

# (19) 대한민국특허청(KR) (12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

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	1982년11월 12일	(43) 공개일자	1984년07월02일
(30) 우선권 주장	320.216 1981년11월 12일 미국(US)		
(71) 출원인	이. 아이. 듀. 폰. 드. 네모아 앤드 캄파니 에이. 엔. 리디 미합중국 델라웨어 19898 월링톤 마케트 스트리트 10번		

(72) 발명자 마이클 맥케이 콘

미합중국 루이시애나 70115 뉴 오를리안즈 레온틴 스트리트 1309

(74) 대리인 이병호

**심사관 : 신현문 (책자공보 제1451호)**

## (54) 트리아릴보란이소시아노 금속화합물의 제조방법

### 요약

내용 없음.

### 명세서

[발명의 명칭]

트리아릴보란이소시아노 금속화합물의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

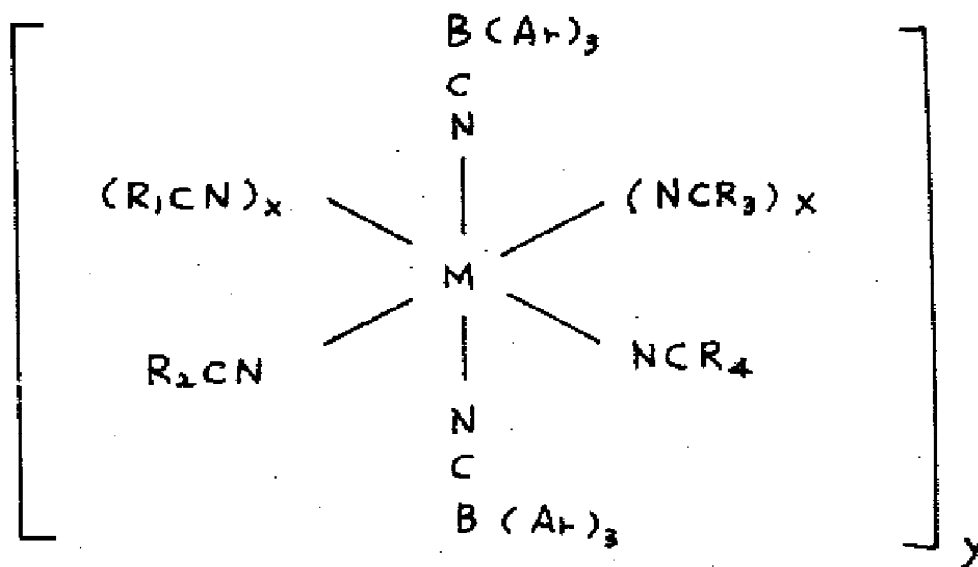
본 발명은 신규의 붕소 함유 금속 화합물 및 이의 제법, 특히 비스(트리아릴보란이소시아노-N)-테트라키스(알킬니트릴) 및 비스(트리아릴보란이소시아노-N)-비스(알킬디니트릴) 금속화합물[예 : 비스(트리페닐-보란이소시아노-N)-비스(아디포니트릴)니켈(II)]에 관한 것이다.

수많은 붕소 함유 시안화물 착화합물이 제조, 발표되어 왔다. 예를 들어, 일반식  $[_3(\text{NC})\text{B}]\text{Na}$ 의, 트리페닐보란의 싱한화나트륨부가물(adduct) 추출되는 화합물은 다음 문헌에 기술되어 있다[참조 : Wittig 등의 Ann. Chem. 573, 195(1951)].  $\text{Ru}(\eta\text{-C}_5\text{H}_5)(\text{CO})_2\text{CNB}_3$ 로의 열전위반응은 다음 문헌에 기술되어 있다[참조 : R.J. Haines 등의 Journal of Organometallic Chemistry, 84, 357 (1975)]. 또한  $\text{Fe-C-N-B}_3$ 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 붕소의 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 : 암모니아 부가물)은 고체를 질소함유 염기아 접촉시킬 경우 생성된다고 기술하고 있다.

영국 특허 제 2,047,680호(1980.12.3)에는 R이 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 :  $\text{NiCl}_2$ )과 반응시켜 제조한다고 기술하고 있다.

