

A Journal of

Zeitschrift für Naturforschung B

Pha.  
**Chemical Sciences**

Gegründet 1946 in den Instituten  
der Max-Planck-Gesellschaft

Band 49 1994

49 b

1994

855 - 1862

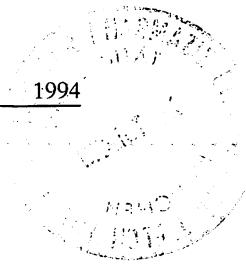
m Index

80



Verlag der Zeitschrift für Naturforschung

Tübingen



## Contents

### Contents of Number 1

#### Original Communications

- Crystal Structure of  $\text{SbCl}_4\text{F}$  (In German)  
R. MINKWITZ, D. KONIKOWSKI, H. PREUT 1
- $\text{LiBa}_4[\text{Mo}_2\text{N}_7]$  and  $\text{LiBa}_4[\text{W}_2\text{N}_7]$ : New Nitridomolybdates/tungstates(VI) with Dimeric Tetrahedral Anions (In German)  
P. HÖHN, R. KNIEP, J. MAIER 5
- Metal Tetrahydroborates and Tetrahydroborato-metalates, 18. Studies on the Formation of Cadmium(II)-tetrahydroborates with Tetrahydroborate and Iodide  
H. NÖTH, M. THOMANN 9
- The Isoelectronic Molecular Complexes  $\text{TiCl}_3(\text{NPPPh}_3)$  and  $\text{TiCl}_3(\text{OSiPh}_3)$  (In German)  
T. RÜBENSTAHL, D. WOLFF VON GUDENBERG, F. WELLER, K. DEHNICKE, H. GOESMANN 15
- Complexes of Copper, Silver, and Gold with Urea Homologues. Crystal Structures of  $[\{\mu^2\text{-SeC}(\text{NH}_2)_2\}_2\text{Ag}\{\text{SeC}(\text{NH}_2)_2\}_2]^{2+} \cdot 2\text{Cl}^- \cdot 4\text{DMF}$  and  $[\text{Ph}_3\text{PAu}\{\text{SC}(\text{NHMe})_2\}]^+ \text{Cl}^- \cdot \text{SC}(\text{NHMe})_2$   
W. EIKENS, P. G. JONES, J. LAUTNER, C. THÖNE 21
- Gold-Alkali Metal-Systems, III. High Pressure Synthesis and Crystal Structure of  $\text{Rb}_3\text{Au}_7$  (In German)  
K.-J. RANGE, G. H. GROSCH, F. RAU, U. KLEMENT 27
- Reactions of Bis(hexamethyldisilazanyl)-manganese(II) with Nitrogen. Containing Ligands: Syntheses and X-Ray Structures of  $[\text{Mn}(1,10\text{-phen})\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2]$  and  $[\text{Mn}(4,4'\text{-bipy})\{\text{N}(\text{SiMe}_3)_2\}_2] \cdot \text{THF}$   
M. ANDRUH, H. W. ROESKY, M. NOLTEMEYER, H.-G. SCHMIDT 31
- Polysulfonylamines, LIV. (12-Crown-4)lithium Dimesylamide-Acetonitrile (3/2): A Crystal with Two Fundamentally Different Conformations of the Same Coronand (In German)  
A. BLASCHETTE, K.-H. NAGEL, P. G. JONES 36
- New Cyclophosphazenes with Metals of Main Group III as Building Blocks (In German)  
R. HASSELBRING, H. W. ROESKY, A. HEINE, D. STALKE, G. M. SHELDRICK 43
- Synthesis, Properties and Electronic Raman Spectra of Di(bromo)phthalocyaninatometalates(III) of the Iron Group Elements (In German)  
S. SIEVERTSEN, H. SCHLEHAHN, H. HOMBORG 50
- $\text{Cs}_2\text{SnTe}_4$ , a Polytelluridostannate(IV) with Chain Structure  $\frac{1}{2}[\text{SnTe}_4^{2-}]$  (In German)  
W. S. SHELDRICK, B. SCHAAF 57
- Crystal Structure of Gadolinium(III)-sulfite Trihydrate  $\text{Gd}_2(\text{SO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (In German)  
H.-U. HUMMEL, P. JOERG, G. PEZZEI, A. WOLSKI 60
- Cycloadditions, XXI. Aryl 2-methyl-2,3-butadienoates; Synthesis and Thermal Reactivity (In German)  
G. HIMBERT, D. FINK, M. STÜRM 63
- Transition Metal Complexes with Sulfur Ligands, C. Unexpectedly Facile Formation of Diazene Complexes and a New Type of Diastereomerism:  $[\mu\text{-N}_2\text{H}_2\{\text{Fe}(\text{PPr}_3)(\text{S}_4')\}_2]$  and Analogous Complexes with [FeS]-Centers. ( $\text{S}_4'^{2-} = 1,2\text{-Bis}(2\text{-mercaptophenylthio})\text{ethane}(2-)$ ) (In German)  
D. SELLMANN, H. FRIEDRICH, F. KNOCH, M. MOLL 76
- On Metal Alkyl and Aryl Compounds, Part 51. Unsymmetrical Diorganomagnesium Compounds.  $\text{MgRR}'(\text{L})$  and Solvens Separated Ion Pairs with  $\text{R} = \text{Me}$ ,  $\text{Et}$ ,  $\text{R}' = \text{Cyclopentadienyl}$ ,  $\text{Indenyl}$ ,  $\text{Fluorenyl}$ ,  $\text{Phenylethynyl}$ ,  $\text{L} = \text{Tetra-}$

- methylethylenediamine, Pentamethyldiethylenetriamine (In German)  
H. VIEBROCK, D. ABELN, E. WEISS 89
- 1,3-Dimethyl-1,3-diaza-2-R-5,6-benzo-2 $\lambda^3$ -phosphorinan-4-ones (R = F, Me<sub>2</sub>N, 2-Methylpiperidino, MeC(:O)NH-) as Ligands in Transition-Metal Complexes; Synthesis and Structure of Dichloro-Platinum(II)- and Tetracarbonyl-Metal(0) Coordination Compounds (Metal = Cr, Mo and W) (In German)  
H.-J. PLINTA, I. NEDA, R. SCHMUTZLER 100
- Preparation and Properties of Rhodium(III) Complexes with the Tetradentate Ligand N,N'-Bis(2'-pyridinecarboxamide)-1,8-naphthalene  
E. MANESSI-ZOUPA, T. F. ZAFIROPOULOS, S. P. PERLEPES 111
- Ligand-Deficient Complexes of Cadmium. Synthesis and Spectroscopic Characterization of Molecular Pentafluorophenyl Cadmium Thiolates and the Structure of the Cubane Complex  $\{[Cd(C_6F_5)(SBu^t)]_4\}$  (In German)  
A.-K. DUHME, H. STRASDEIT 119
- On the Chemistry of Resiniferonol, II. Preparation and Bioactivities of 15,16-Dihydrosimplexin and Methods for its Tritium Labeling  
T. SCHÄFER, B. SORG, C. KARALAI, E. HECKER 128
- Constituents of Euphorbiaceae, 13. Comm. Isolation and Structure Elucidation of Five Cerebrosides from *Euphorbia characias* L.  
G. FALSONE, F. CATENI, M. BAUMGARTNER, V. LUCCHINI, H. WAGNER, O. SELIGMANN 135
- Notes*
- 3,5-Di-*tert*-butylstyrenes: Synthesis of Bulky Polymer Building Blocks (In German)  
N. RISCH, B. MEYER-ROSCHE, M. LANGHALS 141
- Contents of Number 2
- Original Communications*
- Chemistry of the 1,3,5-Triaza-2-phosphinane-4,6-diones. Part VI. Synthesis of 1,3,5-Triaza-2 $\lambda^3$ -, 1,3,5-Triaza-2 $\lambda^4$ - and 1,3,5-Triaza-2 $\lambda^5$ -phosphinane-4,6-diones (In German)  
M. FARKENS, T. G. MEYER, I. NEDA, R. SONNENBURG, C. MÜLLER, A. K. FISCHER, P. G. JONES, R. SCHMUTZLER 145
- Chemistry of the 1,3,5-Triaza-2-phosphorinane-4,6-diones. Part VII. Synthesis of 2-Methoxy- and 2-Trimethylsiloxy-1,3,5-trimethyl-1,3,5-triaza-2 $\lambda^3$ -phosphorinane-4,6-dione and 2-Chloro-1,3,5-trimethyl-1,3,5-triaza-2-oxo-2 $\lambda^4$ -phosphorinane-4,6-dione (In German)  
I. NEDA, M. FARKENS, R. SCHMUTZLER 165
- Reactions of 2-Chloro- and 2-Organoamino-Substituted 5,6-Benzo-1,3-dimethyl-1,3,2-diazaphosphorinane-4-ones with Azides (In German)  
I. NEDA, T. KAUKORAT, R. SCHMUTZLER 171
- Substituted Hydrazines as Ligands in Vanadium(III), -(IV) and -(V) Complexes. Synthesis and Characterization of  $[V(dipic)(NH_2NHCOPh)(H_2O)_2][VO(dipic)(NHNCOPh)] \cdot 2H_2O$ ,  $[VO(dipic)(NHNHCO_2Me)]$ ,  $[VO(dipic)(NH_2NHCO_2Me)]$ ,  $[VO(dipic)(NHNHCSPH)]$  and  $[VO(ONO')(NHNHCOPh)] \cdot 2H_2O$  (In German)  
A. SUNDHEIM, C. THEERS, R. MATTES 176
- 8-(Phenylamino)-1-naphthalene-silversulfonate (8,1 ANS-Ag) (In German)  
S. H. HÜTTENHAIN, W. BALZER 186
- The New Laves Phase Na<sub>2</sub>Ba  
G. J. SNYDER, A. SIMON 189
- A Structural Study on Indium Tris-thiocarbamates  
S. BHATTACHARYA, N. SETH, V. D. GUPTA, H. NÖTH, M. THOMANN 193
- Lithium Zincates with Heteroleptic Triorganylzincate Anion (In German)

- M. WESTERHAUSEN, B. RADEMACHER, W. SCHWARZ, S. HENKEL 199
- Crystal Structure of the "Supramolecular" Silver(I)thiocyanate Cyclam Complex  $[\text{Ag}(\text{SCN}) \cdot (\text{C}_{10}\text{H}_{24}\text{N}_4)_{1/2}]$  (In German)  
J. PICKARDT, J. SHEN 211
- A New Polyborate: The Heptaborate Ion in a Silver Icosadiborate (In German)  
U. TIMPER, G. HELLER 215
- Preparation and Spectroscopic Characterization of the Trihalogenophosphonium Salts  $\text{PHal}_3\text{X}^+\text{MF}_6^-$  (HAL = Cl, Br; X = H, D; M = As, Sb) (In German)  
R. MINKWITZ, B. BÄCK 221
- Metal Complexes with Biologically Important Ligands, LXIX. Half-Sandwich Complexes of Cobalt(III), Rhodium(III), Iridium(III) and Ruthenium(II) with Anions of  $\alpha$ -Hydroxyimino Acids (In German)  
R. LAMPEKA, R. BERGS, R. KRÄMER, K. POLBORN, W. BECK 225
- Perfluorobenzyl Nitrogen Derivatives (In German)  
G. KNITTER, U. BEHRENS, E. LORK, R. MEWS 233
- Thiazyltrifluoride Complexes of Mg and Zn (In German)  
U. BEHRENS, R. HOPPENHEIT, W. ISENBERG, E. LORK, J. PETERSEN, R. MEWS 238
- Lower Hydrates of Amines. Crystal Structures of the Hemihydrates of Ethyl- and Diethylamine and the Hemi- and Monohydrate of 1-Butylamine (In German)  
D. MOOTZ, M. BORN 243
- Synthesis and Structure of 1,2-Bis(organotin-boryl)ethene Derivatives (In German)  
P. FRANKHAUSER, H. PRITZKOW, W. SIEBERT 250
- Preparation and Structure of 2,3-Bis[2,4,6-tris(trifluoromethyl)phenyl]-1,2,3-selenadiphosphirane (In German)  
H. VOELKER, U. PIEPER, H. W. ROESKY, G. M. SHELDRIK 255
- Zinc Complexes of Dimethyl(phthalimidomethyl)phosphine Oxide  
S. VARBANOV, E. RUSSEVA, A. GANCHEV 258
- Copper(II) Complexes of Hydrazone Derivatives  
P. SOUZA, M. A. MENDIOLA, A. ARQUERO, V. FERNÁNDEZ, E. GUTIÉRREZ-PUEBLA, C. RUIZ-VALERO 263
- New Diels-Alder Reactions of (-)-Thebaine and First X-Ray Crystallographic Structure Analyses of the Cycloadducts  
U. PINDUR, D. KEILHOFER, D. SCHOLLMAYER 272
- On the Photodegradation of 1-(4-Chlorophenyl)-4,4-dimethyl-3-(1H-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)pentan-3-ol (Folicur®) (In German)  
H. WAMHOFF, H. KOCH, R. FÖRSTER, C. HERRMANN, S. M. S. ATTA, M. R. MAHRAN, M. M. SIDKY 280
- Structures of Sterically Overcrowded Molecules 39. Single Crystal and Gas Phase Structures of 1,4-Bis(trimethylsiloxy)benzene (In German)  
H. BOCK, J. MEURET, J. W. BATS, Z. HAVLAS 288
- Contents of Number 3
- Original Communications*
- Crystal Structure of *trans*-Bis(acetonitrile)-dichloroplatinum(II)  
J. KRITZENBERGER, H. YERSIN, K.-J. RANGE, M. ZABEL 297
- Phosphoraneiminato Clusters of Copper. Syntheses and Crystal Structures of  $[\text{Cu}_6\text{Cl}_6(\text{NPMe}_3)_4]\text{Cl}[\text{Me}_3\text{SiNPMe}_3] \cdot \text{CH}_2\text{Cl}_2$  and  $[\text{Cu}_6\text{Cl}_6(\text{NPMe}_3)_4][\text{Cu}(\text{Me}_3\text{SiNPMe}_3)_2]\text{Cl}_2$  (In German)  
R. MEYER ZU KÖCKER, A. BEHRENDT, K. DEHNICKE, D. FENSKÉ 301
- Syntheses and Structure of 3,3-Diorganyl-2,4-dioxa-1,5-dithia-1,1,5,5-tetraoxid-3-silacyclohexanes and -heptanes (In German)  
P. SARTORI, R. JÜSCHKE, R. BOESE, D. BLÄSER 309

