

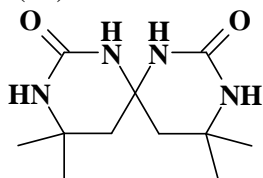
УДК 548.736+ 546.668+54.057

Нетреба Е.Е., асп.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ И КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ БИЯДЕРНОГО КОМПЛЕКСА НИТРАТА ИТТЕРБИЯ(III) С 4,4,10,10-ТЕТРАМЕТИЛ-1,3,7,9-ТЕТРААЗОСПИРО[5.5]УНДЕКАН-2,8-ДИОНОМ

Таврический национальный университет им. В.И. Вернадского, 95007, г. Симферополь, пр. Акад. Вернадского 4; e-mail: evgtnu@gmail.com

Координационные соединения с лигандами класса циклических спиробисмочевин относятся к малоизученным веществам. Один из таких лигандов – 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-дион или спирокарбон (Sk):



Данный лиганд – как предшественник мочевины обладает рядом ценных биологических свойств: низкий уровень токсичности, LD₅₀ = 3000 мг/кг массы белых мышей, мембранотропность [1], способность проходить и накапливаться в цитоплазме лейкозных клеток линий L1210 и SEM-T4 мыши и человека соответственно [2]. Также он способствует повышению количества белка и снижению крахмалистости в зерне овса [3]. В работе [4] доказана эффективность применения спирокарбона как стимулятора каллюсообразования у Форзиции европейской и корнеобразования у Чубушника вечноного. В работе [5] показана эффективность применения спирокарбона как стимулятора роста и развития в овцеводстве.

Ранее нами были получены и описаны биядерные КС спирокарбона: [Y(NO₃)₂(H₂O)₃(C₁₁H₂₀N₄O₂)₂(NO₃)₂] [6], [La(NO₃)₃(C₁₁H₂₀N₄O₂)(H₂O)₂]₂ [7], [Nd(NO₃)₂(H₂O)₃(C₁₁H₂₀N₄O₂)₂(NO₃)₂] [8], поэтому получение и изучения координационных соединений данного лиганда, как жесткого основания Льюиса, пояснит более

полно химизм взаимодействия его с ионами металлов различных групп и подгрупп периодической систем химических элементов.

Цель настоящей работы – получение координационного соединения нитрата иттербия (III), как жесткой кислоты Льюиса, с молекулами спирокарбона и воды – (I) и определение его структуры.

Экспериментальная часть

Синтез. Для получения I использовали пентагидрат нитрата иттербия(III) Yb(NO₃)₃·5H₂O («х.ч.»), Sk, полученный по методике [9] и ацетон («осч.»). Для этого нитрат иттербия 7,53 г (16,8 ммоль) растворяли в 20 мл ацетона, затем вносили 3,57 г (13,8 ммоль) спирокарбона и 5-10 минут перемешивали на магнитной мешалке. Полученный раствор фильтровали, и выдерживали в неплотно закупоренном стаканчике до формирования кристаллов. Выделившиеся кристаллы белого цвета отфильтровывали, промывали ацетоном и сушили на воздухе. Выход по лиганду ~ 82%.

Элементный анализ проведен на элементном анализаторе EA-3000 фирмы EuroVector (Италия). Для соединения [Yb(NO₃)₃(C₁₁H₂₀N₄O₂)(H₂O)]₂:

Найдено, %: С 21,37; Н 3,61; N 15,85;

Вычислено, %: С 21,40; Н 3,59; N 15,88.

ИК спектры лиганда и синтезированного I записывали в таблетках KBr на Фурье ИК-спектрофотометре SPECTRUM ONE (PerkinElmer) в области 400-4000 см⁻¹.

