

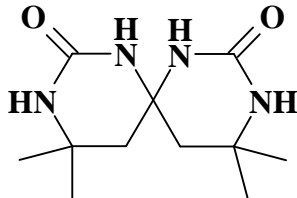
УДК 548.736+546.64+54.057

## 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

Нетребя Е.Е.

Таврический национальный университет им. В.И. Вернадского, г. Симферополь,  
пр. Акад. Вернадского 4, E-mail: [evgtnu@gmail.com](mailto:evgtnu@gmail.com)

Координационные соединения с лигандами класса циклических спирибисмочевин 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):



Данное лиганд - как предшественник мочевины обладает рядом ценных биологических свойств: низкий уровень токсичности, LD<sub>50</sub> = 3000 мг/кг массы белых мышей, мембранотропность [1], способность проходить и накапливаться в цитоплазме лейкозных клеток линий L1210 и СЕМ-Т4 мыши и человека соответственно [2]. Также он способствует повышению количества белка и снижению крахмалистости в зерне овса [3]. В [4] доказана эффективность применения спирокарбона как стимулятора каллюсообразования у Форзиции европейской и корнеобразования у Чубушника венечного. В работе [5] показана эффективность применения спирокарбона как стимулятора роста и развития в овцеводстве. Поэтому получение и изучения координационных соединений данного

лиганда, как жесткого основания Льюиса, пояснит более полно химизм взаимодействия Sk с ионами металлов, и позволит выяснить дентатность лиганда в неводных средах.

Цель настоящей работы – получение координационного соединения нитрата иттрия(III), как жесткой кислоты Льюиса, с молекулами спирокарбона и воды - [Y(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(C<sub>11</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)]<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (I) и определение его структуры.

### Экспериментальная часть

**Синтез.** Для получения I использовали гексагидрат нитрата иттрия(III) Y(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O («х.ч.»), Sk, полученный по методике [6] и ацетон («осч.»). Для этого нитрат иттрия растворяли в небольшом объеме ацетона, затем вносили небольшими порциями спирокарбон и 5-10 минут перемешивали на магнитной мешалке. Полученный раствор фильтровали, и выдерживали в закупоренном стаканчике до формирования кристаллов. Выделившиеся кристаллы белого цвета отфильтровывали, промывали ацетоном и сушили на воздухе. Выход по лиганду ~ 65%.

**Элементный анализ** проведен на элементном анализаторе EA-3000 фирмы EuroVector (Италия).

Найдено, %: С 23.29; Н 4.68; N 17.19.

Для [Y(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(C<sub>11</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)]<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> вычислено, % С 23.21; Н 4.60; N 17.22.

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

**РСА.** Экспериментальный материал для кристаллов **I** получен на автоматическом четырехкружном дифрактометре «Xcalibur 3». Структура расшифрована прямым методом по комплексу программ SHELX-97 [7]. Положения атомов водорода рассчитаны геометрически и уточнены по модели наездника с  $U_{\text{изо}}=nU_{\text{экр}}$  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 приведены в табл. 1. Координаты атомов и другие параметры структуры **I** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 903389; [deposit@ccdc.cam.ac.uk](mailto:deposit@ccdc.cam.ac.uk) или [http://www.ccdc.cam.ac.uk/data\\_request/cif](http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif)).

### Результаты и их обсуждение

В ИК-спектрах соединения **I** и молекул Sk наблюдаются следующие полосы (рис. 1 и 2, табл. 2).

