

100 JAHRE

# Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie

Gegründet 1892

## Redaktion

G. Fritz  
Karlsruhe

W. Hanke  
Berlin

R. Hoppe  
Gießen

Band 617

11/92

ZAACAB 617, 1-180 (1992)

ISSN 0044-2313  
Z. anorg. allg. Chem.  
2 E 8704 E



Johann Ambrosius Barth Leipzig · Berlin · Heidelberg

# Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie

Band 617 November 1992 S. 1—180

## Inhalt

- M. Ruck, A. Simon (Stuttgart):  $\text{Ln}_2\text{XCH}_y$ : Kondensierte Cluster mit zwei verschiedenen interstitiellen Atomen . 7
- G. Tams, Hk. Müller-Buschbaum (Kiel): Das erste Alkali-Erdalkali-Oxocuprat(II, III):  $\text{NaBa}_2\text{Cu}_2^{2+}\text{Cu}^{3+}\text{O}_6$  . . . . 19
- A. Tomaszewska, Hk. Müller-Buschbaum (Kiel): Ein neues Erdalkalimetall-Oxoplatinat-Cuprat  $\text{Ca}_{3,5}\text{Cu}_{0,5}\text{PtO}_6$  . 23
- J. Weinreich, Hk. Müller-Buschbaum (Kiel): Zur Kenntnis eines Oxoargentato(I)-aurats(III):  $\text{Ba}_4\text{AgAuO}_6$  . . . . . 27
- M. Baudler, H. Tschäbunin (Köln): Beiträge zur Chemie des Phosphors. 224. Zur Thermolyse von 1,2-Di-*tert*-butyldiphosphan, 1,2,3-Tri-*tert*-butyltriphosphan und Tetra-*tert*-butylcyclotetraphosphan . . . . . 31
- D. Fischer, R. Hoppe (Gießen): Über „Gemischt-Koordinierte“ einkernige Anionen. 2. Ein Oxoruthenat(VI) neuen Typs:  $\text{CsK}_5\text{Ru}_2\text{O}_9 = \text{CsK}_5[\text{RuO}_5][\text{RuO}_4]$  . . . . . 37
- G. Wehrum, R. Hoppe (Gießen): Oxometallate neuen Typs: Über  $\text{Ba}_3\text{NaNbO}_6$  und  $\text{Ba}_3\text{NaTaO}_6$  . . . . . 45
- D. Lentz, R. Marschall (Berlin): Cycloadditionsreaktionen von Trifluormethylisocyanid an Diphosphene. Synthese und Struktur des neuartigen 2-Phosphiniden-1,3-azaphospholidins  
 $\text{Mes}^*\text{P}=\overline{\text{C}-\text{N}(\text{CF}_3)-\text{C}(\text{NCF}_3)-\text{C}(\text{NCF}_3)-\text{P}\text{Mes}^*}$  . . . . . 53
- O. Mundt, G. Becker, H. Stadelmann, H. Thurn (Stuttgart): Element—Element-Bindungen. VII. Intermolekulare Wechselwirkungen bei Dihalogen(phenyl)stibanen . . . . . 59
- R. Egle, W. Klinkhammer, A. Schmidt (Stuttgart): Dimethyldithiocarbatostibane . . . . . 72
- T. F. Krüger, Hk. Müller-Buschbaum (Kiel): Ein Beitrag zur Kristallstruktur von  $\text{CuSmMo}_2\text{O}_8$  und  $\text{CuGdMo}_2\text{O}_8$  79
- Hk. Müller-Buschbaum, F. D. Martin (Kiel): Synthese und Kristallstruktur von  $\text{Ba}_{4,5}\text{Ca}_{1,5}\text{La}_2\text{Fe}_4\text{O}_{15}$ ,  $\text{Ba}_5\text{CaEu}_2\text{Fe}_4\text{O}_{15}$  und  $\text{Ba}_5\text{CaNd}_2\text{Co}_4\text{O}_{15}$  . . . . . 84
- K. Rosenbaum, L. Beyer, R. Richter, E. Hoyer (Leipzig): 3-Diethylamino-5-phenyl-1,2,4-diselenazolium-tetrachloronicolat(II) — Synthese und Struktur . . . . . 89
- H. Burger, K. Hensen, P. Pickel (Frankfurt/M.): Kristallstrukturbestimmung von N-Trimethylsilyl-N'-methyimidazoliumbromid . . . . . 93
- R. Hübener, U. Abram (Tübingen): Die Kristallstruktur von Tetraphenylarsonium-tetrabromooxotechnetat(V),  $(\text{Ph}_4\text{As})\text{TcOBr}_4$  . . . . . 96
- R. Kriegel, A. Simon, L. Walz, H.-J. Mattausch, A. Feltz (Jena, Ulm, Stuttgart): Über die Verbindung  $\text{Sr}_7\text{Mn}_4\text{O}_{15}$  und Beziehungen zur Struktur von  $\text{Sr}_2\text{MnO}_4$  und  $\alpha\text{-SrMnO}_3$  . . . . . 99

