

# Neue Wege zum Aufbau von Te - N-Bindungen – Synthese, Struktur und Eigenschaften von $\text{Cl}_6\text{Te}_2\text{N}_2\text{S}$

Alois Haas\*, Jörg Kasprowski und Michael Pryka

Lehrstuhl für Anorganische Chemie II der Ruhr-Universität Bochum,  
Postfach 102148, W-4630 Bochum

Eingegangen am 24. Januar 1992

**Key Words:** Selane, bis(sulfinylamido)-, reaction with  $\text{TeCl}_4$  and  $\text{TeCl}_3^+$  / Tellurium-nitrogen species

## New Routes for the Formation of Te - N Bonds – Synthesis, Structure, and Properties of $\text{Cl}_6\text{Te}_2\text{N}_2\text{S}$

Besides  $\text{Cl}_2\text{TeNSNSe}$  (1), the reaction of  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  with  $\text{TeCl}_4$  leads to the formation of  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+[\text{TeCl}_5^-]_2$  (2) and the bicyclic heterocycle  $\text{Cl}_6\text{Te}_2\text{N}_2\text{S}$  (3). The latter is also accessible by treating  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  with  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$ . Another product of

this reaction is the well-known salt  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+[\text{AsF}_6^-]_2$ . Treatment of  $\text{TeCl}_4$  with  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$  in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  provides 3 on a preparative scale. Its structure has been determined by X-ray crystallography.

Nach zahlreichen Synthesen und Strukturbestimmungen auf dem Gebiet selenhaltiger Chalkogen-Stickstoff-Verbindungen<sup>[1–3]</sup> wächst auch das Interesse, analoge tellurhaltige Substanzen aufzubauen. Mit  $\text{Te}(\text{NSO})_2$ <sup>[4]</sup>,  $\text{Te}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ <sup>[5]</sup>,  $\text{SNSNTeCl} \cdot \text{Cl} \cdot \text{SbCl}_3$ <sup>[6]</sup> und  $(\text{ClTeNSN})_3\text{N}$ <sup>[7]</sup> sind erste Vertreter dieser Bindungssysteme bekannt geworden.

Durch Umsetzung von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  mit  $\text{TeCl}_4$  ist das Ringsystem  $\text{Cl}_2\text{TeNSNSe}$ <sup>[8]</sup> synthetisiert worden, welches ein viel-versprechendes Synthon zur Synthese tellurhaltiger Chalkogen-Stickstoff-Kationen darstellt.

Im folgenden berichten wir über die Charakterisierung zweier weiterer Ringsysteme, die neben  $\text{Cl}_2\text{TeNSNSe}$  aus  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  und  $\text{TeCl}_4$  zugänglich sind, sowie über das Reaktionsverhalten von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  gegenüber  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$ .

## Umsetzung von $\text{Se}(\text{NSO})_2$ mit $\text{TeCl}_4$

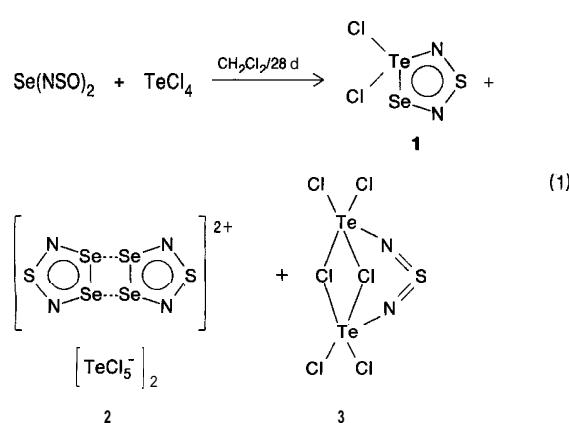
Bei der Reaktion von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  mit  $\text{TeCl}_4$  entsteht ein Kristallgemisch, aus dem bislang nur 4,4-Dichlor-1,3,4,2,5-thiaselenatelluradiazol (1) isoliert werden konnte<sup>[8]</sup>. Da 1 nur zu 20% gebildet wird, ist das Gemisch

