

การสังเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ชนิดสี่โคออร์ดิเนตของสารประกอบเชิงซ้อนนิกเกิล
ไนโตรซิล บิส-ไตรฟีนิลฟอสฟีน เอไซด์

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF THE FOUR-COORDINATE NICKEL NITROSYL BIS(TRIPHENYLPHOSPHINE) AZIDE COMPLEX

นงนภัส โขชัยวิฑูรกิจ และ เค็นเนท จ. ฮาลเลอร์

Nongnaphat Khosavithukul and Kenneth J. Haller

School of Chemistry, Institute of Science, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000,
Thailand. e-mail address: unchaiee@ccs.sut.ac.th; haller@ccs.sut.ac.th

บทคัดย่อ:

สารประกอบ $Ni(Na)(NO)(P(C_6H_5)_3)_2$ ได้สังเคราะห์ขึ้นจากสารประกอบ $NiBr_2(NO)(P(C_6H_5)_3)_2$ โดยการทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนไอออนกับ NaN_3 ในของเหลว และมีการแยกผลึกด้วยวิธี diffusion และ vapor diffusion เทคนิคที่ได้ใช้เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบนี้ประกอบด้วย การวัดค่าการดูดกลืนสเปกตรัมด้วยวิธีอินฟราเรดและผลึกด้วยวิธี X-ray diffraction และทำการพิสูจน์เอกลักษณ์โดยเทคนิคการสเปกโทรสโกปี

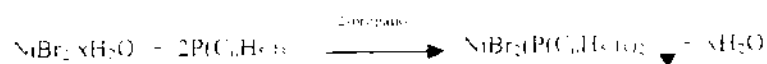
Abstract:

The title compound has been synthesized from of $NiBr_2(NO)(P(C_6H_5)_3)_2$ by metathesis reaction with excess NaN_3 . Recrystallizations using liquid diffusion and vapor diffusion techniques were used to obtain crystalline samples suitable for single crystal X-ray diffraction studies. The complex has been characterized by conventional spectroscopic techniques.

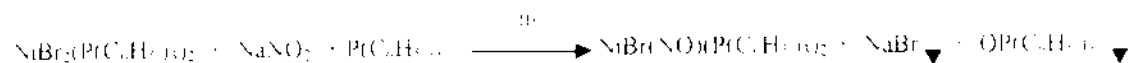
Experimental Procedure:

All syntheses (1,2,3) were carried out under an inert atmosphere using Schlenk techniques and reagent grade starting materials:

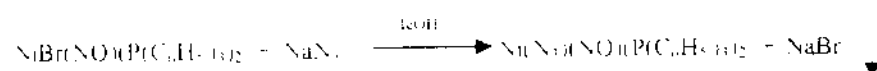
Synthesis of dibromo-bis(triphenylphosphine)nickel(II)



Synthesis of bromo-nitrosyl-bis(triphenylphosphine)nickel(II)



Synthesis of azido-nitrosyl-bis(triphenylphosphine)nickel(II)



Results, Discussion, and Conclusions:

Structures of four-coordinate diphosphine nickel complexes have been studied extensively because of their stereochemical flexibility. Examples are plentiful for both square planar and tetrahedral geometries. A notable example is the dibromo-bis(diphenylbenzylphosphine)nickel(II) complex which crystallizes with both the tetrahedral and the square planar forms in the same lattice (4). Intermediate geometries are also known. The group of $Ni(X)Y(P(C_6H_5)_3)_2$ complexes is particularly rich in stereochemical varieties. When X = halide or pseudohalide and Y = nitrosyl the geometry is intermediate but pseudo tetrahedral and the Ni-N-O angle is intermediate between the linear value expected for coordinated NO⁻ and the 120° value expected for coordinated NO. The characterization and properties of the $NiNa(N_3)(NO)(P(C_6H_5)_3)_2$ complex will be presented.

References:

1. Venanzi, (1958), *J. Chem. Soc.*, 719-724
2. Feltham, R. D., (1964), *Inorg. Chem.* **3**, 116-122
3. Enemark, J. H. (1971), *Inorg. Chem.* **9**, 1952-1957
4. Kilbourn, B. T. & Powell, H.M. (1970), *J. Chem. Soc. (A)*, 1688-1693

Keywords: azide, nitrosyl, four-coordinate nickel