

UOT 548.736

**BİS-(3,5-DİNİTROBENZOATO)-(μ-DİPYRİDİNO)-MİS (II)-DİHİDRAT ADDUKT  
BİRLƏŞMƏSİNİN SİNTEZİ VƏ KRİSTAL QURULUŞU**

**A.T.Məmmədova, E.M.Mövsümov**

*Gəncə Dövlət Universiteti*  
Gəncə ş., Şah İsmayıl Xətai pr.,187; e-mail:info@qsu.az  
Azərbaycan Dövlət Aqrar Universiteti  
Gəncə ş., Ataturk pr.,262; e-mail:info@adau.edu.az

*Yeni bis-(3,5-dinitrobenzoato)-(μ-dipyridino)-mis (II)-dihidrat addukt birləşməsi sintez edilib və kristal quruluşu qyrənilib.*

**Açar sözlər:** *kristal quruluş, bis-(3,5-dinitrobenzoato)-(μ-dipyridino)-mis (II)-dihidrat*

3,5-Dinitrobenzoy turşusu - 3-NO<sub>2</sub>,5-NO<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>COOH- və onun nadir torpaq elementləri ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələr lazer materialı kimi tətbiq edilir [1,2]. Ədəbiyyatda turşunun Ag(I) [3] və Zn(II) [4] kompleksləri sintez edilərək

quruluşları tədqiq edilmişdir. Bu tədqiqat işində (3-NO<sub>2</sub>,5-NO<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Cu·2C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N·2H<sub>2</sub>O tərkibli birləşmənin monokristalları sintez edilərək Bruker APEX II difraktometrində onun kristal və molekulyar quruluşu öyrənilmişdir.

**EKSPERİMENTAL HİSSƏ**

**3,5-Dinitrobenzoato-Cu(II)-tetrahidratın (3-NO<sub>2</sub>,5-NO<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Cu·4H<sub>2</sub>O – sintezi.** 3,5-Dinitrobenzoy turşusundan NaHCO<sub>3</sub>-ün təsiri ilə Na duzu alınaraq üzərinə ekvivalent miqdar gözlənilməklə (2:1) CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O duzunun qaynar (60-70<sup>0</sup>C) su

məhlulu əlavə edilir. Mavi rəngli kristallar çökməyə başlayır. Kristallar süzülür və bir neçə dəfə su-etanol qarışığında yuyularaq eksikatora susuz CaCl<sub>2</sub> üzərində qurudulur.

Element analizi vasitəsilə alınmış akva kompleksin kimyəvi formulu tapılır.

C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>16</sub> Cu	Tapılmış, %	Cu 11.93	C 31.87	N 5.36
	Hesablanmış,%	Cu 12.07	C 31.70	N 5.28

**Bis(3,5-Dinitrobenzoato)-(μ<sub>2</sub>-dipiridino)-Mis(II) dihidratın - (3-NO<sub>2</sub>, 5-NO<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Cu·2C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N·2H<sub>2</sub>O - sintezi.**

0.89 qram Cu(II) 3,5-dinitrobenzoat götürülərək 10 q piridin 30 qram destillə suyu qarışığında həll edilərək süzülür. Məhlul sorucu şkafda 4-5 gün saxlandıqdan sonra mavi rəngli prizmatik formalı kristallar çökməyə başlayır. Monokristallar süzülür və havada qurularaq işıqda və havada davam-

lılığı yoxlandıqdan sonra rentgen quruluş analizi aparılmışdır.

Rentgenquruluş analizi nəticəsində alınan kristalloqrafik parametrlər cədvəl 1-də, atomların koordinatları (hidrogeniz) cədvəl 2-də, atomlar arası məsafələr cədvəl 3-də, rabitə bucaqları cədvəl 4-də, kompleksin molekulyar və kristal quruluşu şəkildə verilmişdir.