im Hinblick auf die Isolierung weiterer Spezies aufgearbeitet worden. Läßt man  $\text{TeCl}_4$  auf  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  bei 60°C in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  28 d einwirken und verdampft dann das Lösemittel, so bleiben neben 1 hellgelbe Kristalle und dünne Nadeln zurück, die, je nach Lichteinfall, dunkelgrün bis dunkelrot sind. Aufgrund der physikalischen Eigenschaften der Produkte kann eine Trennung nur mechanisch unter einem Mikroskop erfolgen. Elementaranalysen und spektroskopische Untersuchungen ergeben, daß neben 1 Bis(1,3,4,2,5-thiadiselenadiazolium)-bis(pentachlorotellurat) (2) und die Di- $\mu$ -chlorotetrachloro-1 $\kappa^2\text{Cl}, 2\kappa^2\text{Cl}$ - $\mu$ -schwefeldiimidato(2-)1 $\kappa\text{N}, 2\kappa\text{N}'$ -ditellur(IV) (3) gemäß (1) entstanden sind.

Farbe, Massen- und IR-Spektrum von 2 zeigen eindeutig das Vorhandensein des Kations  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+$ . Schwingungsspektroskopisch gleicht 2 dem Salz  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+[\text{Cl}^-]_2$ <sup>[9]</sup> stärker als den Derivaten  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+[\text{MF}_6^-]_2$  (M = As, Sb, Nb)<sup>[10]</sup>. Aufgrund der Elementaranalyse ergibt sich für das Anion die stöchiometrische Zusammensetzung  $\text{TeCl}_5^-$ . Jedoch ist nicht geklärt, ob die  $\text{TeCl}_5^-$ -Einheiten monomer, dimer oder oligomer vorliegen.

Die neben 1 und 2 zusätzlich entstandenen hellgelben, äußerst luftröhrlichen Kristalle zeigen im IR-Spektrum außer den Valenzschwingungsbanden einer  $\text{N} = \text{S} = \text{N}$ -Gruppierung,  $\nu_{\text{as}}$  und  $\nu_{\text{s}}$  bei 1129 bzw. 1080  $\text{cm}^{-1}$ , noch eine Bande bei 559  $\text{cm}^{-1}$ , die man  $\nu_{(\text{TeN})}$  zuordnen kann. Sehr ähnliche Bandenlagen für  $\text{N} = \text{S} = \text{N}$ -Valenzschwingungen sind auch für den  $(\text{ClTeNSN})_3\text{N}$ -Käfig beobachtet worden (1120, 1090 und 1060  $\text{cm}^{-1}$ )<sup>[11]</sup>. Die Schwingungsfrequenzen stellen charakteristische Werte für eine chloroverbrückte  $\text{TeN} = \text{S} = \text{N}$ -Einheit dar und unterscheiden sich deutlich von Frequenzen, die für die offenkettige Spezies  $\text{F}_5\text{TeN} = \text{S} = \text{N}$  $\text{TeF}_5$  bekannt sind ( $\nu_{\text{as}} = 1202$  und  $\nu_{\text{s}} = 1098 \text{ cm}^{-1}$ )<sup>[10]</sup>. Die gleichen Bandenlagen sind auch Raman-spektroskopisch zu beobachten. Unterhalb von 400  $\text{cm}^{-1}$  sind mehrere Banden zu erkennen, die  $\text{Te} - \text{Cl}$ -Schwingungen zugeordnet werden können. Das Massenspektrum weist keinen Molekülionenpeak auf, beinhaltet jedoch  $\text{TeCl}_3^+$ .

Schema 1

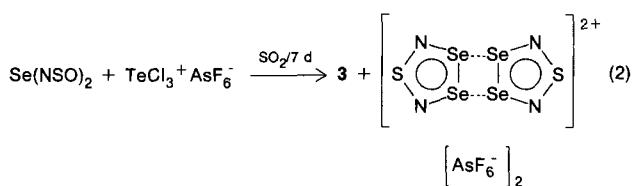


und  $\text{SN}^+$ -Fragmente. Die Elementaranalyse entspricht der Zusammensetzung  $\text{Cl}_6\text{N}_2\text{STe}_2$ , jedoch erst die Einkristallstrukturanalyse beweist, daß die bicyclische Spezies 3 vorliegt.

