

UOT 543.58

MONO-5-NİTRO-, 2- ASETAMİDO BENZOATO)-PENTA- AKVA Mn(II) DİHİDRAT
KOMPLEKS BİRLƏŞMƏSİNİN MOLEKULYAR VƏ KRİSTAL QURULUŞU

M.F.Rzayeva

Gəncə Dövlət Universiteti

Gəncə ş., Atatürk pr. 265 / 38; e-mail: e-mail:info@qsu.az

5-nitro, 2-asetamido benzoy turşusunun yeni 5-NO₂, 2-CH₃CONH₂-C₆H₃COOH –Mn (II) akvakompleksi sintez edilərək monokristalları alınmış və kristal quruluşu açılmışdır. Məlum olmuşdur ki, mərkəzi atom Mn(II) liqandın karboksil qrupunun oksigeni ilə monodentat tipində koordinasiya yaradır. Beş su molekulu oksigen atomları vasitəsilə Mn(II) kationuna birləşərək oktaedrik koordinasiya əmələ gətirir.

Açar sözlər : 5-nitro-2-asetamido benzoy turşusu, Mn(II) kationu, akvakompleks, kristalloqrafik məlumatlar, monodentat koordinasiya.

Ədəbiyyatda Mn (II) kationunun benzoy turşusu və onun bir sıra törəmələri ilə kompleks birləşmələrinin quruluş analizi haqqında məlumatlar var [1-3]. Bu işin məqsədi liqand kimi tətbiq olunan 5-nitro,

2-asetamido benzoy turşusunun manqan (II) kompleksini sintez edərək monokristallarını almaq və kristal quruluşunu açmaq olmuşdur.

EKSPERİMENTAL HİSSƏ

60-70⁰ temperaturda qızdırılmış 5-nitro, 2-asetamido benzoy turşusunun natrium duzunun məhlulu üzərinə ekvivalent çəki gözlənilməklə (2:1) MnCl₂•4H₂O duzunun qaynar məhlulu əlavə edilir. Bu zaman yeni kompleks birləşmənin kristalları çökməyə başlayır. Qarışıq süzülür və süzmə çöküntünün alınması dayanana qədər davam edir. Sonuncu ana məhlul otaq temperaturunda saxlanılır, iki-üç gündən sonra rentgenquruluş analizi üçün lazım olan iynə şəkilli açıq qəhvəyi rəngli monokristallar çökməyə başlayır.

