第4期 无机化学 Vol.2,No.4
1986年12月 JOURNAL OF INORGANIC CHEMISTRY Dec., 1986

研究快报

三(1-苯基-3-甲基-4-三氟乙酰基-吡唑啉酮-5)二(三苯基氧化膦)合钕(Ⅲ)协萃配合物晶体和分子结构

黄春辉 邓安平 徐光宪

(北京大学化学系)

缪方明 刘小兰

(天津范师大学化学系)

标题化合物单晶由溶液法合成，呈紫红色，用X—射线衍射法测定了晶体及分子结构。晶体属于三斜晶系，空间群$P\bar{1}$(No.2)，晶胞参数为a = 12.880(4)，b = 13.649(7)，c = 21.670(5)Å，α = 93.14(3)，β = 91.63(2)，γ = 115.99(4)°，最终偏离因子R = 0.089 R_w = 0.091。

关键词：钕 协萃配合物 晶体和分子结构

1-苯基-3-甲基-4-酰代吡唑啉酮-5作为一类重要的萃取剂和位移试剂，已被广泛地研究和应用[1]。这类萃取剂常与中性萃取剂发生协萃作用[2]，我们合成了希土系列的1-苯基-3-甲基-4-三氟乙酰基-吡唑啉酮-5和三苯基氧化膦协萃配合物$RE(PMTFP)_3\cdot(Ph_3PO)_2$(RE = La - Lu, Y, 除Pm)。对其中$Nd(PMTFP)_3\cdot(Ph_3PO)_2$的晶体和分子结构、热稳定性、红外光谱和紫外光谱作了研究，本文报导晶体结构研究结果。

用Enraf-Nonius CAD4四圆衍射仪收集强度数据，共收集了7132个独立衍射点，其中4925个($I>3\sigma$)可观察点参与了结构修正。该化合物晶体属于三斜晶系，空间群$P\bar{1}$(No.2)，晶胞参数a = 12.880(4)，b = 13.649(7)，c = 21.670(5)Å，α = 93.14(3)，β = 91.63(2)，γ = 115.99(4)°，Z = 2，$F(000)$ = 1526，$D_{cal.}$ = 1.48gcm^{-8}，μ = 65.81cm^{-1} (CuK_α)，晶体结构用Patterson—Fourier法解出，每一个不对称单元含98个非氢原子，结构经全矩阵最小二乘法修正，最终偏离因子R = 0.089，R_w = 0.091。分子构型如图1所示，中心原子钕与八个氧原子直接相连，其中六个氧来自三个双齿配位的PMTFP，其余两个氧来自两个单齿配位的Ph_3PO。八个氧原子相对于钕原子形成一个扭曲的四方反棱柱体，平均Nd-O键长为2.410Å。

本文于1986年5月27日收到。

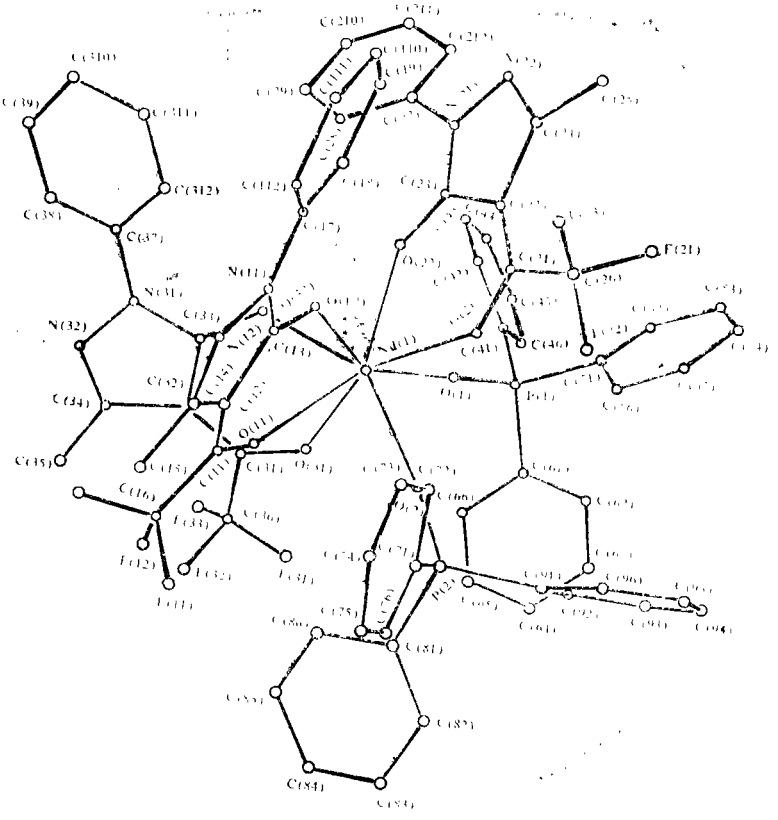

图 1 $Nd(PMTFP)_3(Ph_3PO)_2$分子结构

Fig. 1 Molecular structure of $Nd(PMTFP)_3(Ph_3PO)_2$

参 考 文 献

[1] 秦启宗、毛家骏、金忠翎、陆志仁，化学分离法，原子能出版社(1984)

[2] 顾翼东、宋源，高等学校化学学报，2，139(1981)。

CRYSTAL AND MOLECULAR STRUCTURE OF SYNERGISTIC COMPLEX OF TRIS (1-PHENYL-3-METHYL-4-TRIFLUOROACETYL-PYRAZOLONE-5)BIS(TRIPHENYLPHOSPHINE OXIDE)NEODYMIUM(III)

Huang Chunhui　Deng Anping　Xu Guangxian

(Department of Chemistry, Beijing University)

Miao Fangming　Liu Xiaolan

(Department of Chemistry, Tianjin Normal University)

The title complex has been synthesized and its crystal and molecular structure have been determined with a Enraf-Nonius CAD4 four cycle X-ray diffractometer. The crystal is triclinic with space group $P\bar{1}$ (No. 2). Two formula units in a cell of dimensions $a=12.880(4)$, $b=13.649(7)$, $c=21.670(5)$ Å; $\alpha=93.14(3)$, $\beta=91.63(2)$, $\gamma=115.99(4)°$. A total number of 7132 independent diffraction data were collected, of which 4925 observable reflections ($I>3\sigma$) were used for structure refinement to a final deviation factor R of 0.089, and a weighted Rw of 0.091.

The neodymium atom is coordinated to eight oxygen atoms. Six of them are from three bidentate ligand PMTFP. The rest are from two Ph_3PO. The average bond length of eight Nd-O bonds is 2.410Å. The coordination polyhedron take a distorted square antiprism arrangement.

Keywords neodymium synergistic complex crystal and molecular structure