

新颖 Mo-Cu-Se 簇合物  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$ 

## 的合成及晶体结构

张千峰 洪茂椿<sup>\*</sup> 吴明辉 曹荣 刘汉钦

(中国科学院福建物质结构研究所, 结构化学国家重点实验室, 福州 350002)

新颖 Mo-Cu-Se 簇合物  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$  是由  $[\text{Et}_4\text{N}]_2\text{MoSe}_4$ ,  $\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2\text{NO}_3$  和 KI 在乙腈和二氯甲烷 1:1 的混合溶剂中反应所得。晶体属单斜晶系, 空间群  $P2_1/c_1$ , 晶胞参数:  $a=11.991(2)$ ,  $b=28.358(8)$ ,  $c=19.500(3)$  Å;  $\beta=102.04(1)^\circ$ ;  $V=6486.7(1)$  Å<sup>3</sup>;  $Z=4$ ;  $\rho_c=1.58$  g/cm<sup>3</sup>;  $F(000)=2992$ 。晶体结构用直接法解出, 经全矩阵最小二乘法修正, 用 4057 个  $I>3.0\sigma(I)$  的独立衍射点, 最终偏离因子  $R=0.073$ ,  $R_w=0.079$ 。标题化合物的核心  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}$  是一个畸变的立方烷构型。Mo-Cu 和 Mo-Se 的平均间距分别是 2.782 和 2.385 Å; 三个 Cu-I 的间距为 2.803(4), 2.905(3), 3.015(4) Å。

## 钼铜硒簇合物

关键词: Mo-Cu-Se 化合物 合成 晶体结构

含硫配体的过渡金属簇合物, 尤其是在 Mo(W)-Cu(Ag)-S 方面, 多年来已被广泛深入地研究<sup>[1]</sup>。但是相应的过渡金属含硒簇(配)合物仅在近几年才刚刚兴起<sup>[2]</sup>。迄今为止, 有关 Mo(W)-Cu(Ag)-Se 簇合物的报道不多<sup>[3,4,5]</sup>, 特别是 Mo(W)-Cu-Se 簇合物, 可能由于稳定性的原因, 据我们所知, 已报道的 Mo-Cu-Se 簇合物只有一例<sup>[6]</sup>。最近, 在合成一系列 Mo(W)-Cu-S 簇合物的基础上<sup>[7]</sup>, 我们开展了 Mo(W)-Cu-Se 簇合物的合成和结构等方面的工作, 探讨这两大类簇合物的配位特点、结构特征以及谱学行为。本文将报导一个新颖 Mo-Cu-Se 簇合物  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$  的合成及晶体结构, 同时还讨论其谱学行为。

## 1 实验部分

全部操作均在氮气保护下进行, 红外光谱用 FTS-40 型红外光谱仪测定, KBr 压片。

## 1.1 试剂

$[\text{Et}_4\text{N}]_2\text{MoSe}_4$  按文献[8]方法合成;  $\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2\text{NO}_3$  是由  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  和  $\text{PPh}_3$  在  $\text{CH}_3\text{OH}$  溶剂中反应制得; 其他试剂均为 A. R. 级。

1.2  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$  的合成

将溶有  $\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2\text{NO}_3$  (0.50 g, 0.75 mmol) 的 10 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  溶液慢慢地加入到  $[\text{Et}_4\text{N}]_2\text{MoSe}_4$  (0.17 g, 0.25 mmol) 的 10 ml  $\text{CH}_3\text{CN}$  溶液中, 待深蓝色溶液逐渐变为红褐色