- Synthesis and Complexation of 4,5-Cycloocta-2,3-dihydro-1,2,3-trimethyl-1,3-diborole (In German)  
U. FENNER, H. PRITZKOW, W. SIEBERT 315
- Crystal Structure of the "Supramolecular" Mercury(II) Chloride Thiocyanate Hexamethylenetetramine Adduct  $\text{Hg}(\text{SCN})_2 \cdot 2\text{HgCl}_2 \cdot 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$  (In German)  
J. PICKARDT, G.-T. GONG, D. RÖLEKE 321
- Crystal Structure of Two Zinc Thiocyanate Hexamethylenetetramine Adducts,  $\text{Zn}(\text{SCN})_2 \cdot (\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4)_2$ , and  $\{\text{Zn}(\text{SCN})_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ , with Differently Coordinated Zinc Ions (In German)  
J. PICKARDT, G.-T. GONG, S. WISCHNACK, CH. STEINKOPFF 325
- Mononuclear Ruthenium(III) Complexes of the Type  $\text{LRuX}_3$  ( $\text{X} = \text{Cl}^-$ ,  $\text{NCO}^-$ ,  $\text{NCS}^-$ ,  $\text{N}_3^-$ ;  $\text{L} = 1,4,7$ -Trimethyl-1,4,7-triazacyclononane) (In German)  
R. SCHNEIDER, TH. JÜSTEL, K. WIEGHARDT, B. NUBER 330
- Poly(trifluoromethanesulfonatosilyl)methanes – Precursors to Polysilylmethanes  
S. BOMMERS, H. SCHMIDBAUR 337
- $\text{M}_4\text{OS}_4\text{Cl}_2$ -Type Oxysulfide Chlorides of the Lanthanides ( $\text{M} = \text{La} - \text{Nd}$ ) (In German)  
TH. SCHLEID, F. LISSNER 340
- Crystal Structure of Gadolinium-(III)-hydrogen-sulfate  $\text{Gd}(\text{HSO}_4)_3$  (In German)  
H.-U. HUMMEL, P. JOEG, G. PEZZEI, A. WOLSKI 347
- Synthesis and Crystal Structure of  $\text{KCuHo}_2\text{Mo}_4\text{O}_{16}$  (In German)  
H. SZILLAT, H. MÜLLER-BUSCHBAUM 350
- Synthesis and Crystal Structure of an Alkaline Alkaline-Earth Halide Oxide of Copper and Vanadium:  $\text{KBaCuV}_2\text{O}_7\text{Cl}$  (In German)  
F.-D. MARTIN, H. MÜLLER-BUSCHBAUM 355
- Synthesis, IR Spectrum and Crystal Structure of 1,3,5-Trichlorotriazinium Hexachloroantimonate,  $[\text{HC}_3\text{N}_3\text{Cl}_3]\text{SbCl}_6$  (In German)  
F. WELLER, F. SCHMOCK, K. DEHNICKE, K. FINDEISEN 360
- Structures and Magnetic Properties of Dinuclear Iron(III) Complexes  
A. ELMALI, Y. ELERMAN, I. SVOBODA, H. FUESS, K. GRIESAR, W. HAASE 365
- The THF-9-Sodiooxy-9-borabicyclo[3.3.1]nonane Tetramer (In German)  
R. KÖSTER, G. SEIDEL, D. BLÄSER, R. BOESE 370
- Dimeric Hydrochalcogeno-9-BBN Compounds – Formation and Crystal Structure (In German)  
R. KÖSTER, G. SEIDEL, D. BLÄSER, R. BOESE 377
- Hindered Ligand Movements in Transition Metal Complexes, XLIII: Photoreactions of Hexacarbonyl- $\mu$ - $\eta^{5:5}$ -fulvalene-dimolybdenum and -ditungsten with Conjugated Cycloienes (In German)  
C. G. KREITER, W. CONRAD 383
- Convenient Synthesis of 2,2-Diethoxy-2,5-dihydrofurans, 2(5H)Furanones and 2-Ethoxyfurans. Crystal and Molecular Structure of a Barrelenone Diels-Alder Product (In German)  
R. W. SAALFRANK, W. HAFNER, J. MARKMANN, A. WELCH, K. PETERS, H. G. VON SCHNERING 389
- New Dimeric Tetrapeptide Enkephalin Analogues. Hydrophilic Spacer Length and Configuration Affects Potency and Receptor Selectivity  
J. STĘPIŃSKI, S. W. TAM 407
- Phase Diagrams and Excess Volumes of the Systems  $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2/\text{Pyridine}$  and  $(\text{CH}_3)_2\text{CCl}_2/\text{Pyridine}$  (In German)  
M. W. ZENKE, K. HENSEN 412
- The Direct Synthesis of Secondary Amides from Aldehydes; A Novel General Redox Procedure Mediated by Iodotrichlorosilane (ITCS)  
S. S. ELMORSY, D. S. BADAWY, M. A. NOUR, E. M. KANDEEL 417

## Notes

## The Crystal Structure of

AsF<sub>5</sub> · O<sup>+</sup>SCF<sub>2</sub>S(O<sub>2</sub>)CF<sub>2</sub> (In German)

E. LORK, U. BEHRENS, D. VIETS, R. MEWS 422

## Synthesis and Crystal Structure of

[{Cp(CO)<sub>2</sub>Fe}<sub>2</sub>Sn(F)FBF<sub>3</sub>] (In German)

K. MERZWEILER, L. WEISSE, H. KRAUS 425

The X-Ray Structure Determination of the Pyrrolides (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Al–C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>NCH<sub>3</sub> and (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Ga–N(CCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub> (In German)

H.-D. HAUSEN, J. TÖDTMANN, J. WEIDLEIN 430

## Synthesis and Crystal Structure of

[Na(12-Crown-4)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>[Fe<sub>4</sub>Se<sub>4</sub>Cl<sub>4</sub>] (In German)

A. AHLE, K. DEHNICKE, C. MAICHLÉ-MÖSSMER, J. STRÄHLE 434

## Contents of Number 4

## Original Communications

The Crystal Structure of *trans*-1,3,5-Trichloro-1,3,5-trioxo-1λ<sup>6</sup>,3λ<sup>6</sup>,5λ<sup>6</sup>,2,4,6-trithiatriazine (β-Sulfanuric Chloride) (In German)

E. LORK, U. BEHRENS, G. STEINKE, R. MEWS 437

The Crystal Structure of the Tetrameric Adduct of Antimony Trichloride and Phosphoryl Isothiocyanate, [SbCl<sub>3</sub> · OP(NCS)<sub>3</sub>]<sub>4</sub>

A. V. SIENKIEWICZ, A. A. KAPSHUK 441

Chemistry of the 1,3,5-Triaza-2-phosphorinan-4,6-diones. Part VIII. Further 1,3,5-Triaza-2λ<sup>3</sup>- and 1,3,5-Triaza-2λ<sup>4</sup>-phosphorinan-4,6-diones with (2-Chloroethyl)amino- and Bis(2-chloroethyl)amino Substituents (In German)

M. FARKENS, I. NEDA, R. SCHMUTZLER 445

Synthesis of Ethylene Bridged Biscyclopentadiene Ligand Precursor Compounds and Some of their *ansa*-Zirconocene Derivatives *via* Chiral Epoxides: A Synthetic Strategy of High Variability

B. RIEGER, G. JANY, M. STEIMANN, R. FAWZI 451

## Supermesityl-Substituted Hydrazinoboranes (In German)

M. GESCHWENTNER, G. ELTER, A. MELLER 459

## New Organoboran Heterocycles: Benzo-1,4-diboracycloheptene-2, 1,4-Diboracyclopentene-2 and the Isomeric 6,6-Dimethyl-2-methylidene-1,3-diboracyclohexane (In German)

H. SCHULZ, H. SEYFFER, B. DEOBALD, H. PRITZKOW, W. SIEBERT 465

Preparation, <sup>11</sup>B, <sup>13</sup>C NMR and Vibrational Spectra of Cyanomethylhexahydro-closo-hexaborate(1-), [B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>CN)]<sup>-</sup>, and the Crystal Structure of [P(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>CN)] (In German)

A. FRANKEN, W. PREETZ 471

## Transition Metal Pnictide Synthesis: Self Propagating Reactions Involving Sodium Arsenide, Antimonide and Bismuthide

A. L. HECTOR, I. P. PARKIN 477

## Metal Complexes of Biologically Important Ligands, LXXII. Half Sandwich Iridium(III) and Ruthenium(II) Complexes with Dianions of 2-Hydroxyiminocarboxylic Acids (In German)

R. BERGS, R. LAMPEKA, CH. ROBL, W. BECK 483

Preparation and Crystal Structure of Bis(trimethylammonium)hexasulfide [HN(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]<sub>2</sub>S<sub>6</sub> (In German)

C. MÜLLER, P. BÖTTCHER 489

## Homoleptic Carbene Complexes, V. Chelating Percarbene Complexes of Palladium and Platinum (In German)

W. P. FEHLHAMMER, TH. BLISS, W. SPERBER, J. FUCHS 494

Sr<sub>3</sub>[Al<sub>2</sub>N<sub>4</sub>]: A Nitridoaluminate with Corrugated Tetrahedral Chains <sup>1</sup><sub>∞</sub>[AlN<sub>4/2</sub><sup>3-</sup>] (In German)

W. BLASE, G. CORDIER, M. LUDWIG, R. KNIEP 501

μ<sub>2</sub>-Chloro Complexes of Succinimide and N-Chlorosuccinimide. The Crystal Structures of PPh<sub>4</sub>[Cl(Succinimide)<sub>2</sub>], PPh<sub>4</sub>[Cl(N–Cl-Succinimide)<sub>2</sub>] and N-Chlorophthalimide (In German)

M. GHASSEMZADEH, K. HARMS, K. DEHNICKE, J. MAGULL 506

- Metal Complexes of Functionalized Sulfur Containing Ligands, VIII. 4-Phenyl-1,2-dithiolane-1-oxide, a Stable, Five-Membered Cyclic Thio-sulfinate (In German)  
W. WEIGAND, G. BOSL, B. VON DIELINGEN, K. GOLLNICK 513
- Homoleptic 1,4-Diazadiene Compounds of Early Transition Metals. Syntheses, Properties and Structures of (DAD)<sub>2</sub>Ti and (DAD)<sub>3</sub>Ti (In German)  
R. GODDARD, C. KRÜGER, G. A. HADI, K.-H. THIELE, J. SCHOLZ 519
- Electron Transfer and Ion Pair Formation, 33. The Single Electron Reduction of Tetraphenyl-*p*-benzoquinone by Alkali Metals: ENDOR Spectra of Contact Ion Pairs as well as Triple Ions in Solution and Single Crystal Structures of Both the Neutral Compound and its Sodium Salt (In German)  
H. BOCK, A. JOHN, M. KLEINE, CH. NÄTHER, J. W. BATS 529
- Cycloadditions, XXII. Synthesis and Thermal Reaction of S-(Alkyl/Aryl)-2,3-butadiene-thioates (In German)  
G. HIMBERT, D. FINK 542
- Complexing Ability of Some 2-Spirothiazolid-4-one Derivatives  
M. A. EL-GAHAMI, M. F. EL-ZOHRY 551
- Crystal and Molecular Structure of Aminoguanidine Sulphate, an Important Enzyme Inhibitor and Starting Material of Drug Syntheses  
M. KOSKINEN, I. MUTIKAINEN, H. ELO 556
- On the Chemistry of Roccellic Acid (In German)  
S. HUNECK, J. SCHMIDT, A. PORZEL 561
- Synthesis and Spectroscopic Properties of the Stereoisomeric Esters from L- and D-N-Benzoylalanin and L- and D-N-Benzoylalaninol (In German)  
S. HUNECK, A. PORZEL 569
- Notes*
- The Crystal Structure of Tetraphenylarsonium-chloride Dihydrate (In German)  
M. ANDRATSCHKE, A. DASSLER, U. KLEMENT, K.-J. RANGE 576
- Erratum 579
- Contents of Number 5
- Original Communications*
- On the Crystal Chemistry of Oxoplatinates. A New Phase of the Composition Sr<sub>4-x</sub>Na<sub>x</sub>PtO<sub>6</sub> ( $x = 0.33$ ) (In German)  
G. TAMS, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 581
- A Contribution to the Crystal Chemistry of Alkaline Earth Precious Metal Perovskites Synthesis and Crystal Structure of NaBa<sub>4</sub>Cu<sub>0.5</sub>Pt<sub>1.5</sub>O<sub>8</sub> (In German)  
G. TAMS, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 585
- The First Oxocuprate/Arsenate Containing Mixed Valent Copper: Cu(Mg<sub>2.56</sub>Cu<sub>0.44</sub>)Cu(AsO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (In German)  
D. OSTERLOH, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 589
- $\mu_2$ -Halogeno Complexes of N-Bromosuccinimide and N-Bromophthalimide. The Crystal Structures of PPh<sub>4</sub>[X(N-Bromosuccinimide)<sub>2</sub>] and PPh<sub>4</sub>[X(N-Bromophthalimide)<sub>2</sub>] with X = Cl and Br (In German)  
M. GHASSEMZADEH, K. HARMS, K. DEHNICKE, D. FENSKE 593
- $\mu_2$ -Halogeno Complexes of N-Iodosuccinimide. The Crystal Structures of PPh<sub>4</sub>[X(N-Iodosuccinimide)<sub>2</sub>]·CH<sub>3</sub>CN with X = Cl, Br, I (In German)  
M. GHASSEMZADEH, K. DEHNICKE, H. GOESMANN, D. FENSKE 602