**Таблица 1.** Основные кристаллографические данные и характеристики эксперимента для структуры **I**.

Параметры	Значения	Параметры	Значения
Эмпирическая формула	C <sub>22</sub> H <sub>52</sub> N <sub>14</sub> O <sub>28</sub> Y <sub>2</sub>	<i>F</i> (000)	1168
<i>M</i>	1138.60	Размер кристалла, мм	0.04x0.06x0.45
Температура съемки, К	293(2)	Область углов $\theta$ , град	3.12-26.37
Излучение ( $\lambda$ , Å)	MoK $\alpha$ (0.71073)	$2\theta_{\text{max}}$ , град.	52.74
Сингония	Моноклинная	Интервалы индексов отражений	$-8 \leq h \leq 8$
Пр. гр.	P2 <sub>1</sub> /n		$-19 \leq k \leq 19$
Параметры ячейки:			$-27 \leq l \leq 26$
<i>a</i> , Å	6.4349(5)	Число измеренных рефлексов	12155
<i>b</i> , Å	15.5739(9)	Число независимых рефлексов	4407
<i>c</i> , Å	21.6660(13)	Число рефлексов с $I > 2\sigma(I)$	(R <sub>int</sub> = 0.0718)
$\beta$ , град	94.720(7)	Число уточняемых переменных	302
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	2163.9(3)	<b>R</b> -фактор ( $I > 2\sigma(I)$ )	R <sub>1</sub> = 0.0465, wR <sub>2</sub> = 0.0699
<i>Z</i>	2	<b>R</b> -фактор по всем отражениям	R <sub>1</sub> = 0.0858, wR <sub>2</sub> = 0.0789
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1.747	<b>GOOF</b> по $F^2$	1.004
$\mu$ (MoK $\alpha$ ), мм <sup>-1</sup>	2.779	$\Delta\rho_{\text{max}}$ и $\Delta\rho_{\text{min}}$ , eÅ <sup>-3</sup>	0.450 и -0.433

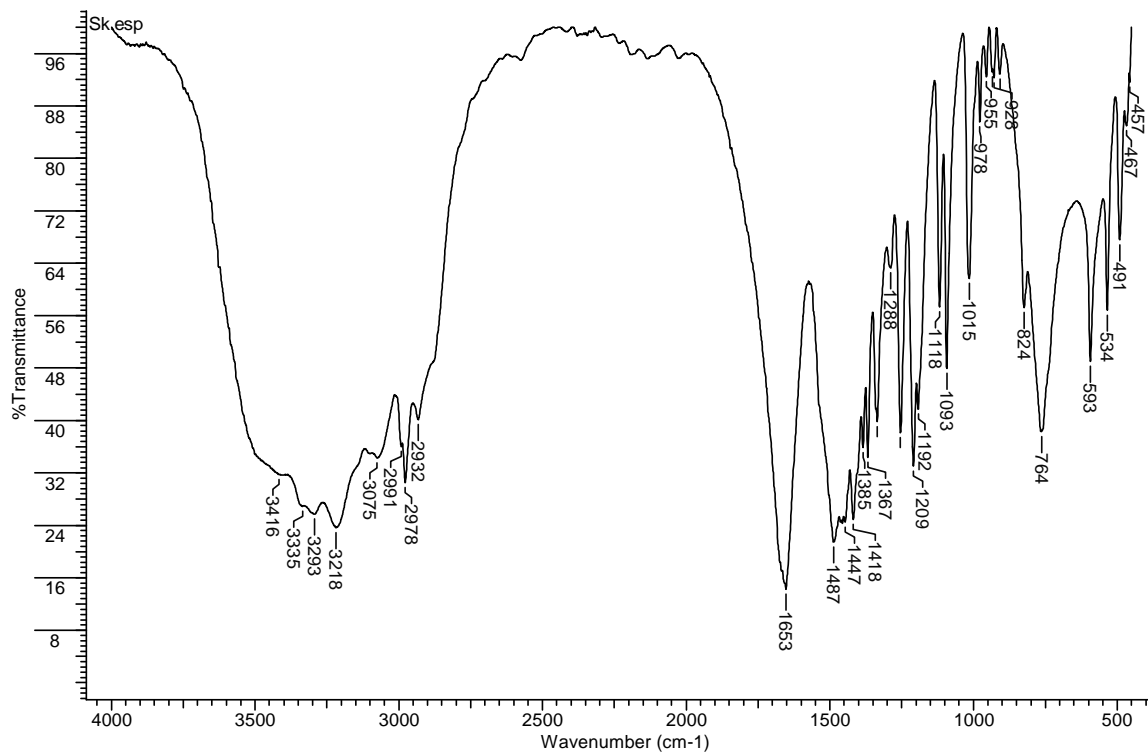


Рис. 1. ИК-спектр лиганда Sk (в таблетке KBr).