### Umsetzung von $\text{Se}(\text{NSO})_2$ mit $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$

Da  $\text{TeCl}_4$  in polaren Solventien in die Ionen  $\text{TeCl}_3^+$  und  $\text{Cl}^-$  dissoziiert<sup>[11]</sup>, liegt die Vermutung nahe, daß, bei der Reaktion von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  mit  $\text{TeCl}_4$  in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{TeCl}_3^+$  als reaktive Spezies eine entscheidende Rolle spielt. Aus diesem Grunde wurde das Reaktionsverhalten von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  gegenüber  $\text{TeCl}_3^+$  näher untersucht.

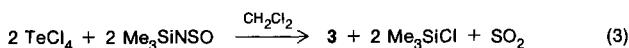
Setzt man  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  mit  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$  in  $\text{SO}_2$  im Molverhältnis 1:1 um, so ändert sich die Farbe der Lösung spontan von Gelb nach Rot, und in wenigen Stunden wachsen hellgelbe Kristalle von 3. Auf diesem Wege gelang es, Einkristalle von 3 zu isolieren. Erst nach 72 h scheiden sich zusätzlich dunkelblaue Kristalle von  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^+[\text{AsF}_6^-]_2$  ab, deren Bildung nach 7 d vollständig ist. Die Ergebnisse zeigen, daß  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$  sowohl eine intramolekulare  $\text{SO}_2$ -Eliminierung katalysieren, als auch Te–N-Bindungen aufbauen kann.



Die in (2) aufgeführten Produkte entstehen vermutlich aus dem postulierten  $\text{Se}_2\text{S}_2\text{N}_4$ -Käfig<sup>[1]</sup>, wobei neben dem  $\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}$ -Fünfring erstmals das  $\text{N}_2\text{S}$ -Fragment abgefangen werden kann.

### Umsetzung von $\text{TeCl}_4$ mit $\text{Me}_3\text{SiNSO}$

Als einfachste Methode zur Darstellung von 3 hat sich die Umsetzung von  $\text{TeCl}_4$  mit  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$  in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  gemäß (3) erwiesen.



Die Synthese liefert 3 in hoher Reinheit und Ausbeute.

### Molekülstruktur von 3

Aus Abb. 1 wird ersichtlich, daß es sich bei 3 um einen Bicyclus handelt, bei dem eine  $\text{Cl}_2\text{TeNSNTeCl}_2$ -Einheit zweifach so über Chloratome überbrückt ist, daß für die Molekülstruktur eine  $C_{2v}$ -Symmetrie resultiert. Wie in 1<sup>[8]</sup> (2.007 Å) ist der Te–N-Einfachbindungsabstand auch in 3 mit 2.004 Å im Vergleich zu den Te–N-Einfachbindungsabständen des  $\text{Te}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ <sup>[5]</sup> (2.045 bzw. 2.053 Å) oder des  $\text{Te}(\text{NSO})_2$ <sup>[4]</sup> (2.039 Å) leicht verkürzt. Der nach Pauling zu erwartende Bindungsabstand für eine Te–N-Einfachbindung beträgt 2.04 Å<sup>[12]</sup>.

Ein Vergleich der weiteren Molekülparameter von 1 und 3 zeigt hinsichtlich der Bindungslängen recht gute Überein-

stimmung. So differieren die Te–Cl-Bindungsabstände von 1 und 3 mit 2.354 im Vergleich zu 2.403 Å bzw. 2.732 im Vergleich zu 2.782 Å nur um 0.05 Å. Die S=N-Bindungslängen sind in 3 um durchschnittlich 0.013 Å verkürzt. Vergleicht man jedoch die Bindungswinkel, so ist in 3 eine starke Winkelauflösung zu beobachten. Mit 126.2° ist der Winkel, der durch die Schwefeldiimin-Gruppierung aufgespannt wird, etwa 10° größer als in 1 (116.5°). Noch stärker ist die Aufweitung des Te–N–S-Winkels: 16.2°.

