维普资讯 http://www.cqvip.com

研究简报

新配合物$[Cd(H_2O)_2(phen)_2](PA)_2$的制备及晶体结构

李大光*,[1,2] 傅维勤[1] 游效曾[2] Wei Chen[3]

([1]广东工业大学轻工化工学院,广州 510090)

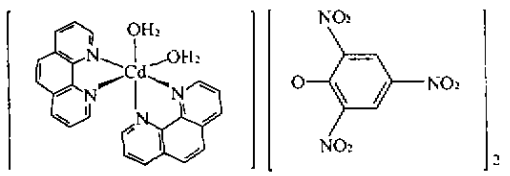
([2]南京大学配位化学研究所,南京 210093)

([3]马来亚大学化学系,吉隆坡 59100,马来西亚)

关键词: Cd(Ⅱ)配合物 二氮杂菲 苦味酸盐 晶体结构

分类号: O614.24+3

苦味酸(HPA)及其化合物是常用的含能材料[1-3],表征它们的结构,可供给含能材料研究人员从分子水平上研究其结构与性能的关系、为发展这一领域的新型含能材料奠定基础。本文合成了新的苦味酸盐配合物:苦味酸二水·二(1,10-二氮杂菲)合镉(Ⅱ){$[Cd(H_2O)_2(phen)_2](PA)_2$}(**1**),对其进行了X-射线晶体结构分析。



(**1**)

1 实验部分

1.1 药品及仪器

1,10-二氮杂菲(phen,分析纯)、苦味酸(HPA,化学纯),高氯酸镉(化学纯)。

Perkin Elmer 240型元素分析仪。Enraf-Nonius CAD-4型四圆衍射仪。

1.2 配合物的合成

以摩尔比为M:phen:HPA=1:3:2的量称取高氯酸镉、1,10-二氮杂菲和苦味酸,转移至2:1(*V*/*V*)的甲醇-水溶液中回流4小时。冷却、过滤。滤液在室温下缓慢自然挥发溶剂,7天后,有淡黄色的针状晶体析出。元素分析:$C_{36}H_{24}CdN_{10}O_{16}$(*M*=965.05),计算值(%):C44.76,H2.51,N14.51;实测值(%):C 44.82,H 2.54,N 14.60。在析出晶体中,挑选完整晶体用于晶体结构分析。

1.3 配合物的晶体结构测定

选取大小为0.35mm×0.35mm×0.25mm的单晶,在Enraf-Nonius CAD-4型X射线四圆衍射仪上,实验温度300K下,用射线(λ=0.071073nm)、石墨单色器,收集衍射数据。在11°≤θ≤12°的范围内,用24个衍射点精确测定晶胞参数和取向矩阵。在扫描范围:1.52°≤θ≤24.97°,以扫描方式,共收集5836个衍射点(都为独立衍射点)、选取$I>2\sigma(I)$的4110个可观察点进行结构修正、全部衍射点强度数据进行了Lp因子和Psi-scan[4]经验吸收校正。

用直接法解出非氢原子坐标、氢原子坐标由理论计算加入。对于氢原子采用各向同性热参数,非氢原子采用各向异性热参数,通过568个参数由全矩阵最小二乘法对各原子的坐标参数和热参数进行修正及结构优化。对于数据的最终偏离因子$R_1=0.0512$,$R_2=0.1152$;对于所有数据的偏离因子$R_1=0.0907$,$R_2=0.2240$,$\omega=1/[s^2(F_o^2)+(0.1627P)^2+0.0000P]$,这里$P=(F_o^2+2F_c^2)/3$、$s=1.021$。最终差值电子密度图上的最高峰和最低峰分别为269和$-243.1e\cdot nm^{-3}$。

