



Semnan University



Research Article

Synthesis, characterization and X-ray crystal structure of a new cocrystal complex of and preparation the related nano cadmium (II) oxide

Younes Hanifehpour^{a,*}, Babak Mirtamizdoust^b, Reza Golbedaghi^{c,*}

^aDepartment of Chemistry, Sayyed Jamaledin Asadabadi University, Asadabad 6541853096, Iran

^bDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Qom University, Qom, Iran

^cDepartment of Chemistry, Payame Noor University, 19395-4697, Tehran, Iran

PAPER INFO

Article history:

Received: 05/Jul/2023

Revised: 30/Aug/2023

Accepted: 31/Aug/2023

Keywords:

co-crystal, nano structure, Cd(II), complex, calcination.

ABSTRACT

In this work, A novel novel cadmium (II) co-crystal binary coordination compound with 3- FBINH ligand and nitrate anionic ligand were synthesized and characterized. The structure of co-crystal (3- FBINH is the abbreviation of 3- fluoro benzyldene iso nicotine hydrazide) $[(Cd (3-FBINH)_2 (NO_3)_2 (H_2O))] [Cd (3-FBINH)_2 (NO_3) (C_2H_6O) (H_2O)].NO_3$ (**1**) was characterized by single-crystal X-ray analysis. The X-ray structure revealed that the compound has two Cd (II) metal centers with **7** and **6** coordination numbers. The adjacent frameworks connected by labile interactions like strong hydrogen-bonding interactions, CH ... π interactions CH ...CH interactions that the self-assembly occurs in the structure.

Consequently, the labile interactions also allow the structure to form a 3D supramolecular coordination system. Cd O nanoparticles were obtained by thermolysis of **1** at 550 °C. The morphology and size of the prepared Cd O nanoparticles were further studied using SEM and XRD.

DOI: <https://doi.org/10.22075/CHEM.2023.30794.2183>

© 2024 Semnan University.

This is an open access article under the CC-BY-SA 4.0 license. (<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>)

* **Corresponding author:** Associate Professor of Inorganic Chemistry. E-mail address: golbedaghi82@gmail.com
Assistant Professor of Inorganic Chemistry. E-mail address: younes.hanifehpour@gmail.com

How to cite this article: Hanifehpour, Y., Mirtamizdoust, B., & Golbedaghi, R. (2024). Synthesis, characterization and X-ray crystal structure of a new cocrystal complex of and preparation the related nano cadmium (II) oxide. *Applied Chemistry Today*, 19(71), 9-22. (in Persian)

سنتز، شناسائی و ساختار کریستالی ایکس ری کوکریستال کمپلکس جدید کادمیم

(II) و تهیه نانو اکسید کادمیم (II) مربوطه از آن

یونس حنیفه پور^{۱*}، بابک میرتمیزدوست^۲، رضا گلبداغی^{۳*}^۱گروه شیمی، دانشگاه سید جمال الدین اسدآبادی، اسدآباد، ایران^۲گروه شیمی، دانشکده علوم، دانشگاه قم، قم، ایران^۳گروه شیمی، دانشگاه پیام نور، تهران، ۴۶۹۷-۱۹۳۹۵ ایران

اطلاعات مقاله	چکیده
دریافت مقاله: ۱۴۰۲/۰۴/۱۴	در این تحقیق یک کمپلکس کوکریستال جدید از کادمیم (II) با لیگاند ۳-فلوتوروبنزیلیدن
بازنگری مقاله: ۱۴۰۲/۰۶/۰۸	ایزونیکوئینوهیدرازید (3-FBINH) و لیگاند آنیونی نیترات سنتز و شناسایی شد. ساختار کوکریستال
پذیرش مقاله: ۱۴۰۲/۰۶/۰۹	$[Cd(3-FBINH)_2(NO_3)_2(H_2O)] [Cd(3-FBINH)_2(NO_3)(C_2H_6O)(H_2O)].NO_3$
کلمات کلیدی:	ساختار پرتو ایکس نشان داد که دو نوع مرکز فلزی کادمیم (II) در ساختار کمپلکس با اعداد
کوکریستال، نانو ساختار، کادمیم (II)، کمپلکس، کلسینه شدن.	کوئوردیناسیون ۷ برای CdI و ۶ برای Cd2 موجود می باشد. ساختار کمپلکس بصورت واحد دوتایی
	مجزا می باشد که با برهمکنشهای قوی هیدروژنی، $CH...CH$ و $CH...CH$ آروماتیک در سه بعد
	ساختار ابرملکولی کوئوردیناسیونی را ایجاد می کنند که باعث خود تجمعی ساختار می شود. ترکیب (۱)
	بعنوان پیش ماده برای تهیه نانو اکسید کادمیم (II) به روش کلسینه کردن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد
	استفاده شد و شکل ظاهری و مطالعات ساختاری آن با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
	و پراش پرتو-X پودری (PXR) انجام گرفت که با استفاده از مراجع نشان از ایجاد فاز مکعبی CdO
	دارد.
	DOI: https://doi.org/10.22075/CHEM.2023.30794.2183
	This is an open access article under the CC-BY-SA 4.0 license. (https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

