

## 环戊烯配位的羰基钌簇合物 $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\text{C}_5\text{H}_6)$ 的合成及晶体结构

董学文 罗玉忠\*

(中国科学院兰州化学物理研究所精细石油化工中间体 国家工程研究中心 兰州 730000)

郁开北

(中国科学院成都分院分析测试中心 成都 610041)

**摘要** 本文合成了以环戊烯配位的羰基钌簇合物  $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\text{C}_5\text{H}_6)$ , 用 IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR 和元素分析等方法对此簇合物进行了结构表征, 配体环戊烯的双键被打开并且分别配位于金属钌原子所组成的平面上和下, X射线进一步肯定了以上结论, 簇合物为单斜晶系, 空间群为  $P2_1/a$ ,  $a = 1.6498(8)$ ,  $b = 1.3221(5)$ ,  $c = 1.7330(6)\text{nm}$ ,  $\beta = 91.54(3)^\circ$ ,  $V = 3.779(3)\text{nm}^3$ ,  $Z = 8$ ,  $\mu = 23.5\text{cm}^{-1}$ ,  $D_c = 2.18\text{g}/\text{cm}^3$ ,  $F(000) = 2352$ , 最终偏差因子  $R = 0.0754$ ,  $R_w = 0.0710$ .

**关键词** 三核钌原子簇合物, 合成, 晶体结构, 谱学表征

我们报道了以庚烯-1 和对甲基苯胺为配体的羰基钌簇合物的合成及其晶体结构<sup>[1~2]</sup>, 羰基钌与环烯烃的反应其中最典型的是 1,3-环己二烯的反应, 在一类反应中配体 1,3-环己二烯的骨架断裂同时伴随着氢化反应<sup>[3]</sup>, 另一类反应是在反应中配体 1,3-环己二烯骨架没有断裂<sup>[4]</sup>. 这类反应的研究对羰基钌簇合物的结构及其催化作用将有进一步的了解.

## 1 实验

### 1.1 试剂

环戊烯, 辛烷, 石油醚为化学试剂. 辛烷, 石油醚经二苯甲酮和钠回流除水变成深蓝后使用, 环戊烯经无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  干燥后蒸馏使用.

### 1.2 仪器

红外光谱用 Nicolet-10DX, FT-IR 型仪测定, KBr 压片, 核磁用 Bruker AM-400 型波谱仪测定, TMS 为内标,  $\text{CDCl}_3$  为溶剂, 元素分析用 Carlo Erba 1106 型仪测定.

### 1.3 标题簇合物的合成

在氮气的保护下, 滴加新蒸过量的环戊烯 (1mL, 0.9mmol) 于 0.2g (0.3mmol)  $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$  的辛烷溶液中, 回流反应 24h, 控温  $90^\circ\text{C}$ , 冷却后减压蒸馏, 得黑红色油状物, 用石油醚提取后, 通过硅胶柱, 用石油醚洗脱, 分别得黑红色溶液和黄色溶液, 除去溶剂得黑红色固体和黄色固体. 用  $\text{CHCl}_3$  重结晶得黑色晶体和红色晶体, 黑色晶体用 IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR 和 X 射线衍

射等手段进行结构表征后确定为  $\text{H}_2\text{Ru}_4(\text{CO})_{13}$ , 该簇合物 Rheingold 和 Haggerty<sup>[5]</sup> 在 1990 年以  $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$  与  $\text{PhNO}$  为原料在 THF 中反应制得. 红色晶体为  $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\text{C}_3\text{H}_6)$ , 产量 14mg, 产率 7%. 元素分析  $\text{C}_{14}\text{H}_6\text{O}_9\text{Ru}_3$  (计算值: C, 27.05; H, 0.97. 实测值: C, 27.48; H, 1.01).  $\delta_{\text{H}}$ : 2.29(2H,  $p-\text{CH}_2$ ), 1.43(4H,  $t, 2\times\text{CH}_2$ );  $\delta_{\text{C}}$ : 29.7(20-C), 47.8(19-C, 21-C), 112.6(22-C, 23-C), 200.1(1-C, 9-C).

