

(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C07F 5/02

C07F 13/00

C07F 15/00

(45) 공고일자 1988년09월20일

(11) 공고번호 특 1988-0001830

(21) 출원번호

특 1982-0005110

(65) 공개번호

특 1984-0002410

(22) 출원일자

1982년11월12일

(43) 공개일자

1984년07월02일

(30) 우선권주장

320.216 1981년11월12일 미국(US)

(71) 출원인

이. 아이. 듀 풍 드 네모아 앤드 캄파니 에이. 엔. 리디

미합중국 델라웨어 19898 월밍تون 마켓 스트리트 10번

(72) 발명자

마이클 맥케이 콘

미합중국 루이시애나 70115 뉴 오를리안즈 레온틴 스트리트 1309

(74) 대리인

이병호

심사관 : 신현문 (책자공보 제 1451호)(54) 트리아릴보란이소시아노 금속화합물의 제조방법**요약**

내용 없음.

영세서

[발명의 명칭]

트리아릴보란이소시아노 금속화합물의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

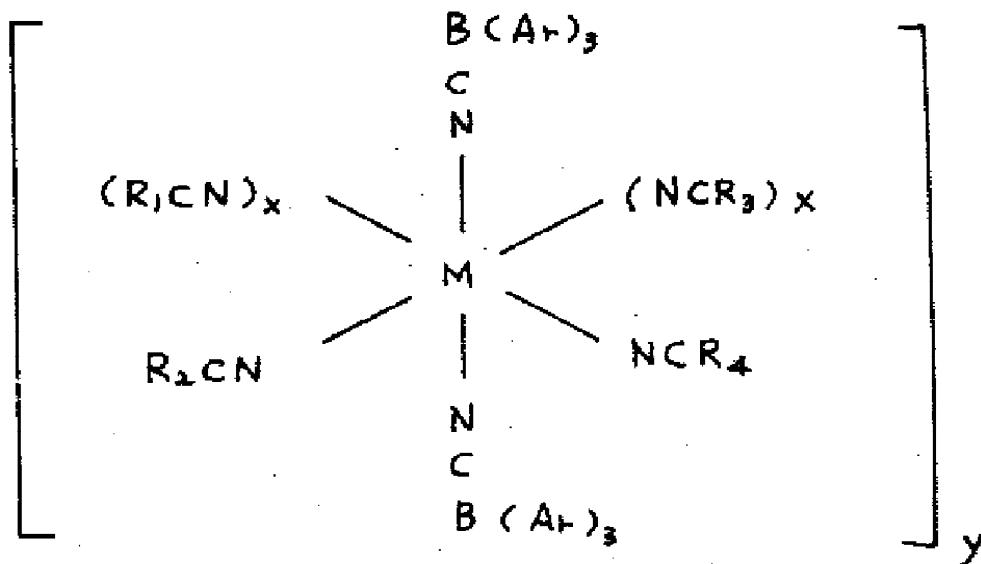
본 발명은 신규의 봉소 함유 금속 화합물 및 이의 제법, 특히 비스(트리아릴보란이소시아노-N)-테트라키스(알킬니트릴) 및 비스(트리아릴보란이소시아노-N)-비스(알킬디니트릴)금속화합물[예 : 비스(트리페닐-보란이소시아노-N)-비스(아디포니트릴)니켈(II)]에 관한 것이다.