۱- مقدمه

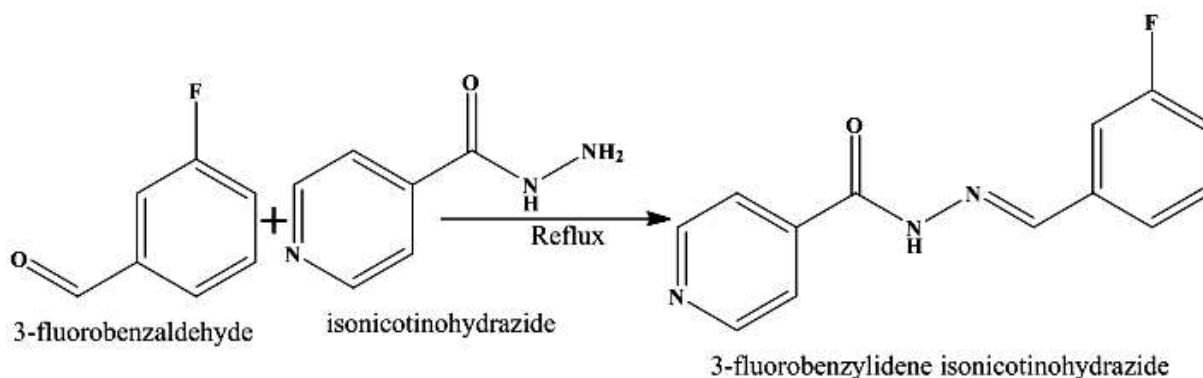
پلیمرها، مولکول هایی با وزن مولکولی زیاد هستند که از تکرار و اتصال واحدهای منومری به وسیله پیوند کووالانسی به هم تشکیل شده اند. ترکیب های کوئوردیناسیون یا کمپلکسها ترکیباتی هستند که در آنها لیگاندها جفت الکترونهای غیرپیوندی خود را از طریق اشتراک یک جانبه (تشکیل پیوند کوئوردیناتیو) در اختیار اوربیتالهای خالی فلز مرکزی قرار می دهند. پلیمرهای کوئوردیناسیونی، سیستم های نامحدودی هستند که از واحدهای سازنده اولیه شامل لیگاند های آلی و یون های فلزی ساخته شده اند، این واحدهای اولیه خود به وسیله پیوندهای کوئوردیناسیونی و سایر پیوندهای کوئوردیناسیونی و سایر پیوندهای ضعیف شیمیایی به هم متصل شده اند [۴-۱]. پیوند ایجاد شده بین فلز و لیگاند شامل کووالانسی کوئوردیناسیونی (داتیو) است، نتیجه الکترون دهنده گی زوج الکترون آزاد لیگاند در نقش باز لوویس به کاتیون فلزی

به عنوان اسید لوویس و بر هم کنش های الکتروستاتیک بین فلز مرکزی با بار مثبت و لیگاند قطبیده با بار منفی است. علاوه بر این پیوندها، پیوندهای ضعیف دیگری مانند پیوند هیدروژنی بر هم کنش های $\pi-\pi$ ، بر هم کنش های فلز-فلز و بر هم کنش های آروماتیک-فلز در ساختمان پلیمر ها دیده می شود [۸-۳]. بررسی ساختاری ترکیبات کوئوردیناسیونی حاوی لیگاند های آلی و فلزات، بخش عمده ای از تلاشهای دانشمندان را به خود اختصاص داد و اهمیت ویژه ای در علوم، پژوهش و صنعت دارند. [۱]. با وجود گزارشات ساختاری ترکیبات کوئوردیناسیونی که از دهه های پیش در دسترس می باشد، سنتز نانو ترکیبات کوئوردیناسیونی و بخصوص نانو پلیمرهای کوئوردیناسیونی پدیده نسبتاً جدیدی می باشد که در سال های اخیر با استفاده از روش های سولوترمال و سونوشیمی گسترش یافته است. [۹ و ۴]. در سال های اخیر استفاده از ترکیبات کوئوردیناسیونی بعنوان پیش ماده ای برای سنتز نانو ذرات دیگر متداول گردیده است. در این روش ها ابتدا پیش ماده کوئوردیناسیونی سنتز و سپس به روش های مختلف تبدیل به ترکیبات نانو شامل فلز می گردد [۱۰ و ۹]. اگر کنترل دقیق اندازه و شکل ترکیبات امکان پذیر باشد خواص شیمیایی و فیزیکی می تواند آنطور که مدنظر است تغییر یابد [۶ و ۸] با این وضعیت پیشرفت روش های سنتزی که اندازه و مورفولوژی نانو مواد را بتواند در کنترل خود درآورد برای علوم پایه و کاربردی حائز اهمیت است. روش های متعددی جهت تهیه نانو ساختارها گزارش شده است از قبیل هیدروترمال، کلسینه کردن، ریفلاکس، سل ژل، سونوشیمیایی و... [۱۱-۱۴]. امروزه این دسته از ترکیبات داری کاربردهای زیادی چه در زمینه تحقیقاتی چه بصورت پایلوت و چه به شکل صنعتی می باشند، مهمترین کاربردهای این لیگاندها استفاده از آنها بعنوان دارو می باشد، بعنوان مثال از خیلی از کمپلکس های لیگاندهای مس (II) بعنوان آنتی تومور استفاده میشود. بعنوان مثالی دیگر از کاربردهای این دسته از لیگاندها، سنتز کمپلکس های گادولینیوم آنها جهت استفاده در دستگاههای MRI جهت وضوح بیشتر تصاویر آنها می باشد. در این کار سنتز نوعی لیگاند و کمپلکس کادمیم مربوطه گزارش شده است، از آنجا که عنصر کادمیم جز فلزات کم (Trace Metal) می باشد بنابراین سنتز لیگانهای که بتواند به این فلز کئوردینه شود حائز اهمیت است، از کاربردهای دیگر این دسته از ترکیبات میتوان به خاصیت آنها بعنوان سنسور یا حسگر شیمیایی اشاره کرد و یا استفاده از آنها جهت شناسائی فلزات دیگر. از کاربردهای دیگر این دسته از کمپلکس ها استفاده از آنها بعنوان کاتالیزور در سنتز ترکیبات آلی است، به عنوان مثال از کمپلکس های منگنز (II) بعنوان کاتالیزور در سنتز ترکیبات آلی استفاده میشود [۱۵-۱۸]. در کار پیش رو کمپلکس جدیدی از کادمیم (II) با لیگاند ۳-فلوئوروبنزیلیدن ایزونیکوتینوهیدرازید (3-FBINH) و لیگاند آنیونی نترات سنتز و از آن بعنوان پیش ماده برای تهیه نانو اکسید کادمیم (II) به روش کلسینه کردن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد استفاده می شود.