- M. Czjzek, H. Fuess, I. Pabst (Darmstadt): Crystal Structure and Magnetic Properties of Tetra(monomethylammonium) Hexachloroytterbatochloride  $(\text{CH}_3\text{NH}_3)_4\text{YbCl}_7$  ..... 105
- E. Fritsch, K. Polborn, K. Sünkel, H. Köhler †, L. Jäger, W. Beck (München, Halle/S.): Pseudohalogeno-Metallverbindungen. LXXV. Pentacarbonylrhenium- und Triphenylphosphangold-Komplexe mit Pseudohalogeniden:  $(\text{OC})_5\text{ReX}$ ,  $\text{Ph}_3\text{PAuX}$  ( $\text{X} = \text{ONC}(\text{CN})_2$ ,  $o\text{-MeC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{C}(\text{CN})_2$ ,  $o\text{-MeC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NCN}$ ,  $\text{Ph}_2(\text{S})\text{PNCN}$ ) .. 110
- L. Jäger, A. Kolbe, K. Polborn, W. Beck, M. Hvastijova (Halle/S., München, Bratislava/ČSFR): Pseudoelementverbindungen. I. Zum Koordinationsverhalten von Diphenylcyanamido-thiophosphinat ..... 117
- L. Jäger, H.-D. Schädler, U. Grobe, V. I. Nefedov, H. Köhler † (Halle/S., Moskau/Rußland): Pseudoelementverbindungen. II. Quantenchemische Untersuchungen an pseudoelementmodifizierten Nitrit-Ionen  $[\text{EO}_{2-n}\text{Y}_n]^-$  ( $\text{E} = \text{N}$ ,  $\text{C}(\text{CN})$ ;  $\text{Y} = \text{C}(\text{CN})_2$ ) ..... 123
- A. Leclaire, J. Chardon, M. M. Borel, A. Grandin, B. Raveau (Caen/France): A New Molybdenum(III) Phosphate:  $\text{BaMo}_2\text{P}_4\text{O}_{14}$  Isotypic with  $\text{BaM}_2\text{P}_4\text{O}_{14}$  ( $\text{M} = \text{Ti}^{\text{III}}$ ,  $\text{V}^{\text{III}}$ ) ..... 127
- P. Rittner, H. Oppermann (Dresden): Zur Calorimetrie der Bismutoxidhalogenide. III. Bismutoxidiodide ..... 131
- R. Minkwitz, W. Meckstroth, H. Preut (Dortmund): Darstellung der Dichlormethyleniminium-Salze  $\text{Cl}_2\text{C}=\text{NCIH}^+\text{MF}_6^-$  und  $\text{Cl}_2\text{C}=\text{NClCH}_3^+\text{MF}_6^-$  ( $\text{M} = \text{As}$ ,  $\text{Sb}$ ) und Kristallstruktur von Dichlormethyleniminiumhexachloroantimonat  $\text{Cl}_2\text{C}=\text{NH}_2^+\text{SbCl}_6^-$  ..... 136
- R. Minkwitz, W. Meckstroth (Dortmund): Darstellung der Halogenitrilium-Salze  $\text{XCNH}^+\text{MF}_6^-$  ( $\text{X} = \text{Cl}$ ,  $\text{Br}$ ,  $\text{I}$ ;  $\text{M} = \text{As}$ ,  $\text{Sb}$ ) und der Trifluoracetonitrilium-Salze  $\text{CF}_3\text{CNH}^+\text{MF}_6^-$  ..... 143
- L. Riesel, R. Helbing (Berlin): Darstellung und oxidative Derivatisierung von Dialkylthiophosphiten ..... 148
- A. Brückner, R. Lück, U. Calov, N. Steinfeldt (Berlin): Thermisch induzierte Bewegungsvorgänge in kristallinen Guanidiniumhexafluorometallaten,  $(\text{C}(\text{NH}_2)_3)_3\text{MF}_6$  ( $\text{M} = \text{Al}$ ,  $\text{Ga}$ ,  $\text{In}$ ) — eine in situ ESR-Untersuchung . 155
- R. Kaplonek, G. Fechtel, U. Baumeister, H. Hartung (Halle/S.): Kristallstrukturen und spektroskopische Untersuchungen ternärer  $\text{Cu}^{\text{II}}$ -Komplexe mit bicyclischen Dicarbonsäuren und N,N-Donor-Liganden ..... 161
- D. Heidemann, C. Hübner, W. Schwieger, P. Grabner, K.-H. Bergk, P. Sarv (Berlin, Halle/S., Tallinn/Estland):  $^{29}\text{Si}$ - und  $^{23}\text{Na}$ -Festkörper-MAS-NMR-Untersuchungen an Modifikationen des  $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  ..... 169

**Pseudohalogeno-Metallverbindungen. LXXV [1]****Pentacarbonylrhenium- und Triphenylphosphangold-Komplexe mit Pseudohalogeniden:  $(OC)_5ReX$ ,  $Ph_3PAuX$  ( $X = ONC(CN)_2$ ,  $o-MeC_6H_4SO_2C(CN)_2$ ,  $o-MeC_6H_4SO_2NCN$ ,  $Ph_2(S)PNCN$ )**

E. Fritsch, K. Polborn, K. Sünkel und W. Beck\*

München, Institut für Anorganische Chemie der Ludwig-Maximilians-Universität

H. Köhler† und L. Jäger

Halle/Saale, Sektion Chemie der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

Bei der Redaktion eingegangen am 6. Februar 1992.

**Inhaltsübersicht.** Die Pseudohalogenide ( $X^-$ ) Nitrosodicyanmethanid, o-Tosyldicyanmethanid, o-Tosylcyanamid und Diphenylthiophosphinylcyanamid setzen sich mit den „Metallorganischen Lewis-Säuren“  $(OC)_5Re^+$  (als  $(OC)_5ReFBF_3$ ) und  $Ph_3PAu^+$  (als  $Ph_3PAuNO_3$ ) zu den neutralen Titel-Komplexen  $(OC)_5Re-X$  bzw.  $Ph_3PAu-X$  um. Nach der Röntgenstrukturanalyse sind Nitrosodicyanmethanid über das Nitroso-N-Atom an

das  $Re(CO)_5$ -Fragment, o-Tosyl-dicyanmethanid und o-Tosyl-cyanamid über ein Cyanid-N-Atom an die  $Ph_3PAu$ - bzw.  $(CO)_5Re$ -Gruppe gebunden.

Diphenylthiophosphinylcyanamid ist dagegen über das Schwefel-Atom an das Gold-Atom koordiniert. Die spektroskopischen Daten (IR, NMR) von **1–6** werden beschrieben.

**Pseudohalogeno Metal Compounds. LXXV.****Pentacarbonylrhenium and Triphenylphosphinegold Complexes of Pseudohalide Anions:  $(OC)_5ReX$ ,  $Ph_3PAuX$  ( $X = ONC(CN)_2$ ,  $o-MeC_6H_4SO_2C(CN)_2$ ,  $o-MeC_6H_4SO_2NCN$ ,  $Ph_2(S)PNCN$ )**

**Abstract.** The pseudohalides ( $X^-$ ) nitrosodicyanmethanide, o-tosyldicyanmethanide, o-tosylcyanamide and diphenylthiophosphinylcyanamide react with the Organometallic Lewis Acids  $(OC)_5Re^+$  (as  $(OC)_5ReFBF_3$ ) and  $Ph_3PAu^+$  (as  $Ph_3PAuNO_3$ ) to give the neutral title complexes  $(OC)_5Re-X$  and  $Ph_3PAu-X$ , respectively. X-ray diffraction shows that nitroso-dicyanmethanide is coordinated through the nitroso N-atom to the  $Re(CO)_5$  fragment. Cyanide-N-coordination is observed for the com-

plexes with o-tosyldicyanmethanide and o-tosylcyanamide whereas diphenylthiophosphinylcyanamide is S-coordinated to the gold atom. Spectroscopic data (IR, NMR) of **1–6** are described.

**Key words:** Pentacarbonylrhenium Complexes; Nitrosodicyanmethanide; o-Tosyldicyanmethanide; o-Tosylcyanamide; Diphenylthiophosphorylcyanamide

**Einleitung**

Das Pseudochalkogen-Konzept [2] wurde von Köhler eingeführt und hat zu einer systematischen Betrachtung zahlreicher Anionen geführt. Pseudochalkogenide [3] sind eng mit Pseudohalogeniden verbunden. Durch (for-

male) Substitution von  $O^{2-}$  durch die Pseudochalkogenide  $C(CN)_2^{2-}$  und  $NCN^{2-}$  in Nitrit, Sulfonat und Thiophosphinat entstehen gemischte Chalkogeno-Pseudochalkogeno-Anionen (vgl. Tab. 1). Nitrosodicyanmethanid, Sulfonylcyanamid bzw. -dicyanmethanid sowie

Phosphinylcyanamid können dabei, wie auch Tricyanmethanid und Dicyanamid als ambidente Pseudohalogenide des allgemeinen Typs  $[\text{C}(\text{CN})_2\text{X}]^-$  und  $[\text{N}(\text{CN})\text{X}]^-$  ( $\text{X} = \text{CN}, \text{NO}$ , allgemein ein elektronegativer, zur Mesomeriebeitteilung befähigter Substituent) betrachtet werden.