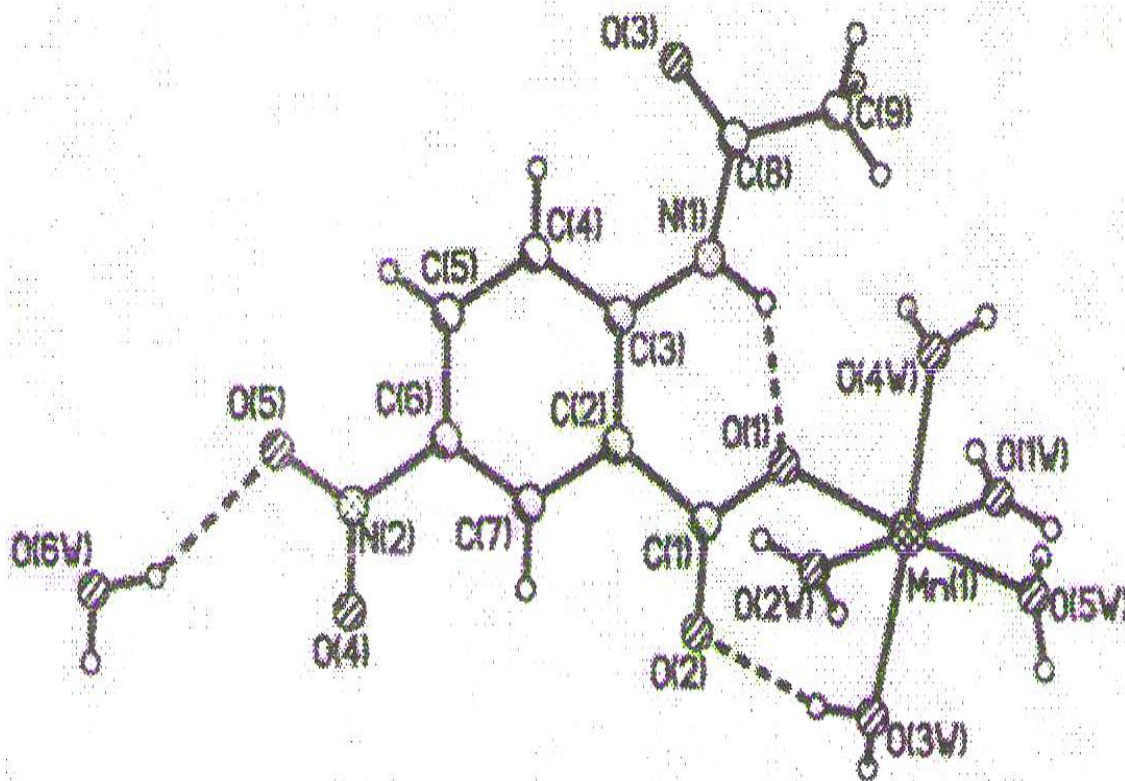
Yeni kompleks birləşmənin analizi aparılaraq molekulyar formulu təyin edilir. Çəki analiz üsulu vasitəsilə kompleksdə olan kristallaşma suyu müəyyən edilir və 5 molekulyar suyun olması tapılır. Məlum olmuşdur ki, mərkəzi atom manqan beş su molekulu ilə koordinasiyaya daxil olmuş və turşu molekulyarında olan karboksil qrupunun bir oksigeni mərkəzi atomla

rabitə yaradaraq koordinasiya ədədini 6-ya çatdırmışdır.

Element analizinin nəticələrinə əsasən kompleks birləşmənin molekulyar formulu çıxarılmışdır: (5-NO₂, 2-CH₃CONH₂-C₆H₃COO)₂Mn • 5H₂O

Kristal quruluşunun açılması üçün lazım olan reflekslər Bruker AXS SMART (Mo-K α şüalanma, $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$, qrafit monoxromator) avtomatlaşdırılmış difraktometrində 0.25 x 0.07 x 0.05 mm³ ölçülü monokristalların tədqiqindən alınmışdır.

Kristal quruluşunun əsas məlumatları cədvəl 1-də, atomların koordinatları və temperatur faktorları cədvəl 2-də, əsas atomlararası məsafələr cədvəl 3-də, valent bucaqları cədvəl 4-də verilmişdir. Bütün məlumatlar SHELXS-97 [5], SHELXL-97 [6] kompleks proqramlar əsasında həyata keçirilmişdir. Kristal quruluşun təsviri şəkil 1-də verilmişdir.



Şəkil 1. Mono (5-nitro, 2-asetamidobenzoato) - pentaakva Mn(II) – dihidrat kompleks birləşməsinin kristal quruluşu.

Şəkildən görüldüyü kimi kristal quruluşda karboksil qrupu monodentat rolu oynamışdır. Mərkəzi atom Mn(II) liqandın karboksil qrupunun oksigeni ilə koordinasiya yaradır. Mn-O(1)=2.1210(16)Å , karboksil qrupunun

digər oksigeni Mn atomu ilə koordinasiyaya daxil olmamış, lakin güclü hidrogen rəbitəsi ilə su molekulları ilə rəbitə yaradaraq kompleksin davamlılığını artırmışdır. Mn-O(3su)=2.2207(15)Å

Cədvəl 1. Rentgen quruluş analizinin əsas parametrləri.