۲- بخش تجربی

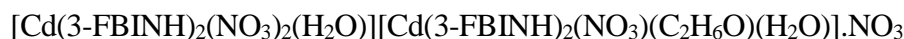
۲-۱- تهیه لیگاند ۳-فلوئوروبنزیلیدین ایزونیکوتینوهیدرازید (3-FBINH)

۵ میلی مول ۳-فلوروبنزالدهید را در ۱۵ میلی لیتر اتانول مطلق حل کرده و ۱ قطره استیک اسید به آن اضافه گردید، سپس ۵ میلی مول ایزونیکوتینوهیدرازید را در ۱۵ میلی لیتر اتانول مطلق حل کرده و قطره قطره به آن در حال همزدن اضافه گردید. پس از ۱۲ ساعت بازروانی لیگاند 3-FBINH حاصل توسط تبخیرکننده چرخان از محلول جدا شد. (راندمان واکنش ۸۷ درصد، نقطه ذوب °C ۱۷۳ می باشد). (طرح ۱)



طرح ۱- روش سنتز لیگاند 3-FBINH

۲-۲- سنتز کمپلکس (۱)



۱ میلی مول از لیگاند 3-FBINH و ۰/۵ میلی مول از نمک نترات کادمیوم چهارآبه در ته لوله اصلی لوله با شاخه جانبی قرارداده شد. حلال اتانول ۹۶٪ به آرامی تا بالای لوله جانبی اضافه و دهانه لوله مسدود شد، لوله اصلی در حمام روغن °C ۷۰ قرار داده شد. پس از گذشت ده روز بلورهای زرد رنگ در ته شاخه جانبی تشکیل شد. (نقطه تخریب °C ۲۹۰).

۲-۳- تهیه نانو اکسید کادمیوم

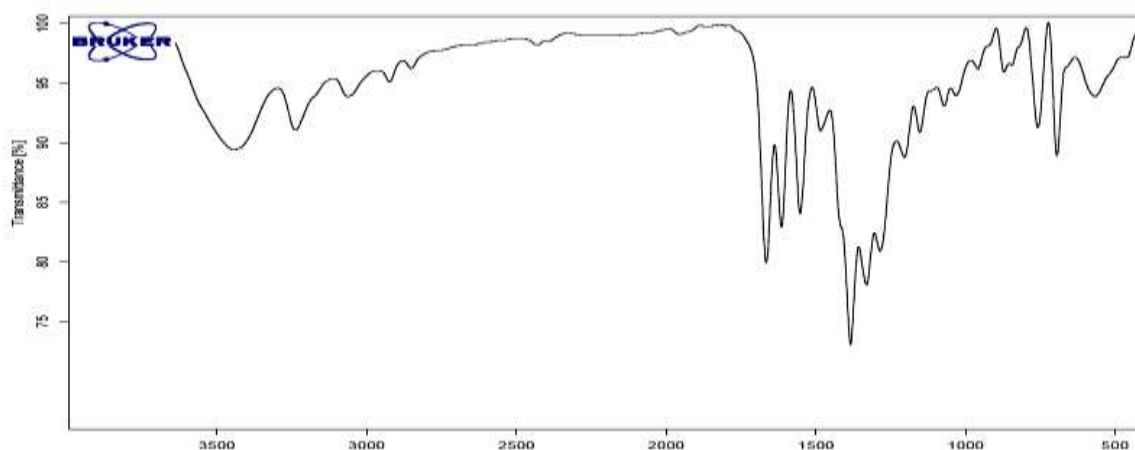
جهت تهیه نانو اکسید کادمیوم، ترکیب کوئوردیناسیونی ۱ را داخل بوتله چینی قرار داده و درون کوره تحت دمای ۵۵۰ درجه به مدت ۲۴ ساعت، جهت کلسینه شدن قرار می دهیم تحت این شرایط تمام مواد آلی موجود در ساختار می سوزد و تنها نانو اکسید کادمیوم باقی می ماند.

۳- بحث و نتیجه گیری

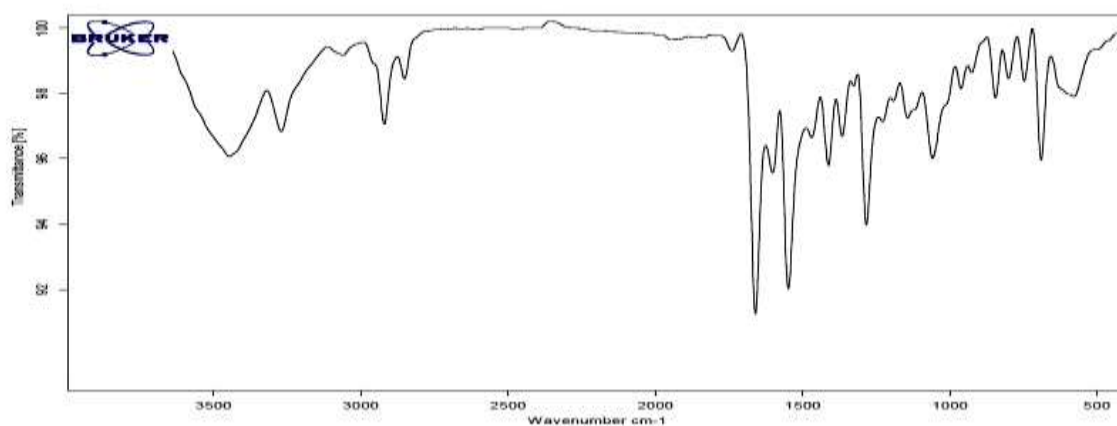
در طیف FT-IR لیگاند نوار جذبی مشاهده شده در فرکانس 1635 cm^{-1} مربوط به عامل ایمینی، VC=N می باشد که موید تشکیل لیگاند مورد نظر است. (جدول ۱ و شکل ۱)

جدول ۱- بعضی شیوه های ارتعاشی لیگاند

شبه ارتعاشی	نوار جذبی (cm^{-1})
کششی N-H	۳۴۴۵
کششی آروماتیک C-H	۳۰۲۰
ایمین C-H	۲۹۲۵
C=O, C=N	۱۶۳۵
خمشی N-H	۱۵۹۳
آروماتیک C-C, C-N	۱۴۹۰
خمشی داخل صفحه ای آروماتیک C-H	۱۱۷۵ و ۱۱۵۱
خمشی خارج صفحه ای آروماتیک C-H	۷۸۲ و ۷۵۰



(۱)



(۲)