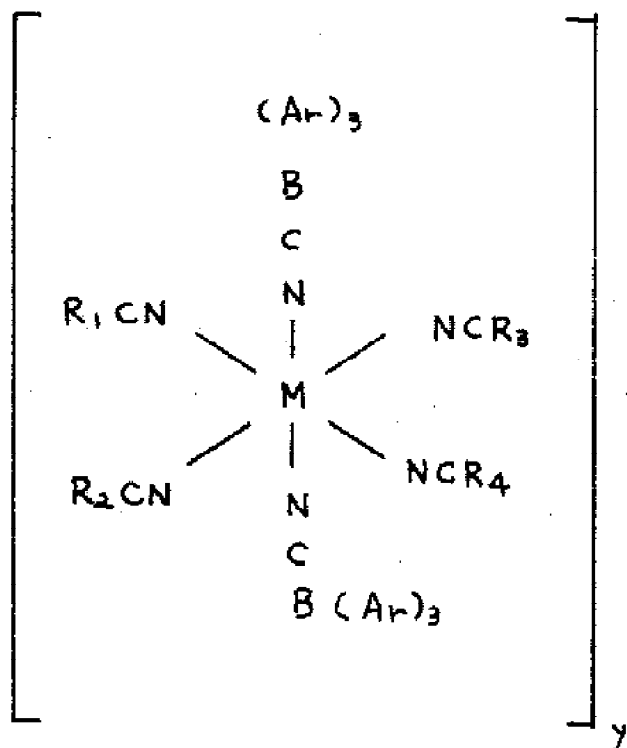
니트릴의 작용과 이의 금속과의 결합능력은 다음 문헌에 기술되어 있다.[참조 : "Advanced Inorganic Chemistry", F.A.Cotton and G. Wilkins, 4 Ed. P. 142 John Wiley & Sons (1980)] 또한 다음 문헌에는 다른 종류의, 디니트릴과의 착화합물 형성의 스펙트럼 결과가 기술되어 있다[참조 : D. L. Greene 등의 Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry, 35, 1471(1973)]

본 발명의 신규 화합물은 다음 일반식을 갖는다.



상기 일반식에서 x는 0 또는 1이고 y는 1 내지 50의 양수이고 M은 그룹 IIA, IB, IIB, VIIB 및 VIII의 금속중에서 선택된 금속이고(단, M이 Pd, Ag, Cd, Pt, Au 또는 Hg일 경우 x는 0이다) Ar은 탄소수 6 내지 10의 아릴 또는 치환된 아릴 그룹이고 R1, R2, R3 및 R4는 같거나 다르며, 상기 탄소수 1 내지 6의 알킬 및 치환된 알킬, 탄소수 2 내지 6의 알케닐 및 치환된 알케닐, 및 탄소수 6 내지 10의 아릴 중에서 선택된 그룹이며, 또한 근접한 니트릴 그룹에 부착된 R1-R4 그룹은 분자간 또는 분자내 공-결합(cojoin)할 수 있으며 이 경우 탄소수 1 내지 4의 알킬렌 그룹을 나타낸다.

특히 관심있는 화합물은 다음 일반식의 화합물이다.



상기 일반식에서 y는 1 내지 50의 양수이고 M은  $\text{Ni}^{++}$ ,  $\text{Fe}^{++}$  및  $\text{Fe}^{3+}$  중에서 선택된 금속이온이고 Ar은 페닐, 오르토톨릴, 파라톨릴 또는 이의 혼합물이고 R1-R4는 같거나 다르며, 1-메틸-1-프로페닐, 1-메틸-2-프로페닐, 1-부테닐, 2-부테닐, 3-부테닐 또는 부틸이거나 R1-R4 그룹은 근접한 니트릴 그룹에 부착하여 분자간 또는 분자내 공결합하여 에틸리덴 또는 에틸렌 그룹을 나타낸다.

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

붕소, 니트릴 및 금속을 회수하기 위해 반응시킬 수 있다.