- Benzyidene- and Methylene-bis-diyltriflates as New Synthetic Materials for Organosilicon Polymers (In German)  
W. UHLIG 609
- Crystal Structure of Lead(II) Complexes with 2,2'-Iminodiethanol  
A. V. SIENKIEWICZ, V. N. KOKOZAY 615
- New Organometallic Tin-Tellurium Compounds. Syntheses and Crystal Structures of  $[\{\text{Cp}(\text{CO})_2\text{Fe}\}_4\text{Sn}_2\text{Te}_2]$ ,  $[\{\text{Cp}(\text{CO})_3\text{Mo}\}_4\text{Sn}_2\text{Te}_2]$  and  $[\{\text{Cp}(\text{CO})_3\text{Mo}\}_4\text{Sn}_4\text{Te}_6]$  (In German)  
K. MERZWEILER, H. KRAUS 621
- Preparation and Structure of Three Different Bis(ethylenediamine) Copper(II) Tetraborates (In German)  
M. SHAKIBAIE-MOGHADAM, U. TIMPER, G. HELLER 627
- Crystal Structure of  $\text{Sr}_{0.2}\text{Ca}_{2.8}\text{Ti}_2\text{O}_6$   
K. RUCK, H. BORRMANN, A. SIMON 635
- The Anion  $[\text{R}_2\text{Al}-\text{AlR}_2\text{Br}]^-$  ( $\text{R} = \text{CH}(\text{SiMe}_3)_2$ ) with an Aluminium-Aluminium and a Terminal Aluminium-Bromine Bond (In German)  
W. UHL, U. SCHÜTZ, S. POHL, W. SAAK 637
- Gold(I) Complexes of Organic Nitrogen Compounds: Synthesis and Structures of (Phthalimido)(triphenylphosphine)gold(I) in Crystals  $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO})_2\text{N}(\text{AuPPh}_3)$  and  $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO})_2\text{N}(\text{AuPPh}_3) \cdot \text{CHCl}_3$   
P. LANGE, A. SCHIER, J. RIEDE, H. SCHMIDBAUR 642
- A New Synthesis of Dimethylgold(III) Chloride Using Tetramethyltin  
M. PAUL, H. SCHMIDBAUR 647
- The Crystal Structures of  $\text{Li}[\text{PF}_6]$  and  $\text{Li}[\text{AsF}_6]$ : On the Crystal Chemistry of Compounds  $\text{A}[\text{E}^{\text{V}}\text{F}_6]$  (In German)  
C. RÖHR, R. KNIEP 650
- Preparation and Crystal Structure of the Cesium Selenidogermanates(IV)  $\text{Cs}_4\text{Ge}_4\text{Se}_{10} \cdot 2\text{CH}_3\text{OH}$  and  $\text{Cs}_4\text{Ge}_2\text{Se}_8$  (In German)  
W. S. SHELDRIK, B. SCHAFF 655
- Transition Metal Complexes with Sulfur Ligands, Cl. Synthesis and Structure of  $\text{N}_2\text{H}_5[\text{Fe}(\text{N}_2\text{H}_4)(\text{S}_2\text{C}_6\text{H}_4)_2] \cdot 1,33\text{N}_2\text{H}_4$  (In German)  
D. SELLMANN, H. FRIEDRICH, F. KNOCH 660
- Synthesis and Characterization of Cu(II) and Mono- and Dinuclear Pb(II) Complexes Derived from 3,5-Diacetyl-1,2,4-triazole  
P. SOUZA, A. I. MATE SANZ, A. ARQUERO, V. FERNANDEZ 665
- Unexpected Formation of 1-Amino-4,4,5,5-tetramethyl-3-(5,5,6,6-tetramethyl-1,4,5,6-tetrahydropyridazin-3-yl)pyrrolidin-2-one  
J. VOSS, R. RÖSKE, G. ADIWIDJAJA 672
- Tris(1,10-phenanthroline)iron(II) Complexes. Influence of 4,7-Donor Substitution on the Redox Potential  
M. LEVIS, U. LÜNING, M. MÜLLER, M. SCHMITTEL, C. WÖHRLE 675
- A Pentamethylcyclopentadienyl Ligand Functionalized with a Pendant Pyridyl Group; Crystal Structure of its Ferrocene-Type Iron Complex  
U. SIEMELING, B. NEUMANN, H.-G. STAMMLER 683
- Synthesis of Novel 3-Acetyl-2-hydroxy-1-N,N-diacetylaminocarbazole Derivatives  
M. SEKAR, S. VANITHA, K. J. RAJENDRA PRASAD 687
- New Synthetic Routes to Homonuclear Cobalt Hydride Clusters (In German)  
J. J. SCHNEIDER 691
- Covalent Adducts from 2-Substituted 5-Arylazo-tropones and Nucleophiles and their Fate  
M. CAVAZZA, F. PIETRA 697



Solid Phase Synthesis of Muramyl Dipeptide Derivatives and Investigations on their Biological Activities (In German)	702	Preparation, Vibrational Spectra, and Normal Coordinate Analysis of Bromo-Iodo-Rhenates(IV), $[\text{ReBr}_n\text{I}_{6-n}]^{2-}$ , $n = 0-6$ (In German)	753
J. TSCHAKERT, W. VOELTER		P. PRILLWITZ, W. PREETZ	
<i>Notes</i>		Thermodynamic Examinations on the Lewis Acidity of Trimethylchlorosilane – the Phase Diagrams and Excess Volumes of the Systems $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}/\text{Pyridine}$ and $(\text{CH}_3)_3\text{CCl}/\text{Pyridine}$ (In German)	759
Synthesis and Spectroscopic Study of Pentacarbonyl( $\eta^2$ -tetracyanoethylene) Metal(0) Complexes of the Group 6B Elements	717	M. W. ZENKE, K. HENSEN	
İ. A. MOUR, S. ÖZKAR			
Contents of Number 6		Fusing Nickelocene and Cyclopentadiene by Two Silyl Bridges. Synthesis and $^1\text{H}$ , $^{13}\text{C}$ , and $^{29}\text{Si}$ NMR Investigation of a Paramagnetic Building Block for High-Nuclear Metallocenes	763
<i>Original Communications</i>		M. FRITZ, J. HIERMEIER, F. H. KÖHLER	
Compounds at the Zintl Border: Preparation and Crystal Structure of $\text{Na}_{17}\text{Ga}_{29}\text{In}_{12}$ and $\text{K}_{17}\text{In}_{41}$ (In German)	721	Structures of Two Polynuclear Nickel-Thiolato-Complexes $[(\mu\text{-SMe})_2(\text{Ni}(\text{MeNHCS}_2))_2]$ and <i>cyclo</i> - $[(\mu\text{-SMe})_2\text{Ni}]_6$ (In German)	770
G. CORDIER, V. MÜLLER		K. SCHULBERT, R. MATTES	
On the Preparation of $(\text{CH}_3)_2\text{SSSH}^+\text{SbF}_6^-$ and $(\text{CH}_3)_2\text{SSSCH}_3^+\text{SbCl}_6^-$ (In German)	729	Contributions to the Chemistry of Phosphorus, 228. Functionalized Diphosphanes as Synthetic Building Blocks: $\text{LiH}(t\text{-BuP})_2$ , $\text{Li}_2(t\text{-BuP})_2$ , $\text{K}_2(i\text{-PrP})_2$ , $(i\text{-PrP})_2\text{Cl}_2$ (In German)	773
R. MINKWITZ, A. KORNATH		M. BAUDLER, H. TSCHÄBUNIN, H. SUCHOMEL, J. HASENBACH	
Structure and Doping of Seleno Silicates: the Crystal Structures of $\text{Er}_2\text{SeSiO}_4$ and $\text{Er}_{3.75}\text{Ca}_{0.25}\text{Se}_{2.75}\text{Cl}_{0.25}\text{Si}_2\text{O}_7$ (In German)	733	Luminescence Quenching and Photooxidation of Trichlorostannate(II) by Oxygen	778
K. STÖWE		A. BECHT, A. VÖGLER	
Formation of Iodoantimonates and Bismutates. Crystal Structures of $(\text{PhCH}_2\text{NEt}_3)_4[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]$ , $(\text{PhCH}_2\text{NEt}_3)_4[\text{Bi}_6\text{I}_{22}]$ and $(\text{Ph}_4\text{P})_3[\text{Bi}_5\text{I}_{18}]$ (In German)	741	Polynuclear Gold(I) Complexes of Dendritic Amines: Formation of Terminal Tris[(triphenylphosphine)aurio(I)]ammonium Groups – $\text{N}(\text{AuPPh}_3)_3\text{I}^+$ (In German)	781
S. POHL, M. PETERS, D. HAASE, W. SAAK		P. LANGE, H. BERUDA, W. HILLER, H. SCHMIDBAUR	
$\text{U}_3\text{TiSb}_5$ , $\text{U}_3\text{VSb}_5$ , $\text{U}_3\text{CrSb}_5$ , and $\text{U}_3\text{MnSb}_5$ with “Anti”- $\text{Hf}_5\text{Sn}_3\text{Cu}$ Type Structure	747	Compounds Involving the 5,6-Benzo-1,3,2-diazaphosphorinane-4-one Ring System: Synthesis of 2-Chloro-, 2-N,N-dimethylamino- and 2-Bis-(2-	
M. BRYLAK, W. JEITSCHKO			

- chloroethyl)amino-Substituted Derivatives with Three- and Four-Coordinated Phosphorus (In German)  
R. SONNENBURG, I. NEDA, A. FISCHER, P. G. JONES, R. SCHMUTZLER 788
- Organophosphorus Compounds with Tertiary Alkyl Substituents. III: Synthesis and Reactions of Di-1-adamantyl-Substituted Phosphorus Compounds; Crystal Structure of Di-1-adamantyl-phosphinic Chloride (In German)  
J. R. GOERLICH, A. FISCHER, P. G. JONES, R. SCHMUTZLER 801
- Crystalchemical Analysis of the Stereochemistry of the Cations and Anions in Bis(triphenylphosphine)iminium Di(phthalocyaninato)metalates of the Rare Earth Elements, (PNP)[Ln(Pc<sup>2-</sup>)<sub>2</sub>]·xH<sub>2</sub>O (Ln = La, Gd, Tm; x ≤ 0.5) (In German)  
M. S. HAGHIGHI, A. FRANKEN, H. HOMBORG 812
- Transition Metal Complexes with Sulfur Ligands, CV. Ni(II) and Ni(III) Complexes with the Pentadentate Thioether-Thiolate-Amine-Ligand 'N<sub>Me</sub>S<sub>4</sub>'<sup>2-</sup> ('N<sub>Me</sub>S<sub>4</sub>'<sup>2-</sup> = Dianion of 2,2'-Bis(2-mercaptophenylthio)diethylmethylamine) (In German)  
D. SELLMANN, T. HOFMANN, F. KNOCH 821
- Organometallic Oxides: The Crystal Structure of [(η-C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)Ti]<sub>8</sub>(μ-O)<sub>12</sub> (In German)  
F. HESHMATPOUR, S. WOCADLO, W. MASSA, K. DEHNICKE, F. BOTTOMLEY, R. W. DAY 827
- Silaheterocycles, XXVII. Controlling the Cycloaddition Behavior of Silenes by Substituent Effects (In German)  
N. AUNER, C. WAGNER, W. ZICHE 831
- Pd(II) and Pt(II) Complexes of 1,2-Bis(pyridin-2-yl)ethane-*N,N'*  
A. MCFARLANE, J. R. LUSTY, J. J. FIOL, A. TERRÓN, E. MOLINS, C. MIRAVITLLES, V. MORENO 844
- Notes*  
Excitonic Bands in the Optical Absorption Spectra of A<sub>3</sub>MX<sub>6</sub> and A<sub>3</sub>M<sub>2</sub>X<sub>9</sub> (A = MeNH<sub>3</sub>, Me<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>, Me<sub>3</sub>NH, Me<sub>4</sub>N; M = Bi, Sb; X = Cl, Br, I)  
G. C. PAPAVALASSIOU, I. B. KOUTSELAS 849
- Formation and Crystal Structure of the Complex [(18-Crown-6)(CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] (In German)  
P. G. JONES, O. HIEMISCH, A. BLASCHETTE 852
- Contents of Number 7
- Original Communications*  
Tris[(trimethylsilyl)oxy]antimony  
M. BAIER, K. ANGERMAIER, H. SCHMIDBAUR 855
- Synthesis of Alkyne, Alkynyl and Vinylidene Rhodium Complexes from Alkynyltriphenylsilanes (In German)  
M. BAUM, B. WINDMÜLLER, H. WERNER 859
- Synthesis, <sup>121</sup>Sb-Mößbauer Spectra and Structures of [SbF<sub>3</sub>(18-Crown-6)], [SbF<sub>3</sub>(18-Crown-6)]·CH<sub>3</sub>CN, and [(SbF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(12-Crown-4)] (In German)  
I. BECKER, M. WINDHAUS, R. MATTES 870
- A Cyclic Organoantimony(III) Oxide, (RSbO)<sub>4</sub> [R = Me<sub>3</sub>Si)<sub>2</sub>CH] (In German)  
H. J. BREUNIG, M. A. MOHAMMED, K. H. EBERT 877
- On the Reactions of Molecules (R<sub>2</sub>CS)<sub>2</sub> (R = CF<sub>3</sub>, Cl) and Cl<sub>2</sub>CS with XeF<sup>+</sup>MF<sub>6</sub><sup>-</sup> (M = As, Sb) and Crystal Structure of (CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CSC(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SF<sup>+</sup>SbF<sub>6</sub><sup>-</sup> (In German)  
R. MINKWITZ, B. BÄCK, H. PREUT 881
- Tripod* Ligands with Two Different Donor Groups: Synthesis and Coordination of H<sub>3</sub>CC(CH<sub>2</sub>PPh<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>OH) (In German)  
A. MUTH, G. REINHARD, G. HUTTNER, TH. SEITZ, TH. KLEIN, L. ZSOLNAI 889

