

УДК 54-386:[546.76]:547-318

И. В. Исакова, Т. Г. Черкасова

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ  
ТЕТРАИЗОТИОЦИАНАТОДИАММИНХРОМАТ(III) АММОНИЯ  
ГЕПТА(ε-КАПРОЛАКТАМ)СОЛЬВАТА ( $(\text{NH}_4)[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4] \cdot 7(\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO})$ )**

Исследование новых комплексных соединений представляет интерес в связи с перспективой их использования в различных отраслях промышленности и с возможностью получения на их основе материалов, обладающих ценными физико-химическими свойствами. В основе многих чувствительных и избирательных методов анализа лежат реакции образования разнолигандных комплексных соединений.

Амидные лиганды вызывают интерес в связи с высокими донорными свойствами кислорода и азота. Лактамы (циклические амиды)  $\text{HN}(\text{CH}_2)_n\text{C=O}$  и их производные образуют разнообразные комплексы, поэтому капролактам может быть использован в качестве лиганда для получения новых соединений, химические свойства которых вызывают повышенный интерес [1, 2].

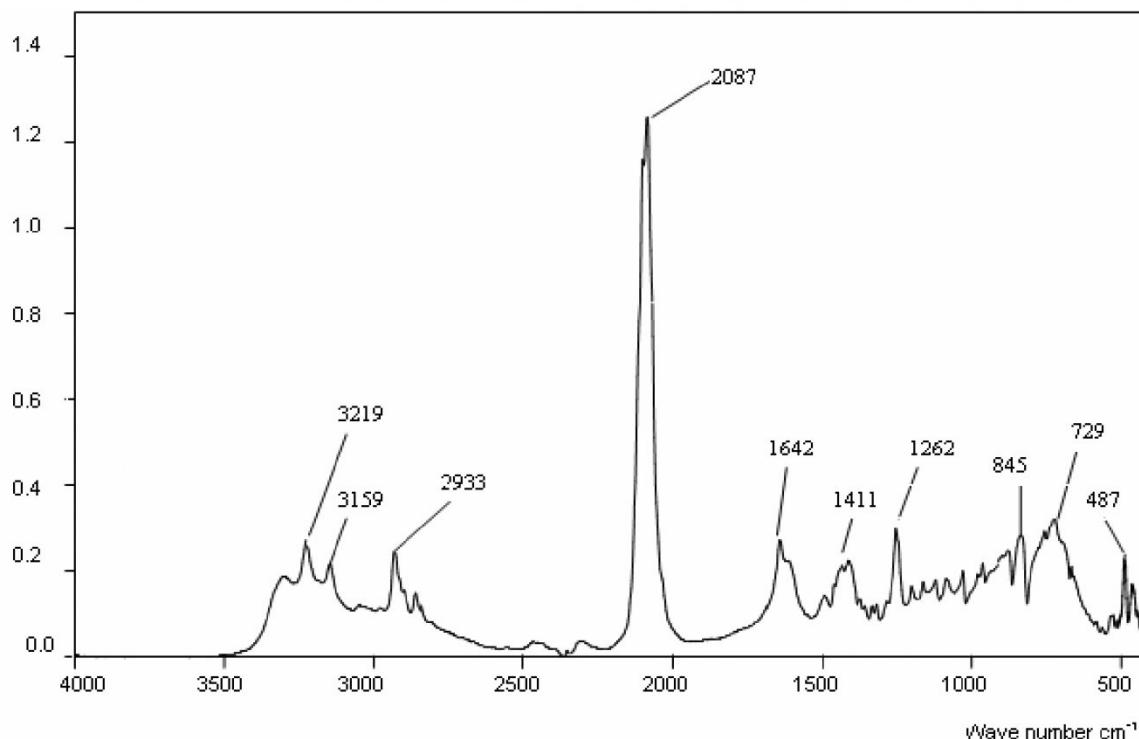
Анализ Кембриджской базы структурных данных показал, что с анионом соли Рейнеке получено и изучено не более десяти соединений, с самой солью Рейнеке веществ получено не было,

в связи с этим в продолжение изучения свойств комплексных тетраизотиоцианатодиамминхроматов(III) синтезировано новое соединение – тетраизотиоцианатодиамминхромат(III) аммония гепта(ε-капролактам)сольват ( $(\text{NH}_4)[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4] \cdot 7(\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO})$ ).

#### Экспериментальная часть

Для синтеза использовали тетраизотиоцианатодиамминхромат(III) аммония (соль Рейнеке), которую предварительно очищали от соли гуанидиния и ε-капролактама ( $\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$ ). Монокристаллы молекулярного соединения были получены кристаллизацией из разбавленных водных растворов соли Рейнеке и капролактама (ε-КПЛ) при изотермическом испарении на воздухе в течение длительного времени; молярное соотношение компонентов 1:7.