#### 1.4 晶体结构的测定

将产物溶于  $\text{CHCl}_3$  中, 置于  $-26^\circ\text{C}$  冰箱中, 几天后得金黄色棱形晶体, 晶体的衍射数据用 R3M/E 四圆单晶衍射仪收集. 晶体大小为  $0.28\times 0.23\times 0.42\text{mm}$  用经石墨单色化的  $\text{Mo K}_\alpha$  射线( $\lambda=0.071073\text{nm}$ )以  $\theta/2\theta$  方式扫描, 在  $2^\circ\geq 2\theta\geq 45^\circ$  范围内收集到 5549 个独立衍射点, 其中  $I\geq 3.5\sigma(I)$  的可观测点为 3199 个, 晶体属单斜晶系, 空间群为  $P2_1/a$ , 晶胞参数:  $a=1.6498(8)$ ,  $b=1.3221(5)$ ,  $c=1.7330(6)\text{nm}$ ,  $\beta=91.54(3)$ ,  $V=3.779(3)\text{nm}^3$ ,  $Z=8$ ,  $\mu=23.5\text{cm}^{-1}$ ,  $D_c=2.18\text{g}/\text{cm}^3$ ,  $F(000)=2352$ . 晶体结构采用 Patterson 重原子法和差值 Fourier 合成法解出, 最后用全矩阵最小二乘法修正, 最终偏差因子  $R=0.0754$ ,  $R_w=0.0710$ .

## 2 结果与讨论

标题化合物的原子坐标和热参数列于表 1、表 2, 表 3 和表 4 分别为键长和键角值, 表 5 为氢原子坐标和热参数. 图 1 和图 2 分别为晶胞构造图和分子结构图.

表 1 非氢原子坐标( $\times 10^4$ )及各向同性热参数( $\text{nm}^2\times 10^3$ )

原子	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i>
Ru(1)	3289(1)	2935(1)	-16(1)	38(1)
Ru(2)	3060(1)	2534(1)	1693(1)	39(1)
Ru(3)	4401(1)	3511(1)	1185(1)	38(1)
Ru(4)	777(1)	2601(1)	-5034(1)	35(1)
Ru(5)	467(1)	2710(1)	-3314(1)	39(1)
Ru(6)	1941(1)	2142(1)	-3850(1)	36(1)
O(1)	1900(11)	4408(12)	-481(10)	88(2)
O(2)	2607(13)	1044(13)	-792(11)	105(2)
O(3)	4386(10)	3500(16)	-1360(8)	93(2)
O(4)	3736(10)	2326(13)	3313(9)	79(2)
O(5)	1934(11)	4326(13)	2102(10)	86(2)
O(6)	1926(10)	710(12)	1825(11)	90(2)
O(7)	5858(11)	4057(15)	179(10)	94(2)
O(8)	5451(10)	3059(14)	2615(9)	83(2)
O(9)	3865(11)	5542(12)	1794(9)	80(2)
O(10)	-358(12)	869(12)	-5613(11)	102(2)
O(11)	-228(11)	4339(11)	-5713(10)	84(2)
O(12)	1906(11)	2632(17)	-6364(10)	103(2)

(续表 1)