Die Geometrie am Te-Atom kann als pseudo-okaedrisch,  $\text{TeX}_5\text{E}$  (E = freies Elektronenpaar), beschrieben werden,

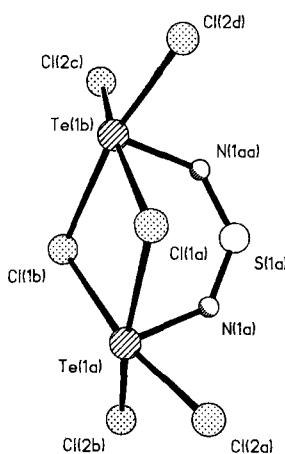


Abb. 1. Molekülstruktur von 3; ausgewählte Abstände [Å] und Winkel [°]: Te(1a)–Cl(1a) 2.732(1), Te(1a)–N(1a) 2.004(4), Te(1a)–Cl(2a) 2.354(1), S(1a)–N(1a) 1.526(5); Cl(1a)–Te(1a)–Cl(2a) 90.1(1), N(1a)–Te(1a)–Cl(2a) 85.3(1), Cl(1b)–Te(1a)–Cl(2a) 168.3(1), N(1a)–S(1a)–N(1aa) 126.2(3), Te(1a)–N(1a)–S(1a) 135.1(3), N(1a)–Te(1a)–Cl(1a) 83.5(1), Cl(1b)–Te(1a)–Cl(1a) 85.2(1), Cl(2b)–Te(1a)–Cl(2a) 92.5(1), Te(1b)–Cl(1a)–Te(1a) 93.2(1)

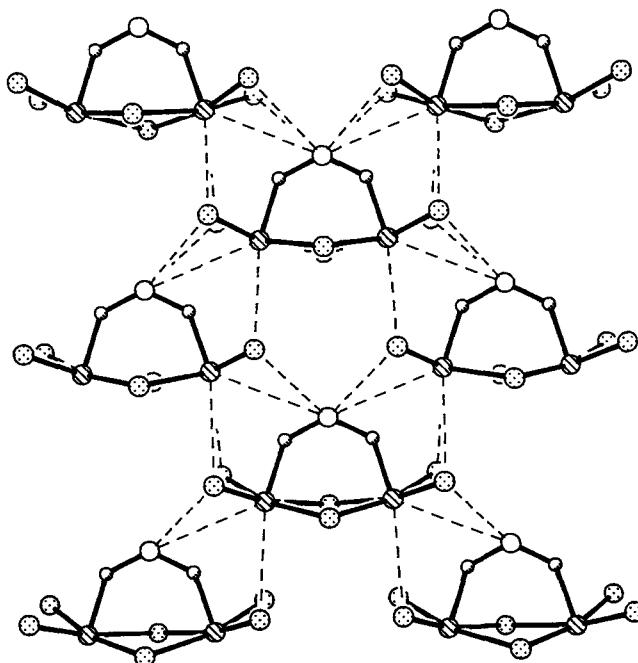


Abb. 2. Ausschnitt aus der Kristallstruktur von 3 mit intermolekularen Kontaktten Cl(2)…Te und S…Te

wobei die vier Chloratome die äquatorialen und das Stickstoffatom die axiale Position der quadratischen Pyramide besetzen (Abb. 2). Zusätzlich beobachtet man die intermolekularen Kontakte  $\text{Cl}(2)\cdots\text{Te}$  mit  $3.786 \text{ \AA}$  und  $\text{S}\cdots\text{Te}$  mit  $3.914 \text{ \AA}$ , die kleiner sind als die Summe der entsprechenden van-der-Waals-Radien ( $\text{Cl}-\text{Te}$ : 4.00 und  $\text{S}-\text{Te}$ :  $4.03 \text{ \AA}$ )<sup>[12]</sup>.

## Experimenteller Teil

Luft- und feuchtigkeitsempfindliche Substanzen mit hinreichendem Dampfdruck wurden in einer Standard-Vakuum-Apparatur mit Young-Ventilen, Feststoffe in einer Glove-Box (Firma M. Braun GmbH, München) gehandhabt. Als Inertgas diente über Sicapent getrocknetes Argon (4 N). Gläseräte wurden vor Gebrauch im Argonstrom oder i. Vak. ( $<10^{-3} \text{ mbar}$ ) getrocknet. Die Lösemittel  $\text{SO}_2$  und  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  wurden vor Gebrauch über Sicapent oder Molekularsieb getrocknet. IR: KBr-Preßlinge, Gerät Bruker IFS 85 FT ( $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ). — Sehr schwache Banden und Schultern werden nicht aufgeführt. — Raman: Feststoffe als Pulver in abgeschmolzenen Kapillaren, Gerät: Perkin-Elmer FT-IR 1760X NIR Version mit Raman-Zusatz (Neodym-YAG-Laser  $1064 \text{ nm}$ ). — MS: Varian MAT-CH 5, 70 eV, Emission  $10 \mu\text{A}$ . — Die Darstellung von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$ <sup>[1]</sup>,  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$ <sup>[13]</sup> und  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$ <sup>[14]</sup> erfolgte nach Literaturangaben.  $\text{TeCl}_4$  wurde in handelsüblicher Form eingesetzt.