**Tabelle 1** Pseudochalkogeno-Anionen

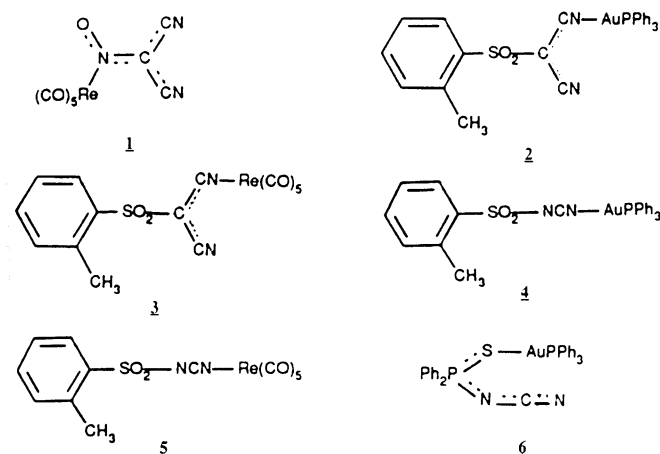
O	NCN	C(CN) <sub>2</sub>
NCO <sup>-</sup>	NCNCN <sup>-</sup>	NCC(CN) <sub>2</sub> <sup>-</sup>
ONO <sup>-</sup>		ONC(CN) <sub>2</sub> <sup>-</sup>
RO <sub>2</sub> SO <sup>-</sup>	Ro <sub>2</sub> SNCN <sup>-</sup>	RO <sub>2</sub> SC(CN) <sub>2</sub> <sup>-</sup>
Ph <sub>2</sub> P(S)O <sup>-</sup>	Ph <sub>2</sub> P(S)NCN <sup>-</sup>	

Die elektronisch und koordinativ ungesättigte metallorganische Lewis-Säure [4]  $(\text{OC})_5\text{Re}^+$  (als  $(\text{OC})_5\text{ReFBF}_3$ ) hat sich als sehr nützliche Sonde für das Koordinationsverhalten ambivalenter Liganden erwiesen. Pentacarbonylrhenium-Komplexe  $(\text{OC})_5\text{Re}-\text{X}$  wurden mit zahlreichen Pseudohalogeniden und anderen einfachen Anionen beschrieben ( $\text{X}^- = \text{Halogenid}, \text{CN}^-, \text{SCN}^-, \text{SeCN}^-, \text{NO}_2^-, \text{NO}_3^-, \text{O}_2\text{CH}^-, \text{C}(\text{CN})_3^-, \text{N}(\text{CN})_2^-, \text{H}_2\text{PO}_4^-, 1/2 \text{SO}_4^{2-}$ ) [5–7]. Durch Röntgenstrukturanalyse wurde die Koordination von Tricyanmethanid und Dicyanamid über ein Cyanid-N-Atom bewiesen [6]. Ebenso ist eine Reihe von Komplexen  $\text{Ph}_3\text{PAuX}$  mit Monoanionen bekannt [8].

Im folgenden berichten wir über die Darstellung und die Struktur von  $(\text{OC})_5\text{Re}$ - und  $\text{Ph}_3\text{PAu}$ -Verbindungen mit den in Tab. 1 aufgeführten Pseudohalogeniden.

### Ergebnisse und Diskussion

Durch Umsetzung von  $(\text{OC})_5\text{ReFBF}_3$  bzw.  $[(\text{OC})_5\text{ReOH}_2]^+\text{BF}_4^-$  und  $\text{Ph}_3\text{PAuNO}_3$  mit Pseudochalkogenonitrit, -sulfonat und -thiophosphinat sind die Komplexe 1–6 zugänglich.



Die Koordinationsstelle dieser Liganden ist im allgemeinen bereits aus den IR-Spektren (siehe experimentellen Teil) zu entnehmen. Charakteristisch für die Bin-

dung der  $\text{Re}(\text{CO})_5$ -Gruppe an Nitrosodicyanmethanid über das Nitroso-N-Atom ist die Verschiebung der  $\nu_{\text{s}}\text{CNO}$ - und  $\nu_{\text{as}}\text{CNO}$ -Absorptionen zu größeren Wellenzahlen gegenüber dem freien  $\text{ONC}(\text{CN})_2^-$ -Ion (vgl. experimenteller Teil).

Köhler und Mitarb. fanden bei 3d-Metall-Ionen stets diese Koordination [2, 9]. Für 2 und 3 ist aus der Verschiebung der  $\nu\text{CN}$ -Banden nach größeren Wellenzahlen auf Koordination über das Cyano-N-Atom zu schließen. Die unterschiedlichen CN-Gruppen in 2 und 3 sind durch zwei Signale im  $^{14}\text{N}$ -NMR-Spektrum zu erkennen. Weniger charakteristisch für die Unterscheidung zwischen Carbodiimid- oder Cyanamid-Struktur sind die IR-Banden von 4 und 5. Im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum von 4 kann ein breites Signal bei 122,6 ppm dem Carbodiimid-C-Atom zugeordnet werden. Diese Verschiebung ist fast identisch mit der des analog gebauten  $\text{Me}_3\text{Sn}$ -Derivates [10].

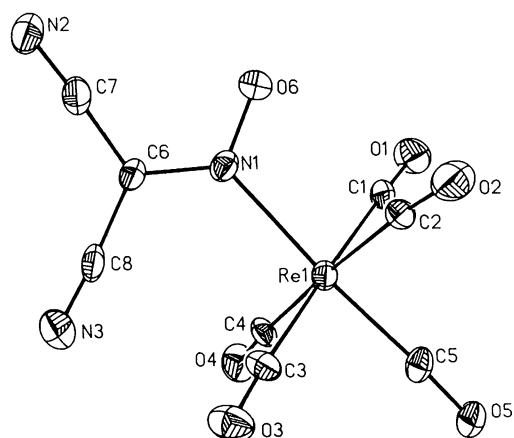
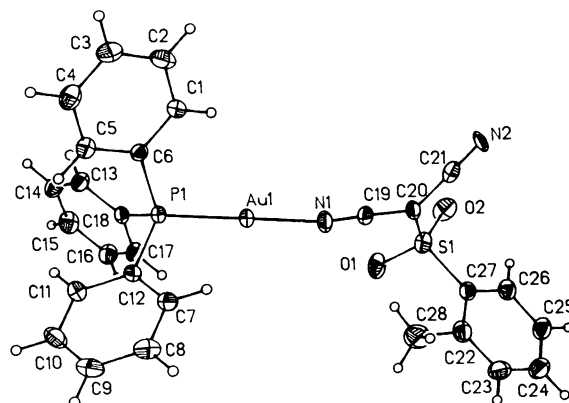
### Röntgenstrukturanalysen von 1, 2, 5 und 6