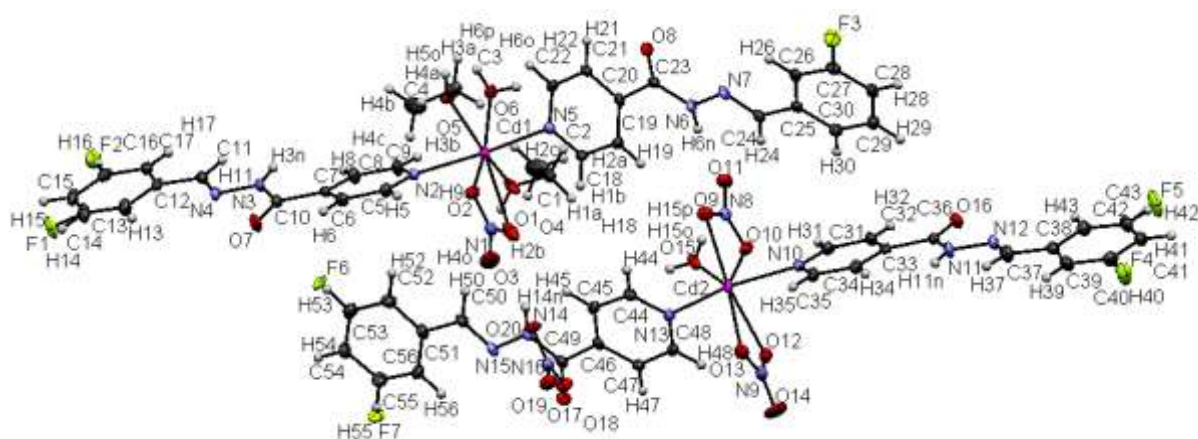
شکل ۲: طیف FT-IR لیگاند در پارافین (۱) و طیف IR کمپلکس (۲)

در طیف FT-IR ترکیب کوئوردیناسیونی ۱، جایجا شدن پیک 1461 cm^{-1} مربوط به $\text{C}=\text{N}$ آروماتیک به 1458 cm^{-1} به علت کوئوردیننه شدن به فلز مرکزی می‌باشد. جدول ۲ اعداد موجی مربوط به طیف FT-IR و شکل ۲ طیف FT-IR کمپلکس سنتز شده را نشان می‌دهد.

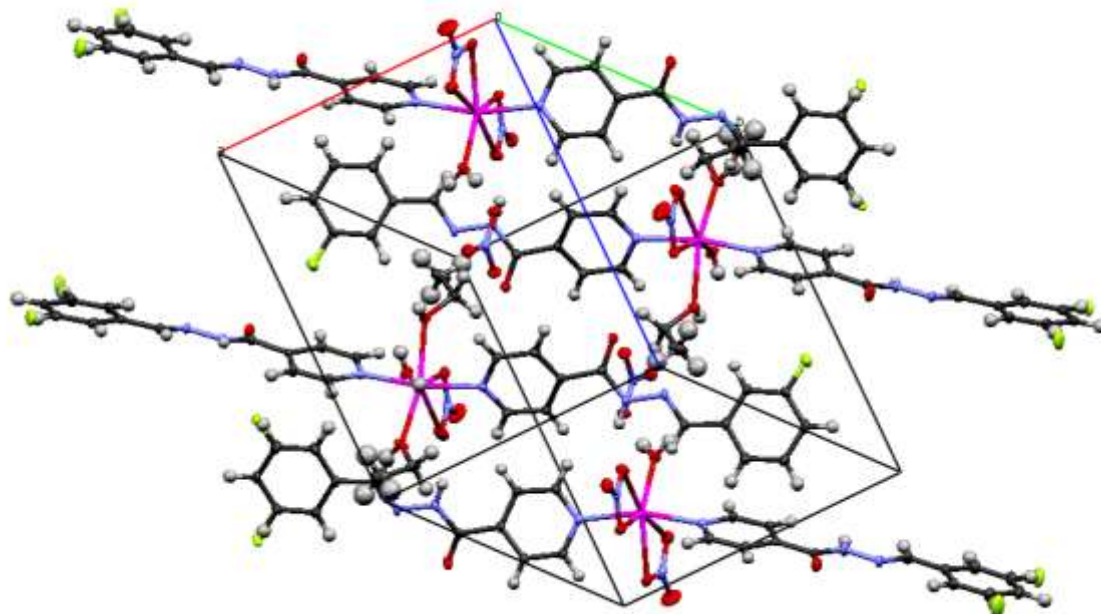
جدول ۲- بعضی شیوه های ارتعاشی کمپلکس ۱

شیوه ارتعاشی	نوار جذبی (cm^{-1})
$\text{C}=\text{N}$ ایمنی	۱۶۴۵
$\text{N}=\text{C}$, $\text{C}=\text{C}$ آروماتیک	۱۴۵۵
$\text{N}-\text{N}$	۱۰۵۵
خمشی آروماتیک $\text{C}-\text{H}$	۶۸۰، ۷۸۰
$\text{C}-\text{O}$	۱۱۳۵

تعیین ساختار کمپلکس سنتز شده با پراش پرتو ایکس نشان میدهد که ترکیب در سیستم تری کلینیک و گروه فضایی $\text{P}\bar{1}$ متبلور می‌شود. دیاگرام ORTEP کمپلکس ۱ در شکل ۳ و ساختار سلول واحد آن در شکل ۴ نشان داده شده است. داده های بلورنگاری ترکیب ۱ در جدول ۳ و طول پیوندها و زوایای آنها در جدول ۴ آورده شده است.



شکل ۳- دیاگرام ORTEP کمپلکس ۱



شکل ۴- ساختار سلول واحد کمپلکس ۱

این ترکیب بصورت دو کمپلکس با فرمول های $C_{30}H_{34}Cd_2F_2N_7O_8$, $C_{26}H_{22}Cd_1F_2N_8O_9NO_3$ کریستاله شده است. جهت مرکز فلزی Cd1 به دو لیگاند 3-FBINH، دو لیگاند اتانول، یک لیگاند آنیونی نیترات و یک لیگاند آب کوئوردینه شده است. لیگاند 3-FBINH، از طریق نیتروژن پیریدینی با پیوند کووالانسی-کوئوردیناسیونی به طول $2/303$ آنگستروم به فلز مرکزی Cd1 کوئوردینه شده است. دو لیگاند 3-FBINH در یک راستا نبوده و با زاویه $97/67$ درجه نسبت به هم، به فلز مرکزی Cd1 متصل می گردند. عدد کوئوردیناسیون سوم و چهارم توسط O4 و O5 از دو مولکول اتانول تأمین می گردد. طول پیوند کووالانسی O4-Cd1، $2/294$ و طول پیوند کووالانسی O5-Cd1 $2/391$ آنگستروم می باشد. اتمهای O1 و O2 از لیگاند آنیونی نیترات با پیوند کووالانسی به طول $2/642$ و $2/474$ آنگستروم اعداد کوئوردیناسیون پنجم و ششم را برای فلز مرکزی Cd1 تأمین می کنند. عدد کوئوردیناسیون هفتم توسط اکسیژن (O6) یک مولکول آب با طول پیوند کووالانسی $2/332$ آنگستروم تأمین می شود، بدین ترتیب Cd1 هفت کوئوردینه می باشد. (شکل ۵) و برای خنثی شدن، یک واحد نیترات به عنوان آنیون همراه در کنار ترکیب قرار گرفته است.