**Röntgenstrukturanalyse<sup>[15]</sup> von 3:**  $\text{Cl}_6\text{N}_2\text{STe}_2$ , Kristallgröße  $0.40 \times 0.48 \times 0.60 \text{ mm}$ , orthorhombisch, Raumgruppe  $Cmcm$ ,  $a = 11.224(2)$ ,  $b = 8.130(2)$ ,  $c = 12.529(3) \text{ \AA}$ ,  $V = 1143.3(4) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $Q_{\text{ber.}} = 3.067 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\mu(\text{Mo-K}\alpha) = 66.6 \text{ cm}^{-1}$ ,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ , Siemens-P4-Diffraktometer, Meßmethode:  $\omega$ -Scan,  $[\sin \Theta/\lambda]_{\text{max}} = 0.70 \text{ \AA}^{-1}$ , 970 gemessene Reflexe  $[+h, -k, -l]$ , gemittelt zu 910, davon 821 beobachtet [ $F > 4.0 \sigma(F)$ ], Strukturlösung durch direkte Methoden, empirische Absorptionskorrektur, maximale/minimale Transmission:  $0.132/0.074$ , 32 verfeinerte Parameter,  $R = 0.0262$ ,  $R_w = 0.0338$ ,  $[w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0001 F^2]$ , maximale Restelektronendichte =  $0.62 \text{ e\AA}^{-3}$ , Programm: SHELXTL PLUS (VMS). Atomkoordinaten und thermische Parameter enthält Tab. 1.

Tab. 1. Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und thermische Parameter [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] von 3;  $U_{\text{eq}} = 1/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \bar{a}_i \cdot \bar{a}_j$

Atom	$x$	$y$	$z$	$U_{\text{eq}}$
Te(1)	3232(1)	2059(1)	7500	26(1)
S(1)	5000	-1133(2)	7500	44(1)
Cl(1)	5000	2460(2)	6025(1)	40(1)
Cl(2)	1916(1)	1215(2)	6143(1)	45(1)
N(1)	3788(4)	-283(5)	7500	37(1)

**Bis(1,3,4,2,5-thiadiselenadiazolium)-bis(pentachlorotellurat) (2) und Di- $\mu$ -chlorotetrachloro-1 $\kappa^2$ Cl,2 $\kappa^2$ Cl- $\mu$ -schwefeldiimidato(2-) - 1 $\kappa$ N,2 $\kappa$ N'-ditellur(IV) (3):** Die zur Darstellung von 1<sup>[18]</sup> beschriebene Vorschrift wurde folgendermaßen modifiziert: In ein 50-ml-Carius-Rohr mit Young-Ventil werden 1.00 g (4.9 mmol)  $\text{Se}(\text{NSO})_2$ , 1.33 g (4.9 mmol)  $\text{TeCl}_4$  und 20 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  vorgelegt. Das Gemisch erwärmt man 28 d auf  $60^\circ\text{C}$ . Danach sind dunkelrote Kristalle von 1, dunkelgrüne Kristalle von 2 und große, hellgelbe Nadeln von 3 zu erkennen. Die Lösung wird dekantiert und das Kristallgemisch ca. 10mal mit 20 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  gewaschen, um die noch verbliebenen Ausgangsverbindungen quantitativ zu entfernen.

Die drei Produkte 1, 2 und 3 können unter einem Mikroskop in einer trockenen Argonatmosphäre mechanisch voneinander getrennt werden. 1 und 2 sind in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  und  $\text{SO}_2$  unlöslich, sowie

bei  $60^\circ\text{C}$  und  $10^{-3} \text{ mbar}$  nicht sublimierbar. 3 ist in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  und Toluol geringfügig löslich. Falls die Kristalle stark verwachsen sind, ist eine quantitative Trennung nicht möglich, wodurch die Ausbeute variiert kann.