РСА. Экспериментальный материал для кристаллов I получен на автоматическом четырехкружном дифрактометре

«Xcalibur 3». Структура расшифрована прямым методом по комплексу программ SHELX-97 [10]. Положения атомов водорода рассчитаны геометрически и уточнены по модели наездника с $U_{\text{изо}}=nU_{\text{экр}}/2$ несущего атома ($n=1,5$ для воды и метильных групп, $n=1,2$ для остальных атомов водорода). Структура уточнена полноматричным МНК в анизотропном приближении для неводородных атомов по F^2 .

Основные характеристики эксперимента и параметры элементарной ячейки: Эмпирическая формула – $C_{22}H_{44}N_{14}O_{24}Yb_2$; M_r – 1234,79; Температура съемки, К – 293(2); Излучение (λ , Å) – MoK α (0,71073); Сингония – моноклинная; Пространственная группа – $P2_1/c$; Параметры ячейки: $a=6,4070(3)$, $b=23,2702(11)$, $c=13,7234(5)$ Å, $\beta=98,195(4)$ град., $V=2025,18(16)$ Å³; $Z=2$; $\rho_{\text{выч.}}=2,025$ г/см³; $\mu(\text{MoK}\alpha)=4,694$ мм⁻¹; $F(000)$ – 1212; Размер монокристалла, мм – 0,08×0,13×0,22; Область углов θ , град. – 3,00–28,90; $2\theta_{\text{max}}$, град. – 57,80; Интервалы индексов отражений: $-4 \leq h \leq 8$, $-30 \leq k \leq 26$, $-17 \leq l \leq 15$; Число измеренных рефлексов – 7923; Число независимых рефлексов – 4469 ($R_{\text{int}}=0,0367$); Число рефлексов с $I > 2\sigma(I)$ – 3511; Число уточняемых переменных – 285; R-фактор ($I > 2\sigma(I)$): $R_1=0,0401$, $wR_2=0,0557$; R-фактор по всем отражениям: $R_1=0,0616$, $wR_2=0,0611$; GOOF по F^2 – 1,046; $\Delta\rho_{\text{max}}$ и $\Delta\rho_{\text{min}}$, eÅ⁻³ – 0,689 и -0,971.

Координаты атомов и другие параметры структуры **I** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 924466; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Результаты и их обсуждение

На ИК-спектрах соединения **I** и молекул Sk наблюдаются следующие полосы:

– для Sk (см⁻¹): 3416 $\nu_s(\text{HOH})$; 3335, 3293, 3218 $\nu_{s+\text{as}}(\text{NH})$; 3075 $\nu_s(-\text{CH}_2-)$; 2991 $\nu_{\text{as}}(\text{Me})$; 2978 $\nu_s(\text{Me})$; 2932 $\nu_{\text{as}}(-\text{CH}_2-)$; 1653 $\nu(\text{C}=\text{O}, \text{амид-I})$; 1487 $\delta(\text{NH})$; 1447 $\delta_s(-\text{CH}_2-)$; 1418 $\nu(\text{C}-\text{N})$; 1385, 1367, 1335 $\delta_s(\text{CMe}_2)$; 1288 $\nu(\text{CO})+\nu(\text{NH})+\delta(\text{NH})$ (амид-III); 1254 $\omega(-\text{CH}_2-)+\tau(-\text{CH}_2-)$; 1209, 1192 $\delta(\text{C}_{\text{спиро}}+\text{C}_{\text{четврт.}})$; 1118 $\delta(\text{NH})$; 1093 $\delta(\text{колец})$; 1015 $\delta(\text{NH})$; 978, 955, 928, 908 $\gamma(\text{колец})$ +внеплоскостные колебания $\delta(-\text{CH}-)$ колец+ $\rho(\text{CH}_2)$; 824 $\rho(\text{Me})$; 764

$\omega(\text{NH})$; 593 $\delta(\text{амид-III})$; 534 $\pi(\text{C}=\text{O}, \text{выход из плоскости цикла})$; 491 $\delta(\text{C}-\text{N}-\text{C})$; 467, 457 $\delta_\gamma(\text{скелетные колебания колец})$.