- (Hydroxymethyl)diphenyl(piperidinoalkyl)silanes of the Type  $(\text{HOCH}_2)(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{CH}_2)_n\text{NC}_5\text{H}_{10}$  ( $n = 2, 3$ ) and their Methiodides: Synthesis, Structure and Antimuscarinic Properties (In German)  
R. TACKE, M. KROPGANS, A. TAFEL, F. WIESENBERGER, W. S. SHELDRIK, E. MUTSCHLER, HJ. EGERER, N. RETTENMAYR, J. GROSS, M. WAELBROECK, G. LAMBRECHT 898
- A Mixed Valent Oxometallate with  $\text{Cr}^{3+}$  Instead of  $\text{Ti}^{3+}$ :  $\text{Ba}_2\text{Ti}_4^{4+}\text{Cr}_2\text{O}_{13}$  (In German)  
S. MÖHR, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 911
- On a Mixed Valent Oxoniobate Containing Planar Polygons Around Niobium and Barium:  $\text{BaNb}^{2+}\text{Nb}_2^{4+}\text{O}_6$  (In German)  
S. MÖHR, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 915
- On  $\text{EuBeGd}_2\text{O}_5$  and on Phases of the Composition  $\text{M}_{1-x}\text{M}'_x\text{BeLn}_2\text{O}_5$ :  $\text{Ca}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{BeSm}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ba}_{0.25}\text{Ca}_{0.75}\text{BeNd}_2\text{O}_5$  and  $\text{Ba}_{0.36}\text{Sr}_{0.64}\text{BeNd}_2\text{O}_5$  (In German)  
HK. MÜLLER-BUSCHBAUM, S. FRENZEN 919
- On  $\text{SrCo}_2\text{V}_2\text{O}_8$  and  $\text{SrCo}_2(\text{AsO}_4)_2$  (In German)  
D. OSTERLOH, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 923
- $\text{Cd}_{0.73}\text{Cu}_{0.27}\text{V}_2\text{O}_6$ : A Compound with Brannerite Structure (In German)  
S. MÜNCHAU, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 927
- Monomeric  $[(\text{Me}_3\text{Si})_2\text{CH}]_2\text{Al}-\text{Te}-\text{Al}[\text{CH}(\text{SiMe}_3)_2]_2$  with a Bent Al-Te-Al Group (In German)  
W. UHL, U. SCHÜTZ 931
- $\text{NaK}_9\text{Ti}_{13}$ : A New Compound at the Zintl Border with Isolated  $\text{Ti}_{12}$  Icosahedra, Centered by Ti Atoms (In German)  
G. CORDIER, V. MÜLLER 935
- Chemistry of the 4,5-Benzo-3-methyl-1,3,2-oxazaphosphorinan-6-one Ring System: X-Ray Crystal Structure Analysis of a Bis(2-chloroethyl)amino- and of an Acetamido-Substituted Derivative (In German)  
A. FISCHER, I. NEDA, TH. KAUKORAT, R. SONNENBURG, P. G. JONES, R. SCHMUTZLER 939
- Studies on Bis-hydrazine Complexes of Metal Propionates and Mixed Metal Propionates  
B. N. SIVASANKAR, S. GOVINDARAJAN 950
- Metal Complexes of Dyes, V. A Trisplatinum(II) Complex with the Trianion of Triquinolobenzene as Tri(chelate) Ligand (In German)  
A. LENZ, K. POLBORN, W. BECK 955
- Chemistry of Gallium, III. Synthesis and Structure of a Tetraamino-Substituted Digallane (In German)  
G. LINTI, R. FREY, M. SCHMIDT 958
- 1,3-Dipolar Cycloaddition of Dinitrones – Formation of Tricyclic Dimers (In German)  
H. G. AURICH, A. CHAIR 963
- 5-Alkoxy(Aralkoxy)-3,6-dihydro-2H-1,3,4-oxadiazin-2-ones(thiones) from 2-Hydroxycarbohydrazono Esters (In German)  
D. GEFFKEN, C. HOLST 970
- Isolation of Venturicidin X, the Aglycon of Venturicidines A and B from *Streptomyces* sp. (In German)  
H. LAATSCH, M. KELLNER, Y-S. LEE, G. WOLF 977
- Notes*
- Tinorganic Fluorides Function as Fluorinating Reagents for Chlorides of Main Group Elements – Quantitative Recycling of the Fluorinating Reagent (In German)  
H. W. ROESKY, A. HERZOG, K. KELLER 981
- Crystal Structure of  $(\text{Ph}_3\text{PNH}_2)_4[\text{Sb}_6\text{O}_{10}\text{Cl}_{14}] \cdot 2\text{CH}_3\text{CN}$  (In German)  
D. FENSKE, R. GARBE, K. DEHNICKE 983
- $\text{Cu}_6\text{Br}_6(\text{NPMe}_3)_4$ , a Mixed-Valent Cluster of Copper (In German)  
R. MEYER ZU KÖCKER, K. DEHNICKE, D. FENSKE 987
- A Dimer of Ferroceno[1,2]cyclohexen-1-one-3 (In German)  
H. BRUNNER, M. MUSCHIOL, B. NUBER 991

- Rb<sub>2</sub>Fe<sub>6</sub>, a Polytelluride with Layer Structure  
 $\infty$ [Te<sub>6</sub><sup>-</sup>] (In German)  
 W. S. SHELDRIK, B. SCHAAF 993
- Erratum 997
- Contents of Number 8
- Original Communications*
- Polysulfonylamines, LVIII. Conservation of the Conformation of the Uncomplexed Coronand in a Supramolecular 18-Crown-6 Complex: Formation and Crystal Structures of 18-Crown-6-Dimesylamine (3/2) and of Two Modifications of Free Dimesylamine (In German)  
 A. BLASCHETTE, P. G. JONES, K. LINOH, I. LANGE, M. NÄVEKE, D. HENSCHL, A. CHRAPKOWSKI, D. SCHOMBURG 999
- Interactions in Crystals, 35. Single Crystal Growths of Na<sup>⊕</sup>C(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub> [\*\*\*] from Ether Solutions to a Polymer Band [(Na<sup>⊕</sup>C(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>)-Dioxane]<sub>∞</sub> and to a Solvent-Separated Ion Pair [(Na<sup>⊕</sup>/18-Crown-6)(THF)<sub>2</sub>]<sup>⊕</sup>[(Na<sup>⊕</sup>/18-Crown-6)-(ONO-C<sup>⊖</sup>(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]<sup>⊖</sup> (In German)  
 H. BOCK, T. HAUCK, C. NÄTHER, Z. HAVLAS 1012
- Structures of Charge-Perturbed Molecules, 47. Disodium and Dipotassium Nitranilates: The Cyanine Distortion of the Six-Membered Carbon Ring (In German)  
 H. BOCK, S. NICK, C. NÄTHER, J. W. BATS 1021
- Crystal Structures of the [2.2.2]Cryptates [Cd(cryptand 222)][CdCl<sub>4</sub>] and [Hg(cryptand 222)][Hg<sub>2</sub>Cl<sub>6</sub>] with 8-Coordinated Metal Ions (In German)  
 J. PICKARDT, B. KÜHN 1031
- 1,2-Di(silyl)benzene and 1,4-Dibromo-2,5-di(silyl)-benzene  
 R. SCHRÖCK, A. SLADEK, H. SCHMIDBAUR 1036
- Stable and Unstable Products on the Reaction of 2,2-Diphenyl-1,2-dihydroquinolenitroxide Radicals with Nitric Oxide (In German)  
 H. WEBER, A. GRZESIOK, R. SUSTMANN, H.-G. KORTH 1041
- The Binuclear Fe(II) Complex of N,N,N',N'-Tetrakis(2-pyridylmethyl)-2-hydroxy-1,3-diaminopropane – Molecular and Crystal Structure and its Interaction with Montmorillonite (In German)  
 A. WEISS, ST. DICK 1051
- Synthesis and Spectroscopic Studies of Pentacarbonylfumaronitrile-chromium(0), -molybdenum(0), and -tungsten(0)  
 İ. A. MOUR, S. ÖZKAR, C. G. KREITER 1059
- Molecular and Crystal Structure of 8-(*n*-Butylamino-phenyl-methylidene)-1,2,3,4,5,6,7-heptathiocane (In German)  
 F. W. HEINEMANN, H. HARTUNG, N. MAIER, H. MATSCHINER 1063
- MöBbauer Investigation of Ferrimagnetic Spinel in the System Cd<sub>x</sub>Ni<sub>1-x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (In German)  
 E. RIEDEL, D. PRICK, E. WOLSKA 1067
- MgNi<sub>2</sub>P – The First Ternary Phosphide with an Ordered Fe<sub>3</sub>C Type Structure (In German)  
 V. KEIMES, A. MEWIS 1071
- Dimorphic ThNi<sub>2</sub>P<sub>2</sub> with BaCu<sub>2</sub>S<sub>2</sub> and CaBe<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub> Type Structure  
 J. H. ALBERING, W. JEITSCHKO 1074
- Preparation and Crystal Structure of the Carbides Ln<sub>12</sub>Re<sub>5</sub>C<sub>15</sub> (Ln = Y, La–Nd, Gd–Er)  
 R. PÖTTGEN, G. BLOCK, W. JEITSCHKO, R. K. BEHRENS 1081
- A Novel Synthetic Approach to Asymmetric Salen, Dihydrosalen, and Tetrahydrosalen Ligands: Structures and O<sub>2</sub>-Activating Properties of their Nickel(II) and Cobalt(II) Complexes  
 A. BÖTTCHER, H. ELIAS, B. EISENMANN, E. HILMS, A. HUBER, R. KNIEP, C. RÖHR, M. ZEHNDER, M. NEUBURGER, J. SPRINGBORG 1089
- Silaethenes XVI. Formation and Reactivity of the Silaethenes Me(Vi)Si=CHCH<sub>2</sub>'Bu and Vi<sub>2</sub>Si=CHCH<sub>2</sub>'Bu (In German)  
 J. GROBE, H. ZIEMER 1101
- Preparation, <sup>11</sup>B, <sup>13</sup>C, <sup>1</sup>H NMR and Vibrational Spectra of 1,2-Trimethylenepentahydro-closohexaborate(1-), *cis*-[B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>-</sup>, and

- 1,2-Tetramethylenepentahydro-closo-hexaborate(1-), *cis*-[B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>-</sup>, and the Crystal Structures of [P(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>] and [P(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>] (In German)  
W. LÜBBE, A. FRANKEN, W. PREETZ 1115
- Alkali Metal Formates, VI. The Crystal Structure of Rubidium Hydrogen Diformate, RbH(HCO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> (In German)  
K. MÜLLER, K.-J. RANGE, A. M. HEYNS 1123
- Oxo and Non-oxovanadium(IV) Complexes with Oxy-Carboxylate Ligands, and the Structure of VCl<sub>2</sub>(salen) (In German)  
V. VERGOPOULOS, S. JANTZEN, N. JULIEN, E. ROSE, D. REHDER 1127
- On a New Alkaline Copper Oxovanadate KCu<sub>5</sub>V<sub>3</sub>O<sub>13</sub> (In German)  
F.-D. MARTIN, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 1137
- On KBa<sub>2</sub>V<sub>2</sub>O<sub>7</sub>Cl (In German)  
F.-D. MARTIN, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 1141
- Synthesis and Crystal Structure of Cu<sub>0.25</sub>Ho<sub>1.25</sub>W<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (In German)  
H. SZILLAT, H. MÜLLER-BUSCHBAUM 1145
- Ring-Opening of (-)-Camphorsulfonimide Derivatives and (+)-Fenchonesulfonimide by Nitronium Tetrafluoroborate  
G. WAGNER, U. VERFÜRTH, R. HERRMANN, C. KRÜGER 1150
- Contents of Number 9
- Original Communications*
- A Second Polymorphic Form of Te<sub>4</sub>(WCl<sub>6</sub>)<sub>2</sub> (In German)  
J. BECK 1159
- Crystal Structure and Vibrational Spectra of Zn(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (In German)  
H. HILLEBRECHT, G. THIELE, A. KOPPENHÖFER, H. VAHRENKAMP 1163
- BaCeN<sub>2</sub>, a Bariumnitridocerate(IV) with a Structure of the *anti*-TiP Type (In German)  
O. SEEGER, J. STRÄHLE 1169
- Investigations on Phases in the System 2 Ha-TaS<sub>2</sub>-2 Hc-MoS<sub>2</sub> (In German)  
P. REMMERT, E. FISCHER, H.-U. HUMMEL 1175
- Alkali Metal Formates, V. The Crystal Structure of Sodium Formate Dihydrate, NaHCO<sub>2</sub>·2 H<sub>2</sub>O (In German)  
K. MÜLLER, K.-J. RANGE, A. M. HEYNS 1179
- Five-Coordinate Complexes [tripodM-(ortho-(X)(Y)C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)]<sup>n</sup> (X, Y = O, S) with d<sup>5</sup>-, d<sup>6</sup>- and d<sup>7</sup>-Systems. Synthesis, Structure, Electrochemistry and ESR-Spectra (In German)  
V. KÖRNER, A. ASAM, G. HUTTNER, L. ZSOLNAI, M. BÜCHNER 1183
- Metal Complexes with Biologically Important Ligands, LXXIII. Organometallic Compounds of Palladium(II), Platinum(II), Rhodium(III) and Iridium(III) with N-6-Deoxy-galactopyranosyl-α-amino Acids (In German)  
Y. ZHOU, B. WAGNER, K. POLBORN, K. SÜNKEL, W. BECK 1193
- Vibrational Spectra and Force Constants of the Linear Anions [M<sup>II</sup>P<sub>2</sub>]<sup>4-</sup> and [M<sup>I</sup>X<sub>2</sub>]<sup>5-</sup> (M<sup>II</sup> = Zn, Cd, Hg; M<sup>I</sup> = Cu, Ag; X = E15) in Potassium Compounds and in Na<sub>4</sub>[HgP<sub>2</sub>] (In German)  
M. SOMER 1203
- An Efficient Synthesis of Diarylallenylidene Pentacarbonyl Chromium and Tungsten Complexes - Crystal Structure of (CO)<sub>5</sub>Cr=C=C=CPh<sub>2</sub> (In German)  
H. FISCHER, D. REINDL, G. ROTH 1207
- Synthesis and Structure of Tetraethylcyclotetraarsathiane and its Complexes [Ag{cyclo-(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>AsS)<sub>4</sub>}]<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub> and [cyclo-(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>AsS)<sub>4</sub>]·2 SbBr<sub>3</sub>  
TH. HÄUSLER, W. S. SHELDRIK 1215
- Linear Oligophosphaalkanes, XXVII. Fragmentation and Cyclization of Dissecondary Methylenebisphosphanes with Bulky Aromatic Substituents in Fe<sub>3</sub> and Ru<sub>3</sub> Clusters (In German)

