

- [3] N. E. Müller, J. Amer. chem. Soc. 87, 390 (1965); Inorg. Chem. 4, 1458 (1965); D. R. Mathiason u. N. E. Miller, *ibid.* 7, 709 (1968).  
 [4] H. Schmidbaur u. W. Tronich, Chem. Ber. 100, 1032 (1967); 101, 595, 604, 3556, 3545 (1968); Inorg. Chem. 7, 168 (1968).  
 [5] Vgl. z. B.: H. Schmidbaur u. W. Tronich, Angew. Chem. 80, 239 (1968); Angew. Chem. internat. Edit. 7, 220 (1968).  
 [6] E. A. V. Ebsworth: Volatile Silicon Compounds. Pergamon Press, Oxford 1963; Chem. Commun. 1966, 530.  
 [7] Die thermische Dismutierung verläuft u. a. zu (5).  
 [8] Alle Werte in Hz; negative Vorzeichen für kleine Feldstärken.

## FXeOTeF<sub>5</sub>: Ein Xenondifluorid-Derivat

Von F. Sladky<sup>[\*]</sup>

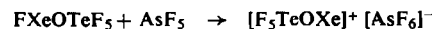
Xenondifluorid reagiert mit Hydroxo-Säuren wie HOSO<sub>2</sub>F, HOCIO<sub>3</sub> und HOPOF<sub>2</sub> im Verhältnis 1:1 unter HF-Abspaltung. Die xenonhaltigen Intermediärprodukte sind thermisch instabil; bei ihrem Zerfall entstehen entsprechende komplexe Peroxide oder Oxide (S<sub>2</sub>O<sub>6</sub>F<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>3</sub>F<sub>4</sub>)<sup>[1]</sup>.

Pentafluor-orthotellursäure<sup>[2]</sup> ergibt jedoch ein stabiles xenonhaltiges Reaktionsprodukt:

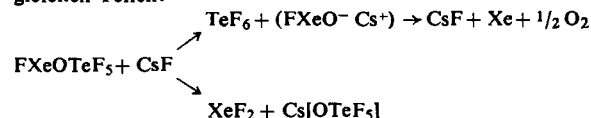


Fluoroxenon-pentafluor-orthotellurat ist eine schwach gelbliche Flüssigkeit (K<sub>p</sub> = 53 °C/0,01 Torr, F<sub>p</sub> = -24 °C), die sich in einer Glasapparatur im Vakuum ohne Zersetzung destillieren läßt. IR (Flüssigkeitsfilm zwischen AgCl-Platten; Bereich 4000–400 cm<sup>-1</sup>): 768 (st), 704 (sst), 623 (st), 520 (m) und 470 cm<sup>-1</sup> (m). Das <sup>19</sup>F-NMR-Spektrum zeigt den AB<sub>4</sub>-Teil der OTeF<sub>5</sub>-Gruppierung (δ<sub>TeF</sub> = 37,0 ppm) sowie δ<sub>XeF</sub> = 66,3 ppm (CF<sub>3</sub>COOH als externer Standard).

FXeOTeF<sub>5</sub> kann wie XeF<sub>2</sub><sup>[3]</sup> ein Fluoridion an Acceptoren wie AsF<sub>5</sub> abgeben:



Mit CsF reagiert FXeOTeF<sub>5</sub> auf zweierlei Weise zu ungefähr gleichen Teilen:



### Arbeitsvorschrift:

Alle Reaktionen wurden in leicht abwägbaren Gefäßen (Kel-F, Monel) gravimetrisch und tensimetrisch verfolgt. XeF<sub>2</sub> wurde photolytisch dargestellt<sup>[4]</sup>. Bei der Umsetzung von 2,35 g (13,9 mmol) XeF<sub>2</sub> mit 3,33 g (13,9 mmol) HOTeF<sub>5</sub> konnten 5,20 g FXeOTeF<sub>5</sub> isoliert werden; Ausbeute: 96%.

Eingegangen am 10. Januar 1969 [Z 960]

[\*] Dr. F. Sladky  
 Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
 der Universität  
 A-6020 Innsbruck, Innrain 52a (Österreich)

- [1] N. Bartlett u. F. Sladky, noch unveröffentlicht.  
 [2] A. Engelbrecht u. F. Sladky, Mh. Chem. 96, 159 (1965).  
 [3] F. Sladky, P. A. Bulliner, N. Bartlett, B. G. DeBoer u. A. Zalkin, Chem. Commun. 1968, 1048.  
 [4] S. M. Williamson, F. Sladky u. N. Bartlett, Inorg. Syntheses 11, 147 (1968).