收稿日期: 1996-07-01, 收修改稿日期: 1996-11-03。

国家自然科学基金资助项目。

\* 通讯联系人。

第一作者: 张千峰, 男, 29岁, 研究生; 研究方向: 结构化学。

后,加入 KI(0.10 g, 0.5 mmol);室温搅拌反应 1 小时后,过滤,滤液在室温于无水乙醚气相下扩散,两周后,析出黑红色棱柱状晶体,产率为 55.4% (0.21 g)。按  $C_{34.5}H_{16}P_3OC11-Cu_3Se_3Mo$ (计算值:C, 43.64; H, 3.07; P, 6.21; Cu, 12.71; Mo, 6.40%。实测值:C, 44.28; H, 3.35; P, 5.86; Cu, 13.02; Mo, 6.29%)。IR ( $cm^{-1}$ ):  $\nu(Mo-O)$ ; 916.0 vs;  $\nu(Mo-Se)$ ; 325.7 s。

### 1.3 晶体结构测定

取大小为  $0.40 \times 0.20 \times 0.15$  mm 的单晶包胶后,在 Enraf-Nonius CAD-4 衍射仪上,用经石墨单色器单色化的 Mo-K $\alpha$ ( $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ )射线,以  $\omega-2\theta$  扫描方式在  $2^\circ < \theta < 50^\circ$  范围内收集到 10061 个独立衍射点,其中  $I > 3.0\sigma(I)$  的可观测点为 4057 个,晶体属单斜晶系,空间群为  $P2_1/c$ ;晶胞参数: $a = 11.994(2)$ ,  $b = 28.358(8)$ ;  $c = 19.500(3) \text{ \AA}$ ;  $\beta = 102.04(1)^\circ$ ;  $V = 6486.7(4) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ ;  $\mu = 34.8 \text{ cm}^{-1}$ ;  $D_c = 1.58 \text{ g/cm}^3$ ;  $F(000) = 2992$ 。结构计算在装有 Molen 程序包的 HPPC 计算机上进行,衍射强度经  $L_p$  和  $\Psi$  经验吸收校正;由直接法得到 Mo、Ag、Se、I 原子坐标,差富里埃合成法找出其余非氢原子坐标。对簇分子的所有原子采用各向异性温度因子、溶剂分子各向同性温度因子及坐标进行全矩阵最小二乘法修正;同时,对溶剂分子的多重度进行处理,并参考元素分析数据,得出每个单胞含有二个溶剂分子;最终偏差因子  $R = 0.073$ ,  $R_w = 0.079$ 。非氢原子坐标及等效温度因子列于表 1 中,分子中部分重要的键长和键角列于表 2。

表 1 非氢原子坐标及温度因子

Table 1 Positional and Thermal Parameters with ESD

atom	$x$	$y$	$z$	$B(\text{\AA}^2)$
I	-0.1063(1)	0.12490(7)	0.33791(7)	4.05(4)
Mo	0.0950(2)	0.14711(8)	0.18150(9)	3.63(5)
Se(1)	-0.1036(2)	0.1510(1)	0.1302(1)	4.40(6)
Se(2)	0.1331(2)	0.2054(1)	0.2714(1)	3.96(6)
Se(3)	0.1335(2)	0.07168(9)	0.2353(1)	3.85(6)
Cu(1)	0.1299(2)	0.1298(1)	0.3241(1)	4.32(8)
Cu(2)	-0.0700(2)	0.1925(1)	0.2400(2)	4.36(8)
Cu(3)	-0.0689(3)	0.0823(1)	0.2029(2)	4.61(8)
P(1)	0.2378(5)	0.1137(2)	0.4274(3)	3.3(1)
P(2)	-0.1821(5)	0.2544(3)	0.2428(3)	3.7(2)
P(3)	-0.1885(5)	0.0231(3)	0.1697(3)	3.8(2)
O	0.177(1)	0.1580(7)	0.1199(7)	6.5(4)
C(11)	0.248(2)	0.1592(9)	0.495(1)	4.4(6)
C(12)	0.158(2)	0.190(1)	0.489(1)	5.1(7)
C(13)	0.168(3)	0.228(1)	0.542(2)	7.7(9)
C(14)	0.260(2)	0.229(1)	0.599(2)	7.6(9)
C(15)	0.349(3)	0.196(1)	0.602(1)	7.3(9)
C(16)	0.346(2)	0.162(1)	0.549(1)	5.6(7)
C(21)	0.196(2)	0.0604(8)	0.468(1)	3.0(5)
C(22)	0.203(2)	0.057(1)	0.541(1)	5.3(7)
C(23)	0.170(2)	0.015(1)	0.567(1)	6.4(8)
C(24)	0.865(2)	0.024(1)	0.475(1)	5.5(8)