1: Ausb. ca. 0.40 g [24% bezogen auf  $\text{Se}(\text{NSO})_2$ ].

2: Ausb. ca. 0.58 g [45% bezogen auf  $\text{Se}(\text{NSO})_2$ ], Schmp.  $182-190^\circ\text{C}$  (Zers.). — IR:  $\tilde{\nu} = 975 \text{ cm}^{-1}$  (m), 943 (vs), 619 (s), 611 (vs), 589 (m), 486 (w), 419 (w). — MS ( $90^\circ\text{C}$ ):  $m/z$  (%) = 235 (47) [ $\text{TeCl}_3^+$ ], 220 (13) [ $\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}^+$ ], 200 (35) [ $\text{TeCl}_2^+$ ], 174 (8) [ $\text{Se}_2\text{N}^+$ ], 165 (52) [ $\text{TeCl}^+$ ], 150 (65), [ $\text{SeCl}_2^+$ ], 130 (37) [ $\text{Te}^+$ ], 126 (47) [ $\text{SeSN}^+$ ], 115 (100) [ $\text{SeCl}^+$ ], 94 (13) [ $\text{SeN}^+$ ], 80 (54) [ $\text{Se}^+$ ], 46 (68) [ $\text{SN}^+$ ], 35 (77) [ $\text{Cl}^+$ ], 32 (14) [ $\text{S}^+$ ].

$\text{Cl}_{10}\text{N}_4\text{S}_2\text{Se}_4\text{Te}_2$  (1045.7) Ber. Cl 33.90 N 5.36 S 6.13  
Gef. Cl 33.8 N 5.7 S 6.0

3: Ausb. ca. 0.35 g (27% bezogen auf  $\text{TeCl}_4$ ), Schmp.  $173^\circ\text{C}$  (Zers. unter Rotfärbung). — IR:  $\tilde{\nu} = 1129 \text{ cm}^{-1}$  (vs), 1080 (s), 559 (m). — Raman:  $\tilde{\nu} = 1079 \text{ cm}^{-1}$  (w), 556 (w), 372 (vs), 336 (vs), 313 (s), 270 (m), 246 (s), 216 (m). — MS ( $90^\circ\text{C}$ ):  $m/z$  (%) = 235 (75) [ $\text{TeCl}_3^+$ ], 200 (78) [ $\text{TeCl}_2^+$ ], 165 (100) [ $\text{TeCl}^+$ ], 130 (34) [ $\text{Te}^+$ ], 81 (15) [ $\text{SNCl}^+$ ], 46 (45) [ $\text{SN}^+$ ], 35 (33) [ $\text{Cl}^+$ ], 32 (6) [ $\text{S}^+$ ].

$\text{Cl}_6\text{N}_2\text{STe}_2$  (528.0) Ber. Cl 40.29 N 5.31 S 6.07  
Gef. Cl 40.6 N 5.4 S 5.5

Zur Synthese von 3 eignen sich außerdem folgende Reaktionen:

a) **Umsetzung von  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  mit  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$ :** In einer Glasapparatur, bestehend aus zwei 50-ml-Carius-Rohren mit Young-Ventilen, die über eine Glasfritte (D3) miteinander verbunden sind, werden in einem Schenkel 0.94 g (4.6 mmol)  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  und in dem anderen 1.0 g (2.4 mmol)  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$  in jeweils 10 ml  $\text{SO}_2$  vorgelegt. Die Lösung des  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$  wird vorsichtig zu der Lösung des  $\text{Se}(\text{NSO})_2$  gegeben. Es tritt spontan Reaktion unter Rotfärbung des Reaktionsgemisches ein. Das Reaktionsgefäß wird waagerecht gelagert. Bereits nach 1 h wachsen hellgelbe Kristalle von 3 und nach ca. 72 h zusätzlich dunkelblaue Kristalle, die massenspektrometrisch und IR-spektroskopisch als  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+$ ( $\text{AsF}_6^-$ )<sub>2</sub> charakterisiert worden sind. Die rote Lösung wird nach 7 d dekantiert und das Kristallgemisch mehrfach mit 20 ml  $\text{SO}_2$  gewaschen. Das an Luft innerhalb von Sekunden zersetzbare 3 kann in einer Glove-Box mechanisch von  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^2+$ ( $\text{AsF}_6^-$ )<sub>2</sub> (0.70 g) getrennt werden; Ausb. 0.38 g (58% bezogen auf  $\text{TeCl}_3^+\text{AsF}_6^-$ ).