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

모노니트릴로부터 제조된 모노머성 화합물과 디니트릴로부터 제조된 브릿지화 또는 킬레이트화된 구조물은 적외선 스펙트럼에서 두개의 니트릴 흡수밴드, 하나의 시아노보레이트 흡수밴드 및 하나의 알칼리니트릴 잔기흡수밴드를 나타낸다. 이 적외선 공명의 각각은 이의 비-배위된 위치로부터 파장이 짧은쪽으로 약 20 내지 50cm<sup>-1</sup>이동된 것이다. 디니트릴로부터 제조된 비-킬레이트화된 모노머성 화합물은 3개의 알칼리니트릴 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"M"은 주기율표 IIA그룹의 원소(특히 Mg 및 Ca) ; IB그룹의 원소(특히 Cu 및 Ag) ; IIB그룹의 원소(특히 Zn 및 Cd) ; VIIB그룹의 원소(특히 Mn) ; VII그룹의 원소(특히 Fe, Co, Ni, Ru, Rh 및 Pd)를 말한다. 이들 금속은 가장 통상적으로 무기브론스 티산의 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, 염화루테튬(III) 및 염화로듐(III).

시아나화물은 시아나화수소 또는 알칼리금속 시아나화물(예 : 시아나화나트륨, 시아나화칼륨 또는 시아나리튬)로서 도입시킬 수 있다.

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

다른 반응물과 접촉된 니트릴(상기 일반식에서 R<sub>1</sub>-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-헵텐니트릴)과 2작용성 니트릴(예 : 아디포니트릴, 메틸 글루타로니트릴, 에틸 석시노니트릴, 메틸렌 글루타로니트릴, 피멜로니트릴, 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, 톨루엔 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 시아나화물과 트리아릴보란을 미리 반응시키는 것이 바람직하다. 금속염은 다른 반응물부재하에 얼마동안의 시아나화물과의 접촉시에도 남아있지 않도록 하는데 이 이유는 두 화합물이 반응하여 금속시아나화물을 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 시아나화물 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 수성착화합물(예 : 수용액중에서 염화니켈 6수화물과 나트륨시아노트리페닐보레이트로부터 형성된 착화합물)을 합성하고 이어서 이 착화합물을, 물과 함께 저비점 공비혼합물을 형성하는 따뜻한 니트릴용매중에서 슬러리화시키는 것이 바람직하다. 이 물을 제거하고 새로운 착화합물(예 : Ni[NCCH<sub>3</sub>]<sub>4</sub>[NC<sub>13</sub>B<sub>3</sub>]<sub>2</sub>)을 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(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CN]<sub>2</sub>[NCB<sub>3</sub>]<sub>2</sub>

약 40부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트, 16.33부의 염화니켈(II) 6수화물 및 아디포니트릴을 혼합하고 20°C에서 48시간 교반한다. 교반하는 동안 형성된 고체를 여과하고 톨루엔으로 세척한 후 진공오븐에서 건조시킨다. 건조된 고체를 750부의 아세톤과 잘 혼합하고 이어서 40부의 물과 잘 혼합한다. 혼합물을 비점근처로 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℃, 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]

$\text{Mg}[\text{NC}(\text{CH}_2)_4\text{CN}]_2[\text{NCB}_3]_2$

약 100부의 아디포니트릴, 3.4부의 시안화나트륨 및 100부의, 3-펜텐니트릴에 함유된 트리페닐보란의 16.92%용액을 20℃에서 15분간 함께 교반하고 액체에 질소를 통과 시킨후, 11.5부의 염화마그네슘 6수화물을 가한다. 20℃에서 1시간후 침전물이 형성되는데 이를 여과한다. 2배 용적의 아디포니트릴을 20℃에서 여액에 가하면 백색의 침전물이 생성된다. 이 침전물을 회수하여 60℃, 진공하에 건조시킨다. 생성된 물질은 2195cm<sup>-1</sup> 및 2285cm<sup>-1</sup>에서 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]

$\text{Mn}[\text{NC}(\text{CH}_2)_4\text{CN}]_2[\text{NCB}_3]_2$

약 51부의, 3-펜텐니트릴에 함유된 트리페닐보란 18%용액, 13부의 3-펜텐니트릴 및 2.0부의 시안화나트륨을 50℃에서 30분간 함께 교반하면 이때 시안화나트륨이 모두 용해된다. 질산망간(II) 6수화물(7.5부)을 용액에 가하고 50℃에서 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<sup>-1</sup> 및 2275cm<sup>-1</sup>에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다.