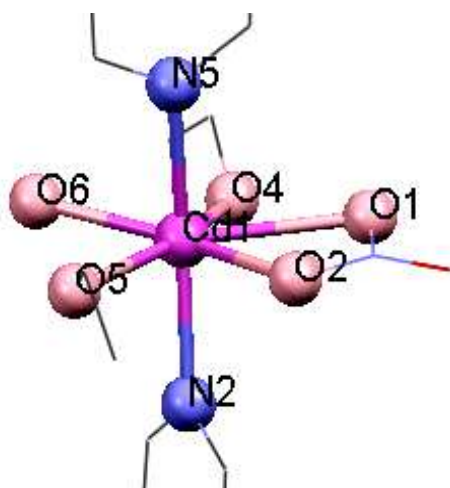
جدول ۳- داده های کریستالوگرافی کمپلکس ۱

Chemical formula	$C_{56}H_{56}Cd_2F_4N_{16}O_{20}$
M_r	1573/99
Crystal system, space group	Triclinic, P1
Temperature (K)	120
a, b, c (Å)	10/9722(4), 16/5809(7), 17/7286(7)
α, β, γ (°)	102/268(3), 95/729(3), 102/702(3)

V (\AA^3)	۳۰۳۸/۰۲
Z	۲
Radiation type	Cu K α
μ (mm^{-1})	۰/۸۰۴
Crystal size (mm)	۰/۳۲ \times ۰/۱۱ \times ۰/۰۸
T _{min} , T _{max}	۰/۸۸۳, ۰/۹۴۲
No. of reflections	۱۶۷۵۵

جدول ۴- طول پیوند و زاویه پیوند کمپلکس ۱

O۴ Cd۱ N۲ ۹۱/۱۶	O۱۰ Cd۲ N۱۰ ۸۴/۸۵
O۲ Cd۱ O۵ ۷۹/۰۳	O۱۳ Cd۲ N۱۳ ۹۶/۳۴
O۴ Cd۱ N۵ ۹۹/۹۵	O۹ Cd۲ O۱۰ ۵۲/۰۱
O۵ Cd۱ N۵ ۸۶/۸۵	O۱۵ Cd۲ O۱۳ ۸۳/۱۴
O۱ Cd۱ O۲ ۴۹/۶۷	O۱۲ Cd۲ O۱۳ ۵۲/۳۲
O۱ Cd۱ O۴ ۷۳/۷۹	O۱۰ Cd۲ O۱۲ ۹۳/۰۵
O۲ Cd۱ O۵ ۷۹/۰۳	O۹ Cd۲ N۱۰ ۹۵/۸۵
O۲ Cd۱ O۶ ۷۹/۱۹	O۱۲ Cd۲ N۱۰ ۸۲/۸۰
N۲ Cd۱ N۵ ۱۶۸/۶۰	O۱۳ Cd۲ N۱۰ ۸۴/۸۰
N۲ Cd۱ O۲ ۸۵/۶۰	O۱۵ Cd۲ N۱۰ ۹۶/۳۱
N۲ Cd۱ O۵ ۸۳/۷۸	O۱۰ Cd۲ O۱۵ ۱۳۱/۴۰
N۲ Cd۱ O۶ ۹۹/۰۵	O۱۰ Cd۲ O۱۳ ۱۴۴/۸۴
N۲ Cd۱ O۱ ۹۵/۰۲	O۹ Cd۲ O۱۳ ۱۶۲/۸۰
N۵ Cd۱ O۱ ۸۵/۷۷	O۱۲ Cd۲ O۱۵ ۱۳۵/۴۲
N۵ Cd۱ O۲ ۸۶/۲۸	O۹ Cd۲ O۱۵ ۷۹/۷۱
N۵ Cd۱ O۶ ۸۵/۴۸	O۹ Cd۲ N۱۳ ۸۸/۱۴
O۵ Cd۱ O۶ ۷۹/۱۹	O۱۲ Cd۲ N۱۳ ۸۴/۲۸
O۴ Cd۱ O۶ ۷۹/۹۰	O۱۵ Cd۲ N۱۳ ۱۰۰/۹۸
O۱ Cd۱ O۵ ۱۲۸/۵۰	O۱۰ Cd۲ N۱۳ ۱۶۲/۷۰
O۱ Cd۱ O۶ ۱۵۰/۳۲	O۴ Cd۱ O۵ ۱۵۷/۴۱
O۲ Cd۱ O۴ ۱۲۲/۶۴	

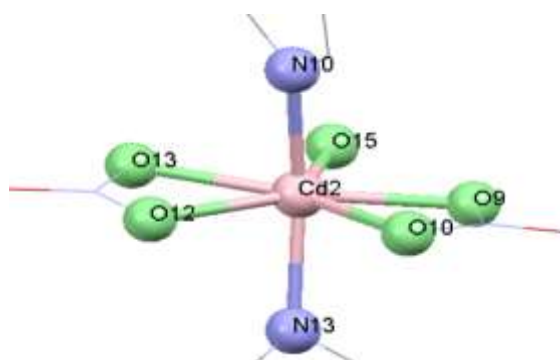


شکل ۵- ساختار دو هرمی پنج ضلعی القاعده فلز مرکزی Cd1

Cd2 به دو لیگاند 3-FBINH، دو لیگاند نیترات و یک لیگاند آب کوئوردینه شده است. دولیگاند 3-FBINH از طریق نیتروژن پیریدینی با پیوندهای کووالانسی-کوئوردیناسیونی به طول ۲/۳۰۵ (N3-Cd2) و ۲/۳۱۸ (N10-Cd2) به فلز مرکزی Cd2 کوئوردینه شده است دو لیگاند 3-FBINH این بار نیز در یک راستا نبوده و با زاویه ۹۰/۱۲ درجه نسبت به هم، به فلز مرکزی Cd2 متصل می‌گردد