atom	x	y	z	B ( $\text{\AA}^2$ )
C(25)	0.874(2)	0.022(1)	0.551(1)	6.3(8)
C(26)	0.163(2)	0.023(1)	0.424(1)	5.3(7)
C(31)	0.388(2)	0.1047(7)	0.421(1)	3.2(5)
C(32)	0.435(2)	0.1387(9)	0.387(1)	4.2(6)
C(33)	0.552(2)	0.133(1)	0.380(1)	5.6(7)
C(34)	0.608(2)	0.091(1)	0.405(1)	5.5(7)
C(35)	0.560(2)	0.057(1)	0.441(2)	6.7(8)
C(36)	0.443(2)	0.0642(9)	0.449(1)	4.9(7)
C(41)	0.806(2)	0.207(1)	0.666(1)	5.1(6)
C(42)	0.897(2)	0.207(1)	0.632(1)	4.9(7)
C(43)	0.892(2)	0.179(1)	0.573(1)	6.1(8)
C(44)	0.799(2)	0.153(1)	0.545(1)	7.3(9)
C(45)	0.708(3)	0.153(1)	0.580(2)	10.32(9)
C(46)	0.714(2)	0.180(1)	0.643(2)	7.1(8)
C(51)	0.667(2)	0.2398(9)	0.244(1)	4.4(6)
C(52)	0.616(2)	0.205(1)	0.204(2)	7.7(9)
C(53)	0.498(2)	0.193(1)	0.202(2)	8.3(9)
C(54)	0.451(2)	0.219(1)	0.244(1)	8.8(8)
C(55)	0.491(2)	0.243(2)	0.782(2)	11.2(3)
C(56)	0.608(2)	0.233(1)	0.784(1)	6.7(8)
C(61)	0.866(2)	0.2058(9)	0.817(1)	4.8(6)
C(62)	0.875(2)	0.229(1)	0.882(1)	6.7(8)
C(63)	0.911(3)	0.199(1)	0.945(1)	7.9(9)
C(64)	0.938(3)	0.158(1)	0.941(1)	8.66(4)
C(65)	0.934(2)	0.136(1)	0.875(2)	9.12(1)
C(66)	0.895(2)	0.162(1)	0.809(1)	7.1(8)
C(71)	0.179(2)	1.001(1)	0.918(1)	4.5(6)
C(72)	0.840(2)	0.033(1)	0.035(1)	7.1(8)
C(73)	0.850(2)	0.018(1)	0.966(1)	8.5(9)
C(74)	0.152(2)	0.028(1)	0.048(1)	7.2(9)
C(75)	0.168(2)	0.062(1)	0.000(1)	7.2(8)
C(76)	0.182(3)	0.047(1)	0.931(1)	6.8(8)
C(81)	0.168(2)	0.0286(8)	0.776(1)	4.0(5)
C(82)	0.053(2)	0.0434(9)	0.740(1)	4.8(7)
C(83)	0.040(3)	0.0850(9)	0.703(1)	6.3(8)
C(84)	0.131(3)	0.115(1)	0.696(1)	8.94(1)
C(85)	0.244(3)	0.099(1)	0.731(2)	8.74(6)
C(86)	0.262(3)	0.057(1)	0.768(1)	7.6(9)
C(91)	0.661(2)	0.038(1)	0.159(1)	4.6(7)
C(92)	0.582(2)	0.031(1)	0.097(1)	9(1)
C(93)	0.465(2)	0.042(2)	0.094(2)	11.5(2)
C(94)	0.431(3)	0.063(1)	0.149(2)	8(1)
C(95)	0.514(2)	0.071(1)	0.214(1)	7.6(9)
C(96)	0.626(2)	0.058(1)	0.213(1)	8(1)
Cl(1)	0.509(2)	0.059(1)	0.664(1)	5.7(6)*
Cl(2)	0.733(2)	0.052(1)	0.740(2)	6.8(8)*
Cl(1)	0.603(8)	0.030(4)	0.689(5)	14.25(9)*