- F. BITTERER, ST. KUCKEN, K. P. LANGHANS, O. STELZER, W. S. SHELDRIK 1223
- Structure and Magnetic Properties of a Dinuclear Complex with Iron(III) in Octahedral and Pyramidal Coordination  
A. ELMALI, Y. ELERMAN, I. SVOBODA, H. FUESS, K. GRIESAR, W. HAASE 1239
- The Crystal Structure of [Bis(tri-*n*-butyl-phosphine)gold(I)] Chloride  
E. ZELLER, A. SCHIER, H. SCHMIDBAUR 1243
- New Mono- and Spirobicyclic Aminosilanes: Synthesis, Structure and Properties (In German)  
TH. SCHLOSSER, A. SLADEK, W. HILLER, H. SCHMIDBAUR 1247
- Crystal Growth and X-Ray Structure of Metastable  $\alpha$ -KCoPO<sub>4</sub>  
M. LUJÁN, F. KUBEL, H. SCHMID 1256
- Preparation of  $\mu$ -Nitroso-bis(pentahydro-closohexaborate)(3-) and Crystal Structure of Cs<sub>3</sub>[B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(NO)B<sub>6</sub>H<sub>5</sub>] (In German)  
A. FRANKEN, W. PREETZ 1263
- Preparation, <sup>11</sup>B, <sup>13</sup>C NMR and Vibrational Spectra of Aminomethylhexahydro-closohexaborate(1-), [B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>)]<sup>-</sup>, and Crystal Structures of Cs[B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>)] and K[B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>(CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>)] (In German)  
A. FRANKEN, W. PREETZ 1267
- Crystal Structure of MnSO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O, A Nearly Symmetrical Layer Structure (In German)  
B. ENGELEN 1272
- On a Barium Rare-Earth Oxomanganate(IV,V): Ba<sub>3</sub>ErMn<sub>2</sub>O<sub>9</sub> (In German)  
CH. RABOW, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 1277
- The Crystal Structure of TiZnPO<sub>4</sub> and TiZnAsO<sub>4</sub> (In German)  
M. ANDRATSCHKE, K.-J. RANGE, C. WEIGL, U. SCHIESSL, F. RAU 1282
- Squamaronone, a Naphthoquinone from the Lichen *Squamarina cartilaginea* (In German)  
U. HIMMELREICH, S. HUNECK, G. B. FEIGE, H. T. LUMBSCH 1289
- Haemophaein, a Dibenzofuran from the Lichen *Phyllosora haemophaea* (In German)  
U. HIMMELREICH, S. HUNECK 1292
- Triacylglycerols, Fucosterol, Diacylglyceroglycolipids and Fucoxanthin from *Fucus virsoides* J. AG.  
G. FALSONE, F. CATENI, E. VRECH, L. BIRKOFER, V. LUCCHINI, H. WAGNER, O. SELIGMANN, L. COASSINI LOKAR 1297
- Notes
- Asymmetric Catalysis, 88. Kinetics of the Rh Catalysed Hydrogenation of (Z)-( $\alpha$ )-N-Acetamidocinnamic Acid with Optically Active Layer-Phosphines as Ligands (In German)  
H. BRUNNER, J. FÜRST, U. NAGEL, A. FISCHER 1305
- Contents of Number 10
- Original Communications
- Er<sub>2</sub>Au<sub>2</sub>Sn and other Ternary Rare Earth Metal Gold Stannides with Ordered Zr<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>-Type Structure  
R. PÖTTGEN 1309
- Bis(triorganotelluronium)hexasulfides (In German)  
M. WIEBER, R. HABERSACK 1314
- Synthesis and Vibrational and Mass Spectra of Ph<sub>3</sub>SnO<sub>2</sub>PMe<sub>2</sub>, Ph<sub>3</sub>SnO<sub>2</sub>PMePh and Ph<sub>3</sub>SnO<sub>2</sub>PPh<sub>2</sub>  
A.-F. SHIHADA 1319
- Metal Complexes of 6,6'-Dialkynyl-Substituted 2,2'-Bipyridine Ligands: Synthesis and Structure of [[6,6'-(CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>C≡C)<sub>2</sub>bpy]Cu(Cl)( $\mu$ -Cl)]<sub>2</sub> (In German)  
E. KÖVÁRI, R. KRÄMER 1324
- Synthesis and Crystal Structure of NaMg<sub>1.64</sub>Cu<sub>0.36</sub>V<sub>3</sub>O<sub>10</sub> (In German)  
F.-D. MARTIN, HK. MÜLLER-BUSCHBAUM 1329

- Neutron Diffraction Studies on  $\text{Mg}(\text{IO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  Single Crystals (In German)  
H. MÖLLER, E. SUCHANEK, H. D. LUTZ, W. PAULUS 1334
- Electron Transfer and Ion Pair Formation, 34. Single Crystal Structure of the Solvent-Separated Ion Pair  $[\text{9,9}'\text{-Bianthryl}^\ominus][\text{Na}^\oplus(\text{DME})_3]$  (In German)  
H. BOCK, A. JOHN, CH. NÄTHER, Z. HAVLAS 1339
- Synthesis and Molecular Structure of Silylated Ethenes and Acetylenes  
CH. RÜDINGER, H. BERUDA, H. SCHMIDBAUR 1348
- Synthesis and Structures of 2,2,4,4-Tetrafluoro-1,3-diphosphetanes and of -1,3-diphosphetane Disulfides (In German)  
M. FILD, P. G. JONES, K. RUHNAU, C. THÖNE 1361
- A New Carbonate with Baylissite Structure:  $\text{Rb}_2[\text{Mg}(\text{CO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4]$  (In German)  
Y. Q. ZHENG, A. ADAM 1368
- Concerning the Crystal Structures of the Cyano-Elpasolites  $[\text{N}(\text{CH}_3)_4]_2\text{CsCo}(\text{CN})_6$  and  $[\text{H}_3\text{NCH}_3]_2\text{NaFe}(\text{CN})_6$  (In German)  
ST. PESCHEL, D. BABEL 1373
- Synthesis, Crystal Structure, and Properties of Tetraaminophosphonium Iodide  $[\text{P}(\text{NH}_2)_4]\text{I}$  (In German)  
ST. HORSTMANN, W. SCHNICK 1381
- Intercalation of Pyridine into Ternary Transition Metal Disulfides  $\text{Ta}_{1-x}\text{Mo}_x\text{S}_2$  (In German)  
P. REMMERT, H.-U. HUMMEL 1387
- Diyne Complexes of Tungsten(VI). The Crystal Structure of  $[(\text{Et}_2\text{S})\text{WCl}_4(\text{Me}_3\text{Si}-\text{C}\equiv\text{C}-(\text{CH}_2)_4-\text{C}\equiv\text{C}-\text{SiMe}_3)\text{WCl}_4(\text{SEt}_2)]$  (In German)  
P. DIERKES, K. DEHNICKE 1391
- Structural Characterization of Dihydroselenapyrans Prepared by the Reaction of Diarylselenoketones with Conjugated Dienes  
R. FRÖHLICH, M. GREHL, ST. WILKER, G. ERKER, P. MAZEROLLES, CH. LAURENT 1397
- Borylation of 1,1'-Dibromoferrocene and Alkylferrocenes  
B. WRACKMEYER, U. DÖRFLER, J. RINCK, M. HERBERHOLD 1403
- Determination of Absolute Signs of  $^{119}\text{Sn}$ - $^{117}\text{Sn}$  Spin-Spin Coupling Constants  
B. WRACKMEYER, G. KEHR 1407
- Synthesis and Structure of Diastereomeric Dinuclear Copper Complexes (In German)  
R. W. SAALFRANK, O. STRUCK, K. PETERS, H. G. V. SCHNERING 1410
- Synthesis, Reactivity and Structure of Cobalt Semicorrinate Complexes (In German)  
R. W. SAALFRANK, O. STRUCK, K. PETERS, H. G. V. SCHNERING 1415
- Factors Influencing the Acid Lability of Substituted Arylsulphonyl Arginine Protecting Groups  
S. S. ALI, H. ECHNER, K. M. KHAN, CH. SCHRÖDER, M. HASAN, ATTA-UR-RAHMAN, W. VOELTER 1425
- A Novel Entry into Cyclopropanated Sugar Amino Acids  
FAKHAR-UZ-ZAMAN, A. FATIMA, A. MALIK, W. VOELTER 1434
- Notes*
- $\text{Ho}_4\text{C}_7$ ,  $\text{Y}_4\text{C}_7$ : Carbides with  $\text{C}_3^{4-}$  and  $\text{C}^{4-}$  Ions (In German)  
H. MATTAUSCH, TH. GULDEN, R. K. KREMER, J. HORAKH, A. SIMON 1439
- The Crystal Structure of the Lithium Phenylamidinate  $\{\text{Li}_3[\text{C}_6\text{H}_5-\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]_3 \cdot \text{NC}-\text{C}_6\text{H}_5\}$  (In German)  
T. GEBAUER, K. DEHNICKE, H. GOESMANN, D. FENSKE 1444
- Crystal Structures of Magnesium Dibromide Diglyme Adducts (In German)  
N. METZLER, H. NÖTH, M. SCHMIDT, A. TREITL 1448

## Contents of Number 11

*Original Communications*

- Hydroboration Products of Carbodiimides with (9 H-9-BBN)<sub>2</sub> (In German)  
R. BOESE, R. KÖSTER, M. YALPANI 1453
- On K<sub>4</sub>CuV<sub>5</sub>O<sub>15</sub>Cl (In German)  
F.-D. MARTIN, Hk. MÜLLER-BUSCHBAUM 1459
- On the Crystal Chemistry of Compounds with Johillerite Structure: KCO<sub>3</sub>Cu(As<sub>2.58</sub>V<sub>0.42</sub>)O<sub>12</sub> (In German)  
D. FRERICHS, Hk. MÜLLER-BUSCHBAUM 1463
- The Structure of Dihydroxonium Alkanedisulfonates (In German)  
P. SARTORI, R. JÜSCHKE, R. BOESE, D. BLÄSER 1467
- On the Reaction of Carbene Adducts of Carbon Disulfide with Bromine and Iodine (In German)  
N. KUHN, H. BOHNEN, G. HENKEL 1473
- Synthesis and X-Ray Crystal Structures of Some Transition-Metal Complexes Involving Ligands with the 4,5-Benzo-3-methyl-1,3,2-oxazaphosphorinan-6-one Framework (In German)  
A. FISCHER, I. NEDA, P. G. JONES, R. SCHMUTZLER 1481
- Insertion of Isocyanides into the Palladium-Carbon Bond of Cyclopalladated Complexes  
A. ZOGRAFIDIS, K. POLBORN, W. BECK, B. A. MARKIES, G. V. KOTEN 1494
- Crystal Structure and Hydrothermal Synthesis of the Layered Compound Be<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)(OH)·2 H<sub>2</sub>O (In German)  
Ch. ROBL, V. GÖBNER 1499
- A New Access to Ionic Thionylimides. Single Crystal Structure of N(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NSO (In German)  
S. MANN, M. JANSEN 1503
- The Redox Behaviour of Elemental Mercury and Diorganyl Disulphides (In German)  
I. STEINFATT, G. G. HOFFMANN 1507
- Water-Soluble Phosphanes, III. Water-Soluble Primary Phosphanes with Ammonium Groups NR<sub>2</sub>R' in the Side Chain – Donor-Functionalized Amphiphiles (In German)  
D. J. BRAUER, J. FISCHER, St. KUCKEN, K. P. LANGHANS, O. STELZER, N. WEFERLING 1511
- Ternary Rare Earth Metal Gold Stannides and Indides with Ordered U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> and Zr<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>-Type Structure  
R. PÖTTGEN 1525
- Heterometallic Compounds. Preparation and Structures of Some Co(III) Complexes with CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> Ligands (In German)  
R. C. BRÜGGEMANN, U. THEWALT 1531
- The Structure and Catalytic Properties of Coordination Polyhedra of 3 d-Metals in Metaphosphate Melts  
S. V. VOLKOV, V. A. BANDUR, N. I. BURYAK 1539
- The Preparation of Some Mono- and Bis-(thiolate)-2-butyne Complexes of Tungsten(II) of the Types [W(SR)(CO)(dppm)(η<sup>2</sup>-MeC<sub>2</sub>Me)] {dppm = Ph<sub>2</sub>P(CH<sub>2</sub>)PPh<sub>2</sub>; R = Et, Bu', Ph or CH<sub>2</sub>Ph} and [W(SR)<sub>2</sub>(CO)(dppm)(η<sup>2</sup>-MeC<sub>2</sub>Me)]  
P. K. BAKER, K. R. FLOWER 1544
- On the Reaction of Sodium Tetracarbonylcobaltate with Aluminiumtrichlorid. Molecular Structure of Co<sub>4</sub>(CO)<sub>13</sub>Al(THF)<sub>3</sub>Co<sub>3</sub>(CO)<sub>10</sub> (In German)  
J. J. SCHNEIDER, U. DENNINGER, C. KRÜGER 1549
- Organometallic Rhodium(III) and -(I) Complexes with 1,3-Dimethylumazine(DML). The Crystal Structure of [(η<sup>2</sup>-(O<sup>4</sup>,N<sup>5</sup>)DML)(η<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>)CIRh](PF<sub>6</sub>)  
O. HEILMANN, H.-D. HAUSEN, W. KAIM 1554
- On the Chemistry of Lichens from Turkey. Structure of Nemetzon, the Pigment of the Apothecia from *Haematomma nemetzii* (In German)  
S. HUNECK, U. HIMMELREICH, J. SCHMIDT, V. JOHN, U. ZEYBEK 1561
- Electrosynthesis of 2-Alkyl-4(3H)-quinazolinones  
E. ESTRADA, A. RIEKER 1566