– для **I** (см⁻¹): 3906 $\nu_s(\text{HOH})$; 3382, 3362 $\nu_{s+\text{as}}(\text{NH})$; 3008 $\nu_s(-\text{CH}_2-)$; 2979 $\nu_s(\text{Me})$; 2935 $\nu_{\text{as}}(-\text{CH}_2-)$; 1651 $\nu(\text{C}=\text{O}, \text{амид-I})$; 1563 [11] $\delta(\text{HOH})$; 1532 [12, 13, 15] $\nu_3(\text{E}^-, \text{NO}_3^-)$; 1490 $\delta(\text{NH})$; 1466 $\delta_s(-\text{CH}_2-)$; 1409 $\nu(\text{C}-\text{N})$; 1386, 1372, 1340, 1321, 1309 $\delta_s(\text{CMe}_2)$; 1257 [12, 13, 15] $\nu_3(\text{E}^-, \text{NO}_3^-)$; 1225 $\omega(-\text{CH}_2-)+\tau(-\text{CH}_2-)$; 1187, 1211 $\delta(\text{C}_{\text{спиро}}+\text{C}_{\text{четврт.}})$; 1171 [14] $\delta_s(\text{CCH})$; 1124 $\delta(\text{NH})$; 1098 $\delta(\text{колец})$; 1047, 1036 [12, 13, 15] $\nu_1(\text{A}_1^-, \text{NO}_3^-)$; 939, 909, 850 $\gamma(\text{колец})$ +внеплоскостные колебания $\delta(-\text{CH}-)$ колец+ $\rho(\text{CH}_2)$; 826, 814 $\rho(\text{CH}_3)+\delta(\text{NO}_3^-)$; 742 $\omega(\text{NH})$; 751 [13] $\omega(\text{Yb}\leftarrow\text{OH}_2)$; 625 [11, 12] $\rho(\text{Yb}\leftarrow\text{OH}_2)$; 598 $\delta(\text{амид III})$; 542 [12] $\nu_{s+\text{as}}(\text{Yb}\leftarrow\text{O}=\text{C})$; 495 $\delta(\text{C}-\text{N}-\text{C})$; 466 $\delta_\gamma(\text{скелетные колебания колец})$.

При сравнении валентных колебаний $\nu(\text{C}=\text{O}, \text{амид-I})$ лиганда и **I** наблюдается смещение на 2 см⁻¹ в дальнюю область из-за координирования молекулы Sk, а также смещение в ближнюю область $\nu_s(\text{N}-\text{H})$, $\nu_{\text{as}}(\text{N}-\text{H})$ с 3335, 3293 и 3218 см⁻¹ до 3382, 3362 см⁻¹, что характерно для аминогрупп при координированном карбониле мочевиного фрагмента [16]. В ИК-спектре **I** наблюдаются полосы поглощения при 3751, 1563, 751, 625 см⁻¹, которые соответствуют валентным и деформационным колебаниям координированной воды, а также набор полос поглощения гетероциклических колец спирокарбона. Отметим, что свободный нитрат-анион как плоский ион, относящийся к точечной группе D_{3h} , имеет четыре различные основные колебательные частоты: частоту симметричных валентных колебаний $\nu_s(\text{NO}) \approx 1050-1060$ см⁻¹, частоту несимметричных дважды вырожденных валентных колебаний $\nu_e(\text{NO}) \approx 1350-1400$ см⁻¹ и две частоты деформационных колебаний $\delta(\text{NO}_3^-) \approx 810-840$ и $\sim 710-730$ см⁻¹. В ИК-спектре обычно активны только три частоты: $\nu_e(\text{NO})$ и две $\delta(\text{NO}_3^-)$ [13]. При координации нитрат-иона его симметрия может снижаться до C_s и C_{2v} , в результате в ИК-спектре появляется 6 интенсивных линий [12]: полностью симметричное колебание в областях 970–1040 см⁻¹; валентное антисимметричное колебание расщепляющееся на две интенсивные линии в области 1550–1410 см⁻¹ и 1290–1250 см⁻¹; неплоское колебание в области 830–800 см⁻¹;

