

УДК: 546.47

## РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОРОДНЫХ КОМПЛЕКСОВ ЦИНКА(II) С 2,2'-ДИПИРИДИЛОМ

**Н.В.\*Серая, А.М.\*\*Шалдыбаева, Е.А.\*\*\*Мамбетказиев**

**\*Восточно-Казахстанский государственный технический университет, г. Усть-Каменогорск, Казахстан, [NSeraya@mail.ru](mailto:NSeraya@mail.ru)**

**\*\*Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г. Алматы, Казахстан**

**\*\*\*Казахстанско-американский свободный университет, г. Усть-Каменогорск, Казахстан**

*Выделен из раствора в твердом виде однородный дипиридилный комплекс цинка состава  $ZnDipy$ . Индивидуальность синтезированного комплекса подтверждена современным физико-химическим методом анализа (рентгенофазовым).*

В качестве исходных веществ для получения однородных комплексов цинка(II) с 2,2'-дипиридилем брали шестиводный кристаллогидрат азотнокислого цинка  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  и 2,2'-дипиридил ( $C_5H_4N_2$ ). Следует отметить, что Dipy не растворяется в воде в заметных количествах, поэтому в качестве растворителя для Dipy был выбран этиловый спирт на основании литературных данных.

Синтез дипиридилатов цинка(II) (состава 1:1) осуществлен двумя способами. Для синтеза дипиридилного комплекса первым способом на первой стадии навески  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (1,4850 г, 1,0 ммоль) и 2,2'-дипиридила (0,7800 г, 1,0 ммоль) растворили в 50 мл дистиллированной воды и в 50 мл этилового спирта соответственно, при комнатной температуре. Затем растворы нагрели на водяной бане до  $t = 60-70^0$  С и слили их в горячем виде. Полученный прозрачный раствор выдерживали в термостате в течении 12 часов, медленно упаривали, не доводя до кипения. Выпавшие кристаллы светло-желтого цвета отфильтровывали, промывали несколько раз малыми порциями спирта. При синтезе вторым способом навеску 1,485 г нитрата цинка растворяют в 50 мл дистиллированной воды. После полного растворения соли цинка в раствор добавили растворенную в ацетоне навеску 2,2'-дипиридила, взятую в мольном отношении к цинку (1:1). Из прозрачного раствора при быстром испарении выпали светло-желтые кристаллы, которые промывали ацетоном.

Контроль за фазовым составом продуктов синтеза проводили рентгенографически ( $CoK_{\alpha}$ -излучение). На основании экспериментально полученных дифрактограмм (рисунок 1-2), были рассчитаны рентгенографические характеристики индиферирования порошков исходных компонентов – нитрата цинка и 2,2'-дипиридила, а также синтезированных на их основе комплексных соединений состава 1:1, полученных разными способами (таблица 1-2).