Empirik formulu	$C_{18}H_{28}MnN_4O_{17}$
Molekul kütləsi	627, 38
Temperatur, K	100 (2) K
Dalğa uzunluğu, Å	0, 71073 Å
Sinqoniya	Monoklinik
Fəza qrupu	$P2_1/n$
a, b, c, Å	18, 0093(13). 6,7439(5). 23, 3690(17)
α, β, γ dərəcə	90; 111; 796(5); 90
Elementar qəfəsin həcmi, Å ³	2635, 3(3)
Qəfəsdə yerləşən molekulların sayı, Z	4
$d_{\text{hesab}}, q/\text{sm}^3$	1, 581
Udulma əmsali, mm^{-1}	0,588
Ölçmə sahəsi θ , dərəcə	1, 79 – 27
Kristalın ölçüləri, mm^3	0, 25 x 0, 07 x 0, 05

Diapazon h, k, l	-22<=h=23, -8<=k=8, -29<=l=29
Əksolmaların ümumi sayı	2605
Asılı olmayan əksolmaların sayı	5765 [R _{int} = 0, 0314]
GOOF ²	1, 004
R – faktor [I > 2σ (I)]	R ₁ = 0.00409, wR ₂ = 0.0846
R- faktor (bütün məlumatlar üçün)	R ₁ = 0.0748, wR ₂ = 0.0941

Cədvəl 2. Atomların koordinatları (x10⁴) və ekvivalent istilik parametrləri

Atomlar	X	Y	Z	U(eq)
Mn(1)	6719(1)	7436(1)	4793(1)	17(1)
O(1S)	7200(1)	10120(2)	5301(1)	24(1)
O(2S)	6221(1)	4756(2)	4253(1)	26(1)
O(3S)	5632(1)	9001(2)	4175(1)	19(1)
O(4S)	7762(1)	5824(3)	5339(1)	35(1)
O(5S)	6150(1)	6624(2)	5419(1)	22(1)
O(1)	95(1)	8143(2)	4176(1)	22(1)
O(3)	10053(1)	7709(3)	4349(1)	27(1)
O(4)	6495(1)	8089(3)	1357(1)	26(1)
O(5)	7633(1)	8127(3)	1257(1)	29(1)
N(1)	8717(1)	7903(3)	4154(1)	17(1)
N(2)	7226(1)	8130(3)	1582(1)	19(1)
C(1)	6988(1)	8502(3)	3599(1)	16(1)
C(2)	7534(1)	8276(3)	3240(1)	14(1)
C(3)	8374(1)	8025(3)	3514(1)	16(1)
C(4)	8825(1)	7888(3)	3138(1)	18(1)
C(5)	8460(1)	7953(3)	2508(1)	18(1)
C(6)	7630(1)	8149(3)	2247(1)	17(1)
C(7)	7172(1)	8320(3)	2602(1)	15(1)
C(8)	9500(1)	7708(3)	4536(1)	20(1)
C(9)	9622(1)	7454(4)	5200(1)	24(1)
O(6)	1521(1)	2305(2)	890(1)	24(1)
O(7)	696(1)	1926(3)	1387(1)	26(1)
O(8)	1490(1)	2442(4)	3597(1)	54(1)
O(9)	4355(1)	2211(3)	1952(1)	44(1)
O(10)	4896(1)	2285(3)	2943(1)	46(1)
N(3)	1252(1)	2035(3)	2582(1)	17(1)
N(4)	4311(1)	2253(3)	2462(1)	32(1)
C(10)	1383(1)	2134(3)	1379(1)	18(1)
C(11)	2094(1)	2114(3)	1986(1)	17(1)
C(12)	2018(1)	2082(3)	2566(1)	16(1)
C(13)	2709(1)	2079(3)	3102(1)	20(1)
C(14)	3458(2)	2119(3)	3070 (1)	22(1)
C(15)	3519(1)	2153(3)	2497(1)	22(1)
C(16)	2851(1)	2150(3)	1960(1)	20(1)
C(17)	1023(2)	2235(4)	3070(1)	23(1)
C(18)	138(2)	2177(4)	2918(1)	29(1)

O(6S)	6671(1)	7352(2)	-45(1)	23(1)
O(7S)	9653(1)	7342(2)	273(1)	24(1)

Cədvəl 3. Atomlar arası məsafələr, d Å.