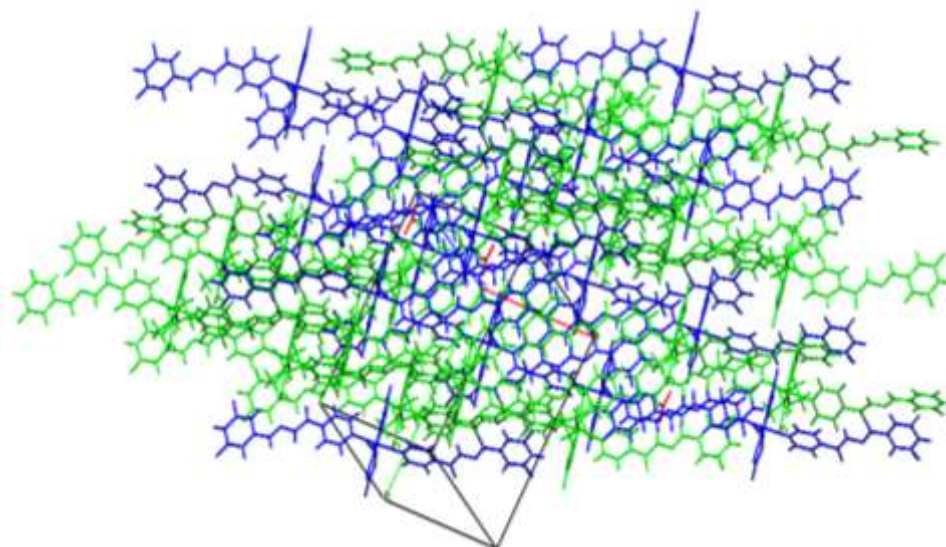
دو لیگاند نیترات از طریق اتم های O9، O10، O12 و O13 توسط پیوندهای کووالانسی به اتم مرکزی Cd2 کوئوردینه شده‌اند و عدد کوئوردیناسیون هفتم توسط یک مولکول آب با طول (O15-Cd2) ۲/۲۲۴ آنگستروم تأمین می‌گردد. (شکل

۶)



شکل ۶- فضای کوئوردیناسیون اطراف اتم مرکزی Cd2

بررسی ساختار با در نظر گرفتن پیوندهای هیدروژنی نشان می‌دهد که هر دو کمپلکس متبلور شده با برهمکنشهای قوی هیدروژنی، در یک، دو و در نهایت سه بعد ساختار ابرمولکولی سه بعدی ایجاد می‌نمایند. شکل ۷ ساختار ابرمولکولی سه بعدی کمپلکس ۱ و در جدول ۵ انواع برهمکنشهای هیدروژنی آن نمایش داده شده است.



شکل ۷- گسترش ساختار در سه بعد از طریق برهمکنشهای هیدروژنی

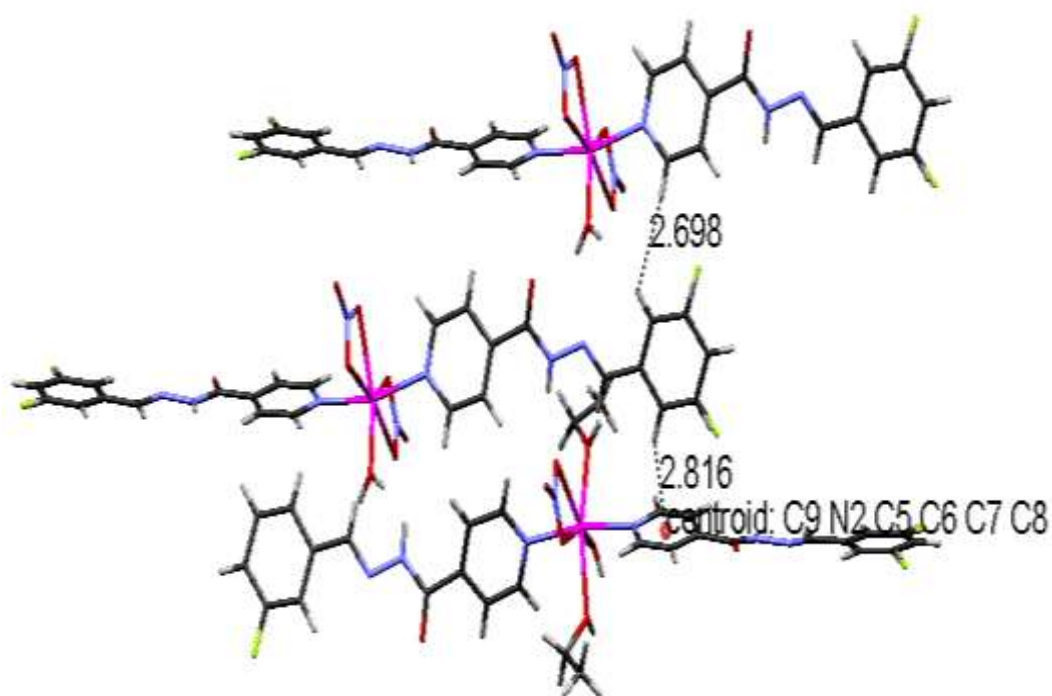
جدول ۵- برهمکنشهای هیدروژنی کمپلکس ۱ و طول پیوندهای آنها برحسب Å

D-H...A	d(D...H)A	d(H...A)A	d(D...A)A	(DHA)<
H ^۴ -O ^۴ ...O ^۸	0.815	1.920	2.684	155.82
H ^{۱۵} -O ^{۱۵} ...O ^۷	0.812	2.108	2.855	152.86
H ^۶ -O ^۶ ...O ^{۱۶}	0.815	2.097	2.883	151.95
H ^۵ -O ^۵ ...O ^{۱۹}	0.811	1.952	2.723	158.43
H ^۶ -O ^۶ ...O ^{۱۸}	0.812	1.922	2.728	171.77
H ^۲ -N ^۳ ...O ^{۱۸}	0.861	2.041	2.891	169.16