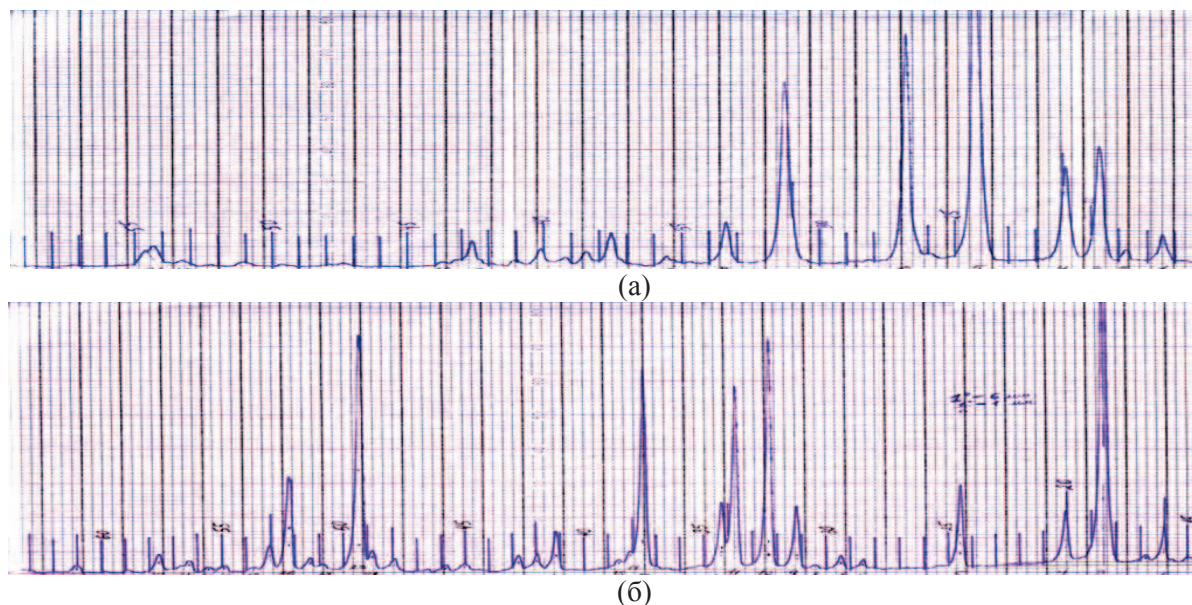


Рисунок 1 – Дифрактограммы ( $Co$ -излучение): (а) - 2,2'-дипиридил; (б) -  $Zn(NO_3)_2$

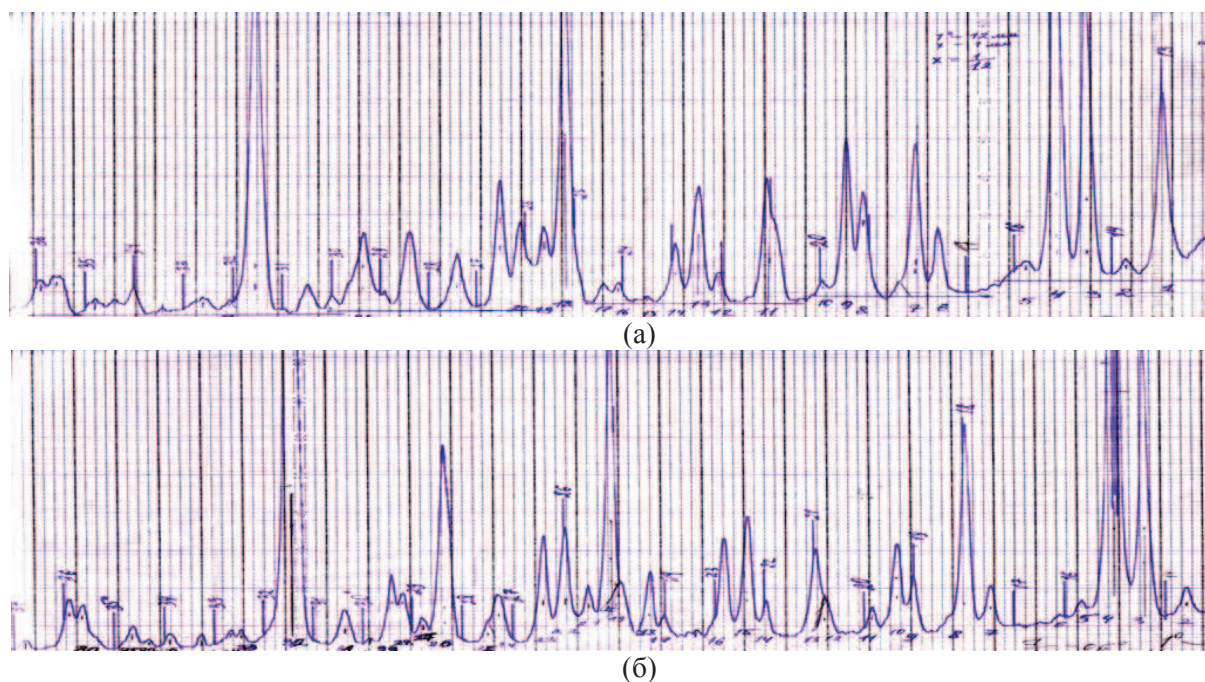


Рисунок 2 – Дифрактограммы дипиридинового комплекса цинка (состав 1:1) (Со-излучение):  
(а) - растворитель- ацетон; (б) - растворитель – этанол

Таблица 1 - Рентгенографические характеристики нитрата цинка и 2,2'-дипиридила (CoK $\alpha$ -излучение)