수많은 봉소 함유 시안화물 착화합물이 제조, 발표되어 왔다. 예를 들어, 일반식 $[_3(\text{NC})\text{B}]_{\text{Na}}$ 의, 트리페닐보란의 싱한화나트륨부가물(adduct) 추측되는 화합물은 다음 문헌에 기술되어 있다[참조 : Wittig 등의 Ann. Chem. 573, 195(1951)]. $\text{Ru}(\text{n-C}_5\text{H}_5)(\text{CO})_2\text{CNB}_3$ 로의 열전위반응은 다음 문헌에 기술되어 있다[참조 : R.J. Haines 등의 Journal of Organometallic Chemistry, 84, 357 (1975)]. 또한 $\text{Fe}-\text{C}-\text{N}-\text{B}_3$ 결합을 갖는 화합물은 다음 문헌에 기술되어 있다[참조 : M. Laing 등의 Journal of Organometallic Chemistry, 82, C 40-42 (1974)]. 미합중국 특허 제4,082,811호(1973. 4.4)에는 트리아릴보란 및 시안화니켈(산화된 0-가 니켈)이 함유된 착화합물이 기술되어 있으나 니켈과 봉소의 상대적인 양은 니켈몰당 소량의 트리페닐보란 내지 약 2몰의 보란으로 사용할 수 있다고 기술하고 있다. 이는 물질의 혼합물도 포함한다. 또한 상기 특허는 트리페닐보란의 아민 부가물(예 : 암모니차부가물)은 고체를 질소함유 염기와 접촉시킬 경우 생성된다고 기술하고 있다.

영국 특허 제 2,047,680호(1980.12.3)에는 ROI 수소, 할로겐, 알킬 및 아릴그룹인 일반식 $\text{Ni}[\text{NH}_3]_4[(\text{NC})\text{B}(\text{C}_6\text{H}_4-\text{R}_3)_2]$ 의 화합물이 기술되어 있으며 이 화합물은 트리페닐보란의 알칼리 금속 시안화물 부가물을 할로겐화니켈(예 : NiCl_2)과 반응시켜 제조한다고 기술하고 있다.

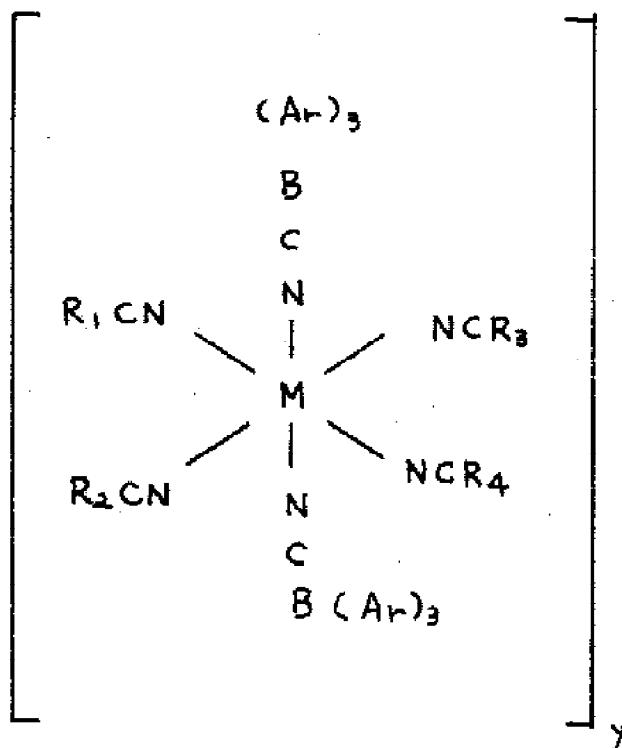
니트릴의 작용과 이의 금속과의 결합능력은 다음 문헌에 기술되어 있다.[참조 : "Advanced Inorganic Chemistry", F.A.Cotton dna G. Wilkins, 4 Ed. P. 142 John Wiley & Sons (1980)] 또한 다음 문헌에는 다른 종류의, 디니트릴과의 착화합물 형성의 스펙트럼 결과가 기술되어 있다[참조 : D. L. Greene등의 Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry, 35, 1471(1973)]

본 발명의 신규 화합물은 다음 일반식을 갖는다.



상기 일반식에서 x 는 0 또는 1이고 y 는 1 내지 50의 양수이고 M 은 그룹 IIA, IB, IIB, VIIB 및 VIII의 금속중에서 선택된 금속이고(단, Mo, Pd, Ag, Cd, Pt, Au 또는 Hg일 경우 x 는 0이다) Ar은 탄소 수 6 내지 10의 아릴 또는 치환된 아릴 그룹이고 R_1, R_2, R_3 및 R_4 는 같거나 다르며, 상기 탄소수 1 내지 6의 알킬 및 치환된 알킬, 탄소수 2내지 6의 알케닐 및 치환된 알케닐, 및 탄소수 6 내지 10의 아릴 중에서 선택된 그룹이며, 또한 근접한 니트릴 그룹에 부착된 R_1-R_4 그룹은 문자간 또는 문자내 공-결합(cojoin)할 수 있으며 이 경우 탄소수 1내지 4의 알킬렌 그룹을 나타낸다.

