

$\bar{v}_{\text{NS}} = 1372 \text{ cm}^{-1}$. Gleches gilt für die daraus berechneten NS-Valenzkraftkonstanten^[4] und NS-Bindungsgrade^[5]:

$$f_{[\text{NS}]} = 11.85 \text{ mdyn/Å}; \text{ Bindungsgrad } N_{[\text{NS}]} = 2.6 \\ f_{\text{NS(NSF)}} = 10.71 \text{ mdyn/Å}; \text{ Bindungsgrad } N_{\text{NS(NSF)}} = 2.4$$

Die ^{19}F -NMR-Spektren der in AsF_3 gelösten Substanzen bestätigen deren ionischen Charakter: im Bereich von +350 bis -440 ppm (externer Standard CFCl_3) konnte kein SF-Signal erhalten werden: Fluor-Austausch zwischen den Anionen und AsF_3 wurde nicht beobachtet.

Eingegangen am 24. November 1970 [Z. 328]

[*] Prof. Dr. O. Glemser und Dipl.-Chem. W. Koch
Anorganisch-chemisches Institut der Universität
34 Göttingen, Hospitalstraße 8-9

- [1] Vgl. S. Gruhl, Dissertation, Universität Göttingen 1966.
- [2] G. M. Begun u. A. C. Rutenberg, Inorg. Chem. 6, 2212 (1967).
- [3] J. A. Evans u. D. A. Long, J. Chem. Soc. A 1968, 1688.
- [4] O. Glemser, A. Müller, D. Böhnen u. B. Krebs, Z. Anorg. Allg. Chem. 357, 184 (1968).
- [5] H. Siebert, Z. Anorg. Allg. Chem. 275, 225 (1954).

Na_2Se_5 -Lösungen vgl.^[3]. Eine Suspension von 0.50 g (2 mmol) $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{VCl}_2$ ^[4] in 20 ml Aceton wird unter Rühren mit 0.8 ml der wäßrigen, etwa 2.5 mmol/ml enthaltenden $(\text{NH}_4)_2\text{S}_5$ -Lösung vereinigt bzw. einer Lösung von 2 mmol Na_2Se_5 in 20 ml Aceton zugetropft und 2 Std. bei 60°C gerührt. Der schwarze Niederschlag wird nach Abkühlen abgesaugt, mit kaltem Äthanol-Wasser (3 : 1) gewaschen, im Vakuum getrocknet, in 60°C heißem DMF gelöst und bei -30°C auskristallisiert. Waschen mit kaltem wasserfreiem Äthanol und Vakuumtrocknen ergibt 0.51 g (74%) (1) als schwarze Nadeln bzw. 0.18 g (16%) (2) als schwarzes Kristallpulver.

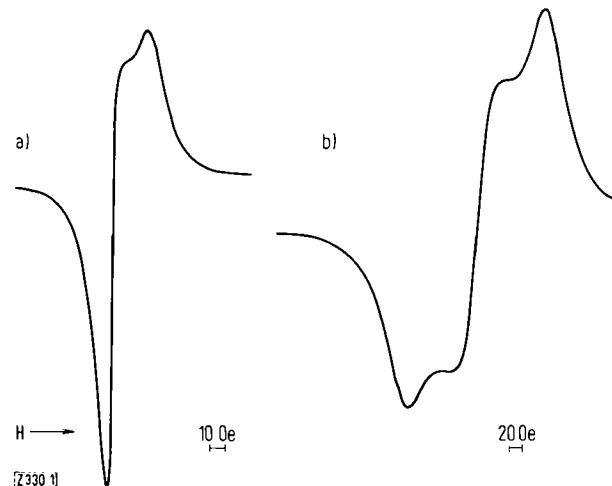


Abb. Feststoff-ESR-Spektren von a) (1), Verstärkung I, und b) (2), Verstärkung 8, bei Raumtemperatur.

Eingegangen am 16. November 1970 [Z. 330]

[*] Dr. H. Köpf, A. Wirl und cand. rer. nat. W. Kahl
Institut für Anorganische Chemie der Universität
87 Würzburg, Röntgenring 11

[**] Metallorganische Polychalkogenid-Chelate, 5. Mitteilung. Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt.
- 4. Mitteilung: [3].

- [1] H. Köpf, B. Block u. M. Schmidt, Chem. Ber. 101, 272 (1968); H. Köpf u. B. Block, ibid. 102, 1504 (1969); H. Köpf, ibid. 102, 1509 (1969).
- [2] H. Köpf, Angew. Chem. 81, 332 (1969); Angew. Chem. internat. Edit. 8, 375 (1969).
- [3] H. Köpf, W. Kahl u. A. Wirl, Angew. Chem. 82, 814 (1970); Angew. Chem. internat. Edit. 9, 801 (1970).
- [4] G. Wilkinson u. J. M. Birmingham, J. Amer. Chem. Soc. 76, 4281 (1954).
- [5] Kürzlich beschriebene Verbindungen $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Nb}(\text{S}_2)\text{X}$ sind als π -Komplexe des S_2 -Moleküls aufzufassen [6].
- [6] P. M. Treichel u. G. P. Werber, J. Amer. Chem. Soc. 90, 1753 (1968).
- [7] Für die Aufnahme der ESR-Spektren danken wir Herrn Dr. D. Scheutzow und Fr. H. Feenders, Universität Würzburg.
- [8] A. E. Wickenden u. R. A. Krause, Inorg. Chem. 8, 779 (1969).
- [9] J. Chatt u. D. M. P. Mingos, J. Chem. Soc. A 1970, 1243.

Konformationsstudien an Endithiolat-Chelaten^[**]

Von Hartmut Köpf^[*]

Obwohl Übergangsmetall-*cis*-1,2-Endithiolat (oder - α -Dithiodiketon-)Komplexe heute zu den bestuntersuchten *S*-koordinierten Chelatkomplexen gehören^[1], ist über mögliche Konformationen und Umlappvorgänge der fünfgliedrigen MS_2C_2 -Chelatringe in Lösung bisher nichts bekannt.

In Metallocen-Endithiolat-Chelaten^[2] sollte jedoch – ähnlich wie im Falle der Metallocen-Polychalkogenid-Chelate^[3] – das ^1H -NMR-Spektrum der Cyclopentadienyl-Liganden Einblick

Bis(π -cyclopentadienyl)pentasulfidovanadium(IV) (1) und -pentaselenidovanadium(IV) (2)

Darstellung und sämtliche Untersuchungen von (1) und (2) in Lösung müssen in luftfreien Lösungsmitteln unter Argon durchgeführt werden. Zur Bereitung der $(\text{NH}_4)_2\text{S}_5$ - und