

对“一维链状冠醚配合物 $[K(B18-C-6)]_2[M(SCN)_4]$ ($M = Pd, Pt$) 的合成与结构”一文的更正

窦建民* 王大奇

(聊城大学化学化工学院 聊城 252059)

我们合成、表征了苯并 18-冠-6 (B18-C-6) 与 $K_2[Pd(SCN)_4]$, $K_2[Pt(SCN)_4]$ 生成的一维链状配合物 $[K(B18-C-6)]_2[Pd(SCN)_4]$ (1), $[K(B18-C-6)]_2[Pt(SCN)_4]$ (2) 和 $[K(B18-C-6)]_2[Pt(SCN)_4] \cdot C_2H_4Cl_2$ (3). 其中 3 为三斜晶系, 空间群 $P1$ [化学学报 2002, 60(8), 1465]. 厦门大学胡盛志教授认为该化合物的空间群应为 $P-1$. 经将原始数据重新还

原、修正, 3 的空间群的确为 $P-1$, 现予以更正.

配合物 3 部分结构数据由表 1 给出, 其非氢原子坐标和热参数列于表 2, 部分键长和键角列于表 3. 晶体结构和堆积图如图 1, 2 所示. 配合物由两个 $[K(B18-C-6)]^+$ 配阳离子、一个 $[Pt(SCN)_4]^{2-}$ 配阴离子和一个溶剂 $C_2H_4Cl_2$ 分子组成. 相邻的两个 $[K(B18-C-6)]_2[Pt(SCN)_4]$ 离子对通过 $K-O$ 键形成了一维链状结构.

表 1 配合物 3 的部分晶体学数据
Table 1 X-Ray diffraction data for complex 3

Empirical formula	$C_{38}H_{52}Cl_2O_{10}S_4K_2N_4Pt$
Formula weight	1229.27
Crystal size/mm	0.30 \times 0.20 \times 0.20
Temperature/ K	299(2)
Crystal system	Triclinic
Space group	$P-1$
<i>a</i> / nm	0.95914(18)
<i>b</i> / nm	1.2137(2)
<i>c</i> / nm	1.2313(2)
α (°)	63.693(2)
β (°)	76.293(2)
γ (°)	78.353(2)
<i>V</i> / nm ³	1.2406(4)
<i>Z</i>	1
<i>D</i> / (g cm ⁻³)	1.645
<i>F</i> (000)	618
Range/ (°)	2.20 to 26.37
Limiting indices	- 11 <i>h</i> 9, - 15 <i>k</i> 14, - 12 <i>l</i> 15
Reflection collected	6810
Independent reflections	4702 [<i>R</i> (int) = 0.0203]
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Refinement method	Full-matrix least-squares on <i>F</i> ²
Goodness-of-fit on <i>F</i> ²	0.916
<i>R</i> ₁	0.0351
<i>wR</i> ₂	0.0593
Largest diff. peak and hole/ (10 ² e ⁻ nm ⁻³)	8.57, - 5.41

表 2 配合物 3 的非氢原子坐标 ($\times 10^4$) 和热参数 ($\times 10^5 \text{ nm}^2$)Table 2 Atomic coordinates ($\times 10^4$) and thermal parameters ($\times 10^5 \text{ nm}^2$) of complex 3

Atom	x	y	z	U_{eq}	Atom	x	y	z	U_{eq}
Pt(1)	5000	5000	5000	60(1)	C(4)	11907(5)	3715(4)	11802(5)	84(1)
S(1)	5642(1)	5506(1)	6410(1)	80(1)	C(5)	10598(4)	3347(3)	11819(4)	69(1)
S(2)	5540(1)	2877(1)	6067(1)	86(1)	C(6)	10358(4)	3324(3)	10780(4)	56(1)
Cl(1)	6643(2)	8973(2)	6072(2)	123(1)	C(7)	7995(4)	2670(4)	11727(4)	63(1)
K(1)	9326(1)	1896(1)	9123(1)	61(1)	C(8)	6832(4)	2283(4)	11408(4)	68(1)
N(1)	6841(5)	3410(5)	8210(5)	120(2)	C(9)	6280(4)	656(4)	11060(4)	74(1)
N(2)	7944(6)	2373(5)	4537(5)	135(2)	C(10)	6938(4)	- 511(4)	10943(4)	76(1)
O(1)	11034(3)	3618(2)	8723(3)	67(1)	C(11)	7587(4)	- 205(4)	8826(4)	75(1)
O(2)	9134(3)	2967(2)	10688(2)	62(1)	C(12)	8821(5)	- 28(4)	7803(4)	76(1)
O(3)	7338(2)	1147(2)	11303(3)	62(1)	C(13)	10401(5)	1416(4)	6390(4)	79(1)
O(4)	8063(3)	- 339(2)	9900(3)	64(1)	C(14)	10639(5)	2740(4)	5960(4)	83(1)
O(5)	9277(3)	1139(2)	7405(3)	68(1)	C(15)	11258(5)	4092(3)	6610(4)	76(1)
O(6)	11142(3)	2856(2)	6880(3)	70(1)	C(16)	11956(5)	4102(4)	7575(4)	78(1)
C(1)	11388(4)	3653(3)	9728(4)	58(1)	C(17)	6354(4)	4246(5)	7446(4)	78(1)
C(2)	12686(4)	3997(3)	9725(5)	78(1)	C(18)	6924(6)	2606(4)	5156(4)	79(1)
C(3)	12917(5)	4015(4)	10781(6)	81(1)	C(19)	5741(5)	9879(7)	4806(7)	161(3)

