

Synthese von Clathratverbindungen des Typs



Kurze Mitteilung

Jozef Chomič*, Ján Skoršepa, Juraj Černák und Alexander Hudák

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

(Eingegangen 15. März 1982. Angenommen 2. April 1982)

Synthesis of Clathrate Compounds of the Type $\text{Cd}(\text{mea})_m[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot nG$

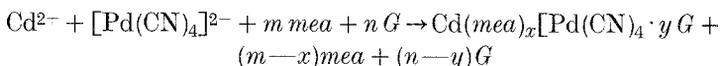
(Short Communication)

The preparation, identification and some properties of three new clathrate compounds $\text{Cd}(\text{mea})[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot 2\text{C}_6\text{H}_6$, $\text{Cd}(\text{mea})_2[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{S}$ and $\text{Cd}(\text{mea})_2[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{NH}$ ($\text{mea} = \text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$) are described.

(Keywords: Benzene, clathrates; Pyrrole, clathrates; Thiophene, clathrates)

Es gelang die Herstellung und Identifizierung von drei neuen Clathratverbindungen der Cadmium-tetracyanopalladate(II) $\text{Cd}(\text{mea})[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot 2\text{C}_6\text{H}_6$ und $\text{Cd}(\text{mea})_2[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot G$, wobei $G = \text{C}_4\text{H}_4\text{S}$ oder $\text{C}_4\text{H}_5\text{N}$ und $\text{mea} = \text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ bedeutet. Der Clathratcharakter der Substanzen wurde durch Infrarotspektren bewiesen. Die Ergebnisse sind in Übereinstimmung mit Literaturangaben^{1,2}.

Die Herstellung der Verbindungen entspricht der Gleichung:



mit $x=1$ und $y=2$ für $G = \text{Benzol}$ und $x=2$ und $y=1$ für $G = \text{Thiophen}$ oder Pyrrol .

Experimenteller Teil

Beim Vermischen äquimolarer Lösungen von CdSO_4 und $\text{K}_2[\text{Pd}(\text{CN})_4]$ entstehen Niederschläge, die in einer gerade ausreichenden Menge an Ethanolamin gelöst werden. Nach Zugabe von konzentrierter Salzsäure bis zur

Entstehung der ersten Trübung, die sich noch auflöst, schichtet man die in Clathratform einzuschließende Komponente auf die Lösung. Im Verlauf einiger Tage entstehen gut entwickelte kristalline Produkte an der Trennungsfläche der Lösungen.

Die hergestellten Verbindungen wurden mittels CHN-Analyse (Hewlett-Packard 185) und komplexometrischer und polarographischer Bestimmung der Metalle identifiziert und in Form von KBr-Tabletten im Bereich 4 000—400 cm^{-1} infrarotspektroskopisch (Perkin-Elmer 577) vermessen.

1. $\text{Cd}(\text{mea})[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot 2 \text{C}_6\text{H}_6$, weiße Kristalle, Ausbeute 45%.

Ber. C 40,02, H 3,54, N 12,96, Cd 20,80, Pd 19,63.

Gef. C 38,68, H 3,48, N 13,76, Cd 20,40, Pd 19,60.

IR (KBr): γ CH 690, δ CH 1 477, ν CN 2 160, ν MN 547, δ NH 1 590, ν NH 3 327; 3 350, ν OH 3 533, ν CO 1 020, δ COH 1 410; 1 055 cm^{-1} .

2. $\text{Cd}(\text{mea})_2[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{S}$, weiße Kristalle, Ausbeute 25%.

Ber. C 27,24, H 3,43, N 15,88, Cd 21,24, Pd 20,11.

Gef. C 27,10, H 3,40, N 15,95, Cd 20,80, Pd 20,15.

IR (KBr): γ CH 730, δ CH 1 460, ν CN 2 155, ν MN 540, δ NH 1 587, ν NH 3 327; 3 350, ν OH 3 535, ν CO 1 020, δ COH 1 405, ring breath 830 cm^{-1} .

3. $\text{Cd}(\text{mea})_2[\text{Pd}(\text{CN})_4] \cdot \text{C}_4\text{H}_5\text{N}$, weiße Kristalle, Ausbeute 20%.

Ber. C 28,14, H 3,73, N 19,14, Cd 21,95, Pd 20,78.

Gef. C 27,40, H 3,51, N 19,19, Cd 21,50, Pd 20,52.

IR (KBr): γ CH 740, δ CH 1 415, ν CN 2 160, ν MN 547, δ NH 1 590, ν NH 3 320; 3 267, ν OH 3 450, ν CO 1 017, δ COH 1 425; 1 075 cm^{-1} .

Ergebnisse

Charakter und Eigenschaften der hergestellten Verbindungen sind ähnlich wie bei jenen Verbindungen, die von *Iwamoto* zubereitet wurden³. Durch indirekte Methoden (IR, TA, RTG) erhaltene Ergebnisse bezeugen ihre Isomorphie. Die thermische Stabilität ist höher als bei ähnlichen Verbindungen, die Ni an Stelle des Pd enthalten⁴.

Literatur

- ¹ *Iwamoto T., Mamoru K., Ohtsu Y., Takeshige-Kato Y.*, Bull. Chem. Soc. Japan **51**, 488 (1978).
- ² *Skoršepa J., Chomič J., Matejčičková E.*, Monatsh. Chem. **107**, 297 (1976).
- ³ *Iwamoto T.*, J. Mol. Structure **75**, 51 (1981).
- ⁴ *Skoršepa J., Černák J., Hudák A., Chomič J.*, J. Thermal Anal. (im Druck).