

УДК 54-386:[546.641+546.76]:547-318

И.В. Исакова, Т.Г. Черкасова

## СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕТРАИЗОТИОЦИАНАТОДИАММИНХРОМАТА (III) КОМПЛЕКСА ИТТРИЯ (III) С $\epsilon$ -КАПРОЛАКТАМОМ

Производные соли Рейнеке широко используются в различных вариантах химического анализа и в остроумованы при создании функциональных материалов. Сведения об изучении комплексов с реникат-ионом немногочисленны, о синтезе биметаллических комплексов сообщается в работе [1]. Цель данной работы - синтез и физико-химическое изучение тетраизотиоцианатодиамминхромата (III) комплекса иттрия с  $\epsilon$ -капролактамом.

### Экспериментальная часть

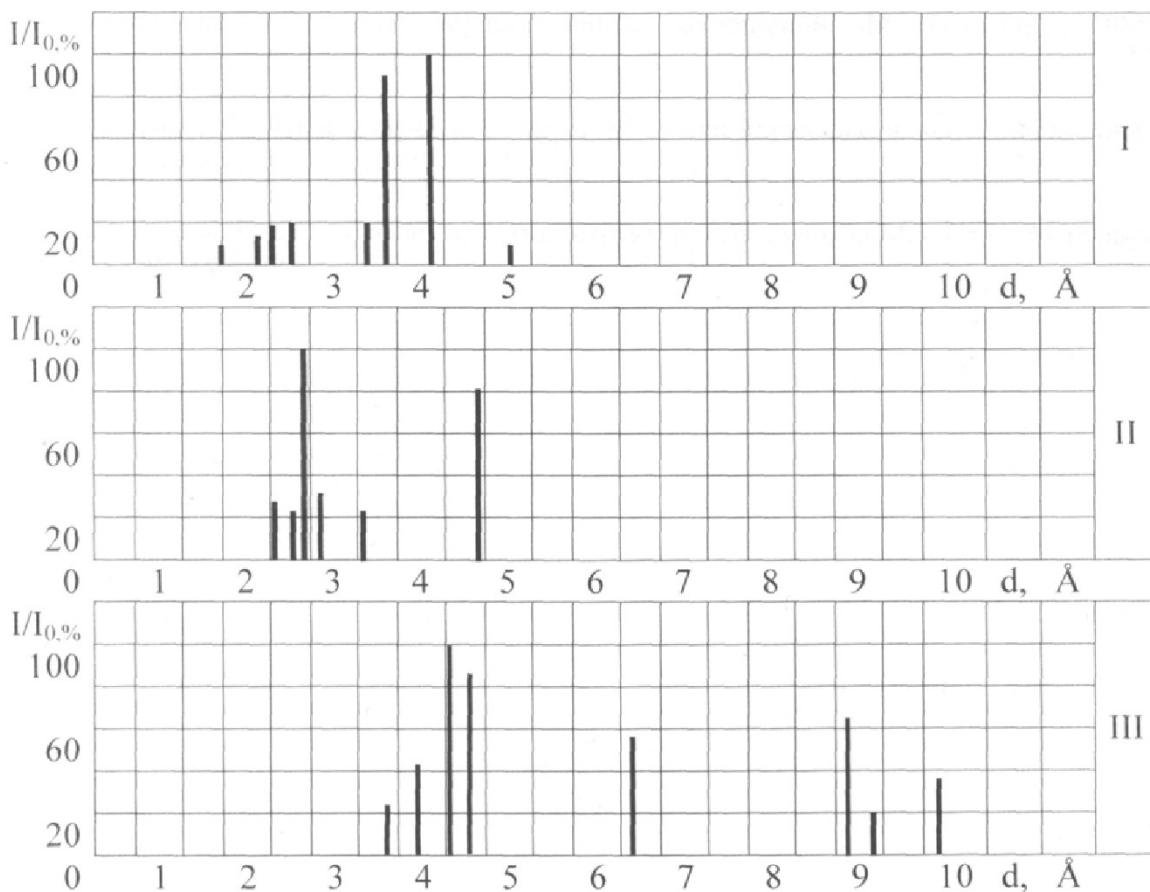
Для синтеза использовали гексагидрат нитрата иттрия, тетраизотиоцианатодиамминхромат(III) аммония (соль Рейнеке), которую предварительно очищали от соли гуанидиния,  $\epsilon$ -капролактама ( $C_6H_{11}NO$ ). Соединение  $[Y(C_6H_{11}NO)_6(NO_3)_2]$   $[Cr(NH_3)_2(NCS)_4]$  было получено в виде мелкокристаллического осадка розового цвета при добавлении водного раствора  $\epsilon$ -капролактама ( $\epsilon$ -КПЛ) к

смеси водных растворов нитрата иттрия и соли Рейнеке, взятых в мольном соотношении 1:1. Осаждение комплекса проводили при pH 5, во избежание выпадения гидроксида иттрия (pH 9) и тетраизотиоцианатодиамминхромата(III) комплекса  $\epsilon$ -капролактами (pH 2). Осадок отфильтровывали, высушивали над  $CaCl_2$ .