原子	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i>
O(13)	1046(12)	2893(14)	-1645(9)	93(2)
O(14)	-429(11)	654(11)	-3087(10)	91(2)
O(15)	-901(11)	4252(15)	-3125(13)	106(2)
O(16)	2887(15)	2093(13)	-4477(12)	130(2)
O(17)	2898(12)	2645(15)	-2391(10)	96(2)
O(18)	1789(12)	-89(11)	-3399(10)	88(2)
C(1)	2410(13)	3867(15)	-317(9)	54(2)
C(2)	2859(13)	1765(15)	-516(11)	60(2)
C(3)	3953(10)	3295(15)	-880(9)	61(2)
C(4)	3474(11)	2449(14)	2681(8)	42(2)
C(5)	2350(13)	3674(15)	1954(11)	56(2)
C(6)	2352(11)	1384(13)	1756(11)	62(2)
C(7)	5310(15)	3876(16)	559(13)	74(3)
C(8)	5048(13)	3246(15)	2041(10)	54(2)
C(9)	4085(13)	4794(13)	1574(10)	50(2)
C(10)	61(14)	1501(16)	-5434(10)	65(2)
C(11)	148(13)	3676(15)	-5476(11)	57(2)
C(12)	1476(12)	2608(15)	-5889(11)	57(2)
C(13)	838(14)	2824(16)	-2321(10)	61(2)
C(14)	-109(12)	1413(12)	-3157(10)	52(2)
C(15)	-400(12)	3671(16)	-3198(12)	65(2)
C(16)	3461(11)	2120(18)	-4884(11)	57(2)
C(17)	2529(12)	2420(15)	-2945(9)	52(2)
C(18)	1867(15)	740(15)	-3553(11)	66(2)
C(19)	4654(12)	1027(15)	1513(11)	55(2)
C(20)	5340(14)	1112(18)	978(11)	75(3)
C(21)	4913(14)	1464(17)	210(11)	70(2)
C(22)	4203(11)	2083(14)	491(10)	43(2)
C(23)	4093(13)	1838(14)	1244(12)	58(2)
C(24)	1800(12)	4575(13)	-3285(11)	50(2)
C(25)	2440(15)	4814(17)	-3864(10)	83(3)
C(26)	2125(13)	4410(14)	-4657(10)	62(2)
C(27)	1552(11)	3601(13)	-4419(9)	41(2)
C(28)	1343(12)	3694(12)	-3684(11)	50(2)

等价的各向同性热参数  $U$  定义为正交化的温度因子张量  $U_{i-j}$  的迹的三分之一。

表 2 非氢原子坐标( $\times 10^4$ )及各向异性热参数( $\text{nm}^2 \times 10$ )

原子	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Ru(1)	49(1)	43(1)	22(1)	-3(1)	-19(1)	-2(1)
Ru(2)	47(1)	44(1)	24(1)	4(1)	-16(1)	-2(1)
Ru(3)	48(1)	41(1)	25(1)	-2(1)	-21(1)	-5(1)
Ru(4)	43(1)	40(1)	22(1)	3(1)	-17(1)	4(1)
Ru(5)	46(1)	45(1)	25(1)	-3(1)	-12(1)	-0(1)
Ru(6)	43(1)	38(1)	25(1)	2(1)	-21(1)	5(1)
O(1)	101(4)	62(4)	99(4)	-3(4)	-60(4)	27(4)
O(2)	154(4)	66(4)	92(4)	-27(4)	-59(4)	-30(4)
O(3)	84(4)	165(4)	31(4)	6(4)	19(4)	-19(4)
O(4)	81(4)	93(4)	60(4)	20(4)	-22(4)	-8(4)
O(5)	92(4)	89(4)	76(4)	-23(4)	-38(4)	39(4)
O(6)	86(4)	73(4)	109(4)	15(4)	-34(4)	-38(4)
O(7)	88(4)	125(4)	69(4)	16(4)	5(4)	-20(4)
O(8)	79(4)	103(4)	65(4)	8(4)	-29(4)	-12(4)
O(9)	105(4)	64(4)	67(4)	-20(4)	-30(4)	13(4)
O(10)	130(4)	67(4)	107(4)	-23(4)	-59(4)	-38(4)
O(11)	92(4)	63(4)	94(4)	23(4)	-52(4)	25(4)
O(12)	85(4)	170(4)	53(4)	10(4)	5(4)	6(4)
O(13)	123(4)	108(4)	45(4)	-25(4)	-13(4)	-28(4)
O(14)	113(4)	85(4)	73(4)	-0(4)	-17(4)	-48(4)
O(15)	73(4)	97(4)	149(4)	-24(4)	3(4)	37(4)
O(16)	192(4)	68(4)	124(4)	11(4)	-110(4)	4(4)
O(17)	108(4)	120(4)	58(4)	-18(4)	-48(4)	9(4)
O(18)	137(4)	51(4)	74(4)	13(4)	-53(4)	2(4)
C(1)	81(4)	63(4)	17(4)	-6(4)	-14(4)	-10(4)
C(2)	66(4)	60(4)	51(4)	-1(4)	-44(4)	6(4)
C(3)	58(4)	74(4)	49(4)	-13(4)	-43(4)	3(4)
C(4)	50(4)	67(4)	8(4)	3(4)	-14(4)	-3(4)
C(5)	65(4)	54(4)	48(4)	-4(4)	-15(4)	-5(4)
C(6)	70(4)	72(4)	42(4)	-12(4)	-37(4)	16(4)
C(7)	89(4)	62(4)	71(4)	-17(4)	-37(4)	-0(4)
C(8)	74(4)	59(4)	27(4)	0	0	0
C(9)	73(4)	38(4)	37(4)	-7(4)	-25(4)	0(4)
C(10)	91(4)	74(4)	30(4)	16(4)	-30(4)	28(4)
C(11)	67(4)	61(4)	42(4)	-3(4)	-31(4)	-6(4)
C(12)	60(4)	74(4)	34(4)	0(4)	-27(4)	4(4)
C(13)	81(4)	76(4)	25(4)	-1(4)	-21(4)	-17(4)
C(14)	62(4)	62(4)	30(4)	-8(4)	-11(4)	0(4)
C(15)	68(4)	80(4)	45(4)	4(4)	-7(4)	-16(4)
C(16)	22(4)	109(4)	40(4)	0	0	0
C(17)	73(4)	74(4)	7(4)	0	0	0
C(18)	112(4)	44(4)	40(4)	-0(4)	-37(4)	21(4)
C(19)	65(4)	58(4)	39(4)	-1(4)	-26(4)	20(4)
C(20)	68(4)	75(4)	80(4)	-10(4)	-31(4)	32(4)
C(21)	83(4)	73(4)	53(4)	1(4)	-30(4)	17(4)
C(22)	42(4)	51(4)	37(4)	-15(4)	-15(4)	-2(4)
C(23)	64(4)	44(4)	65(4)	-19(4)	-30(4)	10(4)
C(24)	57(4)	38(4)	55(4)	-11(4)	-30(4)	-10(4)
C(25)	93(4)	65(4)	88(4)	17(4)	-57(4)	-40(4)
C(26)	55(4)	52(4)	79(4)	27(4)	-28(4)	-6(4)
C(27)	48(4)	44(4)	30(4)	12(4)	-31(4)	-5(4)
C(28)	76(4)	17(4)	55(4)	9(4)	-27(4)	-3(4)