收稿日期:2001-06-27。收修改稿日期:2001-09-24。

国家自然科学基金资助项目(No.29631040)。

*通讯联系人。

第一作者:李大光,男,45岁,副教授;研究方向:功能配合物及无机功能材料。

维普资讯 http://www.cqvip.com

2 晶体结构描述与讨论

2.1 $[Cd(H_2O)_2(phen)_2](PA)_2$ 的分子结构

配合物的分子结构及晶胞堆积分别见图1和图2，配合物的晶体学数据列于表1，非氢原子坐标和等效温度因子列于表2，部分键长和键角数据列于表3。

2.2 结果讨论

晶体结构分析表明，配合物的分子中，两个1,10-二氮杂菲中的四个氮原子和两个水分子中的两个氧原子与Cd原子配位，形成一个$[Cd(N_4,O_2)]$配位单元(如图1所示)，四个Cd-N键和两个Cd-O键键长均不相等，键长分别为0.2293nm(N(1)-Cd)、0.2310nm(N(2)-Cd)、0.2334nm(N(3)-Cd)、0.2342nm(N(4)-Cd)、0.2329nm(O(15)-Cd)和0.2269nm(O(16)-Cd)，轴向键角分别为159.8°[N(2)-Cd-O(15)]、160.5°[N(3)-Cd-O(16)]和172.1°[N(1)-Cd-N(4)]，形成一个六配位畸变八面体的顺式结构，Cd^{2+}离子以sp^3d^2杂化轨道与配体形成配位键。配体中，每个phen中的非氢原子共平面，平面(phen)1(由C(1)…C(12)，N(1)和N(2)组成)方程为$7.193X+7.005Y-4.683Z=3.056$，偏差为$1.8\times10^{-3}$nm；平面(phen)2(由C(13)…C(24)，N(3)和N(4)组成)方程为$10.022X-6.533Y+3.315Z=0.003$，偏差为$4.2\times10^{-3}$nm，二平面夹角为72.78°。

两个苦味酸根阴离子存在于外界，与配阳离子以库仑力及氢键结合。在含C(25)-C(30)、N(5)-N(7)和O(1)-O(7)的PA1中，C(25)…C(30)、O(1)和N(5)…N(7)共平面，平面方程为$-10.224X-7.138Y+2.140Z=1.560$，偏差为$1.1\times10^{-1}$nm；在含C(31)-C(36)、N(8)-N(10)和O(8)-O(14)的PA2中，C(31)…C(36)、O(8)和N(8)…N(10)共平面，平面方程为$7.877X-4.537Y+8.007Z=6.818$，偏差

表1 配合物的晶体学数据

Table 1 Crystal Data for the Complex

formula	$C_{36}H_{24}CdN_{10}O_{16}$	scan range/(°)	1.50~23.98
molecular weight	965.05	wavelength/nm	Mo $K\alpha$
crystal size	$0.35\times0.35\times0.25mm^3$		0.071073
crystal system	triclinic	temperature/K	300(2)
space group	$P\bar{1}$	reflections collected	5836
a/nm	1.1363(4)	independent reflections	5836
b/nm	1.2593(2)	$F(000)$	972
c/nm	1.3972(4)	μ(Mo $K\alpha$)/mm^{-1}	0.677
α/(°)	93.97(2)	refinement method	full-matrix least-squares on F^2
β/(°)	100.84(3)		$-12\leqslant h\leqslant2$,
γ/(°)	106.29(2)	index range	$0\leqslant k\leqslant14$,
V/nm^3	1.8690(9)		$-15\leqslant l\leqslant15$
D_c/($g\cdot cm^{-3}$)	1.715	R	0.0907
Z	2	wR	0.2240

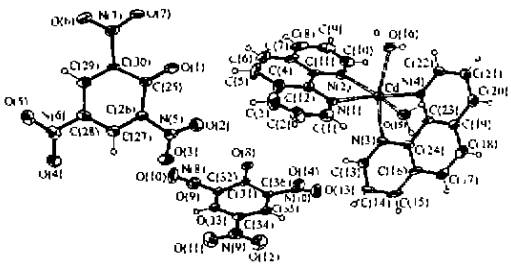


图1 配合物(1)的分子结构

Fig. 1 Molecular structure of the complex

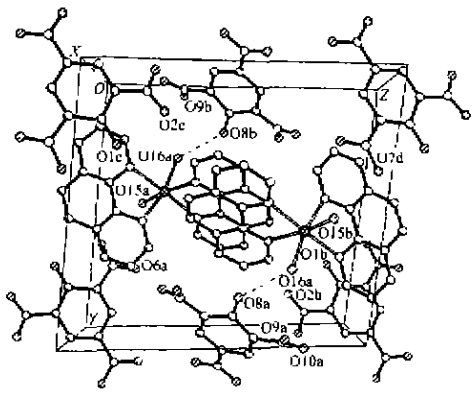


图2 配合物的晶胞堆积图

Fig. 2 Molecular packing arrangement in the unit cell

维普资讯 http://www.cqvip.com

表 2　配合物的非氢原子坐标及其热参数

Table 2　Non-H Atomic Coordinates (×10⁴) and Their Thermal Parameters(nm² ×10) for the Complex