плоское деформационное колебание, проявляющееся в виде двух полос при 780–700 cm^{-1} и около 680 cm^{-1} [15]. На ИК-спектре **I** присутствуют линии при 1532, 1257, 1047, 1036, 826 cm^{-1} . Что дает право утверждать, что нитрат-анионы координированы, и находятся во внутренней сфере комплекса.

Соединение **I** представляет собой биядерный комплекс состава $[\text{Yb}(\text{NO}_3)_3(\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})_2]_2$, который находится в кристалле в частном положении на центре инверсии. Атом иттербия координирован двумя атомами кислорода O(1) и O(2) двух молекул лиганда, связанных между собой операцией симметрии [1-x, -y, 1-z], тремя бидентантными нитрат-анионами и молекулой воды. Координационное число Yb равно 9, координационный полиэдр

представляет собой значительно искаженную трехшапочную тригональную призму в основаниях которой лежат атомы O(1), O(2), O(12) и O(3), O(7), O(9). Угол между основаниями призмы составляет 15° , а между средними плоскостями боковых граней 55–69°. Расстояние Yb...Yb в комплексе составляет 9,29 Å. Шестичленные гетероциклы находятся в конформации полукресло с отклонением атомов C(3) и C(9) от плоскостей остальных атомов цикла на -0,513(7) Å и -0,501(8) Å, соответственно. В такой конформации цикла возникают укороченные внутримолекулярные контакты H(3b)...H(10a) 2,19 Å и H(5a)...H(9a) 2,16 Å (сумма ван-дер-ваальсовых радиусов 2,32 Å [17]), рис. 1, табл. 1:

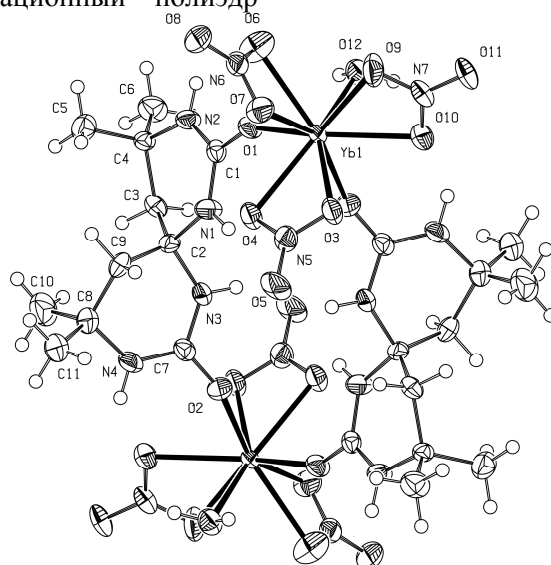


Рис. 1. Строение соединения **I** по данным рентгеноструктурного исследования

Внутри комплекса образована межмолекулярная водородная связь N(1)–H(1)...O(4) (H...O 2,41 Å, N–H...O 134°). Между собой комплексы и координированные нитрат-анионы связаны в слои, параллельные плоскости (0 1 0) за счет множественных межмолекулярных водородных связей: O(12)–H(12a)...O(11)ⁱ [i: 1-x, 1-y, 2-z] (H...O 1,97 Å, O–H...O 174°), O(12)–H(12b)...O(7)ⁱⁱ [ii: 1+x, y, z] (H...O 2,10 Å, O–H...O 169°), N(2)–H(2)...O(8)ⁱⁱⁱ (H...O 2,35 Å, N–H...O 153°), N(3)–H(3)...O(5)ⁱⁱⁱ (H...O 2,24 Å, N–H...O 162°) и N(4)–H(4)...O(11)ⁱⁱⁱ [iii: x, y, -1+z] (H...O 2,21 Å, N–H...O 171°), рис. 2:

