

3. Суховерская, А. В. Синтез и кристаллическая структура 3,5-дизамещенных-4-гидроксиимино-2-изоксазолинов / А. В. Суховерская, Т. Г. Черкасова, Н. Г. Малюта, Н. Н. Чурилова // Журнал естественных и технических наук, 2005. – № 12. – С. 48-53.

4. Хисамутдинов, Г. Х. О взаимодействии 4-нитроизоксазолинов с перекисью водорода в уксусной кислоте / Г. Х. Хисамутдинов, Л. А. Демина, Г. Е. Черкасова, В. Г. Клименко // Журн. орг. химии, 1979. – Т. 15. – № 11. – С. 2436-2437.

5. Сайкс, П. Механизмы реакций в органической химии / под ред. В. Ф. Травеля. – М. : Химия, 1991. – 448 с.

6. Производство капролактама / Под ред. В. И. Овчинникова, В. Р. Ручинского. – М. : Химия, 1977. – 264 с.

□ Авторы статьи:

Малюта
Надежда Григорьевна
- канд. хим. наук., доцент
каф. технологии основного
органического синтеза КузГТУ
тел. (384-2) 580-576
e-mail: datex@mail.kuzbass.net

Суховерская
Алена Владимировна
- аспирант каф. химии
и технологии неорганических
веществ КузГТУ
тел. 8(3842) 58-05-76

УДК 54-386:[546.732.733]:547.435

Ю. А. Михайленко, Т. Г. Черкасова

ВНУТРИКОМПЛЕКСНОЕ СОЕДИНЕНИЕ КОБАЛЬТА(III) С МОНОЭТАНОЛАМИНОМ

Моноэтанолламин (МЭА, HEtm) – бидентатный лиганд, образующий с кобальтом(III) внутрикомплексное соединение состава $\text{CoEtm}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, которое существует в виде *fac*- и *mer*-изомеров. Большинство работ посвященных исследованию внутрикомплексных соединений кобальтом(III) проводилось в неводных средах [1, 2].

Цель нашего исследования состояла в получении внутрикомплексного соединения кобальтом(III) с МЭА из водного раствора.

Полученное соединение исследовано методами химического, РФА и ИК-спектроскопического анализов.

Экспериментальная часть

Для получения соединения использовали хлорид кобальта(III) $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ марки "Х. Ч." и моноэтанолламин марки "Х.Ч."

Навеску 1,1896 г (0,005 моль) $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяли в 10 мл дистиллированной воды. К раствору добавляли КОН в количестве обеспечивающем мольное соотношение хлорида кобальта(II) и щелочи 1:2. К полученному раствору добавляли 4,8896 г МЭА (0,08 моль). Полученный раствор оставляли на кристаллизацию. Выпавший через несколько дней осадок растворяли в спирте. При этом в осадке оставался хлорид калия, который отфильтровывали от маточного раствора. Через несколько дней из маточного раствора наблюдали выпадение лиловых игольчатых кристаллов. Кристаллы отделяли от раствора и высушивали в эксикаторе над хлоридом кальция.

Синтезированный продукт анализировали на содержание кобальта(III). Кобальт(III) определяли

гравиметрическим методом в виде Co_3O_4 [3]. Рентгенофазовый анализ проведен на дифрактометре ДРОН-3М на CuK_α -излучении. Инфракрасные спектры образца регистрировались на ИК спектрометре с Фурье преобразованием FTIR "Tensor 27" фирмы Bruker в интервале частот 4000-400 cm^{-1} с прессованием образца в таблетку с KBr.

Обсуждение результатов

По результатам химического анализа состав комплекса соответствует формуле:

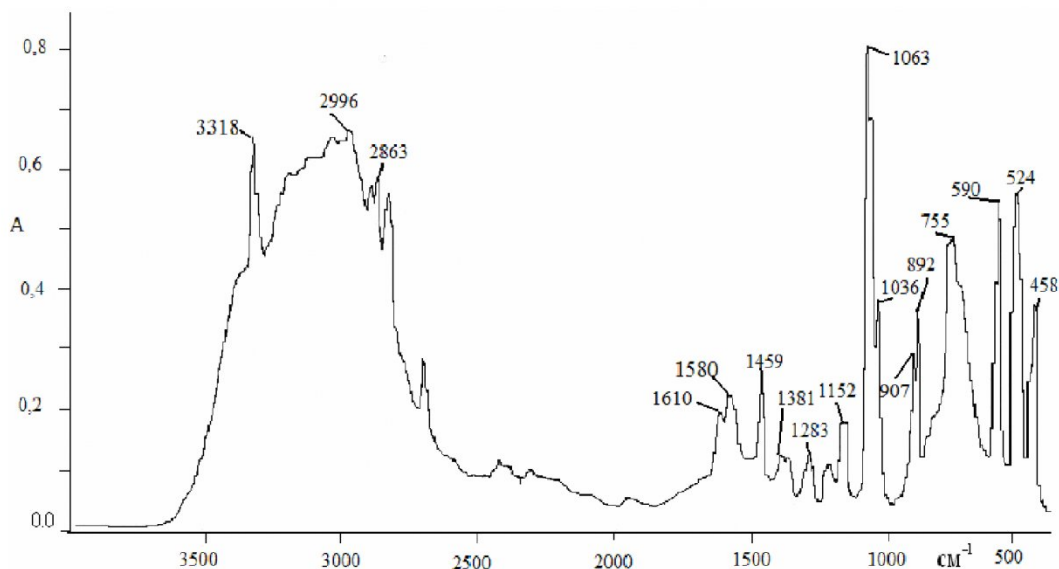
$\text{C}_6\text{H}_{24}\text{CoN}_3\text{O}_6$:	
	Co^{3+}
Найдено, мас. %:	20,08
Для $\text{C}_6\text{H}_{24}\text{CoN}_3\text{O}_6$	
вычислено, мас. %:	19,65