- Metal Complexes with Biologically Important Ligands, LXXIV. Organometallic Compounds of 2-(3-Thienyl)glycine and Derivatives thereof (In German)  
E. SCHUHMAN, CH. ROBL, W. BECK 1569
- Synthesis of Cross-Linked Polyamines  
G. SOSNOVSKY, J. LUKSZO 1580
- N*-*tert*-Butylglyoxylicamide, the New Reagent for Peptide Segment Coupling by Four-Component Reaction (In German)  
ST. KÖNIG, R. KLÖSEL, R. KARL, I. UGI 1586
- Contents of Number 12
- Original Communications*
- Preparation of CuGaSe<sub>2</sub> Thin Film Solar Cells Comprising an Electrochemical Gallium Deposition Step  
M. MEHLIN, J. RIMMASCH, H. P. FRITZ 1597
- Facile Photochemical Synthesis of Benzylphosphines (In German)  
G. MÜLLER, M. WALDKIRCHER, M. WINKLER 1606
- (Se,O)-Coordinated Complexes of Subvalent Main Group Metals: The Crystal Structure of Bis(N,N-diethyl-N'-benzoylselenoureato)lead(II) (In German)  
M. SCHUSTER, W. BENSCH 1615
- [Mn(SPh)Cl<sub>3</sub>]<sup>2-</sup>, [Mn(SPh)<sub>3</sub>Cl]<sup>2-</sup>, [Mn<sub>2</sub>(SPh)<sub>6</sub>]<sup>2-</sup> and [Mn<sub>4</sub>(SPh)<sub>6</sub>Br<sub>4</sub>]<sup>2-</sup>: Synthesis, Structure and Selected Properties of Some New Chalkogenolate Complexes of Divalent Manganese (In German)  
H.-O. STEPHAN, K. GRIESAR, W. HAASE, G. HENKEL 1620
- Chiral Thioaldehyde Complexes of Rhenium, X-Ray Structure Determination of [Cp(NO)(Ph<sub>3</sub>P)Re( $\eta^2$ -S=CHPh)]PF<sub>6</sub>  
W. A. SCHENK, N. BURZLAFF, H. BURZLAFF 1633
- Synthesis of 1-Tungsta-2-phospha-3-cyclobuten-4-ol Complexes by Hydrochlorination of  $\eta^3$ -Phosphinoketene Complexes (In German)  
J. OSTERMEIER, M. HECKEL, W. HILLER, F. R. KREISSL 1640
- $\pi$ -Olefin Iridium Complexes, XXII. C-H Activation of Aromatic and Aliphatic Solvent Molecules RH in the Reaction of [Cp\*IrCl<sub>2</sub>]<sub>2</sub> with Butadienemagnesium with Formation of [Cp\*Ir( $\eta^3$ -C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>)R], and Crystal Structure of [Cp\*Ir( $\eta^3$ -C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>)C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>] (In German)  
J. MÜLLER, P. ESCARPA GAEDE, K. QIAO 1645
- Synthesis and Crystal Structure of Triphenyltelluroniumsulfide (In German)  
M. WIEBER, ST. LANG, ST. ROHSE, R. HABERSACK, CH. BURSCHKA 1654
- The Preparation of Sterically Demanding Phosphinoesters and their Use for the Synthesis of Rhodium(I) and Rhodium(III) Complexes (In German)  
W. WOLFSBERGER, W. BURKART, S. BAUER, A. HAMPP, J. WOLF, H. WERNER 1659
- Synthesis of Benzo-Bridged, Five-Membered ES<sub>2</sub>C<sub>2</sub> Heterocycles with ECl Moieties (E = P, As, Sb, Bi) Starting from 1,2,4,5-Tetramercaptobenzene (In German)  
H. KÖPE, H. BALZ 1674
- Synthesis and Rearrangement of 2,3,5,6-Tetrakis(isopropylidene)- and 2,3-Bis(isopropylidene)-1,4-diboracyclohexane Derivatives (In German)  
J. HAUSS, A. KRÄMER, H. PRITZKOW, W. SIEBERT 1677
- Radical Reactions of 6,6-Dimethylfulvene at Paramagnetic Cobalt(0) Centers – Structure of a Dicobalt Complex Containing a Tetrameric Hydrocarbon Ligand (In German)  
H.-F. KLEIN, E. AUER, TH. JUNG, C. RÖHR, R. KNIEP 1684
- Eightfold Functionalization of the Octasilesquioxane Core  
P. JUTZI, C. BATZ, A. MUTLUAY 1689
- Transition Metal Substituted Acylphosphanes and Phosphaalkenes, XXIV. Dipolar [3+2]- and

- [2+2]-Cycloadditions of Carbonyl Activated Alkynes to  $(\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5)(\text{CO})_2\text{Fe-P}=\text{C}(\text{NMe}_2)_2$ . Synthesis and Structure of the 1-Phosphatol-1,3-butadiene  
 $(\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5)(\text{CO})_2\text{Fe-P}=\text{C}(\text{E})-\text{C}(\text{E})=\text{C}(\text{NMe}_2)_2$  (E = CO<sub>2</sub>Me) (In German)  
 L. WEBER, O. KAMINSKI, H.-G. STAMMLER, B. NEUMANN, R. BOESE 1693
- Hindered Ligand Movements in Transition Metal Complexes, XLIV. Photoreactions of Hexacarbonyl- $\mu$ - $\eta^{5:5}$ -fulvalene-dimolybdenum with Allene (In German)  
 C. G. KREITER, W. CONRAD 1707
- 1,2,3,4,5-Penta(4-alkylphen-1-yl)-1,3-cyclopentadienes and their Sodium-, Indium(I)- and Thallium(I) Complexes (In German)  
 H. SCHUMANN, A. LENTZ 1717
- Zinc Complexes of Sulfonamides (In German)  
 U. HARTMANN, H. VAHRENKAMP 1725
- The Pd-Catalyzed Oxidative Coupling Reaction of Methyl Methylbenzoates (In German)  
 A. SHIOTANI 1731
- Oxidation of Disilenes: Experimental and Theoretical Studies  
 K. L. MCKILLOP, R. WEST, T. CLARK, H. HOFMANN 1737
- Silaheterocycles, XXXI. Allyl Cleavage of 2-Silaborbornenes: A Facile Synthesis of Cyclopentenyl-Compounds of Organochlorosilanes and of 2-Silaborbornanes (In German)  
 N. AUNER, H.-U. STEINBERGER 1743
- Contributions to the Chemistry of Phosphorus, 232. Partially Organyl Substituted Polycyclophosphanes (In German)  
 M. BAUDLER, H. JACHOW 1755
- Chemistry of Polyfunctional Molecules, 114. Synthesis and Structure of an Ionic and Non Ionic Cyclic Carbaphosphazene and of a Cobalt(III)-phosphazene Complex (In German)  
 J. ELLERMANN, J. SUTTER, F. A. KNOCH, M. MOLL, W. BAUER 1763
- Phosphazene Catalysis. The Basis of Linear Technology for Silicone Production (In German)  
 R. HAGER, J. WEIS 1774
- Carbonyliron-Lead Complexes: Multinuclear Magnetic Resonance Study in Solution and X-Ray Structure Determination of [Et<sub>2</sub>PbFe(CO)<sub>4</sub>]<sub>2</sub>  
 M. HERBERHOLD, V. TRÖBS, W. MILIUS, B. WRACKMEYER 1781
- Lanthanoid Complexes, IX. Reactivity Control of Lanthanoid Amides through Ligand Effects: Synthesis and Structures of Sterically Congested Alkoxy Complexes (In German)  
 W. A. HERRMANN, R. ANWANDER, F. C. MUNCK, W. SCHERER, V. DUFAUD, N. W. HUBER, G. R. J. ARTUS 1789
- Silyl and Phosphino Substituted Methanes: Synthetic and Structural Investigations of the Reactivity of Ambidentate Phosphinomethanides (In German)  
 H. H. KARSCH, R. RICHTER, B. DEUBELLY, A. SCHIER, M. PAUL, M. HECKEL, K. ANGERMEIER, W. HILLER 1798
- The Crystal Structure of Tetraphenylphosphonium Monoiodohexahydro-*closo*-hexaborate [P(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B<sub>6</sub>H<sub>6</sub>I] (In German)  
 W. PREETZ, D. SONNAK 1809
- Electrophilic Activation of OH Groups in Organophosphorus Compounds – An Application of Phosphane Boranes (In German)  
 TH. SEITZ, G. HUTTNER, M. BÜCHNER 1813
- Radical-Initiated Hydrosilylation-Cyclization Reactions of Bis(vinyldimethylsilyl) Compounds, CH<sub>2</sub>=CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiXSi(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub> (X = O, CH<sub>2</sub>, NH, NCH<sub>3</sub>, NSi(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)  
 D. SEYFERTH, H. FRIEDRICH, S. W. KRŠKA 1818
- Subject Index 1827
- Authors Index 1859

# Synthese, Kristallstruktur und Eigenschaften von Tetraaminphosphoniumiodid [P(NH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>+</sup>I<sup>-</sup>

Synthesis, Crystal Structure, and Properties of Tetraaminophosphonium Iodide  
[P(NH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>+</sup>I<sup>-</sup>

Stefan Horstmann, Wolfgang Schnick\*

Laboratorium für Anorganische Chemie, Universität Bayreuth, D-95440 Bayreuth

Z. Naturforsch. **49b**, 1381–1386 (1994); eingegangen am 5. Mai 1994

Tetraaminophosphonium Salt, Synthesis, Crystal Structure, Hydrogen Bonding,  
Condensation Reactions

The title compound has been prepared starting from phosphorothionic triamide SP(NH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> by methylation of the sulfur atom and subsequent ammonolysis reaction in dry acetonitrile and dichloromethane, respectively, both at room temperature. Suitable single crystals are obtained from an acetonitrile solution in a temperature gradient between 70 °C and room temperature. The crystal structure of [P(NH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>+</sup>I<sup>-</sup> has been determined by single crystal X-ray methods (P4/nbm; *a* = 842.6(2), *c* = 486.7(2) pm, *Z* = 2). In the solid [P(NH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>+</sup>- and I<sup>-</sup>-ions are found with significant N–H⋯I-hydrogen bonding interactions between anions and cations (H⋯I: 276.4 pm). The P–N-bond length in the cation (160.7(2) pm) represents the shortest P–NH<sub>2</sub> bond distance reported to date indicating a significant electrostatic strengthening. The condensation behaviour of [P(NH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>]<sup>+</sup>I<sup>-</sup> in solution and in the solid has been investigated.

## Einleitung

Systematische, präparative Untersuchungen führten in jüngster Zeit zur Erschließung der Substanzklasse der Phosphor(V)-nitride [1]. Ausgehend von binärem P<sub>3</sub>N<sub>5</sub> wurde eine ganze Reihe ternärer und höherer Phosphornitride synthetisiert und strukturell charakterisiert. Typisch für die in diesen Verbindungen auftretenden kovalenten P–N-Teilstrukturen ist das Vorliegen von PN<sub>4</sub>-Tetraedern, die auf ganz unterschiedliche Weise über gemeinsame Ecken miteinander verknüpft sein können: So wurden in ionisch aufgebautem Li<sub>7</sub>PN<sub>4</sub> „isolierte“ PN<sub>4</sub><sup>7-</sup>-Ionen gefunden. Komplexere Anionen enthalten Li<sub>12</sub>P<sub>3</sub>N<sub>9</sub>, in dem Cyclotrisilicat-analoge [P<sub>3</sub>N<sub>9</sub>]<sup>12-</sup>-Ringe vorliegen, und Li<sub>10</sub>P<sub>4</sub>N<sub>10</sub>, das aus zu molekularem Phosphor-pentoxid isosteren [P<sub>4</sub>N<sub>10</sub>]<sup>10-</sup>-Ionen aufgebaut ist. In dem phosphorreichen Lithiumphosphornitrid LiPN<sub>2</sub> wird eine dreidimensionale Raumnetzstruktur  $\overset{\infty}{\text{[PN}_{4/2}\text{]}}$  ausgebildet, die äquivalent zur β-Cristobalit-Struktur ist. Ein zu den Kettensilicaten analoger Aufbau wird in Ca<sub>2</sub>PN<sub>3</sub> verwirklicht. Auch Zeolith-analoge Gerüststrukturen wurden bei

den Phosphornitriden erhalten: In den Verbindungen M<sub>7-x</sub>H<sub>2x</sub>[P<sub>12</sub>N<sub>24</sub>]Z<sub>2-y</sub> bauen Phosphor und Stickstoff eine Sodalith-analoge Anordnung aus allseitig eckenverknüpften PN<sub>4</sub>-Tetraedern auf. Durch den Einbau unterschiedlicher Metalle (z.B. M = Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Mg) sowie verschiedener Halogene (Z = F, Cl, Br, I) ergibt sich eine große Variationsbreite bezüglich Zusammensetzung und Eigenschaften dieser Verbindungen [1–3].