表 3 配合物 3 的部分键长 (nm) 和键角 ($^\circ$)Table 3 Selected bond lengths (nm) and angles ($^\circ$) of complex 3

Pt(1) —S(1)	0.23186(12)	K(1) —O(4) # 2	0.2965(2)	O(3) —C(8)	0.1419(4)
Pt(1) —S(2)	0.23278(11)	K(1) —O(5)	0.2666(3)	O(3) —C(9)	0.1421(4)
S(1) —C(17)	0.1641(5)	K(1) —O(6)	0.2776(3)	O(4) —C(10)	0.1433(5)
S(2) —C(18)	0.1604(5)	N(1) —C(17)	0.1141(6)	O(4) —C(11)	0.1430(5)
Cl(1) —C(19)	0.1767(6)	N(2) —C(18)	0.1159(6)	O(5) —C(12)	0.1404(5)
K(1) —O(1)	0.2717(2)	O(1) —C(1)	0.1378(5)	O(5) —C(13)	0.1404(5)
K(1) —O(2)	0.2719(3)	O(1) —C(16)	0.1417(5)	O(6) —C(14)	0.1402(5)
K(1) —O(3)	0.2788(3)	O(2) —C(6)	0.1375(4)	O(6) —C(15)	0.1407(4)
K(1) —O(4)	0.2867(2)	O(2) —C(7)	0.1431(4)		
S(1) —Pt(1) —S(1) # 1	180.0	O(2) —K(1) —O(6)	116.71(8)		
S(1) —Pt(1) —S(2) # 1	85.10(4)	O(2) —K(1) —N(1)	91.11(8)		
S(1) # 1 —Pt(1) —S(2) # 1	94.90(4)	O(3) —K(1) —O(4)	61.66(8)		
S(1) —Pt(1) —S(2)	94.90(4)	O(3) —K(1) —O(5)	119.89(8)		
S(1) # 1 —Pt(1) —S(2)	85.10(4)	O(3) —K(1) —O(6)	174.56(8)		
S(2) # 1 —Pt(1) —S(2)	180.0	O(3) —K(1) —N(1)	81.13(12)		
O(1) —K(1) —O(2)	56.39(8)	O(4) —K(1) —O(5)	62.52(9)		
O(1) —K(1) —O(3)	117.54(8)	O(4) —K(1) —O(6)	121.42(8)		
O(1) —K(1) —O(4)	165.55(8)	O(4) —K(1) —N(1)	92.86(12)		
O(1) —K(1) —O(5)	122.13(9)	O(5) —K(1) —O(6)	61.38(8)		
O(1) —K(1) —O(6)	60.77(8)	O(5) —K(1) —N(1)	81.08(11)		
O(1) —K(1) —N(1)	101.32(12)	O(6) —K(1) —N(1)	94.05(13)		
O(2) —K(1) —O(3)	61.18(7)	C(17) —S(1) —Pt(1)	108.86(16)		
O(2) —K(1) —O(4)	121.22(8)	C(18) —S(2) —Pt(1)	100.82(17)		
O(2) —K(1) —O(5)	171.66(8)	C(19) # 3 —C(19) —Cl(1)	111.3(7)		

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms: # 1 - $x+1, -y+1, -z+1$; # 2 - $x+2, -y, -z+2$; # 3 - $x+1, y+2, -z+1$.