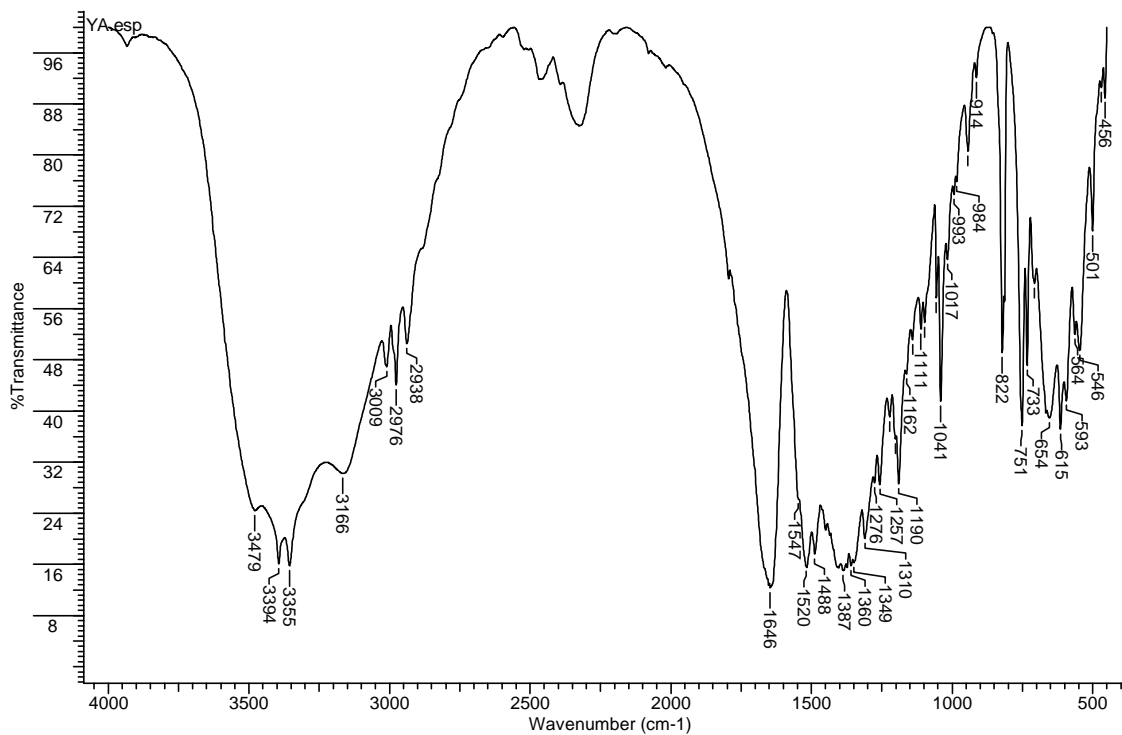


Рис. 2. ИК-спектр координационного соединения I (в таблетке KBr).

Таблица 2. Результаты анализа ИК-спектров лиганда Sk и полученного соединения I.

Отнесение поглощения, $\text{cm}^{-1}$	Sk	Отнесение поглощения, $\text{cm}^{-1}$	I
$\nu_s(\text{HOH})$	3416	$\nu_s(\text{HOH})$	3479
$\nu_{s+\text{as}}(\text{NH})$	3335, 3293,	$\nu_{s+\text{as}}(\text{NH})$	3394, 3355,
	3218		3166
$\nu_s(-\text{CH}_2-)$	3075	$\nu_s(-\text{CH}_2-)$	3009
$\nu_{\text{as}}(\text{Me})$	2991	$\nu_s(\text{Me})$	2976
$\nu_s(\text{Me})$	2978	$\nu_{\text{as}}(-\text{CH}_2-)$	2938
$\nu_{\text{as}}(-\text{CH}_2-)$	2932	$\nu(\text{C=O}, \text{амид I})$	1646
$\nu(\text{C=O}, \text{амид I})$	1653	$\delta(\text{HOH})$	1547 [8]
$\delta(\text{NH})$	1487	$\nu_3(\text{E}^-, \text{NO}_3^-)$	1520 [9, 10, 12]
$\delta_s(-\text{CH}_2-)$	1447	$\delta(\text{NH})$	1488
$\nu(\text{C-N})$	1418	$\nu_{\text{as}}(\text{N=O})$	1387 [9, 10, 12]
$\delta_s(\text{CMe}_2)$	1385, 1367,	$\delta_s(\text{CMe}_2)$	1360, 1349
	1335		
$\nu(\text{CO}) + \nu(\text{NH}) + \delta(\text{NH})$ (амид-III)	1288	$\delta(-\text{CH}_2-)$	1310
$\omega(-\text{CH}_2-) + \tau(-\text{CH}_2-)$	1254	$\omega(-\text{CH}_2-) + \tau(-\text{CH}_2-) + \nu_3(\text{E}^-, \text{NO}_3^-)$	1257, 1276 [9, 10, 12]
$\delta(\text{C}_{\text{спиро}} + \text{C}_{\text{четврт.}})$	1209, 1192	$\delta(\text{C}_{\text{спиро}} + \text{C}_{\text{четврт.}})$	1190, 1202, 1222
$\delta(\text{NH})$	1118	$\delta_s(\text{CCH})$	1141, 1162 [11]
$\delta(\text{колец})$	1093	$\delta(\text{NH})$	1111
$\delta(\text{NH})$	1015	$\delta(\text{колец})$	1098
$\gamma(\text{колец}) +$ внеплоскостные колебания	978, 955,	$\nu_s(\text{NO})$	1056
$\delta(-\text{CH-})$ колец + $\rho(\text{CH}_2)$	928, 908	$\nu_1(\text{A}_1^-, \text{NO}_3^-)$	1041 [9, 10, 12]
$\rho(\text{Me})$	824	$\delta(\text{NH})$	1017
$\omega(\text{NH})$	764	$\gamma(\text{колец}) +$ внеплоскостные колебания $\delta$ (-CH-) колец + $\rho(\text{CH}_2)$	914, 944, 984, 993
$\delta(\text{амид III})$	593	$\rho(\text{CH}_3) + \delta(\text{NO}_3^-)$	822
$\pi(\text{C=O}, \text{выход из плоскости цикла})$	534	$\omega(\text{NH}) + \omega(\text{Y} \leftarrow \text{OH}_2)$	732, 751 [9]
$\delta(\text{C-N-C})$	491	$\delta(\text{NO}_3^-)$	707 [9, 10, 12]
$\delta_\gamma(\text{скелетные колебания колец})$	467, 457	$\rho(\text{Y} \leftarrow \text{OH}_2)$	654 [9, 10]
		$\delta(\text{амид III})$	593, 615
		$\nu_{s+\text{as}}(\text{Y} \leftarrow \text{O=C})$	546, 564 [12]
		$\delta(\text{C-N-C})$	501
		$\delta_\gamma(\text{скелетные колебания колец})$	456, 469