表 3 键长( $10^{-1}\text{nm}$ )

Ru(1)—Ru(2)	3.042(2)	Ru(1)—Ru(3)	2.842(2)
Ru(1)—C(1)	1.962(21)	Ru(1)—C(2)	1.901(20)
Ru(1)—C(3)	1.938(16)	Ru(1)—C(22)	2.061(18)
Ru(2)—Ru(3)	2.727(2)	Ru(2)—C(4)	1.830(15)
Ru(2)—C(5)	1.969(20)	Ru(2)—C(6)	1.923(17)
Ru(2)—C(23)	2.104(21)	Ru(3)—C(7)	1.936(25)
Ru(3)—C(8)	1.838(19)	Ru(3)—C(9)	1.902(18)
Ru(3)—C(22)	2.258(18)	Ru(3)—C(23)	2.273(19)
Ru(4)—Ru(5)	3.041(2)	Ru(4)—Ru(6)	2.837(2)
Ru(4)—C(10)	1.987(22)	Ru(4)—C(11)	1.908(20)
Ru(4)—C(12)	1.902(20)	Ru(4)—C(27)	2.107(17)
Ru(5)—Ru(6)	2.731(2)	Ru(5)—C(13)	1.817(18)
Ru(5)—C(14)	1.983(17)	Ru(5)—C(15)	1.927(25)
Ru(5)—C(28)	2.060(19)	Ru(6)—O(16)	1.927(20)
Ru(6)—C(17)	1.859(17)	Ru(6)—C(18)	1.927(25)
Ru(6)—C(27)	2.252(17)	Ru(6)—C(28)	2.299(17)
O(1)—C(1)	1.134(27)	O(14)—C(14)	1.142(23)
C(19)—C(20)	1.512(30)	C(19)—C(23)	1.495(28)
C(20)—C(21)	1.559(29)	C(21)—C(22)	1.520(29)
C(22)—C(23)	1.361(27)	C(24)—C(25)	1.510(29)
C(24)—C(28)	1.539(25)	C(25)—C(26)	1.550(26)
C(26)—C(27)	1.494(26)	C(27)—C(28)	1.335(25)