Die Synthese der bislang erwähnten Verbindungen geschieht über Festkörperreaktionen und Hochtemperatur-Umsetzungen. Zur Synthese definierter P–N-Festkörperverbindungen aus Lösungen sind jedoch lösliche Edukte wünschenswert, die „isolierte“ PN<sub>4</sub>-Baueinheiten enthalten. PN<sub>4</sub><sup>7-</sup>-Ionen kommen aufgrund der extrem hohen Formalladung hierfür kaum in Frage, da bislang keinerlei Hinweise auf die Existenz dieser Ionen in Lösung gefunden wurden. Auf der Suche nach geeigneten Ausgangsverbindungen zur Synthese definierter P–N-Festkörperstrukturen aus Lösung stießen wir jedoch auf die dem Salz Li<sub>7</sub>PN<sub>4</sub> korrespondierende hypothetische Säure H<sub>7</sub>PN<sub>4</sub>, die als instabile Monophosphazen-Zwischenstufe bei der Ammonolyse von PCl<sub>5</sub> vermutet wird [4]. Die Imidonitridoorthophosphorsäure H<sub>7</sub>PN<sub>4</sub> konnte jedoch aufgrund ihrer hohen Basizität sowie Neigung zu Kondensations-

\* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. W. Schnick.

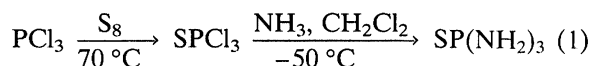
reaktionen bislang nicht in reiner Form erhalten werden.

Vor längerer Zeit beschrieben Schmidpeter *et al.* Versuche zur Darstellung von  $P(NH_2)_4I$ , das als Hydroiodid von  $H_7PN_4$  angesehen werden kann. Die Annahme der Existenz eines Tetraaminophosphonium-Salzes beruhte zunächst vor allem auf NMR-spektroskopischen Untersuchungen wäßriger Lösungen [5]. In unseren Vorversuchen wurde aber deutlich, daß Tetraaminophosphoniumiodid in wäßriger Lösung rasch Hydrolyse erleidet. Kürzlich gelang uns jedoch die Synthese und der strukturelle Nachweis des ersten Tetraaminophosphonium-Salzes anhand einer Einkristall-Röntgenstrukturanalyse [6]. Wir berichten in dieser Arbeit über die Synthese, Strukturaufklärung sowie die Eigenschaften von Tetraaminophosphoniumiodid  $[P(NH_2)_4]I$ .

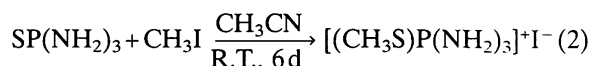
### Experimentelles

#### Synthese von Tetraaminophosphoniumiodid

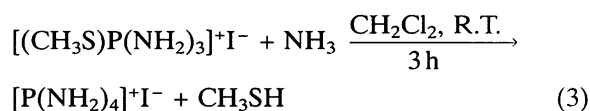
Die Synthese von Tetraaminophosphoniumiodid (**1**) [7] erfolgt ausgehend von  $SP(NH_2)_3$ , das gemäß Gl. (1) aus  $PCl_3$  erhalten wird [8].



Aktivierung der Schwefelfunktion in einer heterogenen fest-flüssig Reaktion (Gl. (2)) durch Methylierung mit Methyljodid liefert Methylthiotriaminophosphoniumiodid **2**.



Durch Ammonolyse einer Aufschlämmung von **2** in  $CH_2Cl_2$  bildet sich feinkristallines Tetraaminophosphoniumiodid **1** unter Abspaltung von Methylmercaptan (Gl. (3)).



Alle Arbeiten wurden unter getrocknetem Argon durchgeführt, die eingesetzten Lösungsmittel wurden nach Standardmethoden [9] getrocknet.

#### Methylthiotriaminophosphoniumiodid (**2**)

5,55 g  $SP(NH_2)_3$  (50 mmol), suspendiert in 35 ml trockenem Acetonitril, werden mit 5 ml Methyljodid (80 mmol) versetzt und unter Argon-Atmosphäre bei Raumtemperatur gerührt. Nach sieben

Tagen wird der weiße Niederschlag abfiltriert, viermal mit 15 ml Diethylether gewaschen und getrocknet. Ausbeute: 10,63 g  $[(CH_3S)P(NH_2)_3]I$  (42 mmol, 84% bezogen auf eingesetztes Thio-phosphorsäuretriamid). Die weiße, feinkristalline Substanz schmilzt bei  $157^\circ C$  unter Zersetzung und entwickelt an der Luft Methylmercaptan.  $^{31}P$ -NMR-Spektrum ( $36,9$  MHz,  $25^\circ C$ , DMF):  $\delta = 48,1$  (s).

#### Tetraaminophosphoniumiodid (**1**)

4,82 g  $[(CH_3S)P(NH_2)_3]I$  (0,02 mol) werden in 100 ml Dichlormethan suspendiert. Unter kräftigem Rühren wird über drei Stunden ein starker Strom von getrocknetem  $NH_3$  eingeleitet. Anschließend läßt man Argon durch die Lösung strömen (1 h), um das Methylmercaptan aus der Reaktionsmischung zu vertreiben. Der entstandene weiße, feinkristalline Feststoff wird abfiltriert und viermal mit 20 ml Diethylether gewaschen. Nach dem Trocknen bleiben 4,26 g  $[P(NH_2)_4]I$  (19,2 mmol; 96%).

Tetraaminophosphoniumiodid **1** zersetzt sich oberhalb  $150^\circ C$  ohne zu schmelzen, im Vakuum findet Kondensation unter Abspaltung von Ammoniumiodid statt.  $^{31}P$ -NMR-Spektrum (121,496 MHz,  $25^\circ C$ ,  $D_2O$ ):  $\delta = 30,6$  (s);  $^{31}P$ -MAS-NMR:  $\delta = 14,2$  (isotrope chemische Verschiebung).

Verbindung **1** ist in den meisten aprotischen Solvenzen unlöslich, reagiert jedoch mit protischen Lösungsmitteln sowie Wasser unter Zersetzung. Die Zucht von Einkristallen von **1** gelang aus trockenem Acetonitril im Temperaturgradienten zwischen  $70^\circ C$  und R.T. im Zeitraum von 14 Tagen.

#### IR-spektroskopische Untersuchung

Das IR-Spektrum (Abb. 1) von **1** wurde auf einem Fourier-Transform-IR-Spektrometer IFS 66 v (Fa. Bruker, Karlsruhe) unter Verwendung von

Tab. I. Zuordnung der Banden im IR-Spektrum von  $[P(NH_2)_4]I$  (KBr-Preßling).

Beobachtete Frequenz [ $cm^{-1}$ ]	Zuordnung
3378 vs	$\nu_{as}(NH)$
3279 vs	$\nu_s(NH)$
3097 w	$2\delta(PNH)$
1557, 1546 s	$\delta(PNH)$
1078 s	$\nu_{as}(NPN)$
947 s	$\nu_s(NPN)$
536 w	$\delta(NPN)$

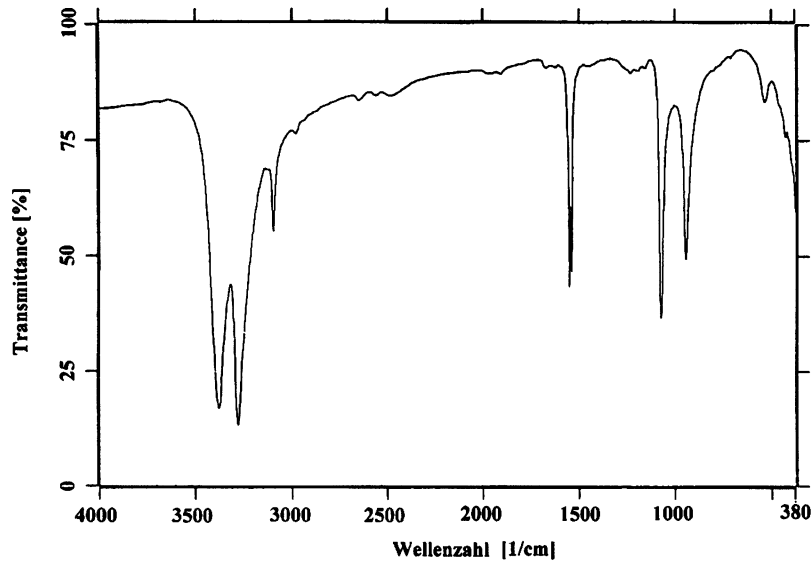


Abb. 1. IR-Spektrum von Tetraaminophosphoniumiodid **1** (KBr-Preßling).

KBr-Preßlingen (1 mg Substanz/500 mg KBr, präpariert in einer Glove-Box unter Argon-Schutzgasatmosphäre) aufgenommen. Die Lage der Banden und ihre Zuordnung ist in Tab. I angegeben. Im Bereich zwischen 380 und 4000  $\text{cm}^{-1}$  werden acht Schwingungen beobachtet. Die Banden oberhalb von 3200  $\text{cm}^{-1}$  sind N-H-Valenzschwingungen zuzuordnen. Das Auftreten der symmetrischen und der asymmetrischen P-N-Valenzschwingungen läßt eine Symmetrierniedrigung des  $\text{PN}_4$ -Tetraeders erkennen. Dies wird durch die Strukturanalyse belegt, das Kation besitzt demnach die kristallographische Punktsymmetrie  $D_{2d}$ .

#### Kristallstrukturbestimmung von Tetraaminophosphoniumiodid

Auf einem Siemens P4-Diffraktometer wurde ein Einkristall der Größe  $0,24 \times 0,20 \times 0,20 \text{ mm}^3$  vermessen (Tab. II). Es wurden 1260 Reflexe gemessen, aus denen nach Mittelung in der Lau-Klasse  $4/mmm$  282 symmetrieunabhängige Reflexe mit einer Intensität  $F_o \geq \sigma(F_o)$  erhalten wurden ( $R_{\text{int}} = 0,007$ ). Die Raumgruppe  $P4/nbm$  (Nr. 125) ergab sich eindeutig aus den Auslöschungsbedingungen.

Die Lagen der Iod-, Phosphor- und Stickstoffatome konnten durch Direkte Methoden mit Hilfe des Programmpaketes SHELXTL-PLUS [10] bestimmt werden. Nach Verfeinerung der Atomkoordinaten konnten aus der Differenz-Fourier-Synthese auch die Wasserstoffatome eindeutig lokalisiert werden. Die endgültige Verfeinerung unter Verwendung anisotroper Temperaturfaktoren

für Phosphor, Stickstoff und Iod ergab  $R = 0,0223$  bzw.  $wR = 0,0134$  mit  $w^{-1} = \sigma^2(F_o)$ . Die verfeinerten Atomparameter sind in Tab. III enthalten, interatomare Abstände und Winkel werden in Tab. IV aufgeführt.

Die ermittelten Atomlagen stellen lokale Maxima der Elektronendichtefunktion dar. Für leichte Atome, besonders Wasserstoff, müssen diese Atompositionen nicht exakt mit den tat-

Tab. II. Parameter der Kristallstrukturbestimmung von **1**.

Formel	$[\text{P}(\text{NH}_2)_4]\text{I}$
Molmasse [g/mol]	221,9
Kristallsystem	tetragonal
Raumgruppe	$P4/nbm$ (Nr. 125)
Gitterkonstanten [pm]	$a = 842,6(2)$ $c = 486,7(2)$
Zellvolumen [ $10^6 \text{ pm}^3$ ]	345,5(2)
Formeleinheiten/Zelle	$Z = 2$
Röntgenogr. Dichte [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	2,133
Strahlung	Mo-K $\alpha$ (Graphit-Monochromator)
Absorptionskoeffizient [ $\text{mm}^{-1}$ ]	4,76
Meßtemperatur [K]	173
Meßbereich	$4^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$ , $\omega$ - $2\theta$ -Scan
Gemessene Reflexe	1260
Symmetrieunabhängige Reflexe	282 ( $R_{\text{int}} = 0,007$ )
Beobachtete Reflexe	282 ( $F_o > 0,0\sigma(F_o)$ )
Korrekturen	Lorentz, Polarisation
Verfeinerte Parameter	16
R-Werte	$R = 0,0223$ $wR = 0,0134$ $w^{-1} = \sigma^2(F_o)$

Tab. III. Verfeinerte Ortsparameter und isotrope äquivalente Temperaturparameter  $U_{\text{eq}}$  der Atome in  $[\text{P}(\text{NH}_2)_4]^+\text{I}^-$ .  $U_{\text{eq}} = 1/3 (U_{11} + U_{22} + U_{33})$ .  $U$  ist in Einheiten von  $[\text{pm}^2]$  angegeben (Standardabweichungen in Klammern).

Atom	Wyckoff-Symbol	$x/a$	$y/b$	$z/c$	$U_{\text{eq}}$
I	2a	1/4	1/4	0	234(1)
P	2d	3/4	1/4	1/2	188(2)
N	8m	0,1308(2)	-0,3692(2)	0,3455(5)	296(4)
H	16n	0,339(3)	-0,055(3)	0,283(4)	370(60)

Tab. IV. Abstände [pm] und Winkel [°] in Tetraaminophosphoniumiodid (Standardabweichungen in Klammern).