\* The multiplicity for these atoms is 0.5

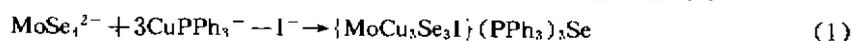
表2 重要的键长(Å)和键角(°)

Table 2 Selected Bond Lengths (Å) and Bond Angles (°)

I-Cu(1)	2.905(3)	Se(3)-Cu(1)	2.398(5)
I-Cu(2)	2.803(4)	Se(3)-Cu(3)	2.396(4)
I-Cu(3)	3.015(4)	Cu(1)-P(1)	2.202(6)
Mo-Se(1)	2.385(4)	Cu(2)-P(2)	2.219(7)
Mo-Se(2)	2.384(3)	Cu(3)-P(3)	2.217(7)
Mo-Se(3)	2.285(3)	P(1)-C(11)	1.83(2)
Mo-Cu(1)	2.769(3)	P(1)-C(21)	1.82(2)
Mo-Cu(2)	2.795(4)	P(1)-C(31)	1.85(2)
Mo-Cu(3)	2.783(4)	P(2)-C(41)	1.83(2)
Mo-O	1.73(2)	P(2)-C(51)	1.86(2)
Se(1)-Cu(2)	2.401(4)	P(2)-C(61)	1.83(2)
Se(1)-Cu(3)	2.393(4)	P(3)-C(71)	1.86(2)
Se(2)-Cu(1)	2.381(4)	P(3)-C(81)	1.80(2)
Se(2)-Cu(2)	2.413(4)	P(3)-C(91)	1.83(2)
Cu(1)-I-Cu(2)	67.1(1)	I-Cu(1)-P(1)	107.7(2)
Cu(1)-I-Cu(3)	67.17(9)	Se(2)-Cu(1)-Se(3)	107.6(1)
Cu(2)-I-Cu(3)	66.8(1)	Se(2)-Cu(1)-P(1)	121.5(2)
Se(1)-Mo-Se(2)	107.3(1)	Se(3)-Cu(1)-P(1)	114.9(2)
Se(1)-Mo-Se(3)	108.1(1)	I-Cu(2)-Se(1)	104.6(1)
Se(2)-Mo-Se(3)	108.0(2)	I-Cu(2)-Se(2)	102.9(1)
Se(1)-Mo-O	111.2(5)	I-Cu(2)-P(2)	110.0(2)
Se(2)-Mo-O	109.7(6)	Se(1)-Cu(2)-Se(2)	105.9(1)
Se(3)-Mo-O	112.4(6)	Se(1)-Cu(2)-P(2)	114.8(2)
Cu(1)-Mo-O	137.8(5)	Se(2)-Cu(2)-P(2)	117.3(2)
Cu(2)-Mo-O	138.8(6)	I-Cu(3)-Se(1)	98.7(1)
Cu(3)-Mo-O	137.9(6)	I-Cu(3)-Se(3)	98.5(1)
Mo-Se(1)-Cu(2)	71.5(2)	Se(1)-Cu(3)-Se(3)	107.5(2)
Mo-Se(1)-Cu(3)	71.3(1)	Cu(1)-P(1)-C(11)	116.6(8)
Cu(2)-Se(1)-Cu(3)	84.0(1)	Cu(1)-P(1)-C(21)	114.0(6)
Mo-Se(2)-Cu(1)	71.1(1)	Cu(1)-P(1)-C(31)	111.5(7)
Mo-Se(2)-Cu(2)	71.3(1)	Cu(2)-P(2)-C(41)	113.4(9)
Cu(1)-Se(2)-Cu(2)	82.3(1)	Cu(2)-P(2)-C(51)	114.9(8)
Mo-Se(3)-Cu(1)	70.7(1)	Cu(2)-P(2)-C(61)	114.4(9)
Mo-Se(3)-Cu(3)	71.2(1)	Cu(3)-P(3)-C(71)	112.9(8)
Cu(1)-Se(3)-Cu(3)	86.2(1)	Cu(3)-P(3)-C(81)	116.2(7)
I-Cu(1)-Se(2)	100.8(1)	Cu(3)-P(3)-C(91)	115(1)
I-Cu(1)-Se(3)	101.5(1)		