表 4 键角( $^{\circ}$ )

Ru(2)—Ru(1)—Ru(3)	55.1(1)	Ru(2)—Ru(1)—C(1)	105.0(5)
C(1)—Ru(1)—C(22)	169.6(7)	C(2)—Ru(1)—C(22)	90.5(8)
Ru(1)—Ru(2)—Ru(3)	58.7(1)	C(4)—Ru(2)—C(5)	92.4(8)
C(5)—Ru(2)—C(23)	155.9(8)	C(6)—Ru(2)—C(23)	100.0(7)
Ru(1)—Ru(3)—Ru(2)	66.2(1)	C(10)—Ru(4)—C(27)	169.2(7)
C(7)—Ru(3)—C(22)	90.7(8)	C(8)—Ru(3)—C(22)	110.0(8)
C(9)—Ru(3)—C(22)	153.8(8)	Ru(1)—Ru(3)—C(23)	68.4(5)
C(9)—Ru(3)—C(23)	140.2(8)	C(2)—Ru(1)—C(22)	90.5(8)
C(22)—Ru(3)—C(23)	34.9(7)	Ru(5)—Ru(4)—Ru(6)	55.2(1)
Ru(6)—Ru(5)—C(13)	93.7(7)	Ru(4)—Ru(5)—C(14)	100.8(5)
Ru(4)—Ru(5)—Ru(6)	58.6(1)	Ru(4)—Ru(5)—C(13)	150.6(7)
C(15)—Ru(5)—C(28)	98.3(8)	Ru(4)—Ru(6)—Ru(5)	66.2(1)
Ru(4)—Ru(6)—O(16)	98.2(7)	Ru(5)—Ru(6)—O(16)	160.6(6)
C(17)—Ru(6)—C(27)	109.7(7)	C(18)—Ru(6)—C(27)	157.1(8)
O(16)—Ru(6)—C(28)	117.2(7)	C(17)—Ru(6)—C(28)	86.2(8)
C(18)—Ru(6)—C(28)	142.6(8)	C(27)—Ru(6)—C(28)	34.1(6)
C(20)—C(19)—C(23)	101.4(16)	C(19)—C(20)—C(21)	103.8(18)
C(20)—C(21)—C(22)	102.8(16)	Ru(1)—C(22)—Ru(3)	82.2(6)
Ru(1)—C(22)—C(21)	136.0(13)	Ru(3)—C(22)—C(21)	121.3(13)
Ru(1)—C(22)—C(23)	115.1(14)	Ru(3)—C(22)—C(23)	73.2(11)
C(21)—C(22)—C(23)	107.6(16)	Ru(2)—C(23)—Ru(3)	77.0(6)
Ru(2)—C(23)—C(19)	133.6(14)	Ru(3)—C(23)—C(19)	125.1(14)
Ru(2)—C(23)—C(22)	112.3(14)	Ru(3)—C(23)—C(22)	71.9(11)
C(19)—C(23)—C(23)	113.4(7)	C(25)—C(24)—C(28)	101.7(15)
C(24)—C(25)—C(26)	107.0(18)	C(25)—C(26)—C(27)	101.7(14)
Ru(4)—C(27)—Ru(6)	81.1(6)	Ru(4)—C(27)—C(26)	133.7(12)
Ru(6)—C(27)—C(26)	124.0(12)	Ru(4)—C(27)—C(28)	111.9(13)
Ru(6)—C(27)—C(28)	74.9(10)	C(26)—(27)—C(28)	112.2(15)
Ru(5)—C(28)—Ru(6)	77.4(5)	Ru(5)—C(28)—C(24)	132.6(14)
Ru(6)—C(28)—C(24)	121.7(13)	Ru(5)—C(27)—C(27)	116.1(13)
Ru(6)—C(28)—C(27)	71.0(10)	C(24)—C(28)—C(27)	111.3(16)