특히 관심있는 화합물은 다음 일반식의 화합물이다.



상기 일반식에서 y 는 1내지 50의 양수이고 M 은 Ni^{+2} , Fe^{+2} 및 Fe^{+3} 중에서 선택된 금속이 온이고 Ar은 페닐, 오르토톨릴, 파라톨릴 또는 이의 혼합물이고 R_1-R_4 는 같거나 다르며, 1-메틸-1-프로페닐, 1-메틸-2-프로페닐, 1-부테닐, 2-부테닐, 3-부테닐 또는 부틸이거나 R_1-R_4 그룹은 근접한 니트릴그룹에 부착하여 문자간 또는 문자내 공결합하여 에틸리덴 또는 에틸렌 그룹을 나타낸다.

이 화합물은 오르가노시아노 화합물과 결합된 봉소를, 화합물은 다른 유기물로부터 쉽게 분리시키고 또한 화합물을 정제시킬 수 있는 비교적 안정한 문자로서 함유한다. 필요한 경우 이 화합물을,

붕소, 니트릴 및 금속을 회수하기 위해 반응시킬 수 있다.

본 발명 화합물은 중성배위자가 디니트릴일 경우 모노머, 올리고며 또는 폴리성일 수 있다. 디니트릴 배위자가 함유된 화합물에서, 이를 배위자는 유리(free)의 결합된 그룹이거나 ; 브리징(bridging), 즉 분자간 공결합될 수 있거나 ; 키일레이팅(chelating), 즉 분자내 공결합될 수 있다. 일반적으로, 폴리머성 화합물중 모노머 단위의 수는 50을 초과하지 않는다. 분자량이 큰 화합물, 예를 들어 y가 20 또는 그 이상인 화합물은 고체형태인 반면 분자량이 작은 화합물, 예를 들어 y가 5 또는 그 이하인 화합물은 용액 형태인 경향이 있다.

모노니트릴로부터 제조된 모노머성 화합물과 디니트릴로부터 제조된 브릿지화 또는 키일레이트화된 구조물은 적외성 스펙트럼에서 두개의 니트릴 흡수밴드, 하나의 시아노보레이트 흡수밴드 및 하나의 알킬니트릴 잔기흡수밴드를 나타낸다. 이 적외선 공명의 각각은 이의 비-배위된 위치로부터 파장이 짧은쪽으로 약 20 내지 50cm-1이동된 것이다. 디니트릴로부터 제조된 비-키일레이트화된 모노머성 화합물은 3개의 알킬니트릴 흡수밴드를 나타내는데 이중 3번째 것은 니트릴의 비-배위된 부분에 관한 것이다. 또한 모든 니켈은 질소에만 결합되어 있으며 모든 니켈-질소 결합 길이는 동일함을 알 수 있다.

상기 일반식에서 니트릴 및 붕소잔기와 배위된 금속"Metal"은 주기율표 IIA그룹의 원소(특히 Mg 및 Ca) ; IB그룹의 원소(특히 Cu 및 Ag) ; IIB그룹의 원소(특히 Zn 및 Cd) ; VIIB그룹의 원소(특히 Mn) ; VIIIC그룹의 원소(특히 Fe, Co, Ni, Ru, Rh 및 Pd)를 말한다. 이들 금속은 가장 통상적으로 무기브론스티산의 염(예 : 황산염, 염화물 및 질산염) 또는 이염의 수화물 형태로 반응매체에 도입시켜 예를 들면 다음과 같은 것이 포함된다 : 염화니켈, 염화니켈 6수화물, 염화마그네슘 6수화물, 염화칼슘, 염화구리(II) 2수화물, 질산은, 질산 아연(II), 염화카드뮴 1수화물, 질산망간(II) 6수화물, 황산제1철 7수화물, 염화제2철, 염화제1코발트 6수화물, 염화루테늄(III) 및 염화로듐(III).