Элементный анализ образцов проводили на аналитическом сканирующем электронном микроскопе JSM 6490 LA фирмы JEOL оснащенном EDS-спектрометром JED 2300



*ИК-спектр молекулярного кристаллического соединения тетраизотиоцианатодиамминхромат(III) аммония гепта(ε-капролактам)сольваты ( $(\text{NH}_4)[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4] \cdot 7(\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO})$ )*

Элементный анализ соединения состава  $(\text{NH}_4)[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4] \cdot 7(\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO})$

$\text{C}_{46}\text{H}_{87}\text{CrN}_{14}\text{O}_7\text{S}_4$	C	Cr	N	O	S
Найдено, % :	48,0	4,5	16,0	9,0	11,00
Вычислено, %	49,0	4,6	17,4	9,9	11,95

Особенность строения соединения установлена ИК-спектроскопическим методом по смещению основных полос поглощения соли Рейнеке и  $\epsilon$ -капролактама. ИК-спектр образца регистрировали при комнатной температуре с использованием ИК-спектрометра с Фурье преобразованием FTIR "Tensor27" фирмы Bruker с приставкой диффузного отражения "Easydiff" фирмы PIKE в интервале частот 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

По наблюдаемым в ИК-спектрах полосам поглощений валентных колебаний групп ( $\text{C=O}$ ) и ( $\text{N-H}$ ) капролактама, групп ( $\text{C-N}$ ), ( $\text{C-S}$ ) и ( $\text{N-H}$ ) соли Рейнеке можно доказать, что молекулярное соединение образуется посредством водородной связи.

Характерным признаком образования водородной связи, согласно литературным данным [3], могут служить следующие искажения в колебательных спектрах: изменение интенсивности, смещение и уширение полос поглощения.

Так, на спектре соединения частоты полос поглощения принадлежащие  $\epsilon$ -КПЛ имеют значения  $\nu(\text{C=O}) = 1642 \text{ cm}^{-1}$  и  $\nu(\text{C-N}) = 1262 \text{ cm}^{-1}$  (произошло смещение полос:  $\nu(\text{C=O})$  на 13  $\text{cm}^{-1}$  и  $\nu(\text{C-N})$  на 48  $\text{cm}^{-1}$ ) [4].

Поскольку группа ( $\text{N-H}$ ) присутствует в составе  $\epsilon$ -КПЛ и молекул соли Рейнеке, частоты валентных колебаний ( $\text{N-H}$ ) = 3219,3159  $\text{cm}^{-1}$  и  $\delta(\text{N-H})$

$= 1411 \text{ cm}^{-1}$ , причем наблюдается смещение и уширение этих полос поглощения по сравнению со значениями частот в спектрах несвязанного  $\epsilon$ -капролактама и соли Рейнеке.

Это позволяет утверждать, что и амидная группа  $\epsilon$ -капролактама, и карбонильная участвуют в образовании водородных связей с молекулами аммиака соли Рейнеке, поскольку образование координированной молекулой аммиака водородных связей также проявляется смещением полос поглощения N-H в область низших частот и полуширина этих полос увеличивается [5].

Изолированный в матрице CsI ион  $\text{NCS}^-$  при 27° имеет значения  $\nu(\text{C-N})$ ,  $\nu(\text{C-S})$ ,  $\delta(\text{NCS})$  соответственно 2066; 744; 468  $\text{cm}^{-1}$  [4].

В ИК-спектре полученного соединения положение частот валентных колебаний  $\nu(\text{C-S})$  в интервале 755-830  $\text{cm}^{-1}$  и деформационных колебаний группы  $\delta(\text{NCS})$  в области 483-499  $\text{cm}^{-1}$  информируют о координации роданидной группы через атом азота.

Строение соединения установлено методом рентгеноструктурного анализа монокристаллов, результаты PCA соединения  $(\text{NH}_4)[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{NCS})_4] \cdot 7(\epsilon\text{-C}_6\text{H}_{11}\text{NO})$  подтверждают результаты ИК-спектроскопического исследования сольваты: наличие водородных связей  $\text{NH...O}$ .

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Венковский Н. У., Ванина Г. Е., Молодкин А. К. и др. // Журн. неорган. химии. 2000. – Т. 45. – № 10. – С. 1670.
2. Хрусталев В. А., Ванина Г. Е., Венковский Н. У. и др. // Журн. неорган. химии. 2003. – Т. 48. – № 7. – С. 1130.
3. Кукушкин Ю. Н. Химия координационных соединений. – М. : Выш. шк., 1985. – 455 с.
4. Смит А. Ли. Прикладная ИК-спектроскопия: основы, техника, аналитическое применение / под ред. А. А. Мальцева. – М. : Мир, 1982. – 327 с.
5. Химия псевдогалогенидов / под ред. Голуба А. М., Келера Х. – Киев: Вища шк., 1981. – 360 с.
6. Накамото К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. – М. : Мир, 1991. – 536 с.

□Авторы статьи:

Исакова

Ирина Валерьевна  
– 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