از برهمکنشهای مهم دیگر ترکیب کوئوردیناسیونی ۱، برهمکنش CH...π آروماتیک با طول ۲/۸۱۶ آنگستروم و

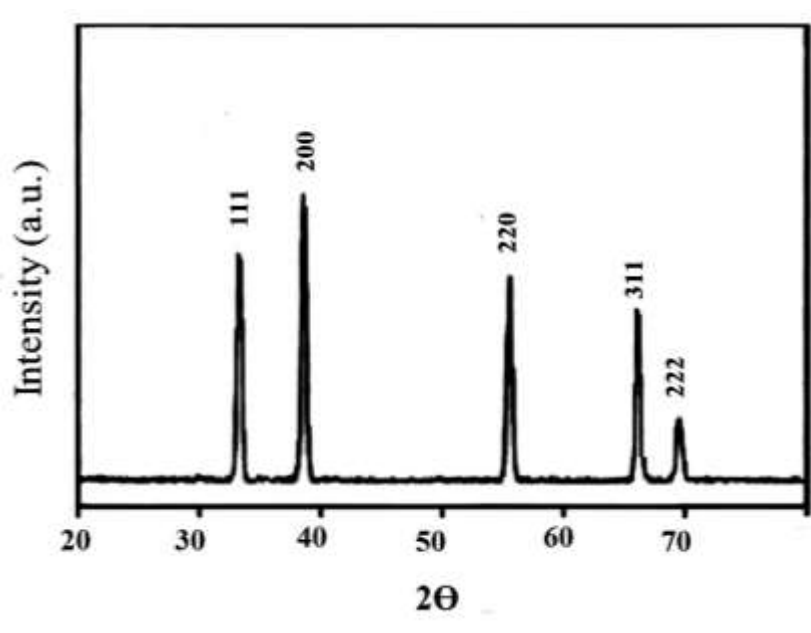
برهمکنشهای CH...CH آروماتیک با طول ۲/۶۹۸ آنگستروم مابین دو کمپلکسهای متبلور شده با هم می‌باشد. که در

شکل ۸ نشان داده شده است.



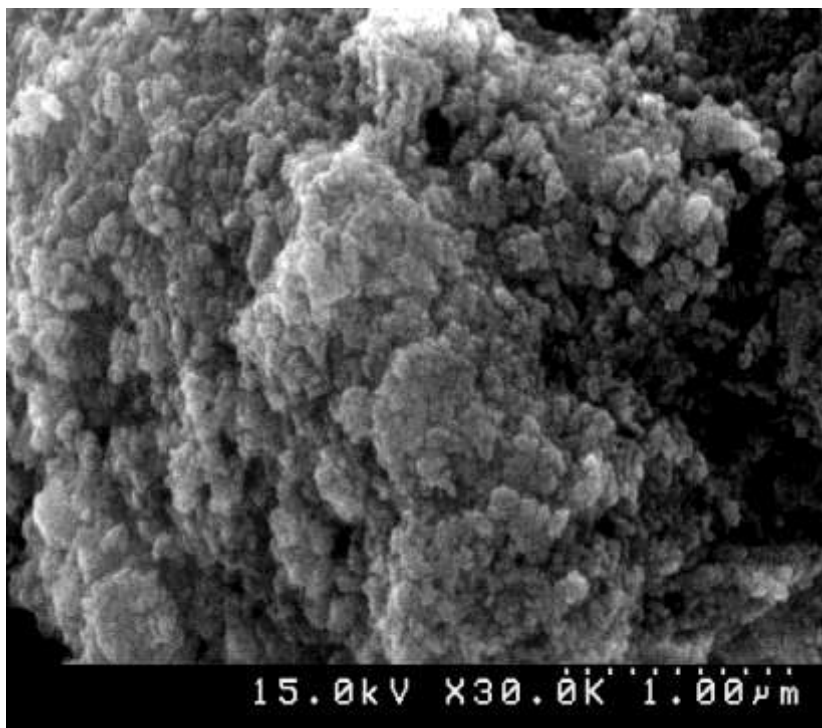
شکل ۸- برهمکنش‌های $\text{CH}\dots\text{CH}$ و $\text{CH}\dots\pi$ آروماتیک

از واکنش 3-FBINH با نمک کادمیوم نیترات ترکیب کوئوردیناسیونی ۱ سنتز شد، سپس نانو ذرات CdO از تجزیه‌ی کمپلکس فوق به روش ترمولیز بدست آمده است. نانوساختارهای CdO، با کلسینه کردن و تجزیه حرارتی کمپلکس به مدت یک شبانه روز در دمای 550°C تهیه گردید. الگوی XRD پودری در شکل ۹ نشان داده شده است.



شکل ۹- الگوی XRD پودری نانوساختار CdO با کلسینه کردن ترکیب در دمای 550°C

مورفولوژی و اندازه ی ذرات سنتز شده با میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مورد بررسی قرار گرفت. تصاویر SEM اکسیدهای کادمیوم سنتز شده در شکل ۱۰ پس از کلسینه شدن نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود نانو ذرات کادمیوم اکسید از مورفولوژی و پراکندگی یکسانی برخوردارند. با بهره گیری از شکل ۱۰ و کارت های مرجع (ASTM) می توان ایجاد فاز مکعبی (CdO) با تقارن Fm3m را تأیید کرد و همانطور که طیف XRD نشان می دهد کادمیوم اکسید تهیه شده با شماره ۰۵-۰۶۴۰ کارت ICDD مطابقت می کند.