Əlaqələr	D	Əlaqələr	D
Mn(1) – O(1)	2.1210(16)	C(6)-C(7)	1.374(3)
Mn(1)-O(4S)	2.1354(17)	C(7)-H(7A)	0.9500
Mn(1)-O(5S)	2.1452(16)	C(8)-C(9)	1.494(3)
Mn(1)-O(1S)	2.1616(17)	C(9)-H(9A)	0.9800
Mn(1)-O(2S)	2.1962(17)	C(9)-H(9B)	0.9800
Mn(1)-O(3S)	2.2207(15)	C(9)-H(9C)	0.9800
O(1S)-H(1SA)	0.8500	O(6)-C(10)	1.261(3)
O(1S)-H(1SB)	0.8502	O(7)-C(10)	1.254(3)
O(2S)-H(2SA)	0.8499	O(8)-C(17)	1.215(3)
O(2S)-H(2SB)	0.8500	O(9)-N(4)	1.223(3)
O(3S)-H(3SA)	0.8500	O(10)-N(4)	1.226(3)
O(3S)-H(3SB)	0.8499	N(3)-C(17)	1.356(3)
O(4S)-H(4SA)	0.8500	N(3)-C(12)	1.394(3)
O(4S)-H(4SB)	0.8500	N(3)-H(3N)	0.9693
O(5S)-H(5SA)	0.8500	N(4)-C(15)	1.459(3)
O(5S)-H(5SB)	0.8500	C(10)-C(11)	1.517(3)
O(1)-C(1)	1.277(3)	C(11)-C(16)	1.387(3)
O(2)-C(2)	1.233(3)	C(11)-C(12)	1.412(3)
O(3)-C(8)	1.226(3)	C(12)-C(13)	1.400(3)
O(4)-N(2)	1.223(2)	C(13)-C(14)	1.377(3)
O(5)-N(2)	1.236(2)	C(13)-H(13A)	0.9500
N(1)-C(8)	1.366(3)	C(14)-C(15)	1.384(4)
N(1)-C(3)	1.391(3)	C(14)-H(14A)	0.9500
N(1)-H(1N)	0.9734	C(15)-C(16)	1.378(4)
N(2)-C(6)	1.451(3)	C(16)-H(16A)	0.9500
C(1)-C(2)	1.517(3)	C(17)-C(18)	1.499(3)
C(2)-C(7)	1.388(3)	C(18)-H(18A)	0.9800
C(2)-C(3)	1.418(3)	C(18)-H(18B)	0.9800
C(3)-C(4)	1.405(3)	C(18)-H(18C)	0.9800
C(4)-C(5)	1.372(3)	O(6S)-H(6SA)	0.8500
C(4)-H(4A)	0.9500	O(6S)-H(6SB)	0.8499
C(5)-C(6)	1.397(3)	O(7S)-H(7SA)	0.8499
C(4)-H(5A)	0.9500	O(7S)-H(7SB)	0.8500

Cədvəl 4. Dərəcə ilə ölçülmüş valent bucaqları

Bucaqlar	ω	Bucaqlar	Ω
C(12)-C(11)-C(10)	123.3(2)	C(15)-C(16)-H(16A)	120.0
N(3)-C(12)-C(13)	122.4(2)	C(11)-C(16)-H(16A)	120.0
N(3)-C(12)-C(11)	118.4(2)	O(8)-C(17)-N(3)	123.5(2)
C(13)-C(12)-C(11)	119.2(2)	O(8)-C(17)-C(18)	121.2(2)
C(14)-C(13)-C(12A)	121.0(2)	N(3)-C(17)-C(18)	115.3(2)
C(14)-C(13)-H(13A)	119.5	C(17)-C(18)-H(18A)	109.5
C(12)-C(13)-C(13A)	119.5	C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
C(13)-C(14)-C(15)	119.0(2)	H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(13)-C(14)-H(14A)	120.5	C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
C(15)-C(14)-H(14A)	120.5	H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(15)-C(14)	121.6(2)	H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(15)-N(4)	119.3(2)	H(6SA)-O(6S)-H(6S)	102.9
C(14)-C(15)-N(4)	119.1(2)	H(7SA)-O(7S)-H(7SB)	113.0
C(15)-C(16)-C(11)	120.1(2)		