Die kristallographischen Daten sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Tabellen 3–6 enthalten die Atomparameter sowie ausgewählte Bindungsabstände und -winkel. Der Nitrosodicyanmethanid-Ligand ist über das N-Atom der Nitrosyl-Gruppe an das Rhenium-Atom gebunden, dabei liegt die Projektion des planaren Liganden auf die äquatoriale Ebene der vier cis-ständigen Carbonyl-Liganden ziemlich genau auf der Winkelhalbierenden des  $\text{Re}-\text{C}3-\text{C}4$ -Fragments. Im Rahmen der Standardabweichungen sind die Abstände des Rhenium-Atoms zu den vier cis-ständigen Carbonyl-C-Atomen mit durchschnittlich 200 pm einander gleich, während die Bindung zum trans-ständigen CO-Liganden mit 194(1) pm deutlich verkürzt ist, entsprechend einem stärkeren Donorvermögen des  $\text{ONC}(\text{CN})_2$ -Liganden im Vergleich zum CO-Liganden. Aufgrund der relativ hohen Standardabweichungen lassen sich über die übrigen Bindungslängen, die von denen in dem Kaliumsalz  $\text{KONC}(\text{CN})_2$  [11] kaum abweichen, keine vergleichenden Aussagen treffen. Die Winkel am Rhenium entsprechen den Erwartungen an einen oktaedrischen Komplex; auffällig sind die leicht verkleinerten Winkel zwischen dem trans-ständigen CO-Liganden und den beiden CO-Liganden, die dem  $\text{ONC}(\text{CN})_2$ -Liganden am nächsten kommen ( $87,7(4)^\circ$  bzw.  $87,5(4)^\circ$ ). Die Winkelsumme am Nitrosyl-Stickstoff-Atom N1 beträgt  $360,1^\circ$  entsprechend einer völlig planaren Umgebung. Offensichtlich wegen sterischer Hinderung der Nitrilgruppe  $\text{C}8-\text{N}3$  mit den Carbonylgruppen  $\text{C}4-\text{O}4$  und  $\text{C}3-\text{O}3$  ist der Winkel  $\text{Re}1-\text{N}1-\text{C}6$  mit  $127,2(7)^\circ$  gegenüber den anderen beiden Winkeln am N1-Atom besonders aufgeweitet. Auch das zentrale Kohlenstoffatom des  $\text{ONC}(\text{CN})_2$ -Liganden weist eine völlig planare Umgebung auf (Winkelsumme  $359,9^\circ$ ).

Bisher wurden die Metallverbindungen  $\text{AgONC}(\text{CN})_2$  [12] und  $\text{Nd}[\text{ONC}(\text{CN})_2] \cdot 4\text{OP}(\text{NMe}_2)_3$  [13] röntgenographisch charakterisiert.

**Tabelle 2** Kristalldaten und Parameter der Strukturbestimmung [19]

	1	2	6
Formel	C <sub>8</sub> N <sub>3</sub> O <sub>6</sub> Re	C <sub>28</sub> H <sub>22</sub> AuN <sub>2</sub> O <sub>2</sub> PS	C <sub>31</sub> H <sub>25</sub> AuN <sub>2</sub> P <sub>2</sub> S
Molmasse	420,3	678,5	716,5
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	P2 <sub>1</sub> /c	P2 <sub>1</sub> /n	P2 <sub>1</sub> /n
Gitterkonstanten			
a [pm]	724,1(2)	1 408,9(3)	1 053,8(3)
b	1 210,9(2)	1 246,6(3)	2 153,6(5)
c	1 301,6(3)	1 567,4(4)	1 293,0(3)
β [°]	94,46(2)	112,18(2)	104,80(2)
Zellvolumen [nm <sup>3</sup> ]	1,1313(9)	2,5492(4)	2,8373(5)
Z	4	4	4
Ber. Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	2,47	1,77	1,68
Meßtemperatur [K]	291	294	294
Strahlung	MoKα	MoKα	MoKα
μ [mm <sup>-1</sup> ]	10,909	59,28	53,79
F(000)	768	1 320	1 400
Kristallgröße [mm]	0,11×0,13×0,22	0,13×0,27×0,6	0,17×0,30×0,53
Diffraktometer	Syntex R3	Enraf-Nonius CAD4	Enraf-Nonius CAD4
Meßmethode	ω-Scan	ω-Scan	ω-Scan
Meßbereich 2θ	2–40°	4–46°	4–46°
Oktant	+h ±k ±l	±h +k +l	±h +k +l
gemessene Reflexe	2356	3 880	5 653
symmetrieunabhängige R.	1 062	3 437	3 828
davon beobachtet	965 (I ≥ 2σ(I))	3 217 (I ≥ 2σ(I))	3 557 (I ≥ 2σ(I))
Strukturlösung	Patterson	Patterson	Patterson
Verfeinerung	full-matrix	full-matrix	full-matrix
H-Atomlagen	–	berechnet („riding model“)	berechnet („riding model“)
Verfeinerte Parameter	163	316	334
Gewichtsschema	[σ <sup>2</sup> (F) + 0,0003(F) <sup>2</sup> ] <sup>-1</sup>	[σ <sup>2</sup> (F)] <sup>-1</sup>	[σ <sup>2</sup> (F)] <sup>-1</sup>
Absorptionskorrektur	Psi-Scan, 5 Reflexe	Psi-Scan, 6 Reflexe	Psi-Scan, 8 Reflexe
T <sub>min</sub> , T <sub>max</sub>	0,0939–0,1108	(T <sub>min</sub> = 0,826 T <sub>max</sub> )	(T <sub>min</sub> = 0,743 T <sub>max</sub> )
Gütefaktoren R; R <sub>w</sub>	2,65%; 2,54%	2,16%; 2,26%	2,04%; 2,11%
max. Restelektronendichte	0,76×10 <sup>-6</sup> e/pm <sup>3</sup>	0,54×10 <sup>-6</sup> e/pm <sup>3</sup>	0,47×10 <sup>-6</sup> e/pm <sup>3</sup>

**Abb. 1** Struktur von **1** im Kristall. Die thermischen Ellipsoide entsprechen 20% Aufenthaltswahrscheinlichkeit**Abb. 2** Struktur von **2** im Kristall. Die thermischen Ellipsoide entsprechen 20% Aufenthaltswahrscheinlichkeit

