

论文

$(C_6H_8N_3)^+I_3^-$ 和 $[(Cu_3I_4)(C_8H_{17}N_2)]$ 配体原位合成与结构表征

宁德宽, 毕明辉, 李光华, 刘国宗, 施展, 冯守华

无机合成与制备化学国家重点实验室, 吉林大学化学学院, 长春 130012

摘要:

在溶剂热条件下, 以原位反应为基础合成了两个碘化物 $(C_6H_8N_3)^+I_3^-$ (1, $C_6H_8N_3=2,3$ -dihydroimidazo[1,2-a]pyrimidin-1-ium, 2,3-二氢咪唑[1,2-a]-嘧啶鎓阳离子)和 $[(Cu_3I_4)(C_8H_{17}N_2)]$ (2, $C_8H_{17}N_2=N$ -ethyl-4-azonia-bicyclo[2.2.2]octane, N -乙基三乙炔二铵阳离子)。用元素分析、粉末X射线衍射及单晶X射线衍射等对化合物进行了表征。结果表明, 化合物1属于三斜晶系, $P1$ 空间群, $a=0.74281(15)$ nm, $b=0.84241(17)$ nm, $c=0.9993(2)$ nm, $\alpha=82.02(3)^\circ$, $\beta=83.30(3)^\circ$, $\gamma=82.92(3)^\circ$, $V=0.6114(2)$ nm³。化合物2属于单斜晶系, $P2_1/c$ 空间群, $a=0.68924(14)$ nm, $b=1.0786(2)$ nm, $c=2.2779(5)$ nm, $\beta=94.84(3)^\circ$, $V=1.6874(6)$ nm³。在两个化合物合成中存在两种不同类型的配体原位合成反应, 即化合物1的2-氨基嘧啶和乙醇的成环反应与化合物2的三乙炔二胺和乙醇的烷基化反应。

关键词: 晶体结构 溶剂热 原位合成 碘化亚铜

Synthesis and Structure Characterization of $(C_6H_8N_3)^+I_3^-$ and $[(Cu_3I_4)(C_8H_{17}N_2)]$ Based on *in situ* Ligand Reaction

NING De-Kuan, BI Ming-Hui, LI Guang-Hua, LIU Guo-Zong, SHI Zhan*, FENG Shou-Hua

State Key Laboratory of Inorganic Synthesis and Preparative Chemistry, College of Chemistry, Jilin University, Changchun 130012, China

Abstract:

Two I-containing compounds, $(C_6H_8N_3)^+I_3^-$ (1, $C_6H_8N_3=2,3$ -dihydroimidazo[1,2-a]pyrimidine-1-ium) and $[(Cu_3I_4)(C_8H_{17}N_2)]$ (2, $C_8H_{17}N_2=N$ -ethyl-1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane), were synthesized under solvothermal conditions based on *in situ* ligand reaction and characterized via elemental analysis, XRD and single crystal X-ray diffraction analysis. Complex 1 crystallizes in the triclinic system, space group $P1$ with $a=0.74281(15)$ nm, $b=0.84241(17)$ nm, $c=0.9993(2)$ nm, $\alpha=82.02(3)^\circ$, $\beta=83.30(3)^\circ$, $\gamma=82.92(3)^\circ$, $V=0.6114(2)$ nm³. Complex 2 crystallizes in the monoclinic system, space group $P2_1/c$ with $a=0.68924(14)$ nm, $b=1.0786(2)$ nm, $c=2.2779(5)$ nm, $\beta=94.84(3)^\circ$, $V=1.6874(6)$ nm³. Two kinds of *in situ* ligand reaction were found in the synthesis of these complexes. $(C_6H_8N_3)^+$ ligand was synthesized from 2-aminopyrimidine and ethanol in complex 1, whereas $(C_8H_{17}N_2)^+$ ligand was synthesized from 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane and ethanol in complex 2.