시안화물은 시안화수소 또는 알칼리금속 시안화물(예 : 시안화나트륨, 시안화칼륨 또는 시안화리튬)로서 도입시킬 수 있다.

삼치환된 보란(상기 일반식에서 B(Ar₃)에 해당)은 다른 반응물과 동시에 반응매체에 도입시킬 수 있으나 붕소화합물을 상술한 금속염과 접촉시키기전에 보란을 알칼리금속 시안화물(예 : 시안화나트륨)과 반응시키는 것이 바람직하다. 생성된 알칼리 금속 부가물을 유리보란보다 더 안정하며 반응매체에 쉽게 용해된다. 본 발명에 사용할 수 있는 보란은 다음과 같은 것들이 있다 : 트리페닐보란, 트리오르토톨릴보란, 트리파라톨릴보란, 트리파라클로로페닐보란, 트리크실릴보란, 트리스-(3,4,5-트리메틸페닐)보란 및 트리나프틸보란.

다른 반응물과 접촉된 니트릴(상기 일반식에서 R₁-4CN에 해당)에는 1작용성 니트릴(예 : 2-메틸-2-부텐니트릴, 2-메틸-3-부텐니트릴, 2-펜텐니트릴, 3-펜텐니트릴, 4-펜텐니트릴, 발레로니트릴, 부티로니트릴, 이소부티로니트릴, 프로피오니트릴, 아세토니트릴, 펜타노니트릴, 헥사노니트릴, 아크릴로니트릴, 2-부텐니트릴, 2-헥센니트릴 및 2-헵тен니트릴)과 2작용성 니트릴(예 : 아디포니트릴, 메틸 글루타로니트릴, 에틸 석시노니트릴, 메틸렌 글루타로니트릴, 피엘로니트릴, 수베로니트릴, 아젤로니트릴 및 세바코니트릴)이 포함된다.

이 반응은 용매존재 또는 부재하에 수행할 수 있는데 이는 니트릴이 용매 또는 반응매체로 작용할 수 있기 때문이다. 일반적으로, 용매가 필요할 경우, 반응물과 생성물에 불활성인 메틸렌 클로라이드, 클로로포름, 툴루엔 및 클로로벤젠 같은 통상의 유기용매를 사용할 수 있다. 다른 용매도 사용할 수 있다는 것은 이 분야의 숙련가들에게는 잘 알려진 사실이다.

상기 반응은 보통 0° 내지 100°C, 바람직하게는 20° 내지 55°C에서 수행할 수 있으며 필요에 따라 교반할 수 있다.

모든 반응물을 동시에 첨가할 수도 있지만, 다른 반응물을 도입시키기 전에 시안화물과 트리아릴보란을 미리 반응시키는 것이 바람직하다. 금속염은 다른 반응물부재하에 얼마동안의 시안화물과의 접촉시에도 남아있지 않도록 하는데 이 이유는 두 화합물이 반응하여 금속시안화물을 형성할 수 있으며 이로써 원하는 착화합물의 수율이 감소되기 때문이다.

어떤 경우에는, 반응물중 어떤것의 용해도 또는 유용도 때문에 먼저 가용성 모노니트릴 착화합물(예 : 3-펜텐니트릴, 금속염, 알칼리금속 시안화물 및 트리아릴보란으로부터 형성된 착화합물)을 제조하는 것이 바람직할 수 있다. 이 착화합물은 일반적으로 반응매체에 가용성이다. 불용성 디니트릴 착화합물을 얻고자 할 경우, 디니트릴을 가용성 착화합물에 첨가하면 디니트릴 착화합물 자체가 가용성인 경우를 제외하고는 디니트릴 착화합물이 침전된다.

