

Synthese der Clathratverbindungen des Typs $\text{Cd}(\text{en})\text{Pd}(\text{CN})_4 \cdot 2G$

Kurze Mitteilung

Von

Ján Skoršepa, Jozef Chomič und Edita Matejčíková

Lehrstuhl für Anorganische Chemie, Naturwissenschaftliche Fakultät
der P. J. Šafárik's Universität Košice, ČSSR

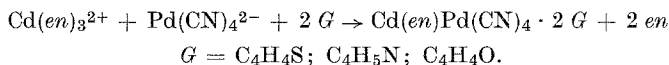
(Eingegangen am 14. Oktober 1975)

Synthesis of Clathrate Compounds of $\text{Cd}(\text{en})\text{Pd}(\text{CN})_4 \cdot 2G$ Type

In this paper three compounds with the same host molecule of $\text{Cd}(\text{en})\text{Pd}(\text{CN})_4$ type, but of different organic components such as thiophene, pyrrole and furan were described.

In dieser Arbeit wird die Synthese von drei neuen Clathratverbindungen mit demselben Wirtsmolekül $\text{Cd}(\text{en})\text{Pd}(\text{CN})_4$, aber mit verschiedenen eingeschlossenen organischen Komponenten, und zwar Thiophen, Pyrrol und Furan, beschrieben. Diese neuen Substanzen weisen sich als Clathratverbindungen aus, was durch IR-Spektren und thermische Messungen bestätigt wurde.

Die Herstellung aller drei Verbindungen erfolgt nach der Gleichung



Experimenteller Teil

Äquimolare Mengen der Lösungen von CdSO_4 und KCN werden vermischt. Nach Lösen des entstandenen Rückstandes in der entsprechenden Menge von Äthylendiamin stellt man mit 3M-HCl das pH auf Wert 11—12 ein und überschichtet die Lösung mit der entsprechenden organischen Komponente. Im Laufe einiger Tage entstehen gut entwickelte Kristalle mit 60—70% Ausbeute.

Die drei Verbindungen wurden analytisch, durch thermische Analyse und IR-Spektren charakterisiert.

1. $\text{Cd}(\text{en})\text{Pd}(\text{CN})_4 \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{S}$ — hellgelbe Kristalle.

Ber. C 30,50, H 2,92, N 15,24, Cd 19,30, Pd 20,39, S 11,63.

Gef. C 30,50, H 2,90, N 15,35, Cd 19,25, Pd 20,45, S 11,55.

IR (KBr): γ CH 730/cm; δ CH 1462/cm; ν CN 2170/cm; ν MC 408/cm; ν MN 555/cm; δ NH 1585/cm; $\nu_{\text{sym, asym}}$ NH 3445/cm.

2. $\text{Cd(en)Pd(CN)}_4 \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_5\text{N}$ — sandfärbige Kristalle.

Ber. C 32,51, H 3,50, N 21,66, Cd 21,73, Pd 20,57.

Gef. C 32,30, H 3,51, N 21,70, Cd 21,60, Pd 20,65.

IR (KBr): γ CH 745/cm; δ CH 1415/cm; ν CN 2170/cm; ν MC 405/cm; ν MN 545/cm; δ NH 1585/cm; $\nu_{\text{sym, asym}}$ NH 3465/cm.

3. $\text{Cd(en)Pd(CN)}_4 \cdot 2 \text{C}_4\text{H}_4\text{O}$ — weiße Kristalle.

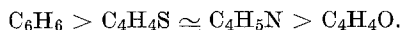
Ber. C 32,39, H 3,10, N 16,18, Cd 21,65, Pd 20,49.

Gef. C 32,20, H 3,12, N 16,25, Cd 21,60, Pd 20,60.

IR (KBr): γ CH 617/cm; δ CH 1465/cm; ν CN 2132, 2142/cm; ν MC 462/cm; ν MN 481/cm; δ NH 1595/cm; $\nu_{\text{sym, asym}}$ NH 3362/cm.

Diese Clathratverbindungen weisen ähnliche Eigenschaften wie die Clathratverbindung $\text{Cd(en)Ni(CN)}_4 \cdot 2 \text{C}_6\text{H}_6$ auf^{1, 2}. Die Thiophen- und die Pyrrol-Verbindung zersetzt sich bei Zimmertemp. im Laufe einiger Tage nicht, während die Furan-Verbindung während derselben Zeit sich zersetzt unter Entweichen von Furan.

Ein Vergleich des thermogravimetrischen Verhaltens mit dem analogen Benzol-Clathrat^{3, 4} ergibt folgende Beständigkeitsreihe:



Literatur

- ¹ Y. Sasaki, T. Miyoshi und T. Iwamoto, Proc. XI. ICCC, S. 232 (1968).
- ² J. Skoršepa, A. Sopková, J. Chomič und E. Matejčíková, Proc. XV. ICCC, S. 275, Moskva 1973.
- ³ A. Sopková, J. Chomič und E. Matejčíková, Mh. Chem. **102**, 961 (1971).
- ⁴ J. Skoršepa und J. Chomič, Zborník VI. Celost. konf. o termickej analýze, A-63, Vysoké Tatry 1973.

Korrespondenz und Sonderdrucke:

Dr. J. Skoršepa

Lehrstuhl für Anorganische Chemie

Naturwissenschaftliche Fakultät

P. J. Šafárik's Universität

Moyzesova 11

CS-041 67 Košice

ČSSR