По [10] свободный нитрат-анион как плоский ион, относящийся к точечной группе  $D_{3h}$ , имеет четыре различных основные колебательные частоты: частоту симметричных валентных колебаний  $\nu_s(\text{NO}) \approx 1050-1060 \text{ cm}^{-1}$ , частоту несимметричных дважды вырожденных валентных колебаний  $\nu_e(\text{NO}) \approx 1350-1400 \text{ cm}^{-1}$  и две частоты деформационных колебаний  $\delta(\text{NO}_3^-) \approx 810-840$  и  $\sim 710-730 \text{ cm}^{-1}$ . В ИК-спектре обычно активны только три частоты:  $\nu_e(\text{NO})$  и две  $\delta(\text{NO}_3^-)$  [12]. При координации нитрат-иона

его симметрия может снижаться до  $C_s$  и  $C_{2v}$ , в результате в ИК-спектре появляется 6 интенсивных линий [13]: полносимметричное колебание в областях  $970-1040 \text{ cm}^{-1}$ ; валентное антисимметричное колебание расщепляющееся на две интенсивные линии в области  $1550-1410 \text{ cm}^{-1}$  и  $1290-1250 \text{ cm}^{-1}$ ; неплоское колебание в области  $830-800 \text{ cm}^{-1}$ ; плоское деформационное колебание, проявляющееся в виде двух полос при  $780-700 \text{ cm}^{-1}$  и около  $680 \text{ cm}^{-1}$ . По данным ИК-спектра I видно, что часть нитрат-ионов

координирована во внутренней сфере (1520, 1276, 1041, 822, 707  $\text{cm}^{-1}$ ) по бидентатно-хелатному типу и часть нитрат-ионов находится за сферой координации в некоординированном состоянии (1387, 1056, 822, 707  $\text{cm}^{-1}$ ).

Также при сравнении валентных колебаний  $\nu(\text{C}=\text{O}$ , амид I) происходит смещение на 7  $\text{cm}^{-1}$  в дальнюю область из-за координирования, и смещение в ближнюю область  $\nu_{\text{s}}(\text{N}-\text{H})$ ,  $\nu_{\text{as}}(\text{N}-\text{H})$ , что характерно для аминогрупп при координированном карбониле мочевиного фрагмента [8]. На спектре присутствуют полосы поглощения  $\nu_{\text{s}}(\text{HOH})$  и  $\delta(\text{HOH})$  при 3479 и 1547  $\text{cm}^{-1}$ , свидетельствующие о содержании координированной воды. И содержится набор полос координированного лиганда Sk.

