

УДК 546.45

ХИМИЯ

А. И. ГРИГОРЬЕВ, В. А. СИПАЧЕВ,  
член-корреспондент АН СССР А. В. НОВОСЕЛОВА

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НОВОГО ОКСИАЦЕТАТА БЕРИЛЛИЯ,  
 $\text{Ve}_3\text{O}_2(\text{OSOCN}_3)_8$

Ранее в нашей лаборатории были выделены комплексные соединения, которые образуются при взаимодействии уже давно известного оксиацетата бериллия,  $\text{Ve}_4\text{O}(\text{OSOCN}_3)_6$ , с жирными первичными аминами (1). В начале им был приписан состав  $\text{Ve}_4\text{O}(\text{OSOCN}_3)_6 \cdot n\text{RNH}_2$  (где  $n = 3, 4, 8$ ), однако в результате проведенных дополнительных исследований было показано, что этим соединениям соответствуют формулы —  $\text{Ve}_3\text{O}(\text{OSOCN}_3)_4 \cdot n\text{RNH}_2$  (где  $n = 2, 3$  или 6) (2). В результате термической диссоциации комплексов  $\text{Ve}_3\text{O}(\text{OSOCN}_3)_4 \cdot 3\text{C}_3\text{H}_7\text{NH}_2$  или  $\text{Ve}_3\text{O} \cdot (\text{OSOCN}_3)_4 \cdot 3\text{C}_4\text{H}_9\text{NH}_2$  в вакууме  $\sim 5 \cdot 10^{-2}$  рт. ст. при  $100^\circ \text{C}$  весь содержащийся в них амин удаляется и остается

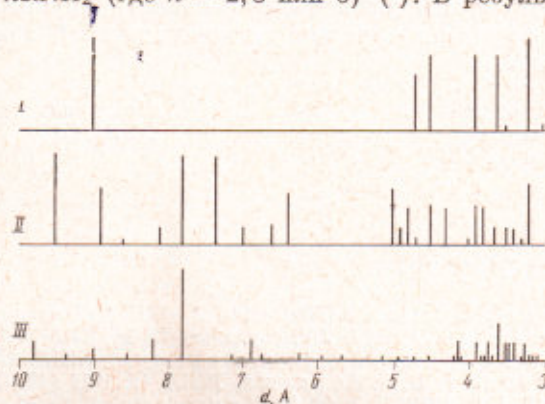


Рис. 1. Рентгенограммы порошка: I — кубический  $\text{Ve}_4\text{O}(\text{OSOCN}_3)_6$ , II — стабильный  $\text{Ve}_3\text{O}_2(\text{OSOCN}_3)_8 \cdot (a)$ , III — метастабильный  $\text{Ve}_3\text{O}_2(\text{OSOCN}_3)_8 (b)$

основная соль состава  $\text{Ve}_3\text{O}(\text{OSOCN}_3)_4$ . Это вещество хорошо растворимо в хлороформе, бензоле и ряде других органических растворителей. Его очистку лучше всего производить путем перекристаллизации из пентана\*.

Анализ перекристаллизованного продукта:

Найдено %:  $\text{VeO}$  26,80;  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  83,70; C 34,72; H 4,57  
Вычислено %:  $\text{VeO}$  26,88;  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  84,58; C 34,41; H 4,30

Соединение может быть получено кристаллизацией из пентана в виде двух кристаллических форм, одна из которых метастабильна ( $\beta$ ) и при кипячении превращается в другую ( $\alpha$ ).

Рентгенограммы порошка обеих форм различны (см. рис. 1), в то время, как и.к. спектры поглощения не проявляют существенных различий. На рис. 2 и.к. спектр поглощения сопоставлен с и.к. спектром  $\text{Ve}_4\text{O}(\text{OSOCN}_3)_6$ . Особенно значительные различия в них наблюдаются в области  $200-650 \text{ см}^{-1}$ .

Вновь полученное соединение возгоняется без разложения в вакууме  $5 \cdot 10^{-2}$  рт. ст. при  $130-140^\circ$ . При температуре около  $215^\circ$  соединение плавится с разложением.

\* Перекристаллизацию удобно производить с помощью экстрактора Сокслета.

Определение молекулярного веса соединения в бензольном растворе показало, что оно является димером  $[\text{V}_2\text{O}(\text{OCOCH}_3)_4]_2$ . Эбуллиоскопически молекулярный вес был найден равным 550, криоскопически  $560 \pm 4$ . Вы-

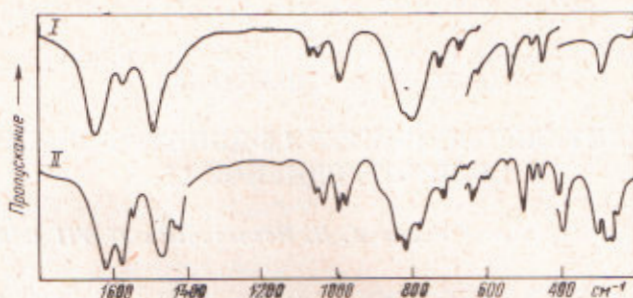


Рис. 2. И.-к. спектры поглощения. I —  $\text{V}_4\text{O}(\text{OCOCH}_3)_8$ , II —  $\text{V}_2\text{O}_2(\text{OCOCH}_3)_4$

численный молекулярный вес для соединения  $[\text{V}_2\text{O}(\text{OCOCH}_3)_4]_2$ , или  $\text{V}_4\text{O}_2(\text{OCOCH}_3)_8$ , равен 558.

Московский государственный университет  
им. М. В. Ломоносова

Поступило  
31 XII 1969

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> А. И. Григорьев, А. В. Новоселова, К. Н. Семененко, ЖНХ, 3, 1559 (1958). <sup>2</sup> А. И. Григорьев, А. В. Новоселова, ЖНХ, 15, № 8 (1970).