Keywords: Crystal structure Solvothermal reaction *In situ* reaction Copper iodide

收稿日期 2009-01-22 修回日期 网络版发布日期

DOI:

基金项目:

国家自然科学基金(批准号: 20631010, 20671040和20601010)资助。

通讯作者: 施展, 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事无机合成化学研究, E-mail: zshi@mail.jlu.edu.cn

作者简介:

参考文献:

宁德宽, 毕明辉, 李光华, 刘国宗, 施展, 冯守华. $(C_6H_8N_3)^+I_3^-$ 和 $[(Cu_3I_4)(C_8H_{17}N_2)]$ 配体原位合成与结构表征. 高等学校化学学报, 2009,30(5): 845-848

本刊中的类似文章

扩展功能

本文信息

Supporting info

PDF (273KB)

[HTML全文]

[\({article.html_WenJianDaXiao} KB\)](#)

参考文献[PDF]

参考文献

服务与反馈

把本文推荐给朋友

加入我的书架

加入引用管理器

引用本文

Email Alert

文章反馈

浏览反馈信息

本文关键词相关文章

▶晶体结构

▶溶剂热

▶原位合成

▶碘化亚铜

本文作者相关文章

PubMed

1. 卓馨,潘兆瑞,王作,李一志,郑和根.具有纳米孔结构的配位聚合物 $[\text{Co}_2(\text{HO-BDC})_2(\text{bpe})_2(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot n(\text{py}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 的合成、晶体结构与热稳定性[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(6): 1009-1013
2. 郭倩玲,屈一新,马淑兰,朱文祥. 硫酞杯[4]芳烃羧酸类衍生物及其配合物的合成、晶体结构与表征[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(11): 2034-2038
3. 黄利华,徐海伟,刘改芝,戴桂馥,刘宏民,. $(8R,13R)$ -8,12,13,17-四氢穿心莲内酯的合成、晶体结构和葡萄糖苷酶抑制活性[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(7): 1304-
4. 邢焯,解正峰,刘方明. 含吡啶基的1,5-苯并硫氮杂衍生物的合成及晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(3): 533-536
5. 赵国利,吴英,叶俊伟,叶开其. 一维链状 $[\text{Mn}(9\text{-AC})_2(4,4'\text{-bpy})(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ 配位聚合物的合成及晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(4): 686-689
6. 霍方俊, 阴彩霞, 杨频. 瓜环准轮烷分子晶体结构及切割DNA研究[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(5): 894-896
7. 金凤,马健,马继龙,崔玉民,吴杰颖,田玉鹏, . 含咪唑基配体的 $\text{Co}(\text{II})$ 超分子配合物的合成、晶体结构和光谱性质[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(9): 1599-1603
8. 陶偌偈,刘宝林,李付安,程延祥,牛景杨. 新型层状异金属配位聚合物 $\{[(\text{CuL})_2\text{Sr}(\text{H}_2\text{O}) \cdot \text{Sr}_2(\text{H}_2\text{O})_7] \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_3\text{OH}\}_n$ 的合成、表征及晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(8): 1400-1403
9. 王兆龙,牛淑云,金晶,吕春欣,迟玉贤,杨光弟,叶玲. $\text{Zn-Ln}(\text{III})(\text{Ln}=\text{Eu}, \text{Tb})$ 杂核配合物的合成、结构及光物理性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(5): 811-815
10. 王晓峰,李光华,褚清新,刘晓昉,冯守华. Mn_2O_3 单晶的合成、结构表征及磁性研究[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(5): 821-823
11. 王艳华,杜锡光,吴晓燕,朱超光,杜大峰,朱东升. 新型双大环二正丁基锡羧酸酯的合成、晶体结构及生物活性[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(9): 1781-1785
12. 陈建新,陈莉,翟玉平,史寅,孙丽娟. 含 α -氨基酸的新型有机锆化合物的合成与生物活性研究[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(8): 1476-1479
13. 梁建华,姚国伟,曹志凌,甘强,单春燕. 2', 4''-O-双(三甲基硅)-6-O-甲基红霉素A 9-O-(1-甲氧基环己基)酐的区域选择性合成机理及其晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(3): 481-483
14. 孙福兴,朱广山,叶玲,方千荣,裘式纶.