**Tabelle 3** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) in **1** (Standardabweichungen in Klammern)

Atom	x	y	z	U(eq) <sup>a)</sup>
Re(1)	2630(1)	2016(1)	1313(1)	43(1)
C(1)	846(15)	1477(8)	143(8)	55(4)
O(1)	-157(11)	1160(7)	-479(6)	86(3)
C(2)	4739(15)	1529(8)	524(7)	51(4)
O(2)	5927(11)	1188(7)	109(6)	84(3)
C(3)	4415(14)	2515(9)	2459(8)	52(4)
O(3)	5430(10)	2730(7)	3118(6)	78(3)
C(4)	491(14)	2425(9)	2123(7)	51(4)
O(4)	-716(11)	2575(7)	2585(6)	82(3)
C(5)	2621(12)	587(10)	1979(9)	54(4)
O(5)	2622(10)	-223(7)	2420(6)	73(3)
N(1)	2617(10)	3568(7)	448(7)	50(3)
O(6)	2621(10)	3475(6)	-518(6)	71(3)
C(6)	2564(12)	4603(8)	833(8)	49(4)
C(7)	2430(14)	5516(11)	160(9)	64(5)
N(2)	2378(15)	6297(9)	-346(9)	92(5)
C(8)	2503(14)	4759(8)	1921(11)	60(5)
N(3)	2478(15)	4950(10)	2745(10)	91(5)

<sup>a)</sup> äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$  Tensors

In **2** ist das Goldatom linear von einem P-Atom und einem N-Atom des Tosyldicyanmethanid-Liganden umgeben (Abb. 2). Die Bindung an dem koordinierten N-Atom ist hingegen leicht gewinkelt ( $166,3(3)^\circ$ ), die an dem benachbarten Cyanid-C-Atom (C19) wieder linear. Die Winkelsumme am zentralen C-Atom (C20) der Tosyldicyanmethanid-Einheit beträgt  $359,5^\circ$  entsprechend einer planaren Struktur. Die Bindung von diesem Atom zu der koordinierten Cyanogruppe ist mit  $137,3(7)$  pm deutlich kürzer als die zu der unkoordinierten CN-Gruppe C21—N2 ( $145,0(8)$  pm). Umgekehrt ist die C—N-Bindungslänge in der koordinierten Gruppe um etwa 4 pm länger als in der unkoordinierten Gruppe. Dies entspricht einem partiellen Doppelbindungsanteil entsprechend  $\text{Au—N=C=C}[\text{CN}](\text{Ts})$ .

Die Qualität der Kristalle von **5** war für eine gute Verfeinerung der Struktur nicht ausreichend. Dennoch kann die Struktur von **5** als Carbodiimid-Derivat eindeutig erkannt werden (Abb. 3).

Gold(I) bildet zahlreiche Komplexe mit Schwefel-haltigen Liganden [8]. Es überrascht daher nicht, daß in **6** das Schwefelatom als Donor bevorzugt wird. Der Winkel am Au-Atom in **6** weicht mit  $175^\circ$  nur geringfügig von der Linearität ab. Von den Winkeln am zentralen P-Atom des  $\text{Ph}_2\text{P}(\text{S})(\text{NCN})$ -Liganden ist nur der zwischen Schwefel und Stickstoff mit ca.  $117^\circ$  signifikant von dem „idealen“ Tetraederwinkel verschieden. Die Cyanamid-Gruppierung ist nahezu linear (ca.  $177^\circ$ ), der Winkel zum Phosphor-Atom beträgt etwa  $123^\circ$  und entspricht damit dem erwarteten Wert. Die Bindung des mittleren

**Tabelle 4** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) in **2** (Standardabweichungen in Klammern)

Atom	x	y	z	U(eq) <sup>a)</sup>
Au(1)	3717(1)	679(1)	2332(1)	50(1)
P(1)	2294(1)	1475(1)	2322(1)	45(1)
C(1)	1946(3)	2074(4)	525(3)	57(2)
C(2)	1511(4)	2692(4)	-253(3)	75(3)
C(3)	790(4)	3455(5)	-303(3)	72(2)
C(4)	515(4)	3606(4)	436(4)	70(2)
C(5)	947(3)	3014(4)	1228(3)	57(2)
C(6)	1670(3)	2240(3)	1273(3)	43(2)
C(7)	3474(3)	2916(4)	3625(3)	57(2)
C(8)	3654(4)	3671(4)	4309(3)	74(3)
C(9)	2916(5)	3909(4)	4644(3)	74(3)
C(10)	1982(4)	3406(4)	4287(3)	73(3)
C(11)	1783(4)	2657(4)	3598(3)	60(2)
C(12)	2538(3)	2413(3)	3259(3)	47(2)
C(13)	343(3)	581(4)	1884(3)	58(2)
C(14)	-335(3)	-125(4)	2023(3)	71(2)
C(15)	19(4)	-865(4)	2714(4)	74(3)
C(16)	1041(4)	-937(4)	3261(3)	67(2)
C(17)	1715(3)	-229(4)	3128(3)	57(2)
C(18)	1374(3)	537(3)	2427(3)	44(2)
S(1)	6733(1)	-2314(1)	2753(1)	65(1)
O(1)	6064(3)	-2398(3)	3250(3)	90(2)
O(2)	6775(3)	-3166(3)	2149(3)	93(2)
N(1)	5018(3)	-16(3)	2346(3)	63(2)
N(2)	7020(4)	-780(4)	816(3)	61(2)
C(19)	5622(3)	-540(4)	2222(3)	53(2)
C(20)	6370(3)	-1157(4)	2104(3)	52(2)
C(21)	6742(3)	-939(4)	1376(4)	60(2)
C(22)	8278(4)	-1343(4)	4229(4)	70(2)
C(23)	9279(4)	-1338(5)	4876(3)	79(3)
C(24)	9975(4)	-2111(5)	4886(4)	82(3)
C(25)	9683(4)	-2904(5)	4244(4)	78(3)
C(26)	8695(4)	-2935(4)	3573(3)	66(2)
C(27)	7997(3)	-2148(4)	3573(3)	54(2)
C(28)	7565(5)	-480(5)	4282(4)	113(4)

<sup>a)</sup> äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$  Tensors

C-Atoms zum endständigen Stickstoff ist um etwa 12 pm kürzer als die zum P-gebundenen Stickstoff, während in dem eben erwähnten Zinn-Komplex diese Differenz etwa 10 pm beträgt. Die P—S-Bindung ist mit  $202,4(2)$  pm hingegen deutlich länger als in dem N-gebundenen Zinn-Derivat  $\text{Ph}_2(\text{S})\text{PNCNSnMe}_3$ . Ansonsten sind die Unterschiede in den Bindungsparametern trotz verschiedener Koordinationsweise überraschend gering [10].

### Experimenteller Teil

Die Ausgangsverbindungen  $(\text{OC})_5\text{ReFBF}_3$  [14],  $\text{Ph}_3\text{PAuNO}_3$  [15],  $\text{K}[\text{ONC}(\text{CN})_2]$  [16],  $\text{Na}[\text{o-TosC}(\text{CN})_2]$  [17],  $\text{Na}[\text{o-TosNCN}]$  [17] und  $\text{Na}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{S})\text{NCN}]$  [18] wurden nach Literaturangaben dargestellt.

