

# Bis(ethylenediamine)palladium(II)-Bis(oxalato)palladate(II)의 결정구조

고기영 · 남궁해 · 한상곤  
국민대학교 화학과

## The Crystal Structure of Bis(ethylenediamine)palladium(II)-Bis(oxalato)palladate(II)

Ki Young Ko, Hae Namgung and Sang Gon Han

Department of Chemistry, Kookmin University, Seoul 136-702, Korea

### 요 약

Bis(ethylenediamine)palladium(II)-Bis(oxalato)palladate(II),  $(\text{Pd}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_2 \cdot \text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2)$ 의 단위 착이온 및 결정의 구조들을 X-선 회절법으로 연구하였다. 이 결정은 단사정계이고, 공간군은  $P2_1/c$ (군 번호=14)이다. 단위세포는  $a=6.959(2)$ ,  $b=13.506(2)$ ,  $c=15.339(2)$  Å,  $\beta=99.94(3)$ 이며,  $V=1420$  Å<sup>3</sup>,  $F_w=509.04$ ,  $D_c=2.380$  gcm<sup>-3</sup>,  $F_{(000)}=992$ ,  $\mu=25.46$  cm<sup>-1</sup>,  $Z=4$ 이다. 회절반점들의 세기는 흑연 단색화 장치가 있는 자동 4축 회절기로 얻었으며 Mo-K $\alpha$  X-선( $\lambda=0.7107$  Å)을 사용하였다. 구조분석은 중금속법으로 풀었으며, 최소자승법으로 정밀화하였고, 최종 신뢰도 값들은 1472개의 회절반점에 대하여  $R=0.021$ ,  $R_w=0.030$ ,  $R_{\text{all}}=0.032$  및  $S=2.10$ 이었다. 착음이온들은 근본적인 평면구조로써, 이들의 층진구조는 a-축을 따라서 면간거리가 3.41 Å인 이중체가 3.44 Å 간격으로 배열되어 있다.

### Abstract

Crystal structure of Bis(ethylenediamine)palladium(II)-Bis(oxalato)palladate(II) has been determined by X-ray crystallography. Crystal data:  $(\text{Pd}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_2 \cdot \text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2)$ ,  $F_w=509.04$ , Monocline, Space Group  $P2_1/c$  (No=14),  $a=6.959(2)$ ,  $b=13.506(2)$ ,  $c=15.339(2)$  Å,  $\beta=99.94(3)$ ,  $Z=4$ ,  $V=1420$  Å<sup>3</sup>,  $D_c=2.380$  gcm<sup>-3</sup>,  $\mu=25.46$  cm<sup>-1</sup>,  $F_{(000)}=992$ . The intensity data were collected with Mo-K $\alpha$  radiation ( $\lambda=0.7107$  Å) on an automatic four-circle diffractometer with a graphite monochromator. The structure was solved by Patterson method and refined by full matrix least-square methods using unit weights. The final R and S values were  $R=0.021$ ,  $R_w=0.030$ ,  $R_{\text{all}}=0.032$  and  $S=2.1$  for 1472 observed reflections. The essentially planar complex anions form diads of interplanar distances of 3.41 Å and their diads are stacked along a-axis with interplanar separation of 3.44 Å.

### 1. 서 론

평면구조를 갖는 d<sup>8</sup>-전이금속 착이온이나 유기라디칼 이온들은 여러가지 형태로 면간층침을 통해서 일차원 층진구조를 형성한다. 결합하는 상대이온들의 종류, 반대이온들의 종류, 산화도 및 층진구조 여하에 따라서 물리적 성질들은 비등방성을 보여주고

있다. 특히나, 전기전도성은 일차원 축을 따라서 반도체 내지는 금속성 성질을 보여주고 있어서 흥미를 끌어 왔다.<sup>1,2)</sup>

Magnus's Green Salt(MGS)  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4][\text{PtCl}_4]$ 의 두 가지 이온들이 이온간 등거리 3.26 Å로 일차원 층진구조를 형성함으로써 반도체 성질을 보여주고 있다.<sup>3,4)</sup> 이의 유사체인 청동색인  $\text{Rb}_{1.75}[\text{Pt}$

(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O의 경우에는 금속간 거리가 2.82 Å로써 백금 금속에서의 금속간 거리 2.78 Å에 상응하여 금속성 전도성을 보여주고 있다.<sup>5)</sup> 따라서, 부분 착화합물을 잘 형성하는 착음이온에 평면구조를 갖는 착양이온을 반응시켰을 때 생성되는 물질의 구조를 밝히고자 하였다.