## 2 结果与讨论

当含膦配体的一价铜配合物  $\text{CuPPh}_3^-$ , 按  $\text{Mo} : \text{Cu} = 1 : 3$  的比例加入到  $\text{MoSe}_4^{2-}$  中时, 在卤离子  $\text{I}^-$  的存在下, 很容易形成较为稳定的中性立方烷类产物。其反应方程式为:



在  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{Se}$  分子结构中,  $\text{MoSe}_4^{2-}$  仍保持其四面体结构。在于三个  $\text{Cu}^+$  配位后, 形成一个端基  $\text{Mo}-\text{Se}_1$  和三个桥基  $\text{Se}_1-\text{Mo}-\text{Se}_i$ , 其中端基  $\text{Mo}-\text{Se}_1$  中  $\text{Se}$  较容易被溶剂中存在

的水所取代,而形成带氧端基 Mo-O 键的标题化合物。



化合物可溶于二氯甲烷,但微溶于二甲基甲酰胺、乙腈、四氢呋喃等有机溶剂。无论是在固体状态或在溶液中对空气都很敏感,晶体暴露在空气中几十分钟后会产生黑色的不溶物。

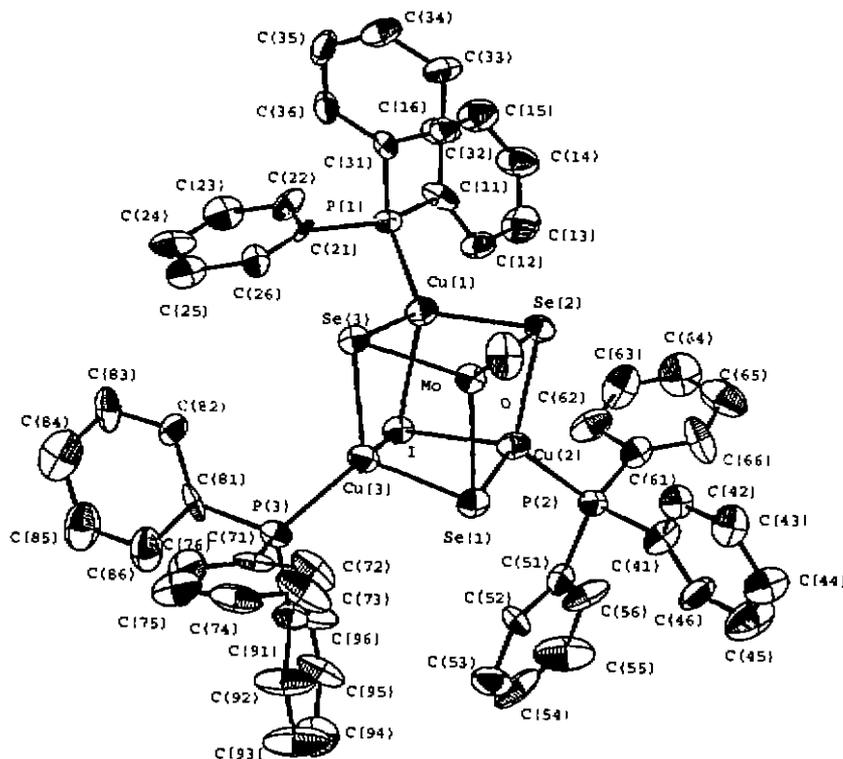


图 1 分子结构

Fig. 1 Molecule structure

标题化合物的晶体结构已经测定,每个单胞含有四个簇分子和二个二氯甲烷分子。如图 1 所示,其核心部分是由一个 Mo,三个 Cu,三个 Se 和一个 I 原子构成的立方烷核心  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}$ ,核外的每个  $\text{PPh}_3$  配体与 Cu 原子相配位,O 原子与 Mo 原子键合。由图 1 可以看出,立方烷本身是畸变的。从  $\text{Se}_6\text{-Mo-Se}_6$  的键角 ( $107.3\text{-}108.1^\circ$ ) 和  $\text{O-Mo-Se}_6$  的键角 ( $109.7\text{-}112.4^\circ$ ) 微小的变化可以看出 Mo 原子的配位仍然保持着四面体构型。如表 3 所示,标题化合物的这些特征同已经报道的 Mo-Cu-S 簇合物  $\{\text{MoCu}_3\text{S}_3\text{Cl}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O}^{[9]}$  和  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{Br}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O}^{[10]}$  具有相似的性质,从而表明 Mo-Cu-Se 簇合物和 Mo-Cu-S 簇合物的配位环境在一定情况下具有相似性<sup>[2,5]</sup>。