**Tabelle 5** Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) in **6** (Standardabweichungen in Klammern)

Atom	x	y	z	U(eq) <sup>a)</sup>
Au(1)	948(1)	598(1)	2 133(1)	49(1)
S(1)	-513(1)	643(1)	3 198(1)	53(1)
P(1)	329(1)	1 369(1)	4 113(1)	47(1)
N(1)	310(4)	2 023(2)	3 525(3)	61(1)
N(2)	713(6)	2 158(2)	1 782(4)	116(3)
C(1)	-797(4)	1 006(2)	5 715(4)	60(2)
C(2)	-1 483(4)	1 098(2)	6 467(4)	73(2)
C(3)	-1 940(5)	1 663(3)	6 628(4)	75(2)
C(4)	-1 691(5)	2 158(3)	6 046(4)	88(3)
C(5)	-1 012(5)	2 075(2)	5 273(4)	73(2)
C(6)	-573(4)	1 491(2)	5 103(3)	48(1)
C(7)	2 375(4)	551(2)	5 021(4)	66(2)
C(8)	3 649(5)	412(3)	5 565(4)	83(2)
C(9)	4 535(5)	876(3)	5 921(4)	88(3)
C(10)	4 168(5)	1 472(3)	5 776(4)	86(2)
C(11)	2 897(5)	1 621(2)	5 222(4)	73(2)
C(12)	1 985(4)	1 161(2)	4 835(3)	50(2)
C(13)	538(5)	2 080(2)	2 614(4)	67(2)
P(2)	2 464(1)	492(1)	1 191(1)	49(1)
C(14)	4 056(4)	-568(2)	1 376(4)	62(2)
C(15)	4 241(5)	-1 203(2)	1 254(4)	75(2)
C(16)	3 219(5)	-1 572(2)	786(4)	73(2)
C(17)	1 975(5)	-1 330(2)	427(4)	77(2)
C(18)	1 781(4)	-705(2)	570(4)	67(2)
C(19)	2 823(4)	-319(2)	1 033(3)	50(2)
C(20)	2 323(4)	513(2)	-995(4)	64(2)
C(21)	2 115(5)	827(3)	-1 966(4)	82(2)
C(22)	1 678(5)	1 421(3)	-2 069(5)	81(2)
C(23)	1 393(5)	1 707(2)	-1 219(5)	83(2)
C(24)	1 564(4)	1 414(2)	-260(4)	64(2)
C(25)	2 061(4)	816(2)	-138(3)	49(2)
C(26)	4 934(4)	982(2)	1 294(4)	77(2)
C(27)	6 084(5)	1 277(3)	1 798(5)	89(3)
C(28)	6 292(5)	1 479(3)	2 826(4)	78(2)
C(29)	5 395(5)	1 367(2)	3 374(4)	82(2)
C(30)	4 254(4)	1 057(2)	2 889(4)	69(2)
C(31)	3 995(4)	874(2)	1 845(3)	51(2)

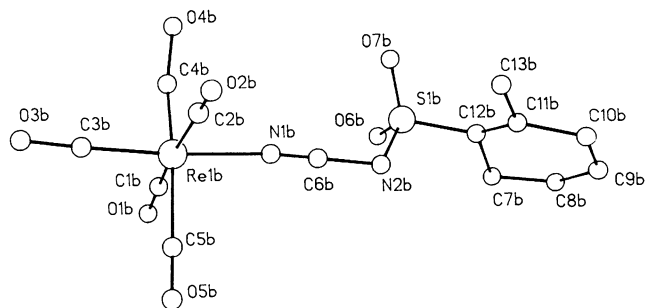
<sup>a)</sup> äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$  Tensors

#### Darstellung der Verbindungen 1–6

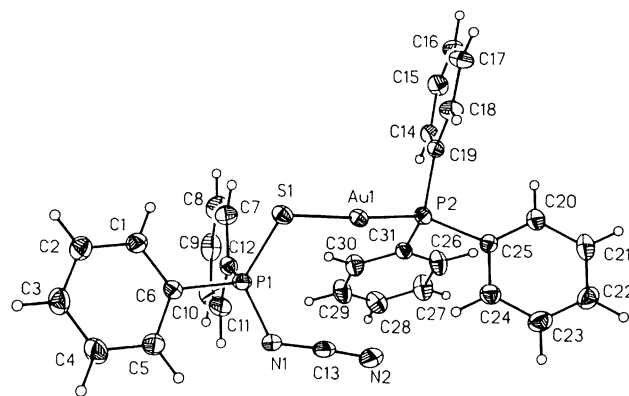
**[Re(CO)<sub>5</sub>]N(O)C(CN)<sub>2</sub> (1):** Eine Lösung von 130 mg (CO)<sub>5</sub>ReBF<sub>3</sub> (314 μmol) in 5 ml dest. Wasser wird mit einer Lösung von 42 mg Kalium-nitrosodicyanmethanid (318 μmol) in 2 ml Wasser versetzt. Nach einiger Zeit beginnt ein gelber Niederschlag auszufallen. Die Suspension wird 6 h weitergerührt, anschließend abzentrifugiert, zweimal mit Wasser gewaschen und der Rückstand im Hochvak. getrocknet.

Ausbeute: 117 mg (89%). — IR (cm<sup>-1</sup>, in Nujol): 2221 s, 2207 m (νCN), 2167 m, 2062 sh, 2043 vs, 2022 s, 1992 sh, 1925 m, sh (νCO), 1366 s (ν<sub>as</sub>NCO), 1311 s (ν<sub>s</sub>NCO), 1253 s, 1245 m (νCC), 846 w (νNO).

C<sub>8</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>Re (420,3) ber.: C 22,86; N 10,00; gef.: C 22,40; N 9,57%.



**Abb. 3** Struktur von **3** im Kristall. Die thermischen Ellipsoide entsprechen 20% Aufenthaltswahrscheinlichkeit



**Abb. 4** Struktur von **6** im Kristall. Die thermischen Ellipsoide entsprechen 20% Aufenthaltswahrscheinlichkeit

Durch Umkristallisieren aus einer Acetonitril/Essigester-Mischung (2:1) wurden für die Röntgenstrukturanalyse geeignete, feine gelbe Nadeln erhalten.

**o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>C(CN)CN—AuPPh<sub>3</sub> (2):** Eine Lösung von 100 mg Ph<sub>3</sub>PAuNO<sub>3</sub> (192 μmol) in 10 ml Methylenchlorid wird unter Rühren mit 50 mg festem Na[o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>C(CN)<sub>2</sub>] (206 μmol) versetzt. Nach 2 h Rühren bei Raumtemperatur wird der aus Natriumnitrat und unumgesetztem Sulfonat bestehende Niederschlag abzentrifugiert und zweimal mit je 5 ml Methylenchlorid extrahiert. Die gesammelten Lösungen werden zur Trockne eingengt. Der ölige Rückstand wird durch Rühren in 20 ml kaltem Methanol in einen farblosen Festkörper überführt, abzentrifugiert und im Hochvak. getrocknet. Durch Eindiffundieren von Diethylether in eine Lösung von **2** in CDCl<sub>3</sub> im NMR-Rohr konnten zur Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle erhalten werden.