Соединение **I** представляет собой биядерный комплекс состава  $[\text{Y}(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2)]_2(\text{NO}_3)_2$ . Ион иттрия координирован двумя атомами кислорода двух молекул лигандов связанных операцией симметрии  $[-x, -y+1, -z+1]$ , двумя бидентатными нитрат-анионами и тремя молекулами воды. Один из нитрат анионов находится во внешней координационной сфере металла. Координационное число иттрия равно 9, координационный полиэдр представляет собой значительно искаженную трехшапочную тригональную призму в основаниях которой лежат атомы O(1), O(2), O(7) и O(4), O(5), O(9). Угол между

основаниями призмы составляет  $23.8^\circ$ , а между средними плоскостями боковых граней  $53-72^\circ$ . Координация на атом металла приводит к уменьшению валентных углов O(7)N(5)O(6)  $115.8(4)^\circ$  и O(9)N(6)O(10)  $117.6(3)^\circ$  в координированных нитрат-анионах. Расстояние Y...Y в комплексе составляет 9.12 Å. (рис. 3, табл. 3, 4).

Два шестичленных цикла органического лиганда имеют отличающуюся конформацию. Цикл содержащий атом N(1) находится в конформации полукресло с планарным фрагментом N-C(=O)-N-C(Me)<sub>2</sub>, атомы C(2) и C(3) отклоняются от этой плоскости на  $-0.202(6)$  Å и  $0.350(6)$  Å. Цикл содержащий атом N(3) находится в конформации софа с отклонением атома C(8) средней плоскости остальных атомов цикла на  $-0.594(6)$  Å. Угол между средними плоскостями циклов составляет  $87.9(1)^\circ$ . В такой конформации циклов наблюдаются укороченные внутримолекулярные контакты H...H с участием атомов водорода аксиальных метильных групп H(4)...H(5e) 2.20 Å и H(3c)...H(10a) 2.05 Å (сумма ван-дер-ваальсовых радиусов 2.32 Å [14]). В молекуле наблюдается укорочение связей N(1)-C(1) и N(3)-C(7) до 1.315(5) Å и 1.318(4) Å, соответственно, по сравнению со средним значением 1.35 Å [15], что свидетельствует о сильном сопряжении соответствующих карбонильных групп с этими атомами азота.

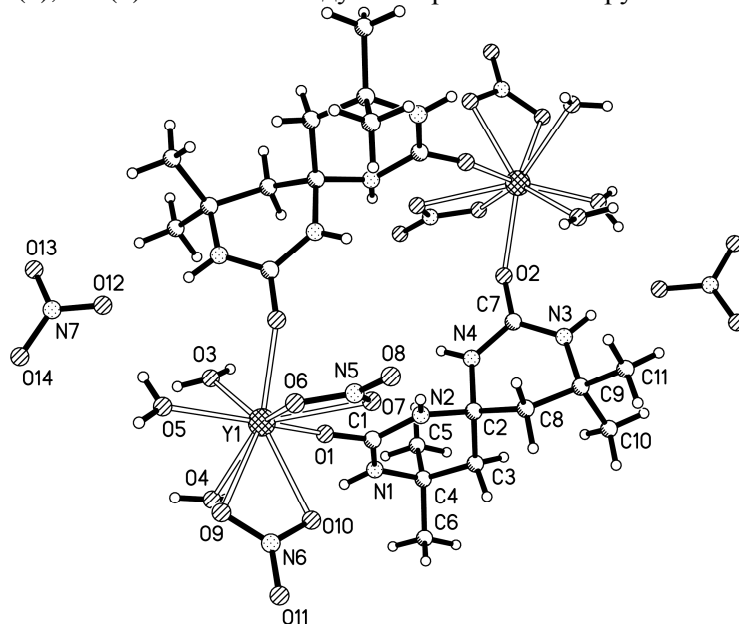


Рис. 3. Строение соединения **I** по данным рентгеноструктурного исследования.