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

Полученные данные представлены в таблице.

Соединение устойчиво на воздухе в стандартных условиях, растворимо в воде, спирте, ацетоне, диметилсульфокисиде, диметилформамиде,monoэтаноламине, ацетонитриле. ИК-спектры образца регистрировали при комнатной температуре с использованием ИК-спектрометра с Фурье преобразованием FTIR "Tensor27" фирмы Bruker с при-



Штрихрентгенограммы соединений: I-соль Рейнеке; II- $\epsilon$ -капролактам; III-комплекс  $[Y(C_6H_{11}NO)_6(NO_3)_2]/[Cr(NH_3)_2(NCS)_4]$

	Y	Cr	C	N	O	S
Найдено, % :	7,20	4,70	28,8	13,41	14,91	13,20
Для Y Cr C <sub>40</sub> H <sub>72</sub> N <sub>14</sub> O <sub>12</sub> S <sub>4</sub> вычислено, % :	7,30	4,80	28,9	13,50	16,50	13,50

ставкой диффузного отражения "Easydiff" фирмы PIKE в интервале частот 4000-400 см<sup>-1</sup>. Рентгенофазовый анализ комплекса проводили на дифрактометре ДРОН-2.0 (CuKa-излучение). Расчет межплоскостных расстояний выполнен по таблицам Геллера [5].

#### Результаты и их обсуждение

В спектре комплекса присутствуют полосы, характерные  $\epsilon$ -КПЛ в областях:  $\nu(\text{NH})= 3294,95$ ;  $\nu(\text{CH}_2)= 2932$ ;  $\delta(\text{CH}_2)= 1499,22, 1436,75$ ;  $\nu(\text{CO})= 1622$  см<sup>-1</sup>. Способ координации  $\epsilon$ -КПЛ атомом иттрия в комплексе определяется положением полосы валентных колебаний группы C=O. Так, в спектре наблюдается понижение частоты  $\nu(\text{CO})$  с 1665,47 см<sup>-1</sup> (в несвязанном  $\epsilon$ -КПЛ) до 1622 см<sup>-1</sup> (в комплексе). Для определения типа связи изотиоцианатной группы в комплексе с металлом существуют некоторые эмпирические критерии. Изолированный в матрице CsI ион NCS<sup>-</sup> при 27° имеет значения  $\nu(\text{CN})$ ,  $\nu(\text{CS})$ ,  $\delta(\text{NCS})$  соответственно 2066,3; 744; 468,1 см<sup>-1</sup> [2]. В ИК-спектре полученного соединения положение частот валентных колебаний  $\nu(\text{CS})=826$  см<sup>-1</sup> и деформационных ко-

лебаний группы  $\delta(\text{NCS})= 495$  см<sup>-1</sup> информируют о координации роданидной группы через атом азота. Аммиачные лиганды в спектрах проявляются полосами валентных колебаний  $\nu(\text{NH})=3294$  см<sup>-1</sup> и деформационных колебаний  $\delta(\text{NH})$  в области 1200-1243 см<sup>-1</sup> [3].

Дифрактометрические данные вновь полученного комплекса и исходных веществ представлены на рисунке.

Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о получении нового соединения и доказывают его индивидуальность (рис.), примесей исходных веществ не обнаружено.

#### Вывод

Получен и охарактеризован новый комплекс состава [Y(C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NO)<sub>6</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>][Cr(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(NCS)<sub>4</sub>].

ИК-спектроскопическим методом установлено, что комплексы являются изотиоцианатными, а координация органического лиганда с катионом металла осуществляется через атом кислорода  $\epsilon$ -капролактама.

Методом рентгенофазового анализа доказана индивидуальность полученного соединения.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Горюнова И.П. Дис. ...канд. хим. наук. Кемерово: ГУ КузГТУ, 2004
- Химия псевдогалогенидов /Под ред. Голуба А.М., Келера Х.. Киев: Вища шк., 1981.360с.
- Кукушкин Ю.Н.Химия координационных соединений. -М.: Высш.шк., 1985. 455с.
- Накамото К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. -М.: Мир,1991.536с.
- Шишаков Н.А.Основные понятия структурного анализа-М.: Изд. Акад.наук СССР, 1961.366с.

#### □ Авторы статьи:

Исакова Ирина Валерьевна - аспирант каф.химии и технологии неорганических веществ	Черкасова Татьяна Григорьевна - докт.хим.наук, проф., зав. каф. химии и технологии неорганических веществ
--	---