Ausbeute: 112 mg (84%). — IR (cm<sup>-1</sup>, in Nujol): 2212 s, 2177 vs, 2138 m, sh (νCN), 1310 vs, 1319 vs (ν<sub>as</sub>SO<sub>2</sub>), 1148 vs, 1133 vs (ν<sub>s</sub>SO<sub>2</sub>). — <sup>13</sup>C-NMR (ppm, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): 143,1, 137,0, 132,8, 132,3, 129,1, 128,6 (Aromat), 126,2 (CN), 128,3 (CNAu), 43,8 (C(CN)<sub>2</sub>), 20,6 (CH<sub>3</sub>). — <sup>14</sup>N-NMR (ppm, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub> ext. Standard): -26, -340.

C<sub>28</sub>H<sub>22</sub>PN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>SAu (678,5) ber.: C 49,57, H 3,27, N 4,13, S 4,73; gef.: C 49,09, H 3,22, N 4,00, S 4,79%.

**o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>C(CN)CN—Re(CO)<sub>5</sub> (3):** 113 mg (CO)<sub>5</sub>ReBF<sub>3</sub> (274 μmol) werden in 5 ml Methylenchlorid suspendiert und unter Rühren mit 70 mg festem Na[o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>—C(CN)<sub>2</sub>] (289 μmol) versetzt. Nach 2 h



**Tabelle 6** Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und Winkel [°] in **1**

Re1—C1	203(1)	Re1—C2	199(1)	Re1—C3	199(1)
Re1—C4	200(1)	Re1—C5	194(1)	Re1—N1	219,0(8)
N1—O6	126(1)	N1—C6	135(1)	C6—C7	141(2)
C6—C8	143(2)	C7—N2	115(2)	C8—N3	110(2)
C1—Re1—N1	85,0(4)	C2—Re1—N1	87,8(4)	C3—Re1—N1	95,8(4)
C4—Re1—N1	94,9(4)	C5—Re1—N1	175,7(4)	Re1—N1—O6	115,9(6)
Re1—N1—C6	127,2(7)	O6—N1—C6	117,0(8)	N1—C6—C7	120(1)
N1—C6—C8	119,5(9)	C7—C6—C8	120(1)	C6—C7—N2	176(1)
C6—C8—N3	175(1)				

**Tabelle 7** Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und Winkel [°] in **2**

Au1—P1	223,1(2)	Au1—N1	202,0(4)	N1—C19	114,6(7)
C19—C20	137,3(7)	C20—C21	145,0(8)	C21—N2	110,6(9)
P1—Au1—N1	179,0(1)	N1—C19—C20	178,0(5)	C19—C20—C21	121,7(4)
C19—C20—S1	117,4(4)	S1—C20—C21	120,4(4)	C20—C21—N2	179,3(4)

**Tabelle 8** Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und Winkel [°] in **6**

Au1—P2	225,4(2)	Au1—S1	231,5(3)	S1—P1	202,4(2)
P1—N1	159,8(4)	N1—C13	126,7(7)	C13—N2	114,9(8)
Au1—S1—P1	96,9(1)	P2—Au1—S1	175,1(1)	S1—P1—C12	109,3(1)
S1—P1—C6	107,3(1)	S1—P1—N1	116,9(1)	N1—P1—C12	110,9(2)
N1—P1—C6	105,3(2)	C6—P1—C12	106,5(2)	P1—N1—C13	123,1(3)
N1—C13—N2	176,7(5)				

Standardabweichungen in Klammern

Rühren bei Raumtemperatur wird der aus Natriumtetrafluoroborat und unumgesetztem Sulphonat bestehende Niederschlag abzentrifugiert und zweimal mit je 5 ml Methylenchlorid extrahiert. Die gesammelten Lösungen werden bis fast zur Trockne eingengt. Das Produkt wird durch Eintropfen dieser konzentrierten Methylenchlorid-Lösung in 20 ml kaltes Hexan ausgefällt und aus Methylenchlorid/Hexan 1:2 umkristallisiert. Dabei fällt **3** als mikrokristalliner orangefarbener Niederschlag an.

Ausbeute: 96 mg (64%). — IR ( $\text{cm}^{-1}$ , in Nujol): 2219s, br, 2180s ( $\nu\text{CN}$ ), 2162s, 2115sh, 2105m, 2054vs, 2011sh, 1996vs ( $\nu\text{CO}$ ), 1315 ( $\nu_{\text{as}}\text{SO}_2$ ), 1148 ( $\nu_{\text{s}}\text{SO}_2$ ). —  $^{13}\text{C}$ -NMR (ppm,  $d_6$ -Aceton): 178,7, 177,0 (CO); 142,0, 135,3, 131,6, 131,2, 127,2, 125,1 (Aromat); 128,5 (CN—Re), 124,7 (CN), 45,8 (SC(CN)<sub>2</sub>), 19,2 (CH<sub>3</sub>). —  $^{14}\text{N}$ -NMR (ppm,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{CH}_3\text{NO}_2$  als ext. Standard): -99, -228.

$\text{C}_{14}\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_7\text{SRe}$  (545,4) ber.: C 33,03, H 1,29, N 5,13, S 5,87; gef.: C 32,16, H 1,31, N 5,02, S 6,02%.

**o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>NCN—AuPPh<sub>3</sub>** (**4**): Darstellung analog **2** aus 100 mg  $\text{Ph}_3\text{PAuNO}_3$  (192  $\mu\text{mol}$ ) und 45 mg  $\text{Na}[\text{o-Me—C}_6\text{H}_4\text{—SO}_2\text{—NCN}]$  (206  $\mu\text{mol}$ ).

Ausbeute: 96 mg (74%). — IR ( $\text{cm}^{-1}$ , in Nujol): 2192vs ( $\nu\text{CN}$ ), 1302vs ( $\nu_{\text{as}}\text{SO}_2$ ), 1153vs ( $\nu_{\text{s}}\text{SO}_2$ ). —  $^{13}\text{C}$ -NMR (ppm,  $\text{CDCl}_3$ ): 141,2, 136,9, 131,8, 131,5, 127,6, 125,3 (Aromat), 122,6 (NCN), 20,2 (CH<sub>3</sub>). —  $^{14}\text{N}$ -NMR (ppm,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{NO}_2$  ext. Standard): -237.

$\text{C}_{26}\text{H}_{22}\text{PN}_2\text{O}_7\text{SAu}$  (654,5) ber.: C 47,72, H 3,39, N 4,28, S 4,90; gef.: C 46,82, H 3,43, N 4,04, S 5,14%.

**o-Me—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—SO<sub>2</sub>—NCN—Re(CO)<sub>5</sub>** (**5**): Darstellung analog **5** aus 100 mg  $(\text{CO})_5\text{ReFBF}_3$  (242  $\mu\text{mol}$ ) und 55 mg  $\text{Na}[\text{o-Me—C}_6\text{H}_4\text{—SO}_2\text{—NCN}]$  (252  $\mu\text{mol}$ ). Durch Umkristallisieren des Produktes aus Methylenchlorid/Hexan 1:2 bei -36 °C erhält man farblose Nadeln.