다른 경우, 특히 소량의 반응물을 사용하여야만 할 경우에는, 때때로 수성착화물(예 : 수용액중에서 염화니켈 6수화물과 나트륨시아노트리페닐보레이트로부터 형성된 착화합물)을 합성하고 이어서 이 착화합물을, 물과 함께 저비점 공비호흡물을 형성하는 따뜻한 니트릴용매중에서 슬러리화시키는 것이 바람직하다. 이 물을 제거하고 새로운 착화합물(예 : Ni[NCCN]_4[NC13B_3]_2을 표준기술로 분리시킬 수 있다.

다음 실시예는 본 발명을 상세히 설명하며 이로써 본 발명의 영역이 제한되는 것은 아니다. 모든 부와%는 특별한 언급이 없는 한 중량에 관한 것이다.

[실시예 1]

Ni[NC(CH₂)₄CN]₂[NCB₃]₂

약 40부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트, 16.33부의 염화니켈(II) 6수화물 및 아디포니트릴을 혼합하고 20°C에서 48시간 교반한다. 교반하는 동안 형성된 고체를 여과하고 툴루엔으로 세척한 후 진공오븐에서 건조시킨다. 건조된 고체를 750부의 아세톤과 잘 혼합하고 이어서 40부의 물과 잘 혼합한다. 혼합물을 비정근처로 가열하고 (이때 대부분의 고체가 용해된다)여과한 후 20°C로

냉각시킨다. 약 3,000부의 물을 냉각된 용액에 가하면 이때 침전물이 형성된다. 혼합물을 실온에서 1시간 더 교반한 후 여과한다. 침전물을 물로 세척하고 45°C, 진공오븐에서 건조시킨다. 회수된 고체는 2220-1 및 2300-1에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다.

원소분석 결과는 다음과 같다.

| | C | H | N | B | Ni |
|-----|--------|------|-------|------|------|
| 이론치 | 74.03% | 5.72 | 10.36 | 2.66 | 7.24 |
| 실측치 | 73.48 | 6.00 | 9.90 | 2.47 | 7.14 |

[실시예 2]



약 100부의 아디포니트릴, 3.4부의 시안화나트륨 및 100부의, 3-펜텐니트릴에 함유된 트리페닐보란의 16.92%용액을 20°C에서 15분간 함께 교반하고 액체에 질소를 통과 시킨후, 11.5부의 염화마그네슘 6수화물을 가한다. 20°C에서 1시간후 침전물이 형성되는데 이를 여과한다. 2배 용적의 아디포니트릴을 20°C에서 여액에 가하면 백색의 침전물이 생성된다. 이 침전물을 회수하여 60°C, 진공하에 건조시킨다. 생성된 물질은 2195cm⁻¹ 및 2285cm⁻¹에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다. 원소분석 결과는 다음과 같다.

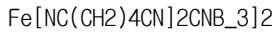
| | C | H | N | B | Mg |
|-----|--------|------|-------|------|------|
| 이론치 | 77.30% | 5.97 | 10.82 | 2.78 | 3.13 |
| 실측치 | 78.40 | 6.20 | 10.74 | 3.18 | 2.74 |

[실시예 3]



약 51부의, 3-펜텐니트릴에 함유된 트리페닐보란 18%용액, 13부의 3-펜텐니트릴 및 2.0부의 시안화나트륨을 50°C에서 30분간 함께 교반하면 이때 시안화나트륨이 모두 용해된다. 질산망간(II) 6수화물(7.5부)을 용액에 가하고 50°C에서 3시간 방치한다. 형성된 모든 고체를 여과하여 맑은 용액을 얻는다. 이 용액 20부에 약20부의 아디포니트릴을 가한다. 철야방치하여 형성된 백색침전물을 여과하고 톨루엔으로 세척한 후 사이클로헥산으로 세척하고 건조시킨다. 생성된 물질은 2195cm⁻¹ 및 2275cm⁻¹에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다.