三维金属有机骨架微孔晶体化合物 $\text{Cd}_5(\text{BTC})_4(\text{H}_2\text{O})_8 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的合成与晶体结构

- [J]. 高等学校化学学报, 2006,27(8): 1418-1420
15. 张静,朱钦磊,黄如丹,付引霞,胡长文. 由氢键构筑的 $[\text{Cu}_2(\text{ETU})_6]\text{SO}_4$ 三维超分子网络的合成与晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(11): 2039-2041
 16. 那立艳,宁桂玲,张凤杰,王冰. 单分子磁体 $[\text{Mn}_4(\text{CF}_3\text{COO})_4(\text{hmp})_6]$ 的合成、晶体结构及磁学性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(3): 406-409
 17. 刘崇波,向丽,李新新,温辉梁. $\{[\text{Eu}(2,5\text{-PDA})(\text{OAc})(\text{H}_2\text{O})] \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}\}_n$ 稀土配合物的晶体结构及荧光性质[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(12): 2256-2259
 18. 姜文海,王旭,马春雨,于书坤,叶开其,常玉春,,杜国同,. 氮杂酞菁铜 aza-CuPc 的合成与晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(12): 2263-2265
 19. 魏太保,唐静,林奇,刘洪,张有明. 2-[3-苯氧甲基-4-苯基-[1,2,4]三唑-5-硫基]乙酰胺的合成、晶体结构表征及生物活性[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(6): 1080-1083
 20. 郁铭,林海,林华宽. 2-(2'-羟基-3'-甲氧基苯基)-5,6-二硝基苯并咪唑的阴离子识别[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(1): 83-86
 21. 魏太保,王海,林奇,张有明. 相转移催化条件下 N -芳酰基- N' -芳基脲衍生物的合成及其晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(9): 1680-1682
 22. 魏文平,张丹枫,赵平,袁莽龙,黄葆同. 微波法合成2,2'-二苯-1,4-苯并噁嗪-3(4*H*)-酮及其结构表征[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(10): 1897-1899
 23. 姜雨生,毕明辉,李国栋,陈接胜. $\text{U}(\text{IV})$ 配合物 $\text{UNa}_2(\text{pdc})_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的合成、结构及磁性研究[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(11): 2005-2008
 24. 田戈,袁宏明,陈岩,李光华,冯守华. 三维银配位聚合物 $[\text{Ag}_3(\text{IN})_2(\text{CF}_3\text{COO})]$ 的水热合成与晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(11): 2045-2047
 25. 董宝霞,张朋朋,彭军. 新颖的 $[\text{Cu}^{\text{I}}(\text{dpq})_2]^+$ 配合物阳离子修饰的神钒酸盐 $[\text{Cu}(\text{dpq})_2]^4[\text{As}_8\text{V}_{14}\text{O}_{42}(\text{H}_2\text{O})] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的水热合成与结构表征[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(6): 1018-1020
 26. 刘光祥,褚钱,川口博之,孙为银,梁宏. 新型配位聚合物 $[\text{Zn}_6(\text{bta})_4(2,2'\text{-bipy})_3]$ 的合成、晶体结构和荧光性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(7): 1203-1207
 27. 刘光祥,褚钱,川口博之,孙为银,梁宏. 新型配位聚合物 $[\text{Zn}_6(\text{bta})_4(2,2'\text{-bipy})_3]$ 的合成、晶体结构和荧光性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(7): 1203-1207
 28. 刘巨涛,刘晓伟,范圣第,李德谦. 杂多酸钾杯芳烃衍生物的合成、结构及电化学性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(7): 1235-
 29. 辛明红,王瑛,朱广山,孙锦玉,方千荣,薛铭,田歌,裘式纶. 以咪唑为模板剂的二维层状硫酸铈 $[\text{C}_4\text{N}_2\text{H}_{12}]_3[\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_6(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的水热合成与晶体结构表征[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(7): 1227-
 30. 那立艳,姜慧明,杨宝灵,海华,宁桂玲. 三维开放骨架铜系金属有机配位聚合物 $\text{Tm}(\text{BTC})(\text{DMF})(\text{DMSO})$ 的合成、结构和性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(8): 1437-1439
 31. 韩晶,邢永恒,张兴晶,周光华,安悦,葛茂发. 含有氨基酸基Schiff碱配体的锌、镍配合物的合成、结构及热分解动力学研究[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(8): 1431-1433