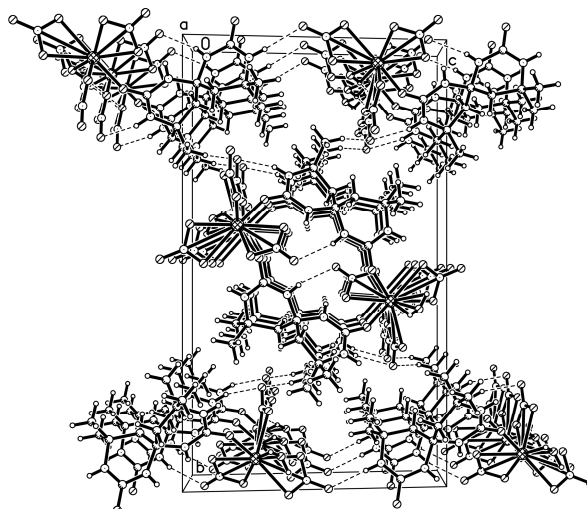


Рис. 2. Общий вид структуры **I**

Таблица 1. Длины связей (Å) и валентные углы (град.) в структуре I*

Угол	о, град	Угол	о, град	Угол	о, град	Связь	d, Å
O(1)Yb(1)O(3)	128,60(13)	O(7)Yb(1)N(7)	92,25(14)	O(5)N(5)O(3)	121,7(5)	Yb(1)-O(1)	2,221(4)
O(1)Yb(1)O(4)	76,45(12)	O(9)Yb(1)O(4)	131,97(14)	O(5)N(5)O(4)	121,9(5)	Yb(1)-O(2) ⁱ	2,188(4)
O(1)Yb(1)O(6)	70,52(14)	O(9)Yb(1)O(6)	73,02(15)	O(6)N(6)Yb(1)	59,1(3)	Yb(1)-O(3)	2,391(4)
O(1)Yb(1)O(7)	100,04(14)	O(9)Yb(1)O(7)	71,01(14)	O(6)N(6)O(7)	115,3(5)	Yb(1)-O(4)	2,466(3)
O(1)Yb(1)O(9)	138,27(14)	O(9)Yb(1)O(10)	51,72(13)	O(7)N(6)Yb(1)	56,7(3)	Yb(1)-O(6)	2,490(4)
O(1)Yb(1)O(10)	145,78(13)	O(9)Yb(1)N(5)	111,80(15)	O(8)N(6)Yb(1)	171,7(4)	Yb(1)-O(7)	2,434(4)
O(1)Yb(1)O(12)	75,80(13)	O(9)Yb(1)N(6)	72,01(13)	O(8)N(6)O(6)	123,6(5)	Yb(1)-O(9)	2,420(4)
O(1)Yb(1)N(5)	102,49(14)	O(9)Yb(1)N(7)	26,01(12)	O(8)N(6)O(7)	121,1(5)	Yb(1)-O(10)	2,458(4)
O(1)Yb(1)N(6)	83,16(13)	O(10)Yb(1)O(4)	123,34(12)	O(9)N(7)Yb(1)	57,0(3)	Yb(1)-O(12)	2,325(3)
O(1)Yb(1)N(7)	150,48(13)	O(10)Yb(1)O(6)	122,80(14)	O(10)N(7)Yb(1)	58,6(3)	Yb(1)-N(5)	2,842(5)
O(2) ^j Yb(1)O(1)	81,68(14)	O(10)Yb(1)N(5)	97,96(13)	O(10)N(7)O(9)	115,6(5)	Yb(1)-N(6)	2,888(5)
O(2) ^j Yb(1)O(3)	79,18(14)	O(10)Yb(1)N(6)	122,84(13)	O(11)N(7)Yb(1)	177,4(4)	Yb(1)-N(7)	2,865(5)
O(2) ^j Yb(1)O(4)	76,49(13)	O(10)Yb(1)N(7)	25,72(12)	O(11)N(7)O(9)	121,0(5)	O(1)-C(1)	1,255(6)
O(2) ^j Yb(1)O(6)	151,29(14)	O(12)Yb(1)O(3)	147,97(13)	O(11)N(7)O(10)	123,4(5)	O(2)-Yb(1) ^j	2,188(4)
O(2) ^j Yb(1)O(7)	145,52(13)	O(12)Yb(1)O(4)	148,78(13)	O(1)C(1)N(1)	121,1(5)	O(2)-C(7)	1,266(6)
O(2) ^j Yb(1)O(9)	102,49(14)	O(12)Yb(1)O(6)	80,86(13)	O(1)C(1)N(2)	120,0(5)	O(3)-N(5)	1,270(5)
O(2) ^j Yb(1)O(10)	77,39(13)	O(12)Yb(1)O(7)	128,46(13)	N(2)C(1)N(1)	118,9(5)	O(4)-N(5)	1,273(5)
O(2) ^j Yb(1)O(12)	85,60(13)	O(12)Yb(1)O(9)	79,06(14)	N(1)C(2)C(3)	106,9(4)	O(5)-N(5)	1,220(5)
O(2) ^j Yb(1)N(5)	75,17(14)	O(12)Yb(1)O(10)	75,88(13)	N(1)C(2)C(9)	108,1(4)	O(6)-N(6)	1,239(5)