$Zn(NO_3)_2$					<i>Dipy</i>				
$2\theta$	$\theta$	$\sin\theta$	$d, \text{\AA}$	$J, \%$	$2\theta$	$\theta$	$\sin\theta$	$d, \text{\AA}$	$J, \%$
16	8	0,1392	6,432	<b>10</b>	17,37	8,68	0,151	5,928	<b>11</b>
16,8	8,4	0,1461	6,127	2	18,7	9,35	0,162	5,510	6
18,5	9,25	0,1607	5,568	<b>100</b>	19,77	9,885	0,1717	5,214	<b>51</b>
20,08	10,04	0,1743	5,134	<b>18</b>	20,92	10,46	0,1815	4,930	<b>39</b>
24,5	12,25	0,2122	4,219	<b>26</b>	24,17	12,085	0,2094	4,275	<b>100</b>
28,5	14,25	0,2462	3,636	4	25,83	12,915	0,2235	4,005	6
29,4	14,7	0,2536	3,527	5	26,77	13,385	0,2315	3,867	<b>84</b>
30,46	15,23	0,2627	3,407	1	31,2	15,6	0,2689	3,329	<b>91</b>
31,2	15,6	0,2689	3,329	<b>20</b>	32,93	16,465	0,2834	3,158	3
32,37	16,185	0,2787	3,211	<b>67</b>	33,8	16,9	0,2907	3,079	6
33,67	16,835	0,2896	3,091	<b>54</b>	34,7	17,35	0,2982	3,002	2
34,33	17,165	0,2951	3,033	<b>20</b>	35,5	17,75	0,3049	2,936	3,4
37,58	18,79	0,3221	2,779	<b>58</b>	37,48	18,74	0,3213	2,786	9
38,08	19,04	0,3262	2,744	6	38,25	19,125	0,3276	2,732	2
38,53	19,265	0,3299	2,713	4	38,53	19,265	0,3299	2,713	3
41,17	20,585	0,3516	2,546	<b>11</b>	39,25	19,625	0,3359	2,665	2,5
42	21	0,3584	2,498	5	39,87	19,935	0,3410	2,625	4
42,75	21,375	0,3645	2,456	5	40,17	20,085	0,3434	2,606	3,7
45	22,5	0,3827	2,339	2,5	41,0	20,5	0,3502	2,556	3
48	24	0,4067	2,201	4	43,17	21,585	0,3679	2,433	3,7
48,83	24,415	0,4133	2,166	7	44,67	22,335	0,380	2,355	1,5
49,33	24,665	0,4173	2,145	<b>70</b>	47,33	23,665	0,4014	2,230	2
50,83	25,415	0,4292	2,086	2,5	49,57	24,785	0,4192	2,135	2
52,25	26,125	0,4403	2,033	<b>28</b>	51,27	25,635	0,4326	2,069	4
53	26,5	0,4462	2,006	8	53,25	26,625	0,4481	1,997	<b>12</b>

Таблица 2 – Рентгенографические характеристики комплекса [ZnDipy] (CoK $\alpha$ -излучение)

[ZnDipy]									
(растворитель – этанол)					(растворитель – ацетон)				
$2\theta$	$\theta$	$\sin\theta$	$d, \text{\AA}$	$J, \%$	$2\theta$	$\theta$	$\sin\theta$	$d, \text{\AA}$	$J, \%$
12,83	6,415	0,1117	8,011	10	13,0	6,5	0,1132	7,907	45
13,5	6,75	0,1175	7,615	8	13,71	6,855	0,1194	7,499	12
14,42	7,21	0,1255	7,132	41	14,5	7,25	0,1262	4,093	67
15,0	7,5	0,1305	6,858	100	15,12	7,56	0,1316	6,804	100
15,67	7,835	0,1363	6,566	7	15,75	7,875	0,1370	6,533	12
16,1	8,05	0,1400	6,392	5	17,56	8,78	0,1526	5,864	18
17,47	8,735	0,1519	5,894	9	18,04	9,02	0,1568	5,709	35
18,0	9	0,1564	5,722	30	19,12	9,56	0,1661	5,390	25
19,0	9,5	0,1650	5,423	10	19,46	9,73	0,169	5,296	37
19,33	9,665	0,1679	5,332	15	19,96	9,98	0,1733	5,165	7
19,83	9,915	0,1722	5,198	6	21,04	10,52	0,1826	4,903	28
20,78	10,39	0,1803	4,963	7	22,05	11,025	0,1912	4,681	9
21,0	10,5	0,1822	4,912	14	22,46	11,23	0,1947	4,596	27
22,0	11	0,1908	4,691	7	22,96	11,48	0,199	4,497	15
22,35	11,175	0,1938	4,619	18	23,5	11,75	0,2036	4,395	4
22,82	11,41	0,1978	4,525	15	24,08	12,04	0,2086	4,291	7
24,0	12	0,2079	4,305	5	24,4	12,2	0,2113	4,236	7
24,32	12,16	0,2106	4,249	11	25,12	12,56	0,2175	4,116	73
24,92	12,46	0,2158	4,149	9	25,62	12,81	0,2217	4,037	18
25,08	12,54	0,2171	4,123	41	26,08	13,04	0,2256	3,967	20
25,55	12,775	0,2211	4,048	9	26,5	13,25	0,2292	3,905	27
26,0	13	0,225	3,979	16	27,42	13,71	0,237	3,777	13
26,42	13,21	0,2285	3,917	16	28,38	14,19	0,2451	3,651	17,5
27,27	13,635	0,2357	3,797	8	28,9	14,45	0,2495	3,587	6
27,5	13,75	0,2377	3,766	5	29,37	14,685	0,2535	3,531	17,5
28,35	14,175	0,2449	3,655	27	30,0	15	0,2588	3,458	4
28,79	14,395	0,2486	3,601	5	30,47	15,235	0,2628	3,406	7
29,17	14,585	0,2518	3,555	8	31,54	15,77	0,2718	3,294	78
29,38	14,69	0,2536	3,530	10	32,07	16,035	0,2762	3,240	4
29,87	14,935	0,2577	3,473	2	32,58	16,29	0,2805	3,191	4
30,35	15,175	0,2618	3,419	6	33,42	16,71	0,2875	3,113	2
31,42	15,71	0,2708	3,306	80	34,0	17	0,2924	3,062	6
32,47	16,235	0,2796	3,202	3	34,42	17,21	0,2959	3,025	4
32,67	16,335	0,2813	3,183	3	34,79	17,395	0,299	2,994	4
33,25	16,625	0,2861	3,129	2	35,57	17,785	0,3054	2,930	9
33,9	16,95	0,2915	3,07	3	35,9	17,95	0,3082	2,904	8
34,3	17,15	0,2949	3,036	2	36,88	18,44	0,3163	2,830	3
34,65	17,325	0,2978	3,006	3	37,35	18,675	0,3202	2,795	3
35,64	17,82	0,306	2,925	6	38,88	19,44	0,3328	2,689	5
35,89	17,945	0,308	2,905	7	39,46	19,73	0,3376	2,651	2
36,75	18,375	0,3152	2,839	2	40,32	20,16	0,3446	2,597	11
37,18	18,59	0,3188	2,808	1	42,0	21	0,3584	2,498	11