Ausbeute: 87 mg (67%). — IR ( $\text{cm}^{-1}$ , in Nujol): 2221vs ( $\nu\text{CN}$ ), 2161m, 2102m, 2052vs, 1994vs, 1950sh ( $\nu\text{CO}$ ), 1314vs, 1279s, 1251vs ( $\nu_{\text{as}}\text{SO}_2$ ), 1158vs, 1131s ( $\nu_{\text{s}}\text{SO}_2$ ). —  $^{13}\text{C}$ -NMR (ppm,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ): 180,0, 176,9 (CO); 142,8 (1-S), 137,2, 132,4, 132,1, 127,9, 125,9 (Aromat); 128,4 (NCN), 20,5 (CH<sub>3</sub>). —  $^{14}\text{N}$ -NMR (ppm,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{NO}_2$  ext. Standard): -237.

$\text{C}_{12}\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_7\text{SRe}$  (521,35) ber.: C 29,92, H 1,34, N 5,37, S 6,14; gef.: C 30,73, H 1,86, N 5,44, S 5,77%.

**Ph<sub>2</sub>P(S—AuPPh<sub>3</sub>)NCN** (**6**): 100 mg  $\text{Ph}_3\text{PAuNO}_3$  (192  $\mu\text{mol}$ ) werden in 5 ml Methylenchlorid gelöst und unter Rühren mit 60 mg festem  $\text{Na}[\text{Ph}_2\text{P(S)NCN}]$  (214  $\mu\text{mol}$ ) versetzt. Nach 2 h Rühren bei Raumtemperatur wird der aus Natriumnitrat und unumgesetztem Phosphinat bestehende Niederschlag abzentrifugiert und zweimal mit je 5 ml Methylenchlorid extrahiert. Die gesammelten Lösungen werden auf 5 ml eingengt und in kaltes Hexan getropft, worauf das Produkt als farbloser Niederschlag ausfällt. Für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Kristalle wurden durch Abkühlen einer Lösung von **6** in Methylenchlorid/Aceton 1:1 über Nacht erhalten.

Ausbeute: 132 mg (93%). — IR ( $\text{cm}^{-1}$ , in Nujol): 2169vs ( $\nu_{\text{as}}\text{NCN}$ ), 1267 ( $\nu_{\text{s}}\text{NCN}$ ). —  $^{13}\text{C}$ -NMR (ppm,  $d_6$ -Aceton): 137,5, 131,9, 128,7, 126,5 (Aromat); 128,5 (NCN). —  $^{14}\text{N}$ -

NMR (ppm, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub> ext. Standard): -213. — <sup>31</sup>P-NMR (ppm, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>): 47,9, 37,6.

C<sub>31</sub>H<sub>25</sub>N<sub>2</sub>PSAu (716,5) ber.: C 51,96, H 3,52, N 3,91, S 4,47; gef.: C 51,57, H 3,47, N 3,94, S 4,50%.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gilt unser herzlicher Dank für großzügige Förderung.

## Literatur

- [1] 74. Mitteilung von *W. Beck* und Mitarb., *W. Weigand*, *W. Beck*, *Z. anorg. allg. Chem.* **600** (1991) 227
- [2] *H. Köhler*, *B. Eichler*, *F. Salewski*, *Z. anorg. allg. Chem.* **379** (1970) 183; *H. Köhler*, *Z. Chem.* **11** (1971) 385, **13** (1973) 401; *Pure Appl. Chem.* **52** (1980) 879; *Nova Acta Leopoldina*, N.F. Nr. **264**, 59 (1985) 259; *H. Köhler*, *U. Grobe*, *Wiss. Z. Univ. Halle XXXIX'90 M*, Heft 2, 3
- [3] *A. M. Golub*, *H. Köhler*, *V. V. Skopenko*, *Chemistry of Pseudohalides*, Elsevier, Amsterdam 1986
- [4] *W. Beck*, *K. Sünkel*, *Chem. Rev.* **88** (1988) 1405
- [5] *K. Raab*, *W. Beck*, *Chem. Ber.* **118** (1985) 3830
- [6] *W. Sacher*, *U. Nagel*, *W. Beck*, *Chem. Ber.* **120** (1987) 895
- [7] *E. Fritsch*, *W. Beck*, unveröffentlicht
- [8] *R. J. Puddephatt*, in: *Comprehensive Coordination Chemistry*, *G. Wilkinson*, *R. D. Gillard*, *J. A. McCleverty* (Hrsg.), Vol. 5, Pergamon Press, Oxford 1987, S. 861
- [9] *A. Kolbe*, *H. Köhler*, *Z. anorg. allg. Chem.* **373** (1970) 230; *V. V. Skopenko*, *Y. L. Zub*, *M. A. Porai Kasic*, *G. G. Sadikov*, *Ukrain. Chim. Z.* **45** (1979) 811; *H. Köhler*, *M. Jeschke*, *A. Kolbe*, *Z. anorg. allg. Chem.* **559** (1988) 131
- [10] *L. Jäger*, *K. Polborn*, *W. Beck*, *Z. anorg. allg. Chem.*, im Druck
- [11] *A. M. Golub*, *H. Köhler*, *V. V. Skopenko*, *Chemistry of Pseudohalides*, Elsevier, Amsterdam 1986; *V. V. Skopenko*, *Y. L. Zub*, *M. A. Porai-Kasic*, *G. G. L. Sadikov*, *Ukr. Khim. Zh.* **45** (1979) 811
- [12] *Y. M. Chow*, *C. Britton*, *Acta Crystallogr.* **B30** (1976) 1117
- [13] *Y. L. Zub*, Dissertation, Staatsuniv. Kiew 1982; *V. V. Skopenko*, *Y. L. Zub*, *V. F. Boleli*, *H. Köhler*, *Koord. Khim.* **10** (1984) 1317
- [14] *W. Beck*, *K. Raab*, *Inorg. Synth.* **26** (1989) 108; **28** (1990) 16
- [15] *C. Malatesta*, *C. Naldini*, *Coord. Chem. Rev.* **1** (1966) 255
- [16] *H. Köhler*, *G. Lux*, *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **4** (1968) 133
- [17] *L. Jäger*, *B. Freude*, *R. Skirl*, *H. Köhler*, Publikation in Vorbereitung; *L. Jäger*, *V. I. Nefedov*, *K.-H. Richter*, *B. Freude*, *H. Köhler*, *Z. anorg. allg. Chem.* **605** (1991) 125
- [18] *L. Jäger*, *H. Köhler*, *A. I. Brusilovec*, *A. I. Skopenko*, *Z. anorg. allg. Chem.* **564** (1988) 85
- [19] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 56146, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden

Korrespondenzanschrift:

Prof. Dr. W. Beck  
 Institut für Anorganische Chemie der Universität  
 Meiserstr. 1  
 W-8000 München 2, Bundesrepublik Deutschland