O(2) ^j Yb(1)N(6)	158,54(13)	O(12)Yb(1)N(5)	160,81(13)	N(3)C(2)N(1)	107,2(4)	O(7)-N(6)	1,270(5)
O(2) ^j Yb(1)N(7)	103,00(14)	O(12)Yb(1)N(6)	105,27(13)	N(3)C(2)C(3)	106,9(4)	O(8)-N(6)	1,226(5)
O(3)Yb(1)O(4)	52,83(12)	O(12)Yb(1)N(7)	75,54(13)	N(3)C(2)C(9)	108,1(4)	O(9)-N(7)	1,266(5)
O(3)Yb(1)O(6)	123,92(13)	N(5)Yb(1)N(6)	93,47(13)	C(9)C(2)C(3)	119,1(4)	O(10)-N(7)	1,250(5)
O(3)Yb(1)O(7)	72,98(13)	N(5)Yb(1)N(7)	106,89(14)	C(4)C(3)C(2)	116,8(4)	O(11)-N(7)	1,236(5)
O(3)Yb(1)O(9)	88,83(14)	N(7)Yb(1)N(6)	97,68(13)	N(2)C(4)C(3)	108,1(4)	N(1)-C(1)	1,331(6)
O(3)Yb(1)O(10)	73,38(12)	C(1)O(1)Yb(1)	150,0(4)	N(2)C(4)C(5)	109,0(4)	N(1)-C(2)	1,456(6)
O(3)Yb(1)N(5)	26,32(12)	C(7)O(2)Yb(1) ^j	154,1(4)	N(2)C(4)C(6)	108,1(4)	N(2)-C(1)	1,320(6)
O(3)Yb(1)N(6)	98,81(13)	N(5)O(3)Yb(1)	97,1(3)	C(3)C(4)C(5)	113,8(4)	N(2)-C(4)	1,467(6)
O(3)Yb(1)N(7)	80,63(13)	N(5)O(4)Yb(1)	93,4(3)	C(3)C(4)C(6)	108,3(4)	N(3)-C(2)	1,455(6)
O(4)Yb(1)O(6)	102,97(13)	N(6)O(6)Yb(1)	95,6(3)	C(5)C(4)C(6)	109,3(4)	N(3)-C(7)	1,341(6)
O(4)Yb(1)N(5)	26,57(12)	N(6)O(7)Yb(1)	97,5(3)	O(2)C(7)N(3)	119,0(5)	N(4)-C(7)	1,329(6)
O(4)Yb(1)N(6)	85,25(13)	N(7)O(9)Yb(1)	97,0(3)	O(2)C(7)N(4)	121,7(5)	N(4)-C(8)	1,461(7)
O(4)Yb(1)N(7)	133,07(12)	N(7)O(10)Yb(1)	95,7(3)	N(4)C(7)N(3)	119,2(5)	C(2)-C(3)	1,536(7)
O(6)Yb(1)N(5)	117,07(13)	C(1)N(1)C(2)	128,0(5)	N(4)C(8)C(9)	107,9(4)	C(2)-C(9)	1,524(7)
O(6)Yb(1)N(6)	25,27(12)	C(1)N(2)C(4)	125,7(4)	N(4)C(8)C(10)	109,5(5)	C(3)-C(4)	1,526(7)
O(6)Yb(1)N(7)	97,98(15)	C(7)N(3)C(2)	126,8(5)	N(4)C(8)C(11)	108,2(5)	C(4)-C(5)	1,536(7)
O(7)Yb(1)O(4)	70,62(13)	C(7)N(4)C(8)	126,2(5)	C(10)C(8)C(9)	113,5(5)	C(4)-C(6)	1,542(7)
O(7)Yb(1)O(6)	50,98(12)	O(3)N(5)Yb(1)	56,6(3)	C(10)C(8)C(11)	108,4(5)	C(8)-C(9)	1,538(7)
O(7)Yb(1)O(10)	112,54(14)	O(3)N(5)O(4)	116,5(4)	C(11)C(8)C(9)	109,2(5)	C(8)-C(10)	1,513(8)
O(7)Yb(1)N(5)	70,83(13)	O(4)N(5)Yb(1)	60,0(2)	C(2)C(9)C(8)	117,6(4)	C(8)-C(11)	1,529(7)
O(7)Yb(1)N(6)	25,85(11)	O(5)N(5)Yb(1)	174,6(4)				