## 2. 실험

출발물질 Pd(en)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub><sup>6)</sup>와 K<sub>2</sub>[Pt(ox)<sub>2</sub>]<sup>7)</sup>을 각각 제조하여, 이들을 14.9 mg(0.05 mmol)과 43.3 mg(0.05 mmol)을 60°C의 증류수 10 ml에 용해 반응시켜서 얻었다. 수용성 용액에서 재결정화로 구조연구에 적합한 암갈색의 선형 단결정을 얻었다. 사용한 모든 시약은 Aldrich사 제품이었다. 결정구조 분석을 위해서 결정의 선형축상을 회전축이 되도록 Enraf-Nonius CAD4-Diffractometer의 고니오메터 헤드에 부착시켜 25개의 회절반점을 찾아서 강도를 측정하고 최소 자승법으로 격자상수를 결정하였다. 회절반점들의 세기는 흑연 단색화 장치가 있는 상기 회절기로 얻었으며 Mo-Kα(λ=0.7107 Å) X-선을 사용하였다. 측정 과정에서 3605개의 회절반점들을 수집하였으며, SDP-Program package<sup>8)</sup>로 data reduction하였는데, 이때 표준반점들의 세기가 매시간당 0.0063%씩 감소하였기 때문에 이의 보정과 함께 Lorentz-Polarisation 인자를 보정하였다. 등가반점들의 세기를 평균하였을 때 얻어진 1810개의 반점을 가지고 중금속법으로 두 파라디움의 좌표를 결정하고 수소원자를 제외한 모든 원자들의 좌표를 결정하였다. 구조정밀화는 SDP-프로그램의 Weighting Scheme 3번인 Unit Weights(Cutoff=3.0)(F<sub>0</sub>>3σ(F<sub>0</sub>))를 이용하였을 때 얻어진 1472개 반점들로부터 모든 원소들의 좌표와 등방성 온도계수들을 정밀화하였다. 이후 F<sub>0</sub>에 대한 흡수보정(Empirical Absorption Correction=DIFABS)을 한 후 모든 원소들의 좌표와 비등방성 온도계수들을 정밀화하였을 때 R=0.021, R<sub>w</sub>=0.030, R<sub>all</sub>=0.032 및 S=2.1으로써 모든 결합거리 및 각들은 적절한 값들이었다. 결정자료, 수소를 제외한 모든 원자좌표들의 좌표, 결합거리 및 각들을 각각 Table 1, 2 및 3에 각각 수록하였다. 비등방성 온도계수, 계산한

**Table 1. Experiment data for the X-ray diffraction study**

| [Pd(en) <sub>2</sub> ]·[Pd(ox) <sub>2</sub> ] |   |
|---|---|
| a=6.959(2) Å                                  |   |
| b=13.506(2) Å                                 |   |
| c=15.339(2) Å                                 |   |
| β=99.94(3) <sup>o</sup>                       |   |
| V=1420 cm <sup>3</sup>                        |   |
| Crystal                                       | =Pale yellow  |
| Formula                                       | =Pd <sub>2</sub> C <sub>8</sub> N <sub>8</sub> O <sub>8</sub> H <sub>16</sub>                                     |
| Space group                                   | =P2 <sub>1</sub> /c (No=14)   |
| Z   | =4  |
| Mol. Wt.                                      | =509.04   |
| Dcalc. (g/cm <sup>3</sup> )                   | =2.380  |
| μ (mm <sup>-1</sup> )                         | =25.456   |
| F <sub>(000)</sub>                            | =992.0  |
| Radiation                                     | =Mo-Kα, 0.7107 Å  |
| Monochromator                                 | =Incident beam, Graphite  |
| Mode  | =θ/2θ   |
| 2θ-range( <sup>o</sup> ) in search            | =1-22 <sup>o</sup>  |
| HKL ranges                                    | =H -7 to 7<br>=K 0 to 14<br>=L -14 to 14  |
| Correction                                    | =Lorentz, Polarisation,<br>Linear decay<br>(av. 1.00068 on I)<br>=Empirical absorption<br>(DIFABS)<br>0.899-1.036 |
| Reflection                                    | =3605 total<br>=1810 unique<br>=1472 with I>3σ(I)   |
| Parameter refined                             | =199  |
| R, wR, R(all) on F                            | =0.023, 0.030, 0.032  |
| Maximum shift e.s.d                           | =0.0  |
| Goodness of fit                               | =2.11   |
| Δρ (e/Å <sup>3</sup> )                        | =+0.59  |