32. 石晶,徐家宁,张萍,范勇,王莉,毕明辉,马奎蓉,宋天佑. [Pb₆(H₂O)₂(cit)₄]·3H₂O和Pb(tar)(H₂O)₂两种柔性酸和铅的配位聚合物的水热合成与表征[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(9): 1617-1621
33. 刘成站,朱广山,方千荣,薛铭,孙福兴,裘式纶. [In₂(HPO₃)₄]·(NH₃CH₂CH₂NH₃)的水热合成与晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(9): 1637-1639
34. 张道军,郭晔,石晶,宋天佑,王莉,王瑛,范勇,徐家宁. 两个镉的配位聚合物的原位水热合成、晶体结构与荧光性质[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(10): 1817-1820
35. 刘成站,朱广山,金钊,薛铭,孙福兴,方千荣,裘式纶. 含有十二元环交叉孔道的新颖亚磷酸铟[In₄(HPO₃)₇(H₂O)₃](NH₃CH₂CH₂NH₃)·(H₂O)的水热合成与表征[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(10): 1826-1829
36. 蔡正洪,唐静,唐瑜,谭民裕,郁开北. [Eu₂(TCM)₂(DMSO)₆]·2DMSO双核笼状稀土配合物的合成与结构[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(10): 1836-1838
37. 常卫星,叶志海,陈莉,彭斌,谢庆兰,孙丽娟. C-甲基取代的1-二茂铁酰氧基杂氮硅三环化合物的合成、表征及FcCOOSi(OCHCH₃CH₂)(OCH₂CH₂)₂N的晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(10): 1911-1913
38. 甘雄,张志明,王恩波. 由Mn²⁺连接仲钨酸盐[H₂W₁₂O₄₂]¹⁰⁻构成一维梯型链状多金属氧酸盐[J]. 高等学校化学学报, 2007,28(12): 2242-2245
39. 颜爱国,邱冠周,刘小鹤,史蓉蓉,张宁,衣冉,李永波,高冠华.

Fe₃O₄ 纳米晶的粒径控制合成、表征及其吸波性能

- [J]. 高等学校化学学报, 2008,29(1): 23-27
40. 杨小刚,刘志,于青,王犇,侯保荣. 簇合物{[Ni(enMe)₂][SiW₁₂O₄₀]}[Ni(enMe)₂(H₂O)₂]₂·3H₂O的水热合成及晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(1): 33-36
41. 夏道成,于书坤,马春雨,程传辉,郭振强,纪冬梅,范昭奇,杜锡光,王旭,杜国同. 溶剂热法直接合成酞菁铜晶体[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(2): 244-246
42. 郝金库,申勇立,白冬花,诸葛尚琦,曹映玉,杨恩翠. 3,4',5-三甲氧基-1,2-二苯乙烯合成、晶体结构与量子化学研究[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(2): 324-327
43. 胡艾希,贺丽敏,董敏宇,张建宇,欧晓明. 2-甲基-1-(4-芳基噻唑-2-基)-苯并咪唑-6-甲酸乙酯的合成、表征及生物活性[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(4): 739-744
44. 杨颖群,李昶红,李薇,李东平,匡云飞. 三核锌配位化合物Zn₃(phen)₂(2,4-DAA)₆的水热合成、晶体结构、荧光和电化学性质[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(3): 449-452
45. 王占良,朱东升,王荣顺. 新型*N,N'*-二(邻氧乙酸)苯叉丙二胺合铜(II)和镍(II)及*N*-(邻氧乙酸)苯叉丙二胺合铜(II)的合成、晶体结构及抑菌活性[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(5): 876-881
46. 迟玉贤,牛淑云,王兆龙,金晶. Cd-Ln杂双核配合物的合成、结构及发光性质[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(6): 1081-1085
47. 赵凤起,陈三平,范广,谢钢,焦宝娟,高胜利. 含能配合物[Pb(AZTZ)(bpy)(H₂O)·2H₂O]_n合成、结构及燃烧催化性能[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(8): 1519-1522
48. 邢永恒; 袁厚群; 张元红; 张宝莉; 徐芬; 孙立贤; 牛淑云; 白凤英.