[실시예 4]



약 1.0부의 황산제1철 7수화물, 2.09부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 40부의 아디포니트릴을 혼합하고 질소대기하에 20°C에서 20시간 교반한다. 교반하는 동안 형성된 침전물을 여과하여 회수하고 먼저 톨루엔으로 세척한 후 헥산으로 세척하고 최종적으로 건조시킨다. 생성된 물질은 2195cm⁻¹ 및 2275cm⁻¹에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다.

| | C | H | N | B | Fe |
|-----|--------|------|-------|------|------|
| 이론치 | 74.28% | 5.74 | 10.40 | 2.68 | 6.91 |
| 실측치 | 74.16 | 5.86 | 10.41 | 2.78 | 6.66 |

[실시예 5]

Co[NC(CH₂)₄CN]₂[NCB_3]2

0.817부의 염화제1코발트 6수화물, 2.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 40부의 아디포니트릴을 혼합하고 20°C에서 약 17.5시간동안 교반한다. 교반하는 동안 형성된 침전물을 여과하여 회수하고 툴루엔을 세척한 후 헥сан을 세척하고 건조시킨다. 생성된 물질은 2205cm⁻¹ 및 2285cm⁻¹에서 적외선 흡수반드를 나타내었다.

[실시예 6]

Zn[NC(CH₂)₄CN]₂[NCB_3]2

약 5.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트, 2.55부의 질산아연(II) 및 100부의 아디포니트릴을 혼합하고 20°C에서 약 72시간 함께 교반하면 이 때 침전물이 형성된다. 이 침전물을 여과하여 회수하고 툴루엔으로 세척한 후 물로 세척한 다음 아세톤에 용해시킨다. 이어서 아세톤 용액을 증발, 건조시킨다. 생성된 고체를 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2220cm⁻¹ 및 2290cm⁻¹에서 흡수반드를 나타내었다. 원자흡수 분석결과 7.59% Zn(계산치 7.99%) 및 2.37% B(계산치 2.64%)이었다.

[실시예 7]

Cd[NC(CH₂)₄CN]₂[NCB_3]2

약 5.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트, 2.23부의 염화카드뮴(II) 1수화물 및 50부의 아디포니트릴을 혼합하고 20°C에서 20시간 교반하면 이때 침전물이 형성된다. 침전물을 여과하여 회수하고 약 2배의 툴루엔으로 2회 세척한 후 건조시킨다. 건조된 침전물을 75부의 아세톤 및 4부의 물과 혼합한다. 생성된 슬러리를 50°C로 가열하고 여과한다. 여액을 20°C로 냉각시키고 20°C에서 300부의 물에 뜯는다. 약 1시간후 침전물이 형성되는데 이를 여과하여 회수하고 물로 2회 세척한 후 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 분석한 결과 2195cm⁻¹에서 이소니트릴반드, 2250cm⁻¹에서 비결합된 알킬니트릴반드와 2270cm⁻¹에서 결합된 알킬니트릴반드를 나타내었다. 원소분석한 결과는 다음과 같다.

| | C | H | N | B | Cd |
|------------|---------------|-------------|-------------|-------------|--------------|
| 이론치 | 69.43% | 5.36 | 9.72 | 2.50 | 12.99 |
| 실측치 | 68.16 | 5.50 | 9.18 | 2.41 | 13.88 |

[실시예 8]

Mn[NC CH(CH₃)(CH₂)₂CN]₂[NCB_3]2

최종으로 아디포니트릴을 가하기전 실시예 3에서 수득된 용액 약 51부에 21.3부의 메틸 글루타로니트릴을 가하고 혼합물을 24시간 방치한 후 19부의 메틸 글루타로-니트릴을 가한다. 생성된 혼합물을 교반하면서 50°C로 30분간 가열하고 20°C로 냉각시킨 후 20°C에서 300부의 사이클로헥산으로 2회 추출한다. 이어서 잔류용액을 300부의 툴루엔과 혼합하고 실온에서 1시간 방치한후 50°C로 교반하면서 3시간 가열하면 이때 백색침전물이 형성된다. 침전물을 여과하여 회수하고 먼저 툴루엔으로 세척한 후 사이클로헥산으로 세척하고 최종적으로 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2210cm⁻¹ 및 2290cm⁻¹에서 흡수반드를 나타내었다.