Внутри комплекса образована межмолекулярная водородная связь (BC) N(2)-H(2)...O(7) (H...O 2.25 Å, N-H...O 144°). Между собой комплексы и некоординированные нитрат анионы связаны в слои параллельные плоскости (1 1 0) за счет множественных межмолекулярных BC N(1)-H(1)...O(11)<sup>i</sup> [i: -1+x,y,z] (H...O 2.27 Å, N-H...O 164°); N(3)-H(3)...O(12)<sup>ii</sup> [ii: -x,1-y,1-z] (H...O 2.14 Å, N-H...O 158°); N(4)-

H(4)...O(8)<sup>i</sup> (H...O 2.47 Å, N-H...O 135°); O(3)-H(3a)...O(6)<sup>i</sup> (H...O 1.91 Å, O-H...O 170°); O(3)-H(3b)...O(14)<sup>iii</sup> [iii: -x,2-y,1-z] (H...O 1.88 Å, O-H...O 166°); O(4)-H(4a)...O(13)<sup>iii</sup> (H...O 2.03 Å, O-H...O 162°); O(4)-H(4b)...O(11)<sup>i</sup> (H...O 2.17 Å, O-H...O 176°); O(5)-H(5a)...O(12) (H...O 1.88 Å, O-H...O 171°); O(5)-H(5b)...O(14)<sup>iv</sup> [iv: 1-x,2-y,1-z] (H...O 2.11 Å, O-H...O 159°), (рис. 4).

Таблица 3. Длины связей (Å) в структуре I\*.

Связь	d, Å	Связь	d, Å	Связь	d, Å
Y(1)-O(1)	2.239(3)	O(6)-N(5)	1.284(4)	N(3)-C(7)	1.318(4)
Y(1)-O(2) <sup>i</sup>	2.293(2)	O(7)-N(5)	1.238(4)	N(3)-C(9)	1.463(4)
Y(1)-O(5)	2.331(2)	O(8)-N(5)	1.220(4)	N(4)-C(7)	1.342(4)
Y(1)-O(3)	2.337(2)	O(9)-N(6)	1.251(4)	N(4)-C(2)	1.473(4)
Y(1)-O(6)	2.430(3)	O(10)-N(6)	1.252(4)	C(2)-C(8)	1.518(5)
Y(1)-O(4)	2.445(3)	O(11)-N(6)	1.239(3)	C(2)-C(3)	1.530(5)
Y(1)-O(10)	2.466(2)	O(12)-N(7)	1.240(4)	C(3)-C(4)	1.517(5)
Y(1)-O(9)	2.588(3)	O(13)-N(7)	1.235(4)	C(4)-C(6)	1.510(5)
Y(1)-O(7)	2.613(3)	O(14)-N(7)	1.256(4)	C(4)-C(5)	1.524(6)
Y(1)-N(6)	2.936(3)	N(1)-C(1)	1.315(5)	C(8)-C(9)	1.527(5)
Y(1)-N(5)	2.954(4)	N(1)-C(4)	1.472(5)	C(9)-C(11)	1.528(6)
O(1)-C(1)	1.264(4)	N(2)-C(1)	1.345(5)	C(9)-C(10)	1.532(5)
O(2)-C(7)	1.264(4)	N(2)-C(2)	1.458(4)		

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

Таблица 4. Валентные углы (град.) в структуре I\*\*.