수소좌표들을 Table 4 및 5에 수록하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Table 2에 나타난 좌표로 계산한 Least Square Planes, 수소결합 및 선택된 torsion angles들을 각각 Table 6에 수록하였다. 팔라디움 에틸렌디아민 착양이온의 금속이온과 질소사이의 결합거리가 2.032-2.043 Å로써 Pd(en)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub><sup>9)</sup>의 2.08 Å보다 현저히 감소하였는데 이는 질소와 인접 착음이온의 산소와의 수소결합 때문으로 생각된다. 팔라디움 옥살레이트 이온의 구조에 대하여 알려진 것이 없으

**Table 2. Atomic coordinates and equivalent isotropic thermal parameters of nonhydrogen atoms**

| Atom | x          | y          | z          | B(Å <sup>2</sup> ) |
|------|------------|------------|------------|--------------------|
| Pd1  | 0.22153(8) | 0.36202(4) | 0.24275(4) | 2.44(1)            |
| N1   | 0.0434(8)  | 0.2496(5)  | 0.1901(4)  | 3.1(1)             |
| C1   | 0.101(1)   | 0.2188(7)  | 0.1048(5)  | 3.7(2)             |
| C2   | 0.323(1)   | 0.2216(6)  | 0.1183(5)  | 3.4(2)             |
| N2   | 0.3846(8)  | 0.3230(5)  | 0.1504(4)  | 2.9(1)             |
| N3   | 0.4039(9)  | 0.4725(5)  | 0.2975(4)  | 3.4(1)             |
| C3   | 0.309(1)   | 0.5259(6)  | 0.3653(6)  | 4.3(2)             |
| C4   | 0.196(1)   | 0.4514(6)  | 0.4093(5)  | 4.0(2)             |
| N4   | 0.0617(9)  | 0.3978(5)  | 0.3379(4)  | 3.7(1)             |
| Pd2  | 0.71809(8) | 0.42048(4) | 0.00620(4) | 2.42(1)            |
| O1   | 0.6851(8)  | 0.3994(4)  | -0.1242(3) | 3.4(1)             |
| C5   | 0.687(1)   | 0.3066(6)  | -0.1439(5) | 3.0(2)             |
| C6   | 0.681(1)   | 0.2346(6)  | -0.0667(5) | 3.0(2)             |
| O2   | 0.6755(7)  | 0.2754(4)  | 0.0087(3)  | 3.1(1)             |
| O3   | 0.7511(7)  | 0.4384(4)  | 0.1368(3)  | 2.9(1)             |
| C7   | 0.791(1)   | 0.5284(6)  | 0.1617(5)  | 2.8(2)             |
| C8   | 0.805(1)   | 0.6026(6)  | 0.0868(5)  | 2.8(2)             |
| O4   | 0.7728(7)  | 0.5654(4)  | 0.0079(3)  | 3.2(1)             |
| O5   | 0.6908(8)  | 0.2747(4)  | -0.2180(3) | 4.3(1)             |
| O6   | 0.6842(8)  | 0.1447(4)  | -0.0775(4) | 4.3(1)             |
| O7   | 0.8180(8)  | 0.5552(4)  | 0.2389(3)  | 3.8(1)             |
| O8   | 0.8459(9)  | 0.6891(4)  | 0.1038(4)  | 4.3(1)             |

Anisotropically refined atoms are given in the form of the isotropic equivalent displacement parameter defined as:  $(4/3) * [a^2 * B(1,1) + b^2 * B(2,2) + c^2 * B(3,3) + ab(\cos \gamma) * B(1,2) + ac(\cos \beta) * B(1,3) + bc(\cos \alpha) * B(2,3)]$ .