Cədvəl 1. Kristalloqrafik parametrlər

Kimyəvi formulu	C <sub>24</sub> H <sub>20</sub> N <sub>6</sub> O <sub>14</sub> Cu	M <sub>0</sub> K <sub>α</sub> - udulma λ=0.71073Å <sup>0</sup> θ= 7.45-21,08 <sup>0</sup> μ=1.73 mm <sup>-1</sup> T=295 K Prizmatik kristalların ölçüsü: 0.25 x 0.21 x 0.12 mm Mavi rəngli 3916 reflekslər h = 0 → 11 k = -14 → 15 L = -16 → +16 R= 0.0395
Molekul kütləsi	680.83 k.v.	
Sinqoniya	Triklinik	
Fəza qrupu	PT	
Qəfəs parametrləri	a=8.3961(2)	
	b=14.1209(2)	
	c=18.3619(2)	
Bucaqlar	α=76.34(2)	
	β=82.95(2)	
	γ= 64.35(2)	
Qəfəsin həcmi	v=1235.6Å <sup>3</sup>	
Qəfəsdə olan molekulların sayı	Z=2	
Sıxlığı	d=1.93q/sm <sup>3</sup>	

Cədvəl 2. Atomların koordinatları (x10<sup>4</sup>) və onların temperatur faktorları (Å<sup>2</sup>)

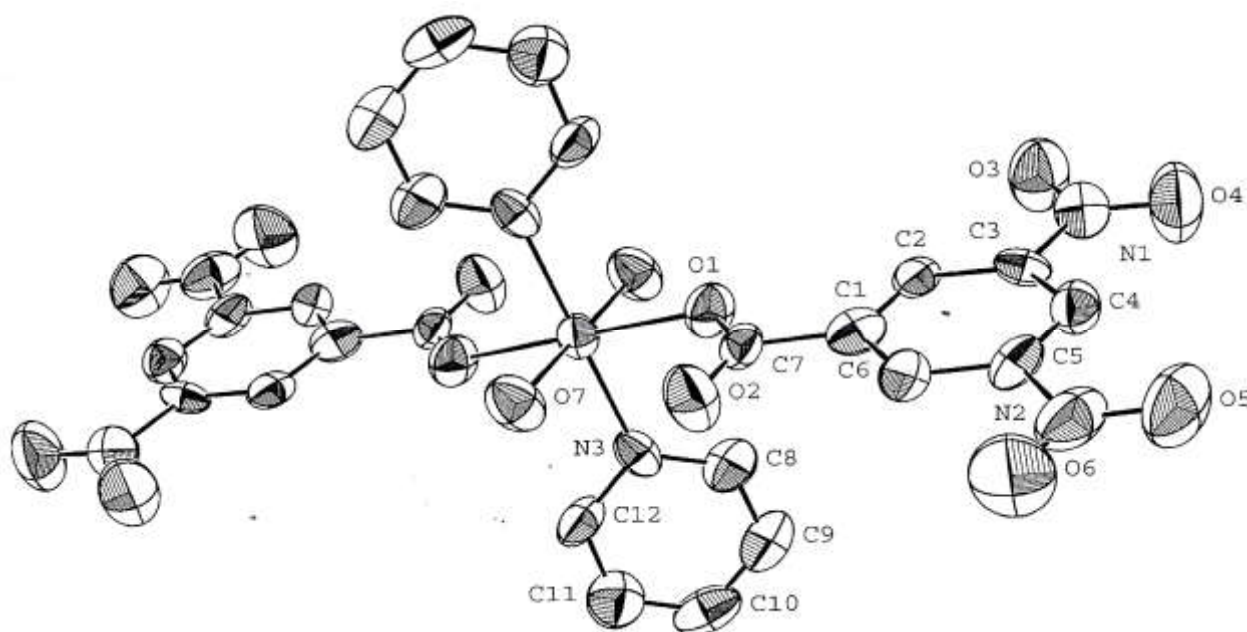
atomlar	X	Y	Z	B <sub>eq</sub>	atomlar	X	Y	Z	B <sub>eq</sub>
Cu	0000	0000	0000	2.15(5)	C(5)	-2886(11)	2840(2)	672(5)	2.7(3)
O(1)	2355(6)	187(1)	1345(3)	2.5(2)	C(6)	-1591(11)	2335(2)	1006(5)	2.5(3)
O(2)	2468(3)	515,8(6)	-2698(1)	2.78(7)	C(7)	-858(10)	1237(2)	763(5)	2.6(3)
O(3)	+29(9)	3419(1)	1692(4)	5.2(3)	C(8)	3053(6)	372(1)	-1392(3)	2.6(2)
O(4)	-2952(8)	3868(1)	814(4)	4.6(3)	C(9)	2468(3)	515(6)	-2698(1)	2.78(7)
O(5)	-8930(7)	2739(1)	-1556(4)	4.4(2)	C(10)	-3443(3)	684(3)	-2475(1)	2.98(3)
O(6)	-8487(7)	1796(1)	-1849(3)	3.9(2)	C(11)	5246(13)	794(2)	-3311(6)	4.8(4)
O(7)	983(7)	1289(1)	1426(4)	3.8(2)	C(12)	2432(12)	-161(2)	-3557(6)	4.7(4)
C(1)	-2446(11)	1784(2)	496(2)	2.3(2)	N(1)	-7845(9)	2270(1)	-1361(4)	3.2(2)
C(2)	-4539(11)	1765(2)	-252(5)	2.4(3)	N(2)	-1810(9)	3421(1)	1112(4)	3.6(2)
C(3)	-5688(10)	2293(2)	-531(4)	2.5(2)	N(3)	3216(3)	1895(4)	1395(5)	3.8(4)
C(4)	-4883(12)	2840(2)	-79(5)	2.7(3)					