Угол	φ, град	Угол	φ, град	Угол	φ, град	Угол	φ, град
O(1)-Y(1)-O(2) <sup>i</sup>	96.06(9)	O(10)-Y(1)-O(9)	50.07(8)	N(6)-Y(1)-N(5)	77.60(8)	O(1)-C(1)-N(2)	120.4(4)
O(1)-Y(1)-O(5)	153.05(10)	O(1)-Y(1)-O(7)	73.29(10)	C(1)-O(1)-Y(1)	156.7(3)	N(1)-C(1)-N(2)	119.4(4)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(5)	86.84(9)	O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(7)	70.38(8)	C(7)-O(2)-Y(1) <sup>i</sup>	145.5(3)	N(2)-C(2)-N(4)	107.2(3)
O(1)-Y(1)-O(3)	79.53(9)	O(5)-Y(1)-O(7)	132.06(10)	N(5)-O(6)-Y(1)	100.8(2)	N(2)-C(2)-C(8)	109.3(3)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(3)	73.96(9)	O(3)-Y(1)-O(7)	131.85(8)	N(5)-O(7)-Y(1)	93.3(2)	N(4)-C(2)-C(8)	107.5(3)
O(5)-Y(1)-O(3)	75.54(9)	O(6)-Y(1)-O(7)	49.96(9)	N(6)-O(9)-Y(1)	93.2(2)	N(2)-C(2)-C(3)	107.1(3)
O(1)-Y(1)-O(6)	122.95(9)	O(4)-Y(1)-O(7)	137.95(8)	N(6)-O(10)-Y(1)	99.07(19)	N(4)-C(2)-C(3)	113.7(3)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(6)	72.60(9)	O(10)-Y(1)-O(7)	69.42(8)	C(1)-N(1)-C(4)	127.4(3)	C(8)-C(2)-C(3)	111.9(3)
O(5)-Y(1)-O(6)	83.54(9)	O(9)-Y(1)-O(7)	101.50(9)	C(1)-N(2)-C(2)	124.8(4)	C(4)-C(3)-C(2)	117.9(3)
O(3)-Y(1)-O(6)	141.21(8)	O(1)-Y(1)-N(6)	102.37(9)	C(7)-N(3)-C(9)	127.0(3)	N(1)-C(4)-C(6)	107.8(3)
O(1)-Y(1)-O(4)	79.33(9)	O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-N(6)	143.14(9)	C(7)-N(4)-C(2)	125.3(3)	N(1)-C(4)-C(3)	108.0(3)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(4)	144.97(9)	O(5)-Y(1)-N(6)	90.64(9)	O(8)-N(5)-O(7)	123.5(4)	C(6)-C(4)-C(3)	109.6(3)
O(5)-Y(1)-O(4)	83.01(9)	O(3)-Y(1)-N(6)	140.50(8)	O(8)-N(5)-O(6)	120.7(4)	N(1)-C(4)-C(5)	109.9(3)
O(3)-Y(1)-O(4)	71.05(8)	O(6)-Y(1)-N(6)	70.58(8)	O(7)-N(5)-O(6)	115.8(4)	C(6)-C(4)-C(5)	109.1(4)
O(6)-Y(1)-O(4)	138.61(8)	O(4)-Y(1)-N(6)	70.63(8)	O(8)-N(5)-Y(1)	173.0(3)	C(3)-C(4)-C(5)	112.3(3)
O(1)-Y(1)-O(10)	79.08(9)	O(10)-Y(1)-N(6)	24.91(8)	O(7)-N(5)-Y(1)	62.0(2)	O(2)-C(7)-N(3)	122.2(3)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(10)	139.17(9)	O(9)-Y(1)-N(6)	25.17(8)	O(6)-N(5)-Y(1)	53.92(19)	O(2)-C(7)-N(4)	119.4(3)
O(5)-Y(1)-O(10)	115.52(9)	O(7)-Y(1)-N(6)	84.67(8)	O(11)-N(6)-O(9)	121.9(3)	N(3)-C(7)-N(4)	118.3(3)
O(3)-Y(1)-O(10)	142.17(10)	O(1)-Y(1)-N(5)	97.97(10)	O(11)-N(6)-O(10)	120.4(3)	C(2)-C(8)-C(9)	116.0(3)
O(6)-Y(1)-O(10)	76.43(9)	O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-N(5)	68.35(8)	O(9)-N(6)-O(10)	117.6(3)	N(3)-C(9)-C(8)	106.5(3)
O(4)-Y(1)-O(10)	74.57(8)	O(5)-Y(1)-N(5)	107.91(10)	O(11)-N(6)-Y(1)	175.3(2)	N(3)-C(9)-C(11)	108.2(3)
O(1)-Y(1)-O(9)	125.08(8)	O(3)-Y(1)-N(5)	141.76(8)	O(9)-N(6)-Y(1)	61.63(17)	C(8)-C(9)-C(11)	108.8(3)
O(2) <sup>i</sup> -Y(1)-O(9)	134.71(10)	O(6)-Y(1)-N(5)	25.28(9)	O(10)-N(6)-Y(1)	56.02(15)	N(3)-C(9)-C(10)	108.9(3)
O(5)-Y(1)-O(9)	65.47(8)	O(4)-Y(1)-N(5)	146.56(8)	O(13)-N(7)-O(12)	120.3(3)	C(8)-C(9)-C(10)	115.8(3)
O(3)-Y(1)-O(9)	126.63(8)	O(10)-Y(1)-N(5)	72.22(9)	O(13)-N(7)-O(14)	120.7(3)	C(11)-C(9)-C(10)	108.4(3)
O(6)-Y(1)-O(9)	69.40(9)	O(9)-Y(1)-N(5)	86.22(9)	O(12)-N(7)-O(14)	119.0(3)		
O(4)-Y(1)-O(9)	69.38(9)	O(7)-Y(1)-N(5)	24.73(9)	O(1)-C(1)-N(1)	120.2(4)		