شکل ۱۰- تصاویر SEM نانو ذرات کادمیوم اکسید بدست آمده از ترکیب ۱

برای محاسبه اندازه ذرات کادمیوم اکسید از رابطه شرر و پهنای پیک در نصف ارتفاع پیک (۱۱۱) استفاده شد و اندازه تقریبی ذرات ۲۲/۴۲ نانومتر بدست آمد.

$$PS = K\lambda / \beta \cos\theta$$

$$2\theta = 38 \quad \theta = 19 \quad \cos 19 = 0.945$$

$$PS = 0.9 \times 0.0154 / 0.0645 \times 0.945 = 22.42 \text{ nm}$$

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق ترکیب کوئوردیناسیونی دوتایی جدید از کادمیوم (II) با لیگاند ۳-فلوئوروبنزیلیدن ایزونیکوتینوهیدرازید (3-FBINH) و لیگاند آنیونی نترات سنتز و مورد آنالیز اولیه و تعیین ساختار نهایی با پرتو ایکس قرار گرفت. تعیین ساختار نشان داد که ترکیب کوئوردیناسیونی دوتایی

$[Cd(3-FBINH)_2(NO_3)_2(H_2O)][Cd(3-FBINH)_2(NO_3)(C_2H_6O)(H_2O)].NO_3$ (1)، در حالت جامد ساختار مجزا دارد که با برهمکنشهای قوی هیدروژنی، $CH...CH$ و $CH...π$ آروماتیک در سه بعد ساختار ابرملکولی کوئوردیناسیونی را ایجاد می کنند. دو نوع مرکز فلزی با اعداد کوئوردیناسیون متفاوت برای کادمیوم قابل مشاهده می باشد که دارای اعداد کوئوردیناسیون ۶ و ۷ می باشند. از کلسینه کردن ترکیب کوئوردیناسیونی در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد نانو اکسید کادمیوم (II) بدست آمد. شکل ظاهری و مطالعات ساختاری نانو اکسید کادمیوم با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و پراش پرتو-X پودری (XRD) انجام گرفت که با استفاده از مراجع نشان از ایجاد فاز مکعبی CdO دارد. با استفاده از روش دبای-شرر قطر ذرات اکسید کادمیوم حدود ۲۳ آنگستروم مورد محاسبه قرار گرفت که در تصاویر SEM قابل مشاهده می باشد.

۵- تشکر و قدر دانی

نویسندگان مقاله از حمایت های دانشگاه قم، دانشگاه سید جمال الدین اسد آبادی و پیام نور صمیمانه تشکر می نمایند.

۶- مراجع

- [1] Mannar R. (2019). Probing the synthetic protocols and coordination chemistry of oxido-, dioxido-, oxidoperoxido-vanadium and related complexes of higher nuclearity. *Coordination Chemistry Reviews* (383) 43-81.
- [2] Tay, H.Min. et al. (2021). Synthetic strategies towards chiral coordination polymers. *Coordination Chemistry Reviews* (435) 213763.
- [3] Lanza, A. et al. (2013). Re-investigation of lead (II) formate. *Acta Crystallographica Section C: Crystal Structure Communications* (69) 41-43.
- [4] Chunhua, H., Englert, U. (2006). Space Filling Versus Symmetry: Two Consecutive Crystal to Crystal Phase Transitions in a 2D Network. *Angewandte Chemie International Edition* (45) 3457-3459.
- [5] Youhui, T., Yang, C., Zhang, X. (2021). A new mixed-ligand coordination polymer: protective activity on influenza a virus-induced COPD via regulating tlr3 gene expression on alveolar epithelial cells. *Drug Development and Industrial Pharmacy* (47) 92-99.
- [6] Niu, X-L., et al. (2021). Syntheses and structures of three macrocyclic supramolecular complexes and one ZnII-containing coordination polymer generated from a semi-rigid multidentate N-containing ligand. *Acta Crystallographica Section C: Structural Chemistry* (77) 29-39.
- [7] Jerz, M. (2005). New trends of molecular magnetism. *Coordination chemistry reviews* (249) 2534-2548.
- [8] Susumu, K., Kitaura, R., Noro, S. (2004). Functional porous coordination polymers. *Angewandte Chemie International Edition* (43) 2334-2375.

- [9] Morsali, A., Masoomi, M. (2009). Structures and properties of mercury (II) coordination polymers. *Coordination Chemistry Reviews* 253 (13) 1882-1905.
- [10] Soltani, S., Akhbari, K., White, J. (2021). Sonochemical Synthesis, Crystal Structure and Antimicrobial Property of One-dimensional Dinuclear Coordination Polymer. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 647 (5) 442-447.
- [11] Maspoch, D., Ruiz-Molina, D., Veciana, J. (2007). Old materials with new tricks: multifunctional open-framework materials. *Chemical Society Reviews* 36 (5) 770-818.
- [12] Neri, G., et al. (2008). Resistive CO gas sensors based on In₂O₃ and InSnO_x nanopowders synthesized via starch-aided sol-gel process for automotive applications. *Sensors and Actuators B: Chemical* 132 (1) 224-233.
- [13] Hanifehpour, Y., et al. (2022). Sonochemical synthesis of the novel 1D zig-zag Hg (II)-Iodo bridged metal-organic coordination compounds with thiosemicarbazide derivative ligand. *Journal of Molecular Structure* (1250) 131902.
- [14] Hanifehpour, Y., et al. (2022). The Synthesis and Characterization of a Novel One-Dimensional Bismuth (III) Coordination Polymer as a Precursor for the Production of Bismuth (III) Oxide
- [15] Golbedaghi, R., Moradi, S., Salehzadeh, S., Blackman, A.G. (2016). Some metal complexes of three new potentially heptadentate (N₄O₃) tripodal Schiff base ligands; synthesis, characterization and X-ray crystal structure of a novel eight coordinate Gd(III) complex. *Journal of Molecular Structure* (1108) 727-734.
- [16] Golbedaghi, R., Ildiz, G., Azadbakht, R., Fausto, R. (2022) A new tetramine bis(2-naphthol)-derivative fluorescent chemosensor for aluminum ion (Al³⁺). *J. Mol. Structure* (1250) 131775.
- [17] Ranjbar, M., Yousefi, M., Nozari, R., Sheshmani, S. (2019). Synthesis, characterization and crystal structure of cadmium(II) nano coordination compound: A precursor to produce nano-sized cadmium oxide and cadmium iodide. *Journal of Applied Chemistry* 13 (49) 89-101.
- [18] Abdolmaleki, M., Golbedaghi, R., (1400) Synthesis of Ni-W/SiO₂ nanocomposite coatings and investigation of their corrosion behavior in 3.5 % NaCl solution *Journal of Applied Chemistry* (59) 51-62.