但是,比较这三个化合物中的 Cu-X ( $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ ) 的间距(见表 3),我们发现:一方面,Cu-X 的间距随着从  $\text{Cl}^-$  到  $\text{I}^-$  的变化,其间距依次增大,这是由于卤阴离子本身半径变化的原因;而另一方面,化合物中 Cu-X 三个的间距并不完全相接近,如标题化合物三个 Cu-I 的间距为:  $2.803(4), 2.905(3), 3.015(4) \text{ \AA}$ ,这种 Cu-X 键长本身的差别说明了卤离子作为阴离子除了稳定簇合物电性平衡外,而且与三个 Cu 原子配位的不平衡使得整个

结构处于扭曲状态,这种扭曲状态的结构具有较大的动力学焓,从而使得立方烷类结构的产物能够稳定地形成。

表 3 一些相关簇合物键长和键角的比较

Table 3 Comparison of Important Structural Parameters with Some Related Cluster Compound

compound	$\{\text{MoCu}_3\text{S}_2\text{Cl}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O}$	$\{\text{MoCu}_3\text{S}_2\text{Br}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O}$	$\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\}(\text{PPh}_3)_3\text{O}$
Mo-O(Å)	1.754(11)	1.75(2)	1.73(2)
Mo-Cu(Å)	2.721(2)	2.701(4)	2.769(3)
	2.730(2)	2.700(4)	2.795(4)
	2.763(2)	2.719(4)	2.783(4)
OMo-Se(S)(°)	111.6(4)	112.9(7)	111.2(5)
	111.6(4)	112.2(6)	109.7(6)
	111.4(4)	111.4(6)	112.4(6)
Se(S)-Mo-Se(S)(°)	107.4(2)	106.9(2)	107.3(1)
	107.7(2)	106.4(2)	108.1(1)
	107.1(2)	106.7(2)	108.0(2)
Cu-X(Å)	2.457(5)	2.672(4)	2.803(4)
(X=Cl, Br, I)	2.653(5)	2.774(4)	2.905(3)
	2.744(5)	2.878(5)	3.015(4)
Ref.	[9]	[10]	this paper