Штрихрентгенограмма исходного 2,2'-дипиридила характеризуется восьмью линиями, три из которых очень интенсивные и находятся при 12,085 $^\circ$ , 13,385 $^\circ$  и 15,6 $^\circ$  соответственно (рисунок 3б). Штрихрентгенограмма исходного нитрата цинка характеризуется набором линий, одна из которых очень интенсивная и является для этого соединения характеристической, находится при угле отражения 9,25 $^\circ$  (рисунок 3а). Штрихрентгенограмма синтезированного дипиридильного комплекса состава 1:1 отличается от штрихрентгенограмм исходных компонентов (2,2'-дипиридила и Zn(NO $_3$ ) $_2$ )



и характеризуется целым набором собственных межплоскостных расстояний, собственными углами отражения, подтверждая его индивидуальность. Полученное комплексное соединение  $[\text{ZnDipy}]$  (растворитель – этанол) имеет дифрактограмму, подобную дифрактограмме  $[\text{ZnDipy}]$  (растворитель – ацетон). Причем, наиболее интенсивные линии на штрихтеннограммах комплекса цинка(II) с 2,2'-дипиридилем состава 1:1, полученного разными способами, практически совпадают и находятся при углах отражения  $7,21^\circ$ ,  $7,5^\circ$ ,  $9^\circ$ ,  $12,54^\circ$ ,  $15,71^\circ$  и  $7,25^\circ$ ,  $7,56^\circ$ ,  $9,02^\circ$ ,  $12,56^\circ$ ,  $15,77^\circ$  соответственно (рисунок 3в, 3г).