[실시예 9]

Fe[NC CH(CH₃)(CH₂)₂CN]₂[NCB_3]2

약 7.16부의 황산제1철 7수화물, 15g의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 100부의 메틸 글루타로-니트릴을 실온에서 14일간 함께 교반하면 이때 침전물이 형성된다. 이 침전물을 여과하여 회수하고 약 20부의 툴루엔으로 2회 세척한 후 진공오븐에서 건조시킨다. 약 5.0부의 건조된 침전물을 75부의 아세톤에 가하고 4부의 물을 가한 후 혼합물을 약 50°C로 가열하고 여과지로 여과한 다음 300부의 물에 교반하면서 가한다. 생성된 혼합물을 실온에서 30분간 방치하면 이때 침전물이 형성된다. 침전물을 여과하여 회수하고 약 20부의 물로 2회 세척한 후 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2190cm⁻¹ 및 2265cm⁻¹에서 적외선흡수 피크를 나타내었다. 원소분석 결과는 다음과 같다.

| | C | H | N | B | Fe |
|-----|--------|------|-------|------|------|
| 이론치 | 74.29% | 5.74 | 10.40 | 2.67 | 6.91 |
| 실측치 | 74.26 | 6.06 | 9.97 | 2.52 | 6.58 |

[실시예 10]

Ni[NC CH3]4[NC13B_3]2

약 1.24부의 트리페닐보란을 질소대기하에 40부의 아세토니트릴에 용해시킨다. 이 용액에 질소 대기 하에 10부의 물에 용해시킨 0.26부의 C13시안화나트륨을 교반하면서 가하고 10부의 염화나트륨을 가한다. 혼합물을 30분간 교반하고 질소대기를 제거한 후 여과하고 분리용펜넬에 넣는다. 하부염수층을 따라낸다. 상부층을 무수여과지에 통과시키고 진공하에 증발, 건조시킨다. 약간 검상의 잔다.

상기에서 제조된 약 1.25부의 Na NC13B_3를 20부의 물에 용해 시킨다. 이어서 이 용액을 20부의 물에 용해시킨 약 0.5부의 염화니켈 6수화물에 가한다. 30분후 침전물이 형성된다. 이 침전물을 여과하고 20부의 물에 재슬러리화시킨후 다시 여과한다. 한번 더 슬러리화 및 여과시킨 후 고체를 20°C, 질소기류하에 여과기상에서 건조시키고 건조된 고체를 100부의 아세토-니트릴에 가한다. 생성물을 75°C로 가열하고 20°C로 냉각시킨 후 질소를 통과시킨 다음 약 500부의 사염화탄소를 가한다. 2시간 후 솜털모양의 침전물이 형성되는데 이를 여과하고 여액을 온도를 35°C이하로 유지시키면서 진공하에 증발, 건조시킨다. 생성된 고체는 2280 및 2300cm⁻¹에서 아세토니트릴 및 2150cm⁻¹에서 시아노보레이트 공명의 분기된 적외선 니트릴 공명을 나타내었다.

[실시예 11]

Ni[NCC(: CH2)(CH 2)2CH]2[NCB_3]2

약 2.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 1.63부의 염화니켈(II) 6수화물을 25㎖의 메틸렌 글루타로니트릴중에서 47시간 교반하다. 형성된 침전물을 여과하여 분리시키고 톨루엔으로 세척한 후 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2215cm⁻¹에서 이소니트릴 흡수밴드와 2265cm⁻¹ 및 2295cm⁻¹에서 2개의 니트릴 흡수밴드를 나타내었다. 비착염화된 메틸렌 글루타로니트릴 자체는 2220cm⁻¹ 및 2250cm⁻¹에서 비등가니트릴(nonequivalant)흡수밴드를 갖는 것으로 기대된다.