[실시예 4]

$\text{Fe}[\text{NC}(\text{CH}_2)_4\text{CN}]_2[\text{CNB}_3]_2$

약 1.0부의 황산제1철 7수화물, 2.09부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 40부의 아디포니트릴을 혼합하고 질소대기하에 20℃에서 20시간 교반한다. 교반하는 동안 형성된 침전물을 여과하여 회수하고 먼저 톨루엔으로 세척한 후 헥산으로 세척하고 최종적으로 건조시킨다. 생성된 물질은 2195cm<sup>-1</sup> 및 2275cm<sup>-1</sup>에서 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]



0.817부의 염화제1코발트 6수화물, 2.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 40부의 아디포니트릴을 혼합하고 20℃에서 약 17.5시간동안 교반한다. 교반하는 동안 형성된 침전물을 여과하여 회수하고 톨루엔을 세척한 후 핵산을 세척하고 건조시킨다. 생성된 물질은 2205cm<sup>-1</sup> 및 2285cm<sup>-1</sup>에서 적외선 흡수밴드를 나타내었다.

[실시예 6]



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

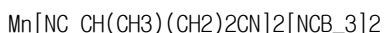
[실시예 7]



약 5.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트, 2.23부의 염화카드뮴(II) 1수화물 및 50부의 아디포니트릴을 혼합하고 20℃에서 20시간 교반하면 이때 침전물이 형성된다. 침전물을 여과하여 회수하고 약 2배의 톨루엔으로 2회 세척한 후 건조시킨다. 건조된 침전물을 75부의 아세톤 및 4부의 물과 혼합한다. 생성된 슬러리를 50℃로 가열하고 여과한다. 여액을 20℃로 냉각시키고 20℃에서 300부의 물에 붓는다. 약 1시간후 침전물이 형성되는데 이를 여과하여 회수하고 물로 2회 세척한 후 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 분석한 결과 2195cm<sup>-1</sup>에서 이소니트릴밴드, 2250cm<sup>-1</sup>에서 비결합된 알킬니트릴밴드와 2270cm<sup>-1</sup>에서 결합된 알킬니트릴밴드를 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]



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℃로 30분간 가열하고 20℃로 냉각시킨 후 20℃에서 300부의 사이클로헥산으로 2회 추출한다. 이어서 잔류용액을 300부의 톨루엔과 혼합하고 실온에서 1시간 방치한후 50℃로 교반하면서 3시간 가열하면 이때 백색침전물이 형성된다. 침전물을 여과하여 회수하고 먼저 톨루엔으로 세척한 후 사이클로헥산으로 세척하고 최종적으로 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2210cm<sup>-1</sup> 및 2290cm<sup>-1</sup>에서 흡수밴드를 나타내었다.

[실시예 9]



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 톨루엔으로 2회 세척한 후 진공오븐에서 건조시킨다. 약 5.0부의 건조된 침전물을 75부의 아세톤에 가하고 4부의 물을 가한 후 혼합물을 약 50℃로 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<sup>-1</sup> 및 2265cm<sup>-1</sup>에서 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

[실시에 10]

Ni[NC CH<sub>3</sub>]<sub>4</sub>[NC13B<sub>3</sub>]<sub>2</sub>

약 1.24부의 트리페닐보란을 질소대기하에 40부의 아세토니트릴에 용해시킨다. 이 용액에 질소 대기하에 10부의 물에 용해시킨 0.26부의 C13시아노화나트륨을 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<sub>3</sub>를 20부의 물에 용해시킨다. 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℃, 질소기류하에 여과기상에서 건조시키고 건조된 고체를 100부의 아세토-니트릴에 가한다. 생성물을 75℃로 가열하고 20℃로 냉각시킨 후 질소를 통과시킨 다음 약 500부의 사염화탄소를 가한다. 2시간 후 솜털모양의 침전물이 형성되는데 이를 여과하고 여액을 온도를 35℃이하로 유지시키면서 진공하에 증발, 건조시킨다. 생성된 고체는 2280 및 2300cm<sup>-1</sup>에서 아세토니트릴 및 2150cm<sup>-1</sup>에서 시아노보레이트 공명의 분기된 적외선 니트릴 공명을 나타내었다.