	x	y	z	U(eq)*		x	y	z	U(eq)*
Cd	1514(1)	4246(1)	2492(1)	37(1)	O(1)	1731(8)	7298(7)	8882(6)	64(2)
O(2)	2593(9)	8531(7)	7572(6)	71(3)	O(3)	4035(9)	10060(7)	8109(6)	78(3)
O(4)	4487(11)	12013(7)	11219(7)	92(3)	O(5)	3726(11)	11163(8)	12343(7)	86(3)
O(6)	1217(9)	7460(7)	11729(6)	67(2)	O(7)	81(8)	6441(6)	10357(6)	63(2)
O(8)	9396(7)	8192(6)	5594(5)	46(2)	O(9)	10774(8)	9808(7)	7190(6)	65(2)
O(10)	9358(9)	10066(8)	7919(6)	72(3)	O(11)	6546(9)	11709(8)	5899(7)	76(3)
O(12)	5754(10)	10983(8)	4382(7)	84(3)	O(13)	6960(8)	7982(7)	3042(6)	61(2)
O(14)	8810(8)	7894(7)	3597(6)	61(2)	O(15)	-166(7)	4779(6)	1665(5)	49(2)
O(16)	104(7)	2676(6)	2752(5)	56(2)	N(1)	1551(7)	5373(6)	3865(5)	33(2)
N(2)	2921(8)	3918(7)	3774(6)	41(2)	N(3)	2925(7)	5461(6)	1752(6)	37(2)
N(4)	1757(7)	3252(6)	1099(5)	34(2)	N(5)	3205(8)	9247(7)	8239(6)	44(2)
N(6)	3880(11)	11176(8)	11497(8)	66(3)	N(7)	1309(8)	7325(7)	10878(6)	46(2)
N(8)	9727(9)	9889(6)	7173(6)	42(2)	N(9)	6483(10)	11089(8)	5181(8)	57(3)
N(10)	7935(9)	8232(6)	3685(6)	41(2)	C(1)	875(11)	6086(10)	3926(9)	53(3)
C(2)	836(12)	6638(10)	4783(10)	64(3)	C(3)	1562(14)	6526(12)	5609(10)	73(4)
C(4)	2309(11)	5762(10)	5623(8)	54(3)	C(5)	3083(14)	5581(14)	6503(8)	78(4)
C(6)	3727(13)	4829(13)	6435(9)	75(4)	C(7)	3695(9)	4245(9)	5528(8)	48(3)
C(8)	4358(11)	3480(11)	5414(11)	67(4)	C(9)	4296(12)	2958(10)	4519(13)	71(4)
C(10)	3561(11)	3186(9)	3716(10)	57(3)	C(11)	2969(8)	4453(8)	4666(7)	35(2)
C(12)	2243(8)	5212(8)	4712(6)	33(2)	C(13)	3519(9)	6519(8)	2080(7)	42(2)
C(14)	4284(10)	7235(8)	1552(9)	50(3)	C(15)	4318(11)	6834(10)	632(10)	61(3)
C(16)	3663(10)	5720(9)	242(8)	46(3)	C(17)	3639(12)	5263(10)	-717(8)	59(3)
C(18)	3033(12)	4180(11)	-1052(8)	60(3)	C(19)	2384(10)	3460(9)	-445(7)	43(2)
C(20)	1787(11)	2320(9)	-755(8)	53(3)	C(21)	1198(11)	1687(9)	-138(8)	49(3)
C(22)	1188(9)	2170(8)	783(7)	43(2)	C(23)	2356(9)	3890(7)	494(6)	33(2)
C(24)	2988(9)	5061(8)	850(7)	36(2)	C(25)	2189(9)	8159(8)	9466(7)	39(2)
C(26)	2949(9)	9203(8)	9217(7)	39(2)	C(27)	3494(10)	10134(9)	9863(7)	44(2)
C(28)	3314(10)	10181(8)	10808(8)	44(2)	C(29)	2589(9)	9223(8)	11127(8)	43(2)
C(30)	2047(9)	8276(7)	10478(7)	34(2)	C(31)	8828(8)	8927(7)	5471(6)	30(2)
C(32)	8869(9)	9751(8)	6234(7)	37(2)	C(33)	8127(9)	10450(8)	6155(7)	39(2)
C(34)	7317(9)	10386(8)	5261(7)	39(2)	C(35)	7273(10)	9663(8)	4470(7)	40(2)
C(36)	8000(9)	8969(7)	4551(7)	33(2)					

