

Elektronen-Donor-Acceptor-Komplexe bilden sich bevorzugt mit schwachen Basen, die leicht π -Bindungen eingehen können (aromatische Amine, Aromaten mit anderen elektronendrückenden Substituenten, Olefine usw.). Mit harten Basen (aliphatische Amine, OR^- , OH^- usw.) entstehen meist σ -Komplexe, etwa Meisenheimer-Verbindungen.

Es gelingt jedoch auch, Elektronen-Donor-Acceptor-Komplexe von aliphatischen Aminen herzustellen, wenn man unpolare Lösungsmittel, z. B. Cyclohexan, verwendet, doch bilden sich bei höherer Konzentration auch Meisenheimer-Verbindungen^[132].

Herrn Prof. Dr. G. Köbrich, Heidelberg, möchte ich hier nochmals für die Durchsicht des Manuskripts und für sein Interesse an dieser Arbeit danken.

Eingegangen am 18. März 1968 [A 682]

[132] R. Foster u. R. K. MacKie, J. chem. Soc. (London) 1962, 3843; W. Liptay u. N. Tamberg, Z. Elektrochem., Ber. Bunsenges. physik. Chem. 66, 59 (1962).

[133] J. Thiele u. R. Escapes, Ber. dtsch. chem. Ges. 34, 2842 (1901).

[134] J. I. Cadogan, D. J. Sears u. D. M. Smith, Chem. Commun. 1966, 491.

[135] T. Severin u. H. L. Temme, Chem. Ber. 98, 1159 (1965).

ZUSCHRIFTEN

Darstellung und Eigenschaften von AuTe_2J

Von A. Rabenau, H. Rau und G. Rosenstein^[*]

Die Hydrothermalsynthese in Halogenwasserstoffsäuren^[1] eignet sich gut zur Darstellung von Chalkogenidhalogeniden^[2,3]. Von Gold waren solche Verbindungen bisher nicht bekannt. Bei der Umsetzung von Gold und Tellur in Jodwasserstoffsäure bildeten sich jedoch Kristalle einer Verbindung, deren Analyse die Zusammensetzung AuTe_2J (1) ergab.

Gut ausgebildete, silberglänzende Einkristalle von (1) in Form bis über 1 cm langer Spieße entstehen bei Verwendung eines Goldüberschusses: 10 g eines Gemisches aus Goldpulver und Tellur im Atomverhältnis 1:1 werden in eine Quarzampulle von 10 bis 11 ml Inhalt gegeben, die zu 65% mit 10 M Jodwasserstoffsäure – mit flüssiger Luft ausgefroren – gefüllt ist. Die unter Vakuum abgeschmolzene Ampulle wird im Autoklaven^[4] auf 450 °C erhitzt und während 10 Tagen auf 150 °C abgekühlt. Die ausgeschiedenen AuTe_2J -Kristalle lassen sich leicht von den gleichfalls entstandenen Goldkristallen trennen; nur gelegentlich sind beide Kristallarten miteinander vergesellschaftet (Abb. 1). Bei mechanischer Bean-

Die Verbindung ist unlöslich in verdünnten Säuren und Laugen; sie zersetzt sich in konzentrierter Salpeter- und Schwefelsäure.

Einkristallaufnahmen lassen sich rhombisch indizieren: $a = 4,735$, $b = 4,046$, $c = 12,55$ Å; $Z = 2$. $d_m = 8,00$, $d_x = 7,98$ g/cm³. Wahrscheinliche Raumgruppen: $\text{Pmc}2_1$, $\text{Pma}2$, Pmma .

Tabelle 1 gibt die Indizierung einer Pulveraufnahme wieder.

Tabelle 1. Diffraktogramm von AuTe_2J .

d (Å)	I/I_1	hkl	d (Å)	I/I_1	hkl
6,28	100	002	2,094	15	006
4,74	1	100	2,025	4	020
3,78	3	102	1,946	7	115/212
3,41	1	012	1,916	5	106
3,14	60	004/103	1,861	7	016/120
3,08	5	110	1,729	1	116
2,989	6	111	1,701	2	024/123
2,763	4	112	1,602	1	124
2,617	7	104	1,568	7	206/008
2,480	22	014/113	1,552	2	117
2,215	1	202	1,492	4	108/222
2,196	2	114	1,466	12	018/216

Eingegangen am 17. Oktober 1968 [Z 915]

[*] Prof. Dr. A. Rabenau, Dr. H. Rau und G. Rosenstein
Philips Zentrallaboratorium GmbH
Laboratorium Aachen
51 Aachen, WeiBhausstraße

[1] H. Rau u. A. Rabenau, Mater. Res. Bull. 2, 609 (1967).

[2] H. Rau u. A. Rabenau, Solid State Commun. 5, 331 (1967).

[3] A. Rabenau, H. Rau u. G. Rosenstein, Naturwissenschaften 55, 82 (1968).

[4] Zu Einzelheiten der Methode siehe [1].

[5] Wir danken Herrn A. van Run, Eindhoven, für die Messungen.

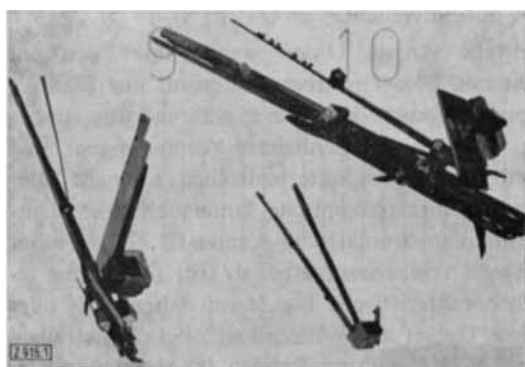


Abb. 1. Spieße von AuTe_2J , vergesellschaftet mit Gold. Zahlenangaben in cm.

spruchung zerfasern Kristalle von (1) leicht in Längsrichtung. In polykristalliner, reiner Form wird die Verbindung beim Tempern eines Gemisches aus Goldpulver, TeJ und Tellur im stöchiometrischen Verhältnis 1:1:1 in abgeschmolzenen Ampullen bei 350 °C erhalten.

Aus DTA-Messungen geht hervor, daß (1) unter Ausschluß von Luft bis 371 °C beständig ist. Der elektrische Widerstand^[5] der Kristalle nimmt wie bei einem metallischen Leiter linear mit der Temperatur zu.

Neue Synthese für Alkylazide^[**]

Von C. H. Heathcock^[*]

Alkene reagieren mit Quecksilber(II)-Salzen in wäßriger Lösung zu β -Hydroxyalkylquecksilberverbindungen^[1], die in situ mit NaBH_4 zu Alkoholen reduziert werden können^[2]. Wir fanden, daß ein analoges Verfahren die bequeme Synthese von Alkylaziden aus einigen Alkenen ermöglicht.

Allgemeine Arbeitsvorschrift:

Zu einer Lösung von 0,3 mol NaN_3 und 0,1 mol $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ in 200 ml 50-proz. wäßrigem Tetrahydrofuran^[3] werden 0,1 mol Alken gegeben. Nach 16–70 Std.