表 5 氢原子坐标 ( $\times 10^4$ ) 及  
向同性热参数 ( $\text{nm}^2 \times 10$ )

Atom	x	y	z	U
H(19a)	4837	1157	2056	63
H(19b)	4402	373	1507	63
H(20a)	5733	1601	1155	83
H(20b)	5601	470	911	83
H(21a)	4729	896	-91	79
H(21b)	5270	1871	-90	79
H(24a)	2039	4307	-2799	57
H(24b)	1449	5143	-3208	57
H(25a)	2524	5531	-3891	90
H(25b)	2941	4487	-3718	90
H(26a)	2558	4136	-4951	70
H(26b)	1852	4929	-4951	70

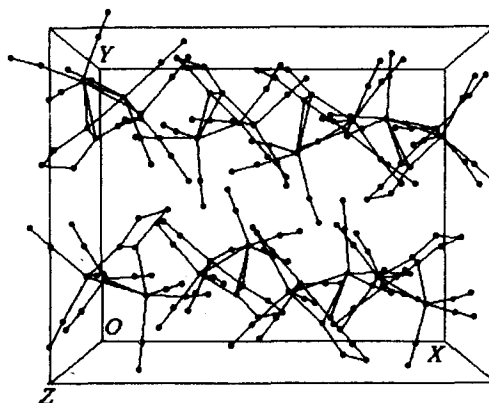


图 1 分子晶胞图

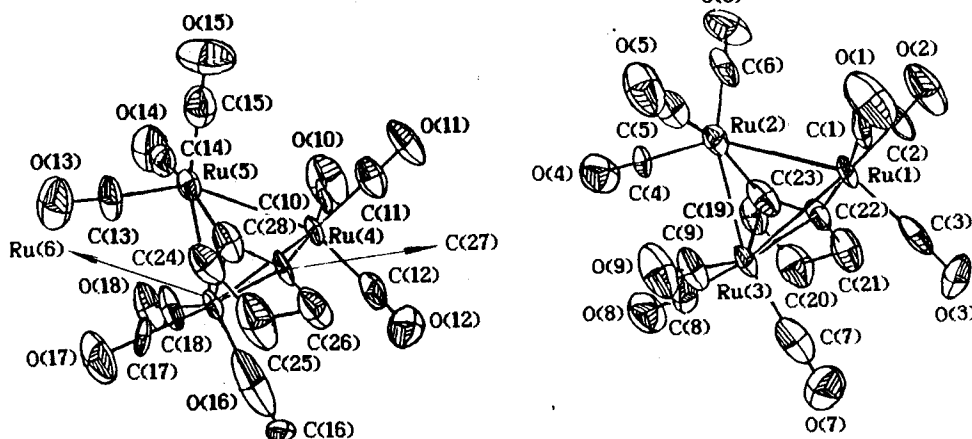


图 2 分子结构图

红外光谱表明在  $1956 \sim 2069 \text{ cm}^{-1}$  范围内有很强的端羰基吸收峰 ( $1956, 1990, 2023$  和  $2069 \text{ cm}^{-1}$ ) 在  $2851, 2920, 1442, 1257, 806 \text{ cm}^{-1}$  的吸收峰可归属为  $\text{CH}_2$  基团的伸缩振动和变形振动吸收, 在  $477 \sim 555 \text{ cm}^{-1}$  范围内的吸收峰可归属为  $\text{Ru}-\text{C}$  键的振动吸收;  $^1\text{H}$  NMR 谱中只有两种吸收峰, 根据自旋偶合分裂规则分别分裂为三重峰和五重峰且积分面积为  $2:1$ , 双键上的氢原子吸收峰在氢谱中没有出现, 我们推测双键上的氢原子在反应中全部脱掉且配位于  $\text{H}_2\text{Ru}_4(\text{CO})_{13}$  上;  $^{13}\text{C}$  NMR 表明簇合物只有四种碳, 在  $200.2$  处出现一个强度很高的单峰, 表明只有一种羰基, 双键碳的吸收峰由配位前的  $128.6$  移向  $112.6$ , 其余两种碳的吸收峰分别是  $47.7$  和  $31.0$ .