分析标题化合物的红外光谱,在  $916\text{ cm}^{-1}$  处有一很强的吸收峰是 Mo-O<sub>i</sub> 伸缩振动,而 Mo-Se 键伸缩振动峰则出现在  $325.7\text{ cm}^{-1}$  处,相对于  $[\text{Et}_3\text{N}]_2\text{MoSe}_4$  中的 Mo-Se 键振动峰  $\nu=340\text{ cm}^{-1}$  [1] 发生了红移。三个 Cu-P 键的伸缩振动峰按其键长(2.202(6), 2.217(7), 2.219(7) Å) 的细微变化,依次出现在  $522.6, 505.3, 493.7\text{ cm}^{-1}$  处。Cu-Se 键的振动出现在  $285-310\text{ cm}^{-1}$  之间一组复杂的峰则很难归属,有关这一方面的工作目前正在进行之中。

## 参 考 文 献

- [1] Muller A.; Diemann E.; Josters, R.; Bogge H. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **1981**, *20*, 934.
- [2] Ansari, M. A.; Ibers, J. A. *Coord. Chem. Rev.*, **1990**, *100*, 223.
- [3] Chtistuk, C. C.; Ansari, M. A.; Ibers, J. A. *Inorg. Chem.*, **1982**, *31*, 4365.
- [4] Chtistuk, C. C.; Ansari, M. A.; Ibers, J. A. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **1992**, *31*, 1477.
- [5] Hou, H. W.; Xin, X. Q.; Shi, S.; *Coord. Chem. Rev.* **1988**, *153*, 25.
- [6] Muller, A.; Wienboker, U.; Penk, M.; *Chimia*. **1989**, *43*, 50.
- [7] 曹荣,雷新建,洪茂椿等,结构化学, **1985**, *14*(1), 33.
- [8] O'Neal, S. C.; Kolis, J. W. *J. Am. Chem. Soc.*, **1988**, *110*, 1971.
- [9] Muller, A.; Bogge, H.; Schimanski, U. *Inorg. Chim. Acta*, **1983**, *88*, 5.
- [10] 林耀昌,郑子山,刘世雄,结构化学, **1991**, *10*(3), 209.

## SYNTHESIS AND CRYSTAL STRUCTURE OF A NOVEL Mo-Cu-Se CLUSTER COMPOUND $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$

Zhang Qianfeng Hong Maochun Wu Minghui Cao Rong Liu Hanqin

*(State Key Laboratory of Structural Chemistry, Fujian Institute of Research on  
Structure of Matter, Chinese Academy of Sciences, Fuzhou, 350002)*

The new novel Mo-Cu-Se cluster compound  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}(\text{PPh}_3)_3\text{O} \cdot 0.5\text{CH}_2\text{Cl}_2$  has been synthesized by  $[\text{Et}_4\text{N}]_2\text{MoSe}_4$ ,  $\text{Cu}(\text{PPh}_3)_2\text{NO}_3$ , KI in  $\text{CH}_3\text{CN}/\text{CH}_2\text{Cl}_2(1:1)$  solvent. Its crystal is monoclinic, space group  $\text{P}2_1/c$  with unit cell parameters:  $a=11.994(2)$ ,  $b=28.358(8)$ ,  $c=19.500(3) \text{ \AA}$ ;  $\beta=102.04(1)^\circ$ ;  $V=6486.7(4) \text{ \AA}^3$ ;  $Z=4$ ;  $D_c=1.58 \text{ g/cm}^3$ ;  $F(000)=2992$ . The final  $R=0.073$  and  $R_w=0.079$  for 4057 ( $I>3.0(\sigma)$ ) observed reflections. The core  $\{\text{MoCu}_3\text{Se}_3\text{I}\}$  of the title compound is a distorted cubic configuration. The average values of Mo-Cu and Mo-Se bond length are 2.782 and 2.385  $\text{ \AA}$ , respectively. The Cu-I bond lengths vary from 2.803(4) to 3.015(4)  $\text{ \AA}$ .

**Keywords:** Mo-Cu-Se cluster compound synthesis crystal structure