C(27)-C(28)	118.5 (2)
O(1)-C(7)-C(1)	120.7(2)	C(27)-C(28)-C(29)	118.8 (2)
O(2)-C(7)-C(1)	118.2(2)	C(28)-C(29)-N(3)	123.3 (2)
O(4)-C(14)-O(5)	121.2 (2)	C(27)-N(3)-Cd	179.0(6)

Ə D Ə B İ Y Y A T

1. Bkoucho – Waksman I., Bois C., Popovich G.A. // Bulletin de la société de France. 2003. № 1-2. P.69-75.
2. Charles N.G., Griffith E.A.H., Rodesiler P.F. // Inorg. Chem. 1983. 22.P. 2717-2723.
3. Наджафов Г.Н., Шнулин А.Н, Мамедов Х.С. // Докл. АН Азерб. ССР. 1980. Т.36. №9. С. 55-58.
4. Fun H.K., Chantrapromma S., Marandi F. // Acta Crystallogr. 2008. C64. P. 736-740.
5. Shi-You Janq, La-Sheng Loung, La-Sun Zhenq. // Appl. Organometall. Chem., 2003. 17. p. 815-819.

**СИНТЕЗ И СТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТРИС–(ПИРИДИН–N)–БИС–
(САЛИСИЛАТО O, O¹) КАДМИЯ(II)**

М.Ф.Рзаева, В.И.Юсифов, Л.Н.Сафарова, Э.М.Мовсумов

Синтезирован новый комплекс состава (o-HO-C₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N и методом рентгеноструктурного анализа расшифрована его кристаллическая и молекулярная структура.

Ключевые слова: комплекс трис-(пиридин-п)-бис (салисилато o, o¹) кадмия(II)

**SINTESIS AND CRYSTAL STRUCTURAL STUDY OF TRIS (PIRIDINE –N) – BIS –
(SALISILATO O, O¹) KADMIUM (II)**

M.F.Rzayeva, V.İ.Yusifov, L.N.Safarova, E.M.Movsumov

A new complex of (o-HO-C₆H₄COO)₂Cd•3C₅H₅N compound has been synthesized and its crystalline and molecular structure deciphered.

Key words: tris (pyridine –N) – bis - (salisilato O, O¹) kadmium (II)