从分子结构图和晶胞图中可以看到这个簇合物结构的同一对称单元中有两个晶学独立的  $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\text{C}_5\text{H}_6)$  簇分子. 环戊烯分别配位于金属钌原子所组成平面的上和下. 在该簇合物中  $\text{Ru}-\text{Ru}$  键有两类, 一类是由环戊烯基 C 原子桥连的  $\text{Ru}-\text{Ru}$  键, 包括  $\text{Ru}_1-\text{Ru}_3, \text{Ru}_2-\text{Ru}_3, \text{Ru}_4-\text{Ru}_6$  和  $\text{Ru}_5-\text{Ru}_6$ ; 另一类是不被桥连的  $\text{Ru}-\text{Ru}$  键, 包括  $\text{Ru}_1-\text{Ru}_2, \text{Ru}_4-\text{Ru}_5$ . 由于桥

连,前者短些.且呈现 Ru 的两种不同的配位环境.六个金属钌原子的平均键长为 0.287nm 它们所组成的六条金属钌—钌键有三种不同的方式:

(a)C(23),C(28)配位的  $\text{Ru}_2\text{—Ru}_3$ ,  $\text{Ru}_5\text{—Ru}_6$  键.

(b)C(22),C(27)配位的  $\text{Ru}_1\text{—Ru}_3$ ,  $\text{Ru}_4\text{—Ru}_6$  键.

(c)除羰基碳原子外,没有配位原子的  $\text{Ru}_1\text{—Ru}_2$ ,  $\text{Ru}_4\text{—Ru}_5$  键.

由于 C(23),C(28)的配位使得  $\text{Ru}_1$ ,  $\text{Ru}_2$ ,  $\text{Ru}_3$  和  $\text{Ru}_4$ ,  $\text{Ru}_5$ ,  $\text{Ru}_6$  组成两个近似于等腰三角形的结构.该簇合物中的有机配体环戊烯中于金属钌原子配位的C(22)—C(23),C(27)—C(28)键长分别是 0.1361nm 和 0.1335nm,介于 C=C 双键与 C—C 单键之间,其仍有  $\pi$  键的性质.其余环戊烯配体中 C—C 键长在 0.1494~0.1512nm 之间,其数值与 C—C 单键接近.

### 参考文献

- 1 梁丽君,罗玉忠,郁开北,化学学报,1994,52,160.
- 2 梁丽君,罗玉忠,郁开北,化学学报,1994,52,1002.
- 3 J. H. Whitesides, *Chem. Comm.*, 1973, 87.
- 4 Silvio Aime, Luciano Milone, *Inorg. Chim. Acta*, 1979, 34, 49.
- 5 A. L. Rheingold, B. S. Haggerty, *J. Organomet. Chem.*, 1990, 384, 209.

## Synthesis and Crystal Structure of Substituted Decacarbonyltriruthenium by Cyclopentene Cluster $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\text{C}_5\text{H}_6)$

DONG Xue-Wen LUO Yu-Zhong\*

(National Engineering Research Center for Fine-Petrochemical Intermediates, Lanzhou  
Institute of Chemical Physics, The Chinese Academy of Sciences, Lanzhou, 730000)

YU Kai-Bei

(Chengdu Center of Analysis and Test, The Chinese Academy of Sciences, 610041)

**Abstract** Thermolysis of  $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$  and cyclopentene in octane followed by TLC has given the title cluster compounds, which have been characterized by IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR and elementary analysis. An X-ray diffraction of the product has unequivocally established its structure. The cluster crystallizes in monoclinic space group  $P2_1/a$ ,  $a = 1.6498(8)$ ,  $b = 1.3221(5)$ ,  $c = 1.7330(6)$  nm,  $\beta = 91.54(3)^\circ$ ,  $V = 3779(3)$  nm<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $\mu = 23.5$  cm<sup>-1</sup>,  $D_c = 2.18$  g/cm<sup>3</sup>,  $F(000) = 2352$  and  $R = 0.0754$ ,  $R_w = 0.0710$  based on 3199 independent reflections with  $I \geq 3.5\sigma(I)$ .