[실시예 12]

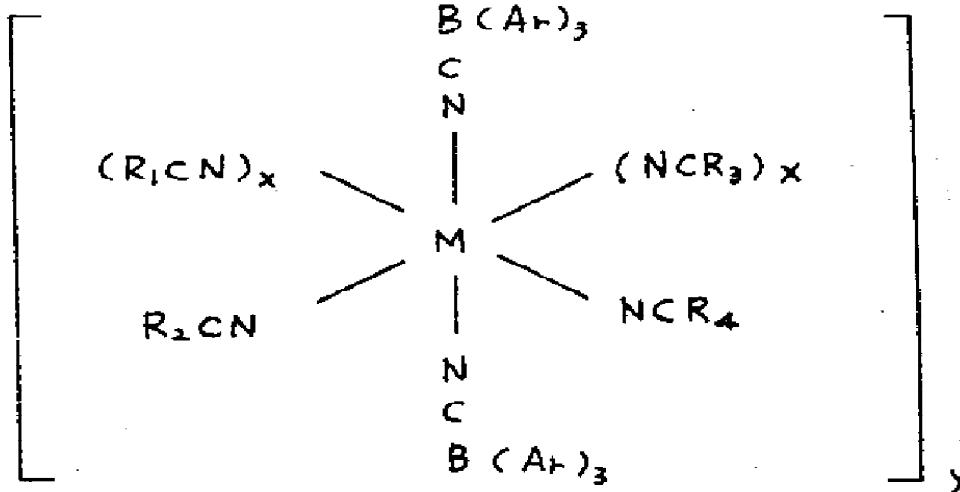
Cu [NC(CH2)4CN] 2 [NCB_3] 2

약 2.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트와 0.568부의 염화구리(II) 2수화물을 40부의 아디포-니트릴중에서 17.5시간동안 실온에서 교반하고 형성된 침전물을 여과하여 회수한 후 톨루엔으로 3회 세척하고 이어서 헥산으로 1회 세척한 후 건조시킨다. 고체를 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 금속-배위 시아노트리페닐보레이트 및 알킬니트릴의 흡수밴드를 나타내었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

금속염(여기서 금속이온을 후술할 M과 같다), 시아나이드 함유 화합물(시안화수소 또는 알칼리금속 시안화물), 일반식 B(Ar)₃(여기서 Ar은 후술할 바와 같음)의 삼치환된 보란과 탄소수 1내지 10의 유기 니트릴을 반응시킨후 생성된 착화합물을 회수함을 특징으로 하여 다음 일반식의 화합물을 제조하는 방법.



상기 일반식에서 x 는 0 또는 1이고 y 는 1내지 50의 양수이고 M 은 그룹 IIA, IB, IIB 및 VIIIB, VIII의 금속중에서 선택된 금속이고(단, Mo, Pd, Ag, Cd, Pt, Au 또는 Hg일 경우 x 는 0이다)

Ar 은 탄소수 6내지 10의 아릴 또는 치환된 아릴그룹이고 R_1 , R_2 , R_3 및 R_4 는 같거나 다르며, 탄소수 1내지 6의 알킬 및 치환된 알킬, 탄소수 2내지 6의 알케닐 및 치환된 알케닐, 및 탄소수 6내지 10의 아릴중에서 선택된 그룹이며, 또한 근접한 니트릴 그룹과 공결합(conjoin)할 경우 탄소수 1내지 4의 알킬렌 그룹을 나타낸다.

청구항 2

제1항에 있어서, 삼치환된 보란을, 금속염과 반응시키기 전에, 알칼리금속 시안화물형태의 시아나이드 함유화합물과 반응시키는 방법.

청구항 3

제1또는 2항에 있어서, 반응을 0내지 100°C에서 수행하는 방법.

청구항 4

제1또는 2항에 있어서, 반응을 20내지 55°C에서 수행하는 방법.

청구항 5

제1또는 2항에 있어서, 반응을 유기용매 존재하에 수행하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 금속이 니켈이고 보란이 트리페닐보란이며 니트릴이 아디포니트릴인 방법.

청구항 7

제4항에 있어서, 금속이 니켈이고 보란이 트리페닐보란이며 니트릴이 아디포니트릴인 방법.