*Операция симметрии: i: [1-x, 1-y, 1-z].

Выводы

Таким образом впервые синтезирован биядерный комплекс нитрата иттербия(III) с 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро [5.5]ундекан-2,8-дионом или спирокарбоном (Sk). Методом прямого рентгеноструктурного анализа определена его структура. На основании ИКС и РСА можно сказать, что за счет особенностей строения спирокарбон имеет хелатно-мостиковую функцию лиганда и склонен формировать биядерные комплексы, с координированием через C=O мочевиновых фрагментов.

Список использованных источников

1. Старикович Л.С., Дудок Е.П., Сибирная Н.А., Речицкий О.Н., Ерьсько В.А., Влох И.И.,

Гричишин Н.М. Исследование влияния спирокарбона на физико-химические и биохимические характеристики эритроцитов крыс в норме и при алкогольной интоксикации // Медична хімія. – 2009. – т. 11, № 1. – С. 57-62.

2. Старикович Л.С., Старикович М.А., Речицкий А.Н., Ерьсько В.А., Косяк Т.Ю., Сибирная Н.А. Дослідження впливу спирокарбону та похідних піролопіримідиндіонів на лейкозні клітини // Біологічні Студії / Studia Biologica. – 2009. – т. 3. № 2. – С. 93-98.

3. Мусатов А.Г., Семьяшкина А.А., Дашевский Р.Ф. Факторы оптимизации формирования продуктивности растений и качества зерна ярового ячменя и овса // Хранение и переработка зерна. – 2007. – № 7. – С. 38-41.

4. Гуревич А.С., Титов В.А., Бабаева Э.В. и др. Применение стимуляторов корнеобразования для укоренения черенков декоративных древесных и кустарниковых пород // «Интродукция, акклиматизация и культивация растений»: Сб.