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

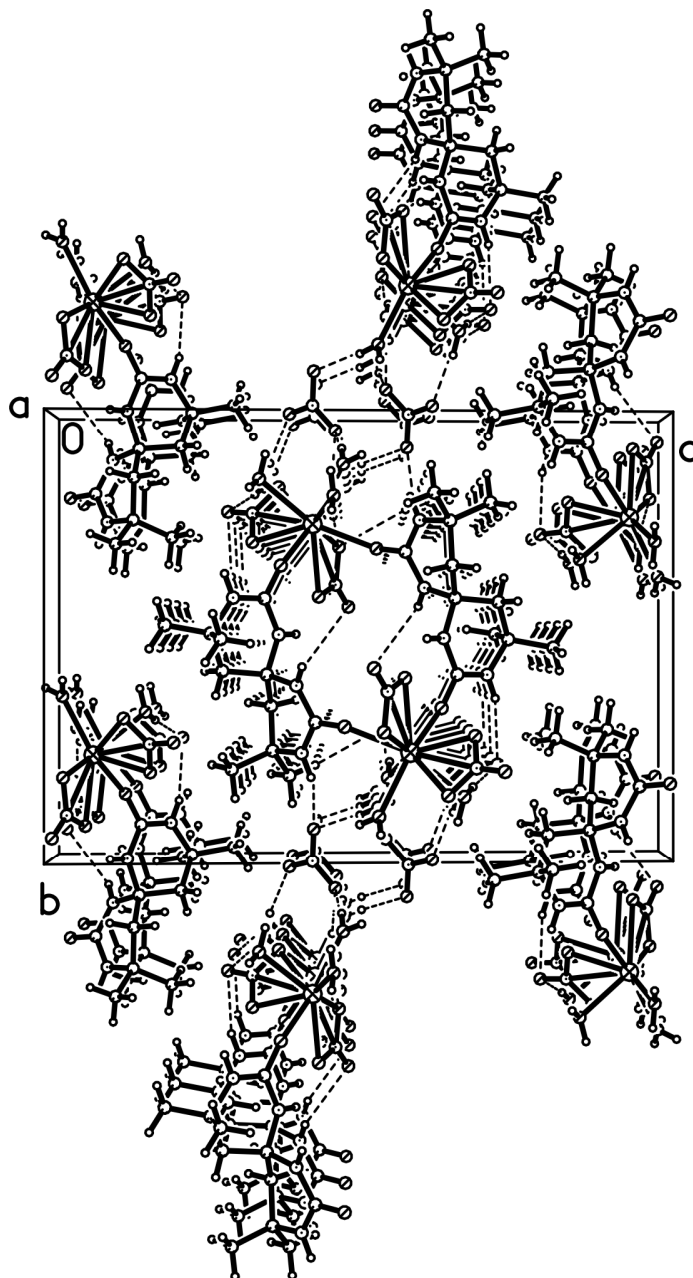


Рис. 4. Общий вид структуры I.

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

#### Литература

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., Семьяшкіна 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: спец. 06.02.04. – Херсон, 1998. – 16 с.

6. Нетреба Е.Е., Федоренко А.М., Павлов А.А. Синтез и исследование молекулярно-кристаллической структуры 4,4,10,10-тетраметил-1,3,7,9-тетраазоспиро[5.5]ундекан-2,8-диона (спирокарбона – Sk) // Наук. вісник Ужгород. ун-ту (Сер. Хімія). – 2011. – № 1 (25). – С. 107-115.

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

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

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

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

11. 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.

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

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

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

15. Burgi H.-B., Dunitz J.D. Structure correlation. – Vol. 2. VCH. Weinheim; New York; Basel; Cambridge; Tokio. – 1994. – P. 741-784.

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

**Netreba Y.**

Structure of first synthesized binuclear complex  $([Y(NO_3)_2(C_{11}H_{20}N_4O_2)(H_2O)_3])^+ \cdot 2NO_3^-$ , its structure was determined by means of X-Ray diffraction study. Crystals are monoclinic: sp. gr.  $P2_1/n$   $a = 6.4349(5)$ ,  $b = 15.5739(9)$ ,  $c = 21.6660(13)$  Å,  $\beta = 94.720(7)^\circ$ ,  $V = 2163.9(3)$  Å<sup>3</sup>,  $d_{calc} = 1.75$  g/cm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ . Each of yttrium anions is coordinated by two oxygen atoms of two symmetry related organic ligand molecules, two bidentate nitrate anions and three water molecules. One of nitrate anions is in outer coordination sphere of the metal. Coordination number of yttrium is 9, its coordination polyhedron is a distorted three capped trigonal prism. The Y...Y distance in binuclear complex is 9.12 Å.