*Equivalent isotropic displacement parameters $U(eq)$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

为 0.11nm; 两平面夹角为 28.11°。在 PA1 中, 一个酚氧 O(1) 和两个硝基氧 O(2)、O(7) 分别与阳离子中的两个配位水中的氢原子形成氢键, 键长及键角分别为: 0.2682nm、147.5°[O(15)-H(15)B···O(1)b]; 0.2796nm、146.4°[O(16)-H(16)B···O(1)b]; 0.2946nm、133.5°[O(16)-H(16)B···O(2)b]; 0.2990nm、173.2°[O(15)-H(15)A···O(7)a]; 0.2977nm、134.1°[O(15)-H(15)B···O(7)b]。在 PA2 中, 一个酚氧 O(8) 与阳离子中的配位水中的氢原子形成氢键, 键长及键角为: 0.2658nm、171.8°[O(16)-H(16)A···O(1)c](对称性转换, a: $x, y, -z$; b: $-x, 1-y, 1-z$; c: $1-x, 1-y, 1-z$)。阳配离子中, Cd 八面体构型畸变与外界阴离子的诱变有关。

2.2.1　苦味酸根中的 C-O 键

两个苦味酸根中的 C-O 键键长分别为 0.1231nm(PA1) 和 0.1272nm(PA2), 比正常的 C-O 单键的键长 0.1430nm 短, 而接近于 C=O 双键的 0.1220nm。这可能是由于氧负离子与苯环间存在 p-π 共轭效应所致, 导致 C-O 键已不是一个单纯的单键, 而具有一定的双键性质。

2.2.2　苦味酸根中与 C-O 键中的 C 为顶点的苯环内角

苯环上的碳原子均为 sp^2 杂化, C-C 键的内角均为 120°。在苦味酸分子中, 由于羟基的给电子效应[3], 与其相连的碳原子为顶点苯环内角变为 115°, 而在标题化合物的苦味酸根中相应的苯环内角分别为 111.5°(PA1)、112.7°(PA2), 三者在数值上存在较大的差值。原因为在苦味酸分子中, 羟基氧原子为