b) **Umsetzung von  $\text{TeCl}_4$  mit  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$ :** In der oben beschriebenen Glasapparatur wird in einem Schenkel eine Suspension von 2.29 g (8.5 mmol)  $\text{TeCl}_4$  in 15 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  vorgelegt. In den anderen Schenkel kondensiert man 1.15 g (8.5 mmol)  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$ , welches bei  $22^\circ\text{C}$  portionsweise zur  $\text{TeCl}_4$ -Suspension gegeben wird. Nach wenigen Minuten beginnt die Reaktion unter Bildung eines hellgelben Feststoffs. Nach 12 stdg. Rühren bei  $22^\circ\text{C}$  werden die flüchtigen Bestandteile entfernt, und 3 wird 24 h i. Vak. getrocknet; Ausb. 2.1 g (95% bezogen auf  $\text{TeCl}_4$ ).

<sup>[1]</sup> A. Haas, J. Kasprowski, K. Angermund, P. Betz, C. Krüger, Y.-H. Tsay, S. Werner, *Chem. Ber.* **1991**, *124*, 1895–1906.

<sup>[2]</sup> E. G. Awere, J. Passmore, P. S. White, T. Klapötke, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1989**, 1415–1417.

<sup>[3]</sup> E. G. Awere, J. Passmore, P. S. White, *Inorg. Chem.*, im Druck.

<sup>[4]</sup> A. Haas, R. Pohl, *Chimia* **1989**, *43*, 261–262.

<sup>[5]</sup> M. Björgvísson, H. W. Roesky, F. Pauer, D. Stalke, G. M. Sheldrick, *Inorg. Chem.* **1990**, *29*, 5140–5143.

<sup>[6]</sup> A. Haas, R. Pohl, *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.*, im Druck.

<sup>[7]</sup> H. W. Roesky, J. Münzenberg, M. Noltemeyer, *Angew. Chem.* **1990**, *102*, 73–74; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1990**, *29*, 61–62.

<sup>[8]</sup> A. Haas, J. Kasprowski, M. Pryka, *Chem. Ber.*, im Druck.

<sup>[9]</sup> G. Wolmershäuser, C. R. Brulet, G. B. Street, *Inorg. Chem.* **1978**, *17*, 3586–3589.

<sup>[10]</sup> R. Hoppenheit, R. Mews, *Chem. Ber.* **1985**, *118*, 4276–4280.

<sup>[11]</sup> B. Buss, B. Krebs, *Inorg. Chem.* **1971**, *10*, 2795–2800.  
<sup>[12]</sup> L. Pauling, *The Nature of the Chemical Bond*, 3. Aufl., Cornell University Press, Ithaca, NY, 1960, Kapitel 7.  
<sup>[13]</sup> B. H. Christian, M. J. Collins, R. J. Gillespie, J. F. Sawyer, *Inorg. Chem.* **1986**, *25*, 777–788.  
<sup>[14]</sup> J. F. Davis, L. D. Spicer, *Inorg. Chem.* **1980**, *19*, 2191–2192.  
<sup>[15]</sup> Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungs-

nummer CSD-56198, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[34/92]

#### CAS-Registry-Nummern

**1:** 138605-98-8 / **2:** 140849-75-8 / **3:** 140658-96-4 /  $\text{Se}(\text{NSO})_2$ : 112612-12-1 /  $\text{TeCl}_4$ : 10026-07-0 /  $\text{TeCl}_3^+ \text{AsF}_6^-$ : 19709-82-1 /  $[\text{Se}_2\text{N}_2\text{S}]_2^{2+} [\text{AsF}_6^-]_2$ : 79135-72-1 /  $\text{Me}_3\text{SiNSO}$ : 7522-26-1