Cədvəl 3. Atomlararası məsafələr. d(Å<sup>0</sup>)

Əlaqələr	d	Əlaqələr	d
Cu – O(1)	1.968 (4)	N(2) – O(5)	1.238(2)
Cu – O (7)	1.973(3)	N(2) – O(6)	1.218(4)
Cu – N (3)	2.059(2)	C(8) – N(3)	1.395(2)
C(7) – O(1)	1.291(6)	C(12) – N(3)	1.412(2)
C(7) – O(2)	1.228(7)	C(8) – C(9)	1.395(7)
C (3) – N (1)	1.468(3)	C(9) – C(10)	1.412(6)
C (5) – N (2)	1.478(4)	C(10) – C(11)	1.385(4)
N (1) – O (3)	1.237(3)	C(11) – C(12)	1.408(2)
N (1) – O (4)	1.231(6)	C(7) – C(6)	1.395(4)

Cədvəl 4. Valent bucaqları,  $\omega$ , dərəcə

Bucaqlar	$\omega$	Bucaqlar	$\omega$	Bucaqlar	$\omega$
O(7)-Cu-O(1)	124.9(2)	C(3)-C(2)-C(1)	87.9(2)	N(3)-C(8)-C(12)	112.1(2)
O(7)-Cu-N(3)	77.6(2)	C(4)-C(5)-N(2)	123.2(3)	Cu-N(3)-C(8)	93.7(2)
O(2)-C(7)-O(1)	86.3(2)	O(6)-N(2)-C(5)	98.3(2)	N(3)-C(8)-C(9)	76.4(3)
O(2)-C(7)-C(6)	139.2(2)	O(6)-N(2)-O(5)	128.4(4)	C(8)-C(9)-C(10)	123.4(2)
C(7)-C(1)-C(6)	76.8(3)	C(3)-N(1)-O(3)	87.3(3)	C(9)-C(10)-C(11)	86.9(3)
C(6)-C(5)-C(4)	135.2(4)	C(3)-N(1)-O(4)	126.2(3)	C(10)-C(11)-C(12)	113.2(2)
C(5)-C(4)-C(3)	86.4(3)	O(4)-N(1)-O(3)	147.3(2)	C(11)-C(12)-N(13)	121.2(3)
C(4)-C(3)-C(2)	79.5(2)				

Bis (3,5-dinitrobenzoato)-( $\mu_2$ -dipyridino)-mis (II)-dihidratın molekulyar və kristal quruluşu

## ALINAN NƏTİCƏLƏRİN TƏHLİLİ

Şəkildən görüldüyü kimi mərkəzi atom Cu 3,5-dinitrobenzoy turşusunun karboksil qrupu ilə monodentat tipində ion rəbəsi yaradır. Aksial vəziyyətdə yerləşmiş piridin molekulları donor azot atomları vasitəsilə mərkəzi atom mislə koordinativ rəbətə yaradır və akva kompleksdə olan 4 molekul suyun iki molekulunu əvəz edir. Qalan iki su molekulu Cu atomu ilə donor-akseptor mexanizmi ilə koordinativ rəbətə yaradaraq  $\text{Cu}^{2+}$  kationunun koordinasiya ədədini altıya çatdırır və onun

ətrafındakı çoxüzlünü təhrif olunmuş oktaedra tamamlayır.