P–N	160,7(2)
N–H	100 <sup>a</sup>
H...I	276,4 <sup>a</sup>
N <sub>1</sub> –P–N <sub>3</sub>	124,2(2)
N <sub>1</sub> –P–N <sub>2</sub>	102,7(1)
N <sub>2</sub> –P–N <sub>3</sub>	102,7(1)
N <sub>1</sub> –P–N <sub>4</sub>	102,7(1)
N <sub>3</sub> –P–N <sub>4</sub>	102,7(1)
N <sub>2</sub> –P–N <sub>4</sub>	124,2(2)
P–N–H	120(2)
H–N–H	114(4)
N–H...I	173,3 <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Werte berechnet unter Annahme eines N–H-Abstandes von 100 pm und Beibehaltung der ermittelten N–H-Konformationen.

sächlichen Atompositionen übereinstimmen. Aus diesem Sachverhalt erklären sich die offensichtlich zu kurzen, verfeinerten N–H-Abstände (74,9(26) pm), für die ein Wert von etwa 100 pm erwartet werden kann [11]. Aus diesem Grund wurden idealisierte Wasserstoffpositionen (N–H-Bindungslängen: 100 pm) unter Beibehaltung der ermittelten N–H-Konformationen der Strukturdiskussion zugrunde gelegt.

### Strukturbeschreibung und Diskussion

Tetraaminophosphoniumiodid **1** ist im Festkörper ionisch aufgebaut. Die komplexen Kationen (Abb. 2) und die Iodid-Ionen bilden eine CsCl-analoge Packung (Abb. 3). Da die  $[\text{P}(\text{NH}_2)_4]^+$ -Ionen in zwei Orientierungen vorliegen, tritt gegenüber dem Aristotyp eine Verdoppelung der Elementarzelle gemäß einer Transformationsmatrix (110; -110; 001) auf. Ausgehend vom Rauminkrement des Iodid-Ions nach Biltz ( $56,4 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$  [12]) ergibt sich ein Verhältnis der Anionen- und

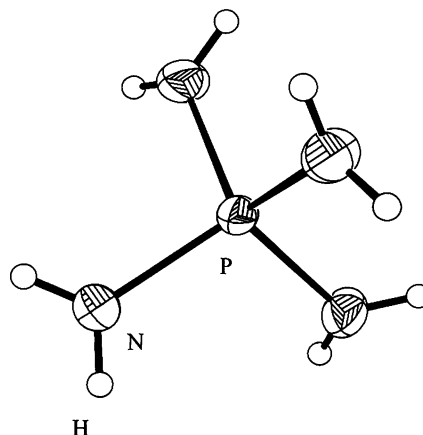


Abb. 2. Struktur des Tetraaminophosphonium-Ions in **1**. Schwingungsellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

Kationen-Radien von  $\epsilon = 0,79$ . Dieser Wert liegt nach Parthé im Existenzbereich des CsCl-Typs [13].

Charakteristisch für die Kristallstruktur von Tetraaminophosphoniumiodid ist das Vorliegen signifikanter N–H...I-Wasserstoffbrückenbindungen mit nahezu linearen N–H...I-Kontakten (173,3°). Die N–H-Bindungen zeigen fast direkt auf die jeweils benachbarten I<sup>-</sup>-Ionen (Abb. 4). Die H...I-Abstände unterschreiten mit 276,4 pm deutlich die Summe der entsprechenden Van-der-Waals-Radien (318 pm [14]).

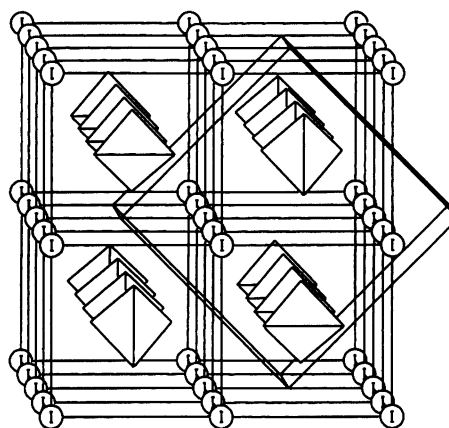


Abb. 3. CsCl-analoge Packung von  $[\text{P}(\text{NH}_2)_4]^+$ -Kationen (als geschlossene Tetraeder dargestellt) und I<sup>-</sup>-Anionen in **1**. Die tetragonale Elementarzelle von **1** ist eingezeichnet.

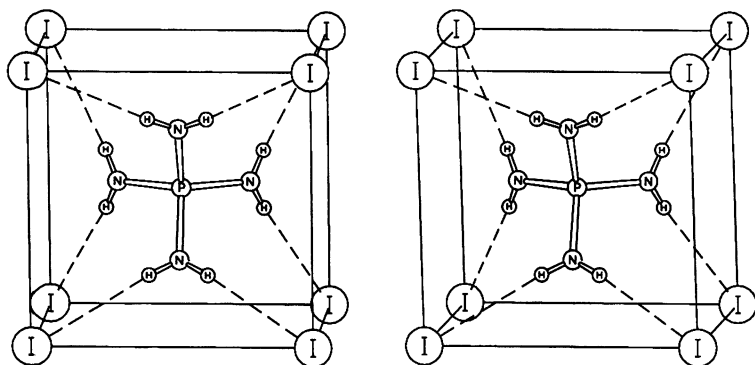


Abb. 4. Stereoskopische Darstellung der N-H...I-Wasserstoffbrückenbindungen in I.

Entsprechend einer bisphenoidischen Stauung der  $PN_4$ -Tetraeder ( $N-P-N$ : viermal  $102,7(1)^\circ$ , zweimal  $124,2(2)^\circ$ ) ergibt sich eine tetragonale Verzerrung der CsCl-analogen Einheiten mit einem Verhältnis  $c/a = 0,817$ .

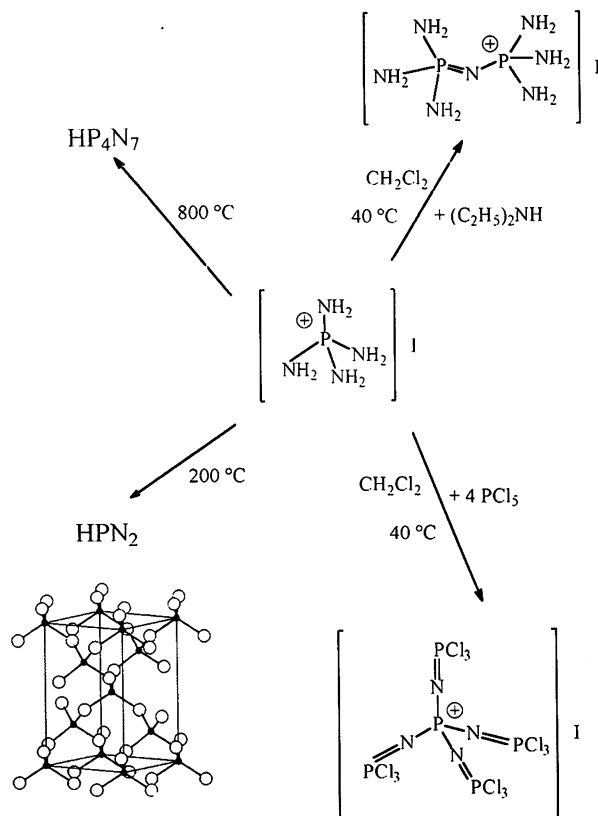
Mit einer  $P-N$ -Bindungslänge von  $160,7(2)$  pm im Tetraaminophosphonium-Ion liegt der kürzeste bislang beobachtete Abstand  $P-NH_2$  vor (vgl. Tab. V). Nach O'Keeffe *et al.* [18] ergibt sich aus den vier  $P-N$ -Bindungen für das Phosphoratom eine Valenzsumme von 5,56. Die kurze  $P-N$ -Bindung könnte zwar im Zusammenhang mit der beobachteten Planarisierung an den Atomen ( $P-N-H$ :  $120(2)^\circ$ ,  $H-N-H$ :  $114(4)^\circ$ , Winkelsumme:  $354^\circ$ ) auf Doppelbindungsanteile hindeuten, die strukturellen Befunde stehen jedoch auch nicht im Widerspruch zur Annahme erhöhter polarer Bindungsanteile zwischen positiv geladenem Phosphor und  $sp^2$ -hybridisiertem Stickstoff.

Mit dem Säure-Base-Paar  $H_8PN_4^+/PN_4^{7-}$  bietet sich erstmals die Möglichkeit zum strukturellen Vergleich über acht Dissoziationsstufen. Bislang waren nur Säure-Base-Paare bekannt, die sich um maximal sechs Dissoziationsstufen unterscheiden (z. B.  $H_6IO_6^+/IO_6^{5-}$  [19],  $H_6TeO_6/TeO_6^{6-}$ ). In dem

vollständig deprotonierten Anion  $PN_4^{7-}$  wird, bedingt durch die Repulsion der hochgeladenen N-Atome, eine relativ lange  $P-N$ -Bindung ( $171$  pm [20], Valenzsumme am Phosphor: 4,25 [18, 21]) gefunden. Im vollständig protonierten Tetraaminophosphonium-Ion verkürzt sich hingegen die  $P-N$ -Bindungslänge um annähernd  $10$  pm auf  $160,7(2)$  pm.

Tab. V.  $P-NH_2$ -Abstände in Phosphor(V)-Verbindungen.

Verbindungen	Kürzester $P-N$ -Abstand der $P-NH_2$ -Gruppen [pm]	Zitat
$[P(NH_2)_4]I$	160,7(2)	diese Arbeit
$cyclo-[PN(NH_2)_2]_3$	164,1(4)	[15]
$OP(NH_2)_3$	164,9(2)	[16]
$SP(NH_2)_3$	165,7(3)	[8]
$NH_4[OSP(NH_2)_2]$	165,9(8)	[17]



### Kondensationsreaktionen von Tetraaminophosphoniumiodid

Je nach Reaktionsbedingungen kann Tetraaminophosphoniumiodid für Kondensationsreaktionen im Festkörper oder in Lösungen eingesetzt werden. So setzt sich  $[\text{P}(\text{NH}_2)_4]\text{I}$  bereits ab 200 °C im Vakuum zu polymerem Phosphornitridimid  $\text{HPN}_2$  um [22]. Wird die Kondensation bei 800 °C in geschlossenen Druckampullen durchgeführt, so sublimiert Ammoniumiodid ab und es bildet sich kristallines Phosphornitridimid  $\text{HP}_4\text{N}_7$  [1].

In Chloroform soll das Tetraaminophosphonium-Ion bei 40 °C unter Einwirkung von Diethylamin zum 1,1,1,3,3,3-Hexaamino-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -diphosphazanium-Kation  $[(\text{NH}_2)_3\text{P}=\text{N}-\text{P}(\text{NH}_2)_3]^+$  kon-

densieren [5]. Die Umsetzung von Tetraaminophosphoniumiodid in Dichlormethan mit  $\text{PCl}_5$  bei 40 °C führt zum Tetrakis(trichlorophosphazo)-phosphonium-Ion  $[(\text{Cl}_3\text{P}=\text{N})_4\text{P}]^+$  [5].

Wie schon die wenigen angeführten Kondensationsreaktionen belegen, ist das Tetraaminophosphonium-Ion ein vielversprechender Baustein zur Entwicklung neuer Synthesen auf dem Weg vom Molekül zum Festkörper.

#### Dank

Herrn Prof. Dr. A. Schmidpeter, Universität München, danken wir für anregende Diskussionen. Diese Arbeit wurde gefördert von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie.

- 
- [1] W. Schnick, *Angew. Chem.* **105**, 846 (1993).  
 [2] W. Schnick in: *Proc. 10th Internatl. Zeolite Conf., Garmisch-Partenkirchen*; J. Weitkamp, H. G. Karge, H. Pfeiffer, W. Hölderich (Hrsg.), Elsevier, Amsterdam (1994).  
 [3] W. Schnick, J. Lücke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* (1994), im Druck.  
 [4] M. Becke-Goehring, K. Niedenzu, *Chem. Ber.* **90**, 2072 (1957).  
 [5] A. Schmidpeter, C. Weingand, *Angew. Chem.* **81**, 573 (1969).  
 [6] W. Schnick, S. Horstmann, A. Schmidpeter, *Angew. Chem.* **106**, 818 (1994).  
 [7] A. Schmidpeter, C. Weingand, *Angew. Chem.* **80**, 234 (1968).  
 [8] W. Schnick, *Z. Naturforsch.* **44b**, 942 (1989).  
 [9] D. D. Perrin, W. L. F. Armarego, „Purification of Laboratory Chemicals“, Pergamon Press, Oxford (1992).  
 [10] G. M. Shelbrick, *SHELXTL-PLUS V4.2 Crystallographic System*, Siemens Analytical X-Ray Instruments Inc., Madison, WI (1992).  
 [11] A. F. Wells, „Structural Inorganic Chemistry“, Clarendon Press, Oxford (1984).  
 [12] W. Biltz, „Raumchemie der festen Stoffe“, Leopold Voss, Leipzig (1934).  
 [13] E. Parthé, *Z. Kristallogr.* **115**, 52 (1961).  
 [14] A. Bondi, *J. Phys. Chem.* **68**, 441 (1964).  
 [15] H. Jacobs, R. Kirchgässner, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **581**, 125 (1990).  
 [16] G. J. Bullen, F. S. Stephens, R. J. Wade, *J. Chem. Soc. A*, 1804 (1969).  
 [17] D. Mootz, W. Look, G. Sassmannshausen, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **358**, 282 (1968).  
 [18] N. E. Breese, M. O’Keeffe, *Acta Crystallogr.* **B 47**, 192 (1991).  
 [19] T. Kraft, M. Jansen, *Chem. Ber.* **126**, 2415 (1993).  
 [20] W. Schnick, J. Lücke, *J. Solid State Chem.* **87**, 101 (1990).  
 [21] N. E. Breese, M. O’Keeffe in: *Struct. Bonding* **79**, 307 (1992).  
 [22] W. Schnick, J. Lücke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **610**, 121 (1992).