ƏDƏBİYYAT

- Xiong L., Qi C., Yu H. And Lianq S. *Tetraaqva bis(5-carboxy – 2- nitrobenzoato) Mn(II)*. // *Acta Cryst.*, 2007, C 63, p. 117-119.
- Shuido H., Kukatsuka S. *Behavior of para - oxybenzoic acid in solution Fe(II), Fe(III)*. // *Soil Sci, plant Nutr. (Tokyo)*. 1977. V.23, №2, p.185-193.
- Navaz Tahir, Dinçer Ülkü and Elman M.Movsumov. *Crystal strycture of p-N02-o-HO-C6H4COOAg*. // *ActaCryst.*,1996, C52, p.593-595
- Dhaneshwar N.N., Qavale S.S., Pant L.M. *The crystal and molecular structure of the m-nitrobenzoic acid*. // *Acta crystalloqr.* 1974. B30. №3, p. 583-587.
- Усубалиев Б.Т., Чырагов Ф.М., Мусаев Ф.Н. и др. Кристаллическая структура $Mn(n-NH_2-C_6H_4COO)_2$. // *Ж.Структур. химия*. 1985. Т.26. №2, с. 190-193.
Usubaliev B.T., Chyragov F.M., Musaev F.N. i dr. Kristallicheskaja struktura Mn(n-NH2-C6H4COO)2. // *Zh.Struktur.himija*. 1985. T.26. №2, s. 190-193.
- Гусейнов Г.А., Мусаев Ф.Н., Усубалиев Б.Т. и др. Кристаллическая структура бензоата цинка(II). // *Коор. Химия*, 1984, т. 10, №1, с. 117-122.
Gusejnov G.A., Musaev F.N., Usubaliev B.T. i dr. Kristallicheskaja struktura benzoata cinka(II). // *Koor. Himija*, 1984, t. 10, №1, s. 117-122.

МОЛЕКУЛЯРНАЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА МОНО –(5- НИТРО-, 2- АЦЕТАМИДО-БЕНЗОАТО)-ПЕНТА- АКВА Mn(II) ДИГИДРАТА

М.Ф.Рзаева

Гянджинский государственный университет
Гяджа, пр. Апатюрка, 265 / 38; e-mail: e-mail:info@qsu.az

Синтезирован новый комплекс моно-(5-нитро-, 2- ацетамидо-бензоато) – пента- акваMn(II) дигидрат и изучена его молекулярная кристаллическая структура. Установлено, что центральный атом Mn(II) монодентатно координируется с кислородам карбоксильной группы лигандов. Пять молекулы воды, присоединяясь к катиону через атомы кислорода, образуют октаедер координацию.

Ключевые слова: 2-ацетамидо-5-нитробензойная кислота, катион Mn(II), аквакомплекс, кристаллографические данные, монодентатная координация.

**MOLECULAR CRYSTALLINE STRUCTURE OF MONO-(5-NITRO-,
2-ASETILAMIDO, BENZOATO) Mn(II) – DEHYDRATE**

M.F.Rzaeva

*Ganja State University
e-mail: e-mail:info@qsu.az*

A new complex of mono-(5-nitro, 2-asetilamido, benzoato) Mn(II) –dehidrate has been synthesized and its molecular cristalline structure studeid. It revealed that the central atom Mn(II) is coordinated monodentatly with oxygen of carboxile group of lyqands. Three water molecules join cation Mn(II) through atoms of oxygen to form octaedr coordination.

Keywords: 2-asetilamido, 5-nitro benzoato acid, cation Mn(II), aquacomplex, crystalloqraphic data, monodentant coordination.

Redaksiyaya daxil olub 14.05.2015.