Cədvəl 2-dən görüldüyü kimi, Cu-O rəbəsinin (karboksil qrupunun) uzunluğu  $1.968(4)\text{Å}^0$ -ə bərabər olub ədəbiyyat məlumatları ilə uyğunluq təşkil edir [5]. Cu-N rəbəsi  $2.059(2)\text{Å}^0$ -ə bərabər olub ədəbiyyat məlumatları ilə uzlaşır [5]. Cu-OH<sub>2</sub> rəbəsinin uzunluğu isə  $2.268\text{Å}^0$  olub digər quruluş məlumatlarına nisbətən bir qədər qısadır –  $2.276(2)\text{Å}^0$ . Benzol həlqəsində olan

karbon atomları arasındakı məsafə (1.395(2), 1.412(2)Å<sup>0</sup>) ədəbiyyat məlumatları ilə eynidir. Karboksil qrupunda C-O rabitəsi uyğun olaraq 1.291(6) olub metalla koordinasiyaya daxil

olmayan oksigen atomundan qısadır – 1.228(7).

Kristal qəfəsində olan iki monomer molekul hidrogen və molekullararası Van-der-Vaals əlaqələri vasitəsilə bir-birilə birləşirlər.

#### ƏDƏBİYYAT

1. Şhi-Yao Yanq, Da-Shenq Lonq. Catena (Pyrazine) tetraaquaCo(II)ftalate. // Appl. Orqanomet.Chem. 2003. 17. 877-881.
2. Wenquo Wanq, Ganq Li. Dimeric copper(II)trimethylacetate adduct with pyridine. // Dalton trans., 2004. P. 3918-3921.
3. Diñçer Ülkü, M.Nawaz Tahir and Elman M.Movsumov. Tetra aqueous 3,5-dinitrobenzoato Co(II). // Acta Crystal. 1996. C 52. P. 2678-2691.
4. Miminoshvili E.B., Sobolev A.N., Sakvarelidze T.N. The crystal structure dinitrobenzoato Cu (II). // Acta Crystal. 2004 C 60. P.319-321.
5. Мусаев Ф.Н., Мамедов Х.С., Мовсумов Э.М., Амिरасланов И.Р. Кристаллическая и молекулярная структура аква-бис(бензоато) дипиридина меди. // Коорд. химия. 1979. Т.5. №1. С.120-125.

#### **СИНТЕЗ И СТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ БИС-(3,5-ДИНИТРОБЕНЗОАТО)- (μ-ДИПИРИДИНО)-МЕДЬ(II)-ДИГИДРАТА**

*A.T.Mamedova, E.M.Movsumov*

*Синтезирован новый аддуктный комплекс состава  $(3,5-(NO_2)_2C_6H_3OO)_2Cu \cdot 2C_5H_5N \cdot 2H_2O$  и расшифрована его кристаллическая структура.*

**Ключевые слова:** кристаллическая структура, бис-(3,5-динитробензоато)-(μ-дипиридино) медь(II)-дигидрат

#### **SYNTHESIS AND STRUKTURAL ANALYSIS OF BIS-(3,5-DINITROBENZOATO)- (μ-DIPYRIDINO)-Cu(II)-DIHIDRAT**

*A.T.Mamedova, E.M.Movsumov*

*A new adduct complex of the compound  $(3,5-(NO_2)_2C_6H_3OO)_2Cu \cdot 2C_5H_5N \cdot 2H_2O$  has been synthesized and its crystalline structure deciphered.*

**Keywords:** crystalline structure, bis-(3,5-dinitrobenzoato)-(μ-dipyridino)-Cu(II)-dihidrat

*Redaksiyaya daxil olub 12.09.2011*