나, H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O<sup>10</sup>)나 K<sub>2</sub>Pt(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O<sup>11</sup>) 또는 부분적으로 산화된 백금 옥살레이트 착화합물들<sup>12,13</sup>)의 알려진 결합거리 및 각들에 상응하였다. K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O<sup>14</sup>)와 같은 염의 옥살산 이온의 탄소와 산소사이의 거리는 1.25와 1.26 Å로써 거의 같은 값을 보

**Table 3. Bond distances (Å) and Bond angles (°) with e.s.d.'s in parentheses**

| A. Bond distances (Å) |          |             |          |
|-----------------------|----------|-------------|----------|
| Pd1----N1             | 2.037(6) | N1-----C1   | 1.49(1)  |
| Pd1----N2             | 2.032(6) | C1-----C2   | 1.52(1)  |
| Pd1----N3             | 2.043(6) | C2-----N2   | 1.49(1)  |
| Pd1----N4             | 2.041(7) | N3-----C3   | 1.51(1)  |
|                       |          | C3-----C4   | 1.51(1)  |
|                       |          | C4-----N4   | 1.50(1)  |
| Pd2----O1             | 1.994(5) | C6-----O2   | 1.289(9) |
| Pd2----O2             | 1.984(5) | C6-----O6   | 1.226(9) |
| Pd2----O3             | 1.992(5) | O3-----C7   | 1.290(9) |
| Pd2----O4             | 1.994(5) | C7-----C8   | 1.54(1)  |
| O1-----C5             | 1.291(9) | C7-----O7   | 1.222(9) |
| C5-----C6             | 1.54(1)  | C8-----O4   | 1.294(9) |
| C5-----O5             | 1.222(9) | C8-----O8   | 1.220(9) |
| B. Bond angles (°)    |          |             |          |
| N1--Pd1--N2           | 84.5(2)  | Pd1--N1--C1 | 108.5(5) |
| N1--Pd1--N3           | 178.7(2) | N1--C1--C2  | 107.1(6) |
| N1--Pd1--N4           | 95.2(3)  | C1--C2--N2  | 107.1(6) |
| N2--Pd1--N3           | 95.4(2)  | Pd1--N2--C2 | 107.8(5) |
| N2--Pd1--N4           | 178.2(2) | Pd1--N3--C3 | 108.5(5) |
| N3--Pd1--N4           | 84.8(3)  | N3--C3--C4  | 108.3(7) |
|                       |          | C3--C4--N4  | 107.6(6) |
|                       |          | Pd1--N4--C4 | 106.9(5) |
| O1--Pd2--O2           | 83.5(2)  | C5--C6--O6  | 121.3(7) |
| O1--Pd2--O3           | 178.8(2) | O2--C6--O6  | 123.2(7) |
| O1--Pd2--O4           | 98.1(2)  | Pd2--O2--C6 | 112.2(5) |
| O2--Pd2--O3           | 95.3(2)  | Pd2--O3--C7 | 113.2(4) |
| O2--Pd2--O4           | 177.2(2) | O3--C7--C8  | 115.5(6) |
| O3--Pd2--O4           | 83.1(2)  | O3--C7--O7  | 123.8(7) |
| Pd2--O1--C5           | 111.7(4) | C8--C7--O7  | 120.7(7) |
| O1---C5--C6           | 115.6(6) | C7--C8--O4  | 114.9(6) |
| O1---C5--O5           | 124.3(7) | C7--C8--O8  | 120.4(6) |
| C6---C5--O5           | 120.1(7) | O4--C8--O8  | 124.7(7) |
| C5---C6--O2           | 115.4(6) | Pd2--O4--C8 | 113.3(4) |

Numbers in parentheses are estimated standard deviations in the least significant digits.

**Table 4. General displacement parameter expressions-U's**

|     | U(1,1)    | U(2,2)    | U(3,3)    | U(1,2)    | U(1,3)    | U(2,3)    |
|-----|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Pd1 | 0.0289(3) | 0.0298(3) | 0.0349(3) | 0.0012(3) | 0.0074(2) | 0.0071(3) |
| N1  | 0.036(3)  | 0.040(3)  | 0.046(3)  | -0.008(3) | 0.012(3)  | -0.002(3) |
| C1  | 0.041(4)  | 0.060(5)  | 0.039(4)  | -0.011(4) | 0.005(3)  | -0.003(4) |
| C2  | 0.041(4)  | 0.045(5)  | 0.044(4)  | 0.000(4)  | 0.010(3)  | -0.004(4) |
| N2  | 0.030(3)  | 0.041(4)  | 0.040(3)  | 0.002(3)  | 0.012(3)  | 0.000(3)  |
| N3  | 0.046(3)  | 0.042(4)  | 0.041(3)  | -0.010(3) | 0.009(3)  | -0.001(3) |
| C3  | 0.068(5)  | 0.044(5)  | 0.056(5)  | -0.009(4) | 0.025(4)  | -0.008(4) |
| C4  | 0.063(5)  | 0.049(5)  | 0.043(4)  | -0.007(4) | 0.018(4)  | 0.002(4)  |
| N4  | 0.051(4)  | 0.047(4)  | 0.050(4)  | -0.003(3) | 0.026(3)  | -0.002(3) |
| Pd2 | 0.0318(3) | 0.0316(3) | 0.0278(3) | 0.0003(3) | 0.0033(2) | 0.0002(3) |
| O1  | 0.054(3)  | 0.040(3)  | 0.034(3)  | -0.000(3) | 0.004(2)  | -0.001(2) |
| C5  | 0.027(3)  | 0.053(5)  | 0.034(4)  | -0.003(4) | 0.004(3)  | -0.009(4) |