науч. тр. Калининград: Изд-во Калинингр. ун-та, 1998. – С. 30-50.

5. Козичар М.В. Приемы повышения шерстяной продуктивности овец асканийской тонкорунной породы / Дис ... канд. с.-г. наук: 06.02.04. – Херсон, 1998. – 16 с.

6. Нетреба Е.Е. Синтез и исследование молекулярной и кристаллической структуры координационного соединения нитрата иттрия(III) с 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-дионом // Наук. вісник Ужгородського ун-ту. Серія «Хімія». – 2012. – № 2 (28). – С. 40-47.

7. Нетреба Е.Е., Федоренко А.М. Синтез и исследование молекулярной и кристаллической структуры координационного соединения нитрата лантана(III) с 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-дионом // Ученые записки Таврического национального университета им. В. И. Вернадского. Серия биология и химия. – 2012. – т. 25, № 4. – С. 255–263.

8. Нетреба Е.Е. Синтез и исследование молекулярной и кристаллической структуры координационного соединения нитрата неодима(III) с 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-дионом (спирокарбон – Sk) // Вісник Харківського національного університету. – 2012. – Т. 21(44), № 1026. – С. 320-326.

9. Нетреба Е.Е., Федоренко А.М., Павлов А.А. Синтез и исследование молекулярно-кристал-

лической структуры 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-диола (спирокарбона – Sk) // Наук. вісник Ужгородського ун-ту. Серія «Хімія». – 2011. – № 1(25). – С. 107-115.

10. Sheldrick G.M. Foundations of Crystallography // Acta Cryst., Sect. A. – 2008. – Vol. 64. – P. 112-122.

11. Григорьев А.И. Введение в колебательную спектроскопию неорганических соединений. – Л.: ЛГУ, 1977. – С. 20-40.

12. Накамото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений. – М.: Мир, 1966. – 224 с.

13. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика. Кн. 1. – М.: Высшая шк., 2003. – 557 с.

14. Wang L., Roitberg A., Meuse C., Gaigalas A.K. Raman and FTIR spectroscopies of fluorescein in solutions // Spectrochim. Acta. – 2001. Part A. – Vol. 57, № 9. – P. 1781-1791.

15. Накамото К. ИК спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. – М.: Мир, 1991. – 284 с.

16. Баличева Т.Г., Лобанева О.А. Электронные и колебательные спектры неорганических и координационных соединений. – Л.: Ленингр. ун-т, 1983. – 70 с.

17. Зефиоров Ю.В., Зоркий П.М. Ван-дер-ваальсовы радиусы и их применение в химии // Успехи химии. – 1989. – т. 58, № 5. – С. 713–716.

Статья поступила в редакцию: 30.09.2013

SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF MOLECULAR AND CRYSTAL STRUCTURE OF BINUCLEAR COMPLEX OF YTTERBIUM(III) NITRATE WITH 4,4,10,10-TETRAMETHYL-1,3,7,9-TETRAAZOSPIRO[5.5]UNDECAN-2,8-DION

Netreba E.E.

Structure of first synthesized binuclear complex $\text{Yb}(\text{NO}_3)_3(\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})_2$ (**I**), its structure was determined by means of X-Ray diffraction study. Crystals are monoclinic: sp. gr. $\text{P2}_1/\text{c}$, $a = 6,4070(3)$, $b = 23,2702(11)$, $c = 13,7234(5)$ Å, $\beta = 98,195(4)^\circ$, $V = 2025,18(16)$ Å³, $d_{\text{calc}} = 2,025$ g/cm³, $Z = 2$. Each of ytterbium atoms is coordinated by two oxygen atoms of two symmetry related organic ligand molecules, three bidentate nitrate anions and water molecules. Coordination number of ytterbium is 9, its coordination polyhedron is a distorted three capped trigonal prism. The Yb...Yb distance in binuclear complex is 9,29 Å.