维普资讯 http://www.cqvip.com

表 3 配合物的部分键长和键角

Table 3 Bond Lengths(nm) and Angles(°) for the Complex

Cd-O(16)	2.269(6)	Cd-N(11)	2.293(7)	Cd-N(12)	2.310(8)	Cd-O(15)	2.329(7)
Cd-N(3)	2.334(8)	Cd-N(14)	2.342(7)	O(1)-C(25)	1.231(12)	O(21)-N(5)	1.206(11)
O(3)-N(5)	1.232(11)	O(41)-N(6)	1.221(13)	O(5)-N(6)	1.227(13)	O(61)-N(7)	1.218(11)
O(7)-N(7)	1.212(11)	O(8)-C(31)	1.272(10)	O(91)-N(8)	1.218(11)	O(10)-N(8)	1.224(11)
O(11)-N(9)	1.205(12)	O(12)-N(9)	1.233(13)	O(13)-N(10)	1.235(11)	O(14)-N(10)	1.208(11)
N(1)-C(1)	1.343(13)	N(1)-C(12)	1.355(11)	N(2)-C(10)	1.332(13)	N(2)-C(11)	1.360(13)
N(31-C(13)	1.318(12)	N(3)-C(24)	1.345(12)	N(41-C(22)	1.336(12)	N(4)-C(23)	1.352(11)
N(51-C(26)	1.451(12)	N(6)-C(28)	1.435(14)	N(7)-C(30)	1.469(12)	N(8)-C(32)	1.447(12)
N(9)-C(34)	1.462(13)	N(10)-C(36)	1.451(12)	C(1)-C(2)	1.36(2	C(2)-C(3)	1.33(2)
C(3)-C(4)	1.45(2)	C(4)-C(12)	1.384(14)	C(4)-C(5)	1.44(2)	C(5)-C(6)	1.36(2)
C(6)-C(7)	1.41(2)	C(71-C(8)	1.40(2)	C(7)-C(11)	1.411(13)	C(8)-C(9)	1.35(2)
C(9)-C(10)	1.37(2)	C(11)-C(12)	1.431(13)	C(13)-C(14)	1.416(14)	C(14)-C(15)	1.36(2)
C(151-C(16)	1.41(2)	C(16)-C(24)	1.409(13)	C(16)-C(17)	1.41(2)	C(17)-C(18)	1.35(2)
C(18)-C(19)	1.43(2)	C(19)-C(23)	1.394(13)	C(19)-C(20)	1.40(2)	C(20)-C(21)	1.36(2)
C(21)-C(22)	1.387(14)	C(23)-C(24)	1.452(13)	C(25)-C(30)	1.454(13)	C(25)-C(26)	1.460(13)
C(26)-C(27)	1.344(14)	C(27)-C(28)	1.373(14)	C(28)-C(29)	1.410(14)	C(29)-C(30)	1.361(14)
C(31)-C(32)	1.419(13)	C(31)-C(36)	1.457(12)	C(32)-C(33)	1.376(13)	C(33)-C(34)	1.388(14)
C(34)-C(35)	1.367(14)	C(35)-C(36)	1.357(13)				