Table 4. Continued

|    | U(1,1)   | U(2,2)   | U(3,3)   | U(1,2)    | U(1,3)   | U(2,3)    |
|----|----------|----------|----------|-----------|----------|-----------|
| C6 | 0.023(3) | 0.041(4) | 0.047(4) | -0.002(3) | 0.002(3) | -0.006(4) |
| O2 | 0.046(3) | 0.036(3) | 0.036(3) | -0.001(2) | 0.008(2) | -0.001(2) |
| O3 | 0.045(3) | 0.033(3) | 0.032(2) | -0.005(2) | 0.007(2) | 0.000(2)  |
| C7 | 0.033(4) | 0.038(4) | 0.034(4) | 0.002(3)  | 0.002(3) | -0.002(3) |
| C8 | 0.031(4) | 0.039(4) | 0.036(4) | 0.001(3)  | 0.001(3) | -0.002(3) |
| O4 | 0.051(3) | 0.036(3) | 0.033(3) | -0.001(3) | 0.002(2) | 0.001(2)  |
| O5 | 0.055(3) | 0.066(4) | 0.041(3) | -0.008(3) | 0.008(3) | -0.015(3) |
| O6 | 0.061(3) | 0.040(3) | 0.059(3) | -0.002(3) | 0.003(3) | -0.008(3) |
| O7 | 0.064(3) | 0.044(3) | 0.036(3) | -0.001(3) | 0.008(3) | -0.008(3) |
| O8 | 0.078(4) | 0.034(3) | 0.050(3) | -0.011(3) | 0.007(3) | -0.005(3) |

The form of the anisotropic displacement parameter is:  $\exp[-2\text{PI}2\{h^2a^2U(1,1)+k^2b^2U(2,2)+l^2c^2U(3,3)+2hkabU(1,2)+2hlacU(1,3)+2klbcU(2,3)\}]$  where a, b and c are reciprocal lattice constants.

Table 5. Calculated atomic coordinates and isotropic thermal parameters of hydrogen atoms

| Atom | x       | y      | z      | B(Å <sup>2</sup> ) |
|------|---------|--------|--------|--------------------|
| H1   | -0.0951 | 0.2726 | 0.1790 | 4*                 |
| H2   | 0.0572  | 0.1923 | 0.2320 | 4*                 |
| H3   | 0.0452  | 0.2654 | 0.0564 | 4*                 |
| H4   | 0.0536  | 0.1502 | 0.0888 | 4*                 |
| H5   | 0.3685  | 0.2078 | 0.0611 | 4*                 |
| H6   | 0.3792  | 0.1710 | 0.1632 | 4*                 |
| H7   | 0.5261  | 0.3228 | 0.1774 | 3*                 |
| H8   | 0.3621  | 0.3708 | 0.0999 | 3*                 |
| H9   | 0.4272  | 0.5198 | 0.2503 | 4*                 |
| H10  | 0.5310  | 0.4434 | 0.3267 | 4*                 |
| H11  | 0.2184  | 0.5779 | 0.3355 | 5*                 |
| H12  | 0.4112  | 0.5574 | 0.4105 | 5*                 |
| H13  | 0.1183  | 0.4860 | 0.4493 | 5*                 |
| H14  | 0.2875  | 0.4034 | 0.4445 | 5*                 |
| H15  | 0.0106  | 0.3363 | 0.3623 | 4*                 |
| H16  | -0.0500 | 0.4414 | 0.3125 | 4*                 |

Starred atoms were refined isotropically.