稀土配合物Sm₂(CH₃COO)₄(NO₃)₂(phen)₂的合成、结构及非等温热分解动力学研究

- [J]. 高等学校化学学报, 2006,27(7): 1205-1210
49. 鲍小平; 王磊; 王凯; 张智; 郭建平; 李早英. 钉卟啉轴向配合物的合成与结构表征[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(7): 1189-1193
50. 乌婧,王宝雷,李永红,宋海滨,王素华,李正名. *N*-苯氧/烷氧苯基-4,6-二取代嘧啶胺类化合物的合成、晶体结构及除草活性[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(8): 1583-1587
51. 邢永恒,孙政,葛茂发,白凤英,牛淑云,杨光第,叶玲. 蝎型钒氧配合物的合成、结构及量子化学研究[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(6): 1096-1100
52. 王晓兰,王恩波,徐欣欣,李阳光. 新颖的(4,4'-bipy)[[Ag(4,4'-bipy)]₃[PMo₁₂^{VI}O₄₀]}·H₂O三维超分子多金属氧酸盐的合成和晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(10): 1937-1940
53. 董卫莉,徐俊英,刘幸海,李正名,李宝聚,石延霞. 含1,2,3-噻二唑的邻甲酰胺基苯甲酰胺类化合物的合成、晶体结构与生物活性[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(10): 1990-1994
54. 王立锋,朱广山,石峰,付伟伟,金钊,裘式纶. 离子液热条件下金属有机骨架化合物的合成[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(12): 2502-2505
55. 赵邦屯,丁静静,渠桂荣. 含苯并噻唑基的硫桥杯芳烃衍生物的合成及结构[J]. 高等学校化学学报, 2008,29(12): 2549-2553
56. 毛少瑜,解瑜,谢兆雄. 具有DFT拓扑结构的有机-无机杂化材料(C₂N₂H₁₀)[Zn₂(PO₄)₂]的合成与结构表征[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(1): 1-6
57. 王磊,孙金绪,董文钧,施展,冯守华. 一维配位聚合物2-巯基-5-甲基-1,3,4-噻重氮锌钴的合成、结构与性能[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(1): 19-22
58. 张丽,牛淑云,金晶,孙丽萍,杨光第,叶玲. 系列Cu(II/I)配合物的制备及其表面光电电压[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(2): 236-240
59. 田振芬,宋天佑,范勇,黄亮亮,王莉. 一维链状硫酸铟的溶剂热合成与表征[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(3): 446-449
60. 高蓉,马海霞,严彪,宋纪蓉,王迎辉. TDNAZ·HNO₃和DNAZ·HCl的结构及性能[J]. 高等学校化学学报, 2009,30

(3): 577-582

61. 贺云飞,陈民勤,戴立益,张贵荣,李强,王麟生.四聚体手性配合物 $\{ [Cu(C_{20}H_{26}N_4O_2)Cl] Cl \cdot 4H_2O \}_4$ 的合成及晶体结构[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(5): 812-816

62. 李辉,王静,秦峰梅,周道玮,朱东升.新型N,N'-二(邻氧乙酸)苯叉乙二胺合钴(II)和N-(邻氧乙酸)苯叉乙二胺合铜(II)的合成、晶体结构及生物有效性研究[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(5): 821-825

63. 黄荣谊,陈宏,严娟,朱坤,刘光祥,任小明.三种新型铜配合物的合成、结构及理论计算[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(4): 655-660

64. 尹振明,何家骐,程津培.N-硝基苯基吡咯酰胺对阴离子识别研究[J]. 高等学校化学学报, 2006,27(5): 871-874

65. 周云山,姜菲,张立娟.两个异双核稀土席夫碱配合物的结构和荧光性质[J]. 高等学校化学学报, 2009,30(6): 1080-1084

文章评论

序号	时间	反馈人	邮箱	标题
1	2009-11-22	UGG Boots Sale	sdf@sdf.com	UGG Boots Sale UGG Sale UGG Cheap UGG Bc ugg boots ugg b ugg bailey boot classic tall boot boots ugg bo