O(16)-Cd-N(11	97.9(3)	O(16)-Cd-N(12)	86.8(3)	N(11)-Cd-N(12)	72.7(3)	O(16)-Cd-O(15)	88.3(3)
N(11)-Cd-O(15)	88.6(3)	N(2)-Cd-O(15)	159.8(3)	O(16)-Cd-N(3)	160.5(3)	N(11)-Cd-N(3)	101.6(3)
N(21-Cd-N(3)	99.3(3)	O(15)-Cd-N(3)	91.8(3)	O(16)-Cd-N(4)	89.2(3)	N(11)-Cd-N(4)	172.1(3)
N(21-Cd-N(4)	104.4(3)	O(15)-Cd-N(4)	95.1(3)	N(3)-Cd-N(4)	71.4(3)	C(11-N(11)-C(12)	117.5(8)
C(1)-N(1)-Cd	127.0(7)	C(12)-N(1)-Cd	115.2(6)	C(10)-N(2)-C(11)	119.6(9)	C(10)-N(2)-Cd	125.5(8)
C(11)-N(2)-Cd	114.5(6)	C(13)-N(3)-C(24)	118.5(8)	C(13)-N(3)-Cd	125.7(7)	C(24)-N(3)-Cd	115.2(6)
C(22)-N(4)-C(23)	118.3(8)	C(22)-N(4)-Cd	125.8(6)	C(23)-N(4)-Cd	114.9(6)	O(2)-N(5)-O(3)	121.4(9)
O(2)-N(5)-C(26)	120.8(8)	O(3)-N(5)-C(26)	117.7(9)	O(4)-N(6)-O(5)	122.1(10)	O(4)-N(6)-C(28)	118.8(10)
O(5)-N(6)-C(28)	119.2(10)	O(7)-N(7)-O(6)	122.3(9)	O(7)-N(7)-C(30)	119.5(9)	O(6)-N(7)-C(30)	118.2(9)
O(9)-N(8)-O(10)	122.8(9)	O(9)-N(8)-C(32)	119.0(9)	O(10)-N(8)-C(32)	118.2(9)	O(11)-N(9)-O(12)	125.2(10)
O(11)-N(9)-C(34)	118.0(10)	O(12)-N(9)-C(34)	116.8(10)	O(14)-N(10)-O(13)	121.9(9)	O(14)-N(10)-C(36)	121.0(9)
O(13)-N(10)-C(36)	117.1(8)	N(1)-C(1)-C(2)	124.0(11)	C(3)-C(2)-C(1)	118.6(11)	C(2)-C(3)-C(4)	121.5(11)
C(12)-C(4)-C(5)	121.4(12)	C(12)-C(4)-C(3)	114.8(10)	C(5)-C(4)-C(3)	123.8(11)	C(6)-C(5)-C(4)	119.0(12)
C(5)-C(6)-C(7)	122.1(11)	C(8)-C(7)-C(11)	116.9(11)	C(8)-C(7)-C(6)	124.4(11)	C(11)-C(7)-C(6)	118.6(11)
C(9)-C(8)-C(7)	121.3(11)	C(8)-C(9)-C(10)	118.8(11)	N(2)-C(10)-C(9)	122.7(12)	N(2)-C(11)-C(7)	120.6(9)
N(2)-C(11)-C(12)	118.5(8)	C(7)-C(11)-C(12)	120.9(10)	N(1)-C(12)-C(4)	123.4(9)	N(1)-C(12)-C(11)	118.6(8)
C(4)-C(12)-C(11)	118.0(9)	N(3)-C(13)-C(14)	122.8(10)	C(15)-C(14)-C(13)	118.2(10)	C(14)-C(15)-C(16)	120.5(9)
C(15)-C(16)-C(24)	116.6(10)	C(15)-C(16)-C(17)	123.1(9)	C(24)-C(16)-C(17)	120.2(10)	C(18)-C(17)-C(16)	121.3(10)
C(17)-C(18)-C(19)	120.7(10)	C(23)-C(19)-C(20)	118.2(9)	C(23)-C(19)-C(18)	119.6(10)	C(20)-C(19)-C(18)	122.2(10)
C(21)-C(20)-C(19)	119.0(10)	C(20)-C(21)-C(22)	120.0(10)	N(4)-C(22)-C(21)	122.3(9)	N(4)-C(23)-C(19)	122.3(8)
N(4)-C(23)-C(24)	117.9(8)	C(19)-C(23)-C(24)	119.8(8)	N(3)-C(24)-C(16)	123.1(9)	N(3)-C(24)-C(23)	118.6(8)
C(16)-C(24)-C(23)	118.2(9)	O(1)-C(25)-C(30)	125.1(9)	O(1)-C(25)-C(26)	123.4(9)	C(30)-C(25)-C(26)	111.5(8)
C(27)-C(26)-N(5)	116.7(9)	C(27)-C(26)-C(25)	123.7(9)	N(5)-C(26)-C(25)	119.6(9)	C(26)-C(27)-C(28)	121.4(10)
C(27)-C(28)-C(29)	119.7(10)	C(27)-C(28)-N(6)	121.7(10)	C(29)-C(28)-N(6)	118.6(10)	C(30)-C(29)-C(28)	119.0(9)
C(29)-C(30)-C(25)	124.6(8)	C(29)-C(30)-N(7)	115.0(9)	C(25)-C(30)-N(7)	120.4(8)	O(8)-C(31)-C(32)	123.5(8)
O(8)-C(31)-C(36)	123.7(8)	C(32)-C(31)-C(36)	112.7(8)	C(33)-C(32)-C(31)	124.4(8)	C(33)-C(32)-N(8)	115.7(9)
C(31)-C(32)-N(8)	119.9(8)	C(32)-C(33)-C(34)	118.4(9)	C(35)-C(34)-C(33)	121.0(9)	C(35)-C(34)-N(9)	120.1(9)
C(33)-C(34)-N(9)	118.9(9)	C(36)-C(35)-C(34)	120.4(9)	C(35)-C(36)-N(10)	118.3(8)	C(35)-C(36)-C(31)	122.8(9)
N(10)-C(36)-C(31)	118.9(8)						

sp^2 杂化[3]，两个未成对的 sp^2 杂化轨道上的电子分别与碳原子和氢原子上的一个电子配对，形成两个 σ 键，而没有参与杂化的 p 轨道上的一对孤对电子与苯环发生 p-π 共轭。这种共轭的存在，使羟基表现出较强的给电子效应，致使 C-O 键中的成键电子向苯环方迁移，苯环上与氧原子相连的碳原子上的

维普资讯 http://www.cqvip.com

电子云密度增大，排斥了该碳原子上其余 sp^2 杂化轨道上的成键电子，导致该碳原子与两侧碳原子形成的键角小于 120°。在苦味酸根中，其羟基已为氧负离子，若要使体系稳定，只有充分分散氧负离子上的负电荷，故有苦味酸根阴离子中的氧负离子与苯环的 p-π 共轭效应更强烈，与氧负离子相连的苯环碳原子上的电子云密度更高，产生的静电作用更强，其结果致使该苯环内角更小。