[실시에 11]

Ni[NCC( : CH<sub>2</sub>)(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CH]<sub>2</sub>[NCB<sub>3</sub>]<sub>2</sub>

약 2.0부의 나트륨 시아노트리페닐보레이트 및 1.63부의 염화니켈(II) 6수화물을 25ml의 메틸렌 글루타로니트릴중에서 47시간 교반한다. 형성된 침전물을 여과하여 분리시키고 톨루엔으로 세척한 후 건조시킨다. 생성물을 적외선 분광광도법으로 측정한 결과 2215cm<sup>-1</sup>에서 이소니트릴 흡수밴드와 2265cm<sup>-1</sup> 및 2295cm<sup>-1</sup>에서 2개의 니트릴 흡수밴드를 나타내었다. 비착영화된 메틸렌 글루타로니트릴 자체는 2220cm<sup>-1</sup> 및 2250cm<sup>-1</sup>에서 비등가니트릴(nonequivalent)흡수밴드를 갖는 것으로 기대된다.

[실시에 12]

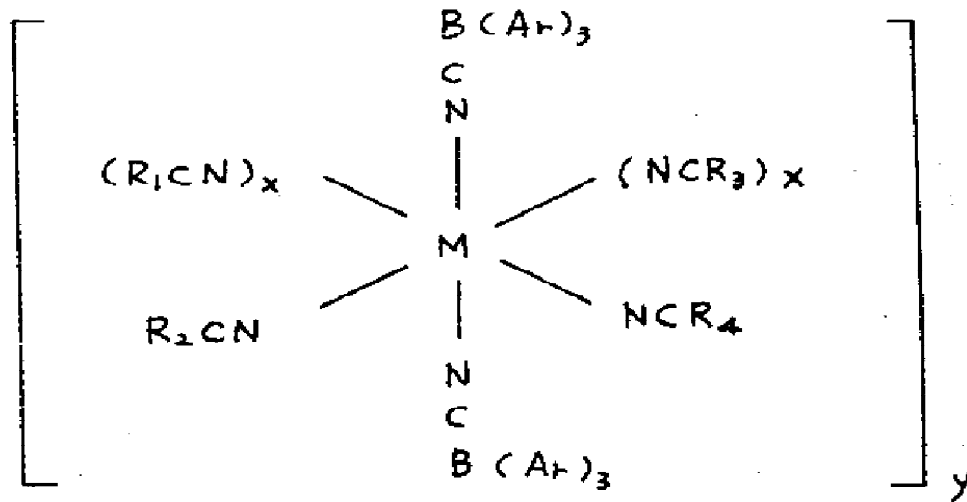
Cu [NC(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CN]<sub>2</sub> [NCB<sub>3</sub>]<sub>2</sub>

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(시아노화수소 또는 알칼리금속 시아노화물), 일반식 B(Ar)<sub>3</sub>(여기서 Ar은 후술할 바와 같음)의 삼치완된 보란과 탄소수 1내지 10의 유기 니트릴을 반응시킨후 생성된 착화합물을 회수함을 특징으로 하여 다음 일반식의 화합물을 제조하는 방법.



상기 일반식에서 x는 0 또는 1이고 y는 1내지 50의 양수이고 M은 그룹 II A, IB, IIB 및 VIIB, VIII의 금속중에서 선택된 금속이고(단, M이 Pd, Ag, Cd, Pt, Au 또는 Hg일 경우 x는 0이다)

Ar은 탄소수 6내지 10의 아릴 또는 치환된 아릴그룹이고 R1, R2, R3 및 R4는 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℃에서 수행하는 방법.

#### 청구항 4

제1또는 2항에 있어서, 반응을 20내지 55℃에서 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.