여주고 있으나, 본 물질에서의 해당 결합거리들은 1.289-1.291 Å과 1.222-1.224 Å로 나타나는데, 전자는 산소가 금속이온과 직접적인 결합 때문인 것으로 판단된다. 착양이온과 착음이온의 두 가지 평면구조들의 Least Square Planes들의 이면각은 55.4(2)°이었으며, 각 이온들의 두 가지 Rings들의 이면각들은 14.2(8)과 10.3(2)°로써 비슷한 평면성을 보여주고 있다. Unit Cell내 충전구조와 착이온들의 구조를 ORTEP<sup>15)</sup> program을 이용하여 Fig. 1과 2에 표시하였다. Fig. 1의 점선들은 질소와 산소 사이의 수소결합으로 판단되어 Table 6B에 요약하였다. 착음이온의 면간중첩 거리는 3.41 Å로써 이중

Table 6. Least-square planes, selected torsion angle (°) and Intermolecular contacts. The e.s.d.'s are in parentheses

| A. Crystallographic equation of least square                  |            |                         |            |
|---|------------|-------------------------|------------|
| $-2.8949x+8.9178y-8.3495z=0.4792$                             |            |                         |            |
| Pd1   | 0.0006     | N3                      | 0.0063     |
| N1  | 0.0061     | C3                      | 0.0085     |
| C1  | 0.0082     | C4                      | 0.0083     |
| C2  | 0.0079     | N4                      | 0.0065     |
| N2  | 0.0059     |                         |            |
| $-6.8512x+1.8391y+0.9494z=-4.2847$                            |            |                         |            |
| Pd2   | 0.0006     | O3                      | 0.0049     |
| O1  | 0.0054     | C7                      | 0.0071     |
| C5  | 0.0071     | C8                      | 0.0071     |
| C6  | 0.0070     | O4                      | 0.0052     |
| O2  | 0.0050     | O7                      | 0.0056     |
| O5  | 0.0056     | O8                      | 0.0061     |
| O6  | 0.0058     | Dihedral angle=55.4(2)° |            |
| B. Intermolecular contacts<br>(Symmetry codes in parentheses) |            |                         |            |
| N1--O5  | 3.051(9)   | N2--O5                  | 2.978(7)   |
|   | (-2-1 0 0) |                         | (-2 0 0 0) |
| N1--O7  | 2.941(8)   | N3--O6                  | 2.949(8)   |
|   | ( 2 1-1 0) |                         | (-2 0 0 0) |
| N2--O3  | 3.026(8)   | N4--O7                  | 2.970(8)   |
|   | ( 1 0 0 0) |                         | ( 1-1 0 0) |
| N2--O4  | 2.907(7)   | N4--O8                  | 2.994(8)   |
|   | (-1 1 1 0) |                         | ( 2 1-1 0) |
| C. Selected torsion angles                                    |            |                         |            |
| N2-Pd1-N1-C1  | -12.7(5)   | N4-Pd1-N3-C3            | -7.8(5)    |
| Pd1-N1-C1-C2  | 39.5(7)    | Pd1-N3-C3-C4            | 34.9(7)    |
| N1-C1-C2-N2   | -54.8(8)   | N3-C3-C4-N4             | -53.5(8)   |
| C1-C2-N2-Pd1  | 43.2(6)    | C3-C4-N4-Pd1            | 45.3(7)    |
| O1-C5-C6-O2   | 0.2(9)     | O3-C7-C8-O4             | 0.8(9)     |
| O1-C5-C6-O6   | -179.2(7)  | O3-C7-C8-O8             | -178.7(7)  |
| O5-C5-C6-O2   | -179.5(6)  | O7-C7-C8-O4             | -179.6(7)  |
| O5-C5-C6-O6   | 1.(1)      | O7-C7-C8-O8             | 1.(1)      |
| C5-C6-O2-Pd2  | -9.3(7)    | C7-C8-O4-Pd2            | -1.1(7)    |