Основные частоты полос поглощения ИК-спектров комплекса кобальта(III) с МЭА приведены в таблице.

Полосы, наблюдаемые в области 3350-3620 cm^{-1} , отнесены к валентным колебаниям гидроксильных групп молекул воды и МЭА. Область поглощения $\nu(\text{CO})$ при 1040 cm^{-1} свидетельствует о координации лиганда через атом кислорода. В ИК спектре полученного соединения наблюдается смещение данной полосы в длинноволновую область на 10 cm^{-1} , по отношению к спектру МЭА (рис.). Полосы, наблюдаемые в области 3280-3170 cm^{-1} , отнесены к антисимметричным и симметричным валентным колебаниям связей $\nu(\text{NH})$. Сложность спектров в этой области не позволила установить участие NH-группы в координации с центральным ионом. В ИК спектре в области ан-

Таблица. ИК-спектроскопические характеристики комплекса кобальта(III) с МЭА

Соединение	Частоты полос поглощения, cm^{-1}						
	$\nu(\text{OH})$	$\nu_{\text{as}}(\text{NH})$	$\nu_{\text{s}}(\text{NH})$	$\delta(\text{NH})$	$\nu(\text{C-O})$	$\nu(\text{Co-O})$	$\nu(\text{Co-N})$
$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	3360	3280	3170	1660	1040	-	-
$\text{C}_6\text{H}_{24}\text{CoN}_3\text{O}_6$	3318	-	-	1610 1580	1030	576 536	458



ИК спектр комплекса кобальта(III) с МЭА

тисимметричного колебания $\delta(\text{NH})$ наблюдается две полосы поглощения при 1610 и 1580 cm^{-1} . Кроме того, в области верного колебания $\delta(\text{NH}_2)$ также наблюдается расщепление полосы. В отличие от спектра лиганда, в спектре полученного соединения появляются полосы в области 450-590 cm^{-1} , которые относятся к полосам валентных колебания связей М-О и М-Н [4].

Сравнение данных рентгенофазового анализа полученного соединения с данными ранее синтезированными *fac*- и *mer*- $\text{CoEtm}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ показало образование новой кристаллической структуры.

Основываясь на результатах химического и ИК-спектроскопического анализов получено соединение состава $\text{CoEtm}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Известно [5], что в случае образования *fac*-изомера в ИК спектрах наблюдается расщепление полос поглощения, для *mer*-изомеров наблюдаются одиночные полосы. Нами предположено, что в данном соединении МЭА образует с Co(III) октаэдрический трисхелатный комплекс *fac*-конфигурации. Основываясь на данных РФА, синтезированный комплекс имеет структуру отличную от ранее изученной [1, 2].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гуля А. П., Кокунов Ю. В., Шова С. Г. и др. Полиэдрическая изомерия *fac*-[трис-(β -аминоэтилата)кобальта(III)]тригидрата // Доклады АН СССР. 1989. – Т. 305. – № 3. – С. 627-631.
2. Потаскалов В. А., Рейтер Л. Г., Потаскалова Н. И. и др. Кристаллическая структура и свойства реберного трис-(аминоэтилата)кобальта(III) // Коорд. химия. 2005. – Т. 50. – № 3. – С. 431-434.
3. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. – Л.: Химия, 1965. – 976 с.
4. Азизов Т. А., Исмаилова Г. Х. Синтез и исследование комплексных соединений моноэтаноламина с формиатами и ацетатами двухвалентных металлов // Коорд. химия. 1990. – Т. 16. № 6. – С. 829-833.
5. Степаненко О. Н., Травевский В. В., Качоровская О. П. Спектроскопические исследования β -аминоэтилатных комплексов кобальта(III) // Коорд. химия. 2001. – Т. 27. № 3. – С. 193-197.

□ Авторы статьи:

Михайленко
Юлия Александровна
– старший преподаватель
каф. химии и технологии
неорганических веществ КузГТУ
Тел. 8(3842) 58-05-76

Черкасова
Татьяна Григорьевна
– докт. хим. наук, проф.,
декан химико-технологического
факультета КузГТУ
Тел. 8(3842) 58-05-76