2.2.3　苦味酸根中与硝基相连的 C 为顶点的苯环内角

在苦味酸根中，硝基存在一个三中心四电子大 π 键，与苯环上的大 π 键可形成一定的共轭体系。在此，硝基表现出吸电子效应，综合效应结果致使 C-N 键的偶极矩增大，其方向指向硝基，导致邻位硝基相连的碳原子上的电子云密度减小，苯环上该碳原子两侧的两对成键电子对向其偏移，电子对间的斥力增大，最终致使苦味酸根中与邻位硝基相连的 C 原子为顶点的苯环内角应大于 120°，实验测定结果为 122.8°～124.6°；而与对位硝基相连的碳原子两侧的两对成键电子对，由于结构的对称性影响而偏移不明显，因而苦味酸根中与对位硝基相连的 C 原子为顶点的苯环内角接近于 120°，实验测定结果为 119.7°和 121.0°。

参 考 文 献

[1] ZHANG Jian-Guo(张建国), ZHANG Tong-Lai(张同来), YU Kai-Bei(郁开北) *Huaxue Xuebao*(*Acta Chimica Sinica*), **2001**, **59**(1), 84.

[2] LU Chun-Hua(吕春华), ZHANG Tong-Lai(张同来), WEI Zhao-Rong(魏昭荣), CAI Rui-Jiao(蔡瑞娇), YU Kai-Bei(郁开北) *Wuji Huaxue Xuebao*(*Chinese J. Inorg. Chem.*), **1999**, **15**(3), 377.

[3] LU Chun-Hua(吕春华), ZHANG Tong-Lai(张同来), LU Zheng(陆　政), CAI Rui-Jiao(蔡瑞娇), YU Kai-Bei(郁开北) *Huogongping*(*Initiators and Pyrote.*), **1999**, 1, 1.

[4] Nath A. C. T., Phillips D. C, Mathews F. S. *Acta Crystallogr*, **1968**, **A24**, 351.

[5] Kopfman G., Huler R. *Acta Crystallogr*, **1968**, **B24**, 348; Shieldrick G. M. *Acta Crystallogr*, **1990**, **A46**, 467.

[6] Shieldrick G. M. *Program for Crystal Structure Refinement*, University of Göttingen, Germany, **1993**.

Synthesis and Crystal Structure of the New Complex $[Cd(H_2O)_2(phen)_2](PA)_2$

LI Da-Guang*[1,2]　FU Wei-Qin[1]　YOU Xiao-Zeng[2]　Wei Chen[3]

([1] *Faculty of Chemical Engineering and Light Industry, Guangdong University of Technology, Guangzhou* 510090)

([2] *Coordination Chemistry Institute, Nanjing University, Nanjing* 210093)

([3] *Department of Chemistry, University of Malaya, Kuala Lumpur* 59100, *Malaysia*)

The new compound was prepared by the reaction of $Cd(ClO_4)_2 \cdot 6H_2O$, 1, 10-phenanthroline (phen) and picric acid (HPA) (ratio 1: 3: 2) in methanol-aqueous solution refluxing for 4 hours. The crystals used for X-ray analysis was obtained by slow evaporation of the solution at room temperature. The crystal compound is in triclinic with space group $P\bar{1}$ with $a = 1.1363(4)$ nm, $b = 1.2593(2)$ nm, $c = 1.3972(4)$ nm, $\alpha = 93.97(2)$Å, $\beta = 100.84(3)$Å, $\gamma = 106.29(2)$Å, $Z = 2$, $V = 1.8690(9)$ nm^3, $D_c = 1.715$g · cm^{-3}, μ(Mo Kα) = 0.677mm^{-1}, $F(000) = 972$, $R = 0.0907$, w$R = 0.2240$. In the complex, the Cd (Ⅱ) cation is octahedrally coordinated to two 1, 10-phenanthroline ligands and two water molecules in cis disposition. As outer sphere, picrate anions are combined with inner by hydrogen bond and static electricity interaction.

Keywords:　Cd (Ⅱ) complex　1, 10-phenanthroline　picrate　crystal structure