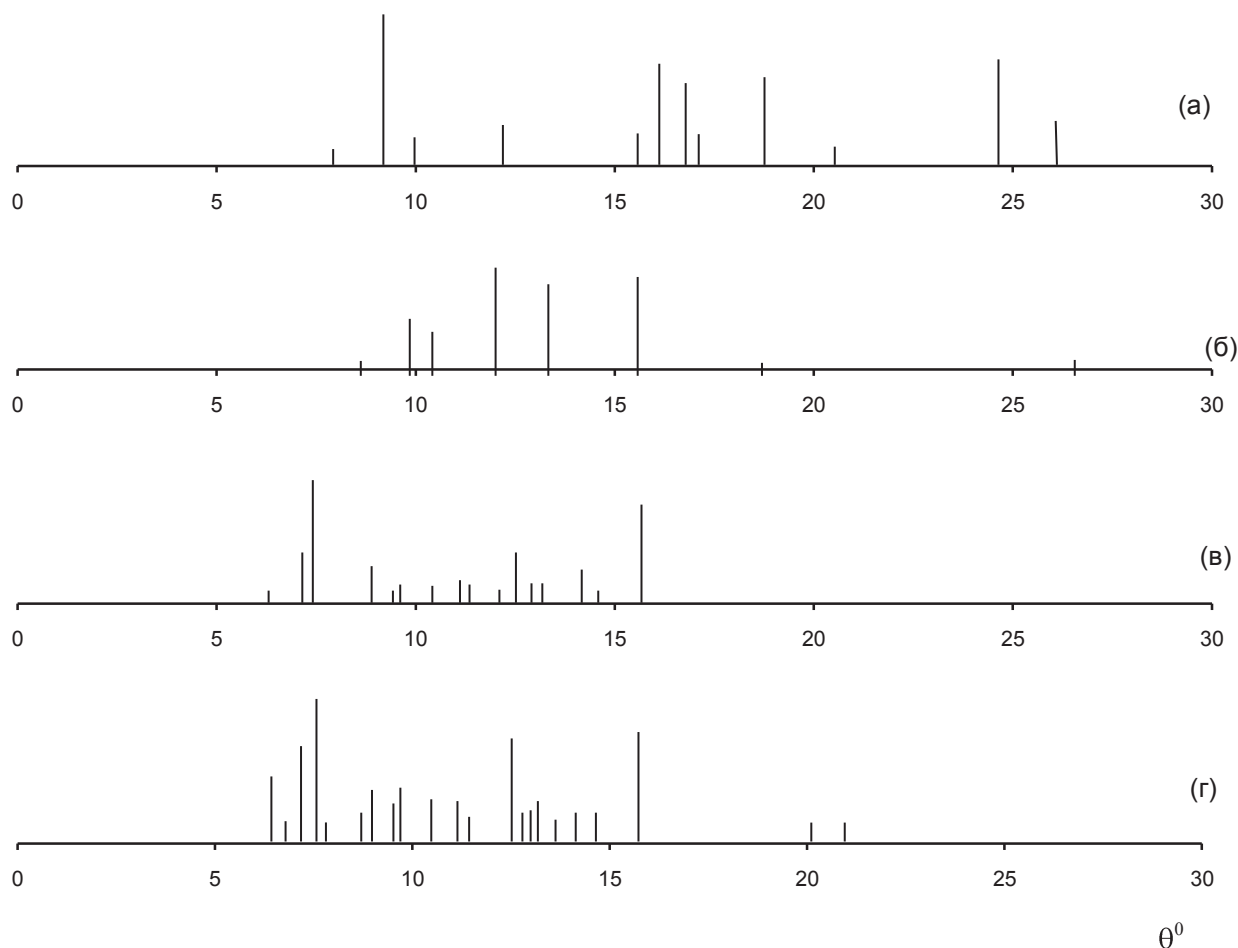


Рисунок 3 – Штрихтеннограммы образцов: (а) –  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ; (б) – Dipy; (в) –  $[\text{ZnDipy}]$  (этанол); (г) –  $[\text{ZnDipy}]$  (ацетон).

Таким образом, полученные результаты позволяют утверждать об образовании комплексного соединения состава  $[\text{Zn}(\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2]$ . Одинаковый состав одноименного комплекса, синтезированного разными способами, свидетельствует об его индивидуальности.

### МЫРЫШТЫҢ (II) 2,2-ДИПИРИДИЛМЕН БІРТЕКТІ КЕШЕНДІ ҚОСЫЛЫСТАРЫН РЕНТГЕНОГРАФИЯЛЫҚ ЗЕРТТЕУ

**Н.В. Серая, А.М. Шалдыбаева, Е.А. Мамбетказиев**

*Ерітіндіден мырыштың дипиридилді комплексі  $\text{ZnDipy}$  қатты түрде бөлініп алынды. Синтезделген комплекс даралылығы физика-химиялық әдістермен (рентгенофазалық) дәлелденді.*

### X – RAY RADIOGRAPHIC EXAMINATION OF ZINC (II) HOMOGENEOUS COMPLEXES WITH 2,2' – BIPYRIDIL

**N.V. Seraya, A. M. Shaldybayeva, E.A. Mambetkazyev**

*Dipyridil complex of zinc  $\text{ZnDipy}$  were isolated from solutions in a solid state. Individuality of synthesized complex was confirmed by modern physico-chemical method (X-ray-phase).*