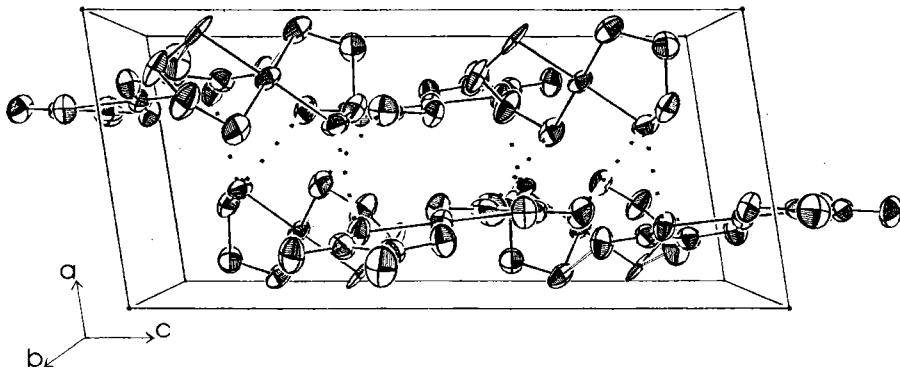


Fig. 1. Unit cell packing structure, viewing along to the b-axis, displacement ellipsoid with 50% probability level (The dotted line is hydrogen bonds).

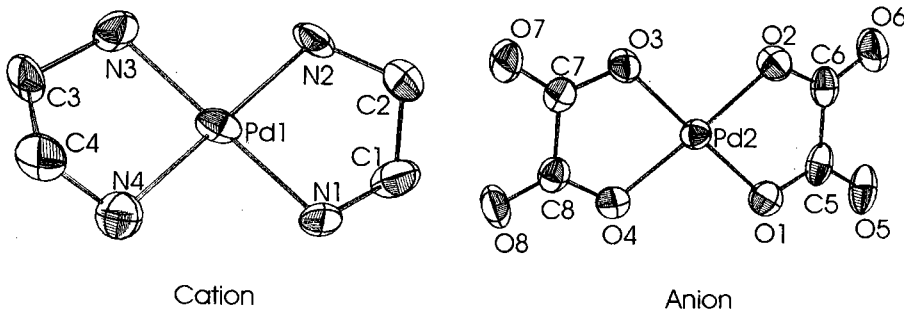


Fig. 2. Ortep view of title compound with numbering scheme and displacement ellipsoids drawn at the 50% probability level.

체를 이루고 있으며, 두 이중체들은 3.44 Å 간격으로 a축을 따라서 중첩되어 있다. 부분 산화 금속 착화합물들에서 균일한 면간거리를 보여주는데 반하여 이들 면간 거리는 크지만 비슷한 면간 중첩거리를 보여주는 것은 착양이온의 크기, 이온성 및 수소결합의 영향으로 판단된다.

### 감사의 글

본 연구는 1998년도 국민대학교 학술연구비 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

### 참고문헌

- 1) Miller, J. and Epstein, A. J., "Synthesis and Properties of Low-Dimensional Materials", *Ann. N.Y. Acad. Sci.*, **313**, 1 (1978).
- 2) Keller, H. J., "Chemistry and Physics of One-

- Dimensional Metals", Vol. B25, p. 1, Plenum Press, 1977.
- 3) Atoji, M., Richardson, J. W. and Rundle, R., *J. Am. Chem. Soc.*, **9**, 3017 (1957).
- 4) Yamada, S., *J. Amer. Chem. Soc.*, **73**, 1579 (1951).
- 5) Williams, J. M. and Musselman, R. L., *J. Chem. Soc. Chem. Comm.*, 186 (1977).
- 6) Kurnakow, N. S. and Gwosdarew, N. J., *Z. Anorg. Allgem. Chem.*, **22**, 384 (1899).
- 7) Werner, A., *Z. Anorg. Allgem. Chem.*, **12** 53 (1896).
- 8) Frenz, B. A., Enraf-Nonius SDP-PLUS Structure Determination Program Package, Version 3.0, Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands, 1985.
- 9) Ibal, J., MacDougall, M. and Scrimgeour, S., *Acta Cryst.*, **B31**, 1672 (1975).
- 10) Delaplane, R. G. and Ibers, J. A., *Acta Cryst.*, **B25**, 2423 (1969).
- 11) Mattes R. and Krogmann, K., *Z. Anorg.*

- Allgem. Chem.*, **332**, 247 (1964).
- 12) Kobayashi, A., Kondo, H., Sasaki, Y., Kobayashi, H., Underhill, A. E. and Watkins, D. M., *Bull. Chem. Soc. Jap.*, **55**, 2074 (1982).
- 13) William, J. M. and Musselman, R. L., *J. Chem. Soc. Chem. Comm.*, 186 (1977).
- 14) Pedersen, B. F., *Acta Chem. Scand.*, **18**, 1635 (1964).
- 15) Johnson, C. K., ORTEP Report-ORNL-5138, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, 1976.