## Tetracarbonyldiphosphanmolybdän(0)

Von C. G. Barlow, E. A. V. Ebsworth und G. C. Holywell<sup>[\*]</sup>

Im Hinblick auf das in jüngster Zeit erweckte Interesse an Übergangsmetallkomplexen mit PH<sub>3</sub> als Ligand<sup>[1,2]</sup> und in Anlehnung an die Darstellung von Tetracarbonylbis(phos-

phin)molybdän(0) aus PH<sub>3</sub> und Tetracarbonylnorbornadienmolybdän(0)<sup>[3]</sup> untersuchten wir die Reaktion zwischen Tetracarbonylnorbornadienmolybdän(0) und P<sub>2</sub>H<sub>4</sub> in Pentan. Bei 0 °C entstand während 1 Std. ein blaßgelber, feinkristalliner Niederschlag.

Im IR-Spektrum des Reaktionsproduktes beobachtet man im Bereich zwischen 4000 und 200 cm<sup>-1</sup> neben den Absorptionen für die Valenz- und Deformationsschwingungen der MoCO-Gruppierung Banden nahe 2200 und 1100 cm<sup>-1</sup> sowie bei niedrigeren Frequenzen. Verwendet man als Reaktionskomponente P<sub>2</sub>D<sub>4</sub> statt P<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, so erscheinen diese Banden im IR-Spektrum der analog gebildeten Verbindung zu kleineren Wellenzahlen verschoben (ca. 1600 bzw. 800 cm<sup>-1</sup>). Wir ordnen sie deshalb PH<sub>2</sub>-Valenz- und -Deformationsschwingungen zu. Die Ergebnisse der Elementaranalyse (C, H, P) entsprechen einer Zusammensetzung P<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Mo(CO)<sub>4</sub>. Die Verbindung ist nur sehr wenig löslich in CS<sub>2</sub>, und es ist bisher noch nicht gelungen, ihr <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum aufzunehmen.

Im Massenspektrum stammen die Fragmentionen mit den größten m/e-Werten anscheinend von (P<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Mo(CO)<sub>4</sub>; eine sukzessive Abspaltung aller vier CO-Gruppen vor den vier PH<sub>2</sub>-Gruppen scheint bevorzugt. Daraus schließen wir, daß die neue Verbindung durch die Formel [P<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Mo(CO)<sub>4</sub>]<sub>x</sub> mit x ≥ 2 repräsentiert wird.

Eingegangen am 10. Dezember 1968 [Z 954]

[\*] Dr. C. G. Barlow, Prof. Dr. E. A. V. Ebsworth und G. C. Holywell  
 Department of Chemistry  
 University of Edinburgh  
 West Mains Road, Edinburgh 9 (Schottland)

[1] E. O. Fischer, E. Louis u. R. J. J. Schneider, Angew. Chem. 80, 122 (1968); Angew. Chem. internat. Edit. 7, 136 (1968).

[2] F. Klanberg u. E. L. Muetterties, J. Amer. chem. Soc. 90, 3296 (1968).

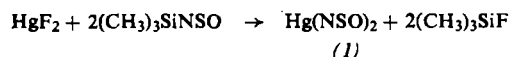
[3] C. G. Barlow u. G. C. Holywell, J. organometallic Chem., im Druck.

## Bis(sulfinylamido)quecksilber(II)

Von W. Verbeek und W. Sundermeyer<sup>[\*]</sup>

Neben vielen organischen N-Sulfinylaminen<sup>[1]</sup> ist auch das Trimethylsilylsulfinylamin<sup>[2]</sup> bekannt, dessen Reaktionsverhalten dem von Silylpseudohalogeniden sehr ähnlich ist.

Als erstes Sulfinylamid eines Metalles erhielten wir jetzt Bis(sulfinylamido)quecksilber(II) (1) durch Umsetzung von Quecksilber(II)-fluorid mit Trimethylsilyl-sulfinylamin in quantitativer Ausbeute.



Als Lösungsmittel ist besonders Tetrahydrofuran geeignet, da sich (1) darin gut löst und umkristallisieren läßt. 23 g HgF<sub>2</sub> setzen sich mit 27 g (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNSO in 40–60 ml siedendem trockenem THF unter Rühren innerhalb 1/2 Std. um. Die Reaktion ist stark exotherm.

(1) kristallisiert in farblosen Nadeln: F<sub>p</sub> = 128 °C (Zers.); bei zu langsamem Aufheizen tritt schon unterhalb des Schmelzpunktes Zersetzung ein. Die Verbindung ist im Gegensatz zu den meisten organischen Sulfinylaminen unerwartet stabil gegen Hydrolyse und Alkoholyse.

(1) wurde durch Analyse und Massenspektrum<sup>[3]</sup> identifiziert [bezogen auf das Isotop <sup>202</sup>Hg: m/e = 326, Hg(NSO)<sub>2</sub>; 264, Hg(NSO); 202, Hg; 48, SO; 46, NS; 32, S]. Das IR-Spektrum (Nujol) zeigt Banden bei 1250 st, 1217 st, 1078 st, 604 m, 590 m, 561 m, 313 st und 280 s cm<sup>-1</sup>.

Eingegangen am 30. Januar 1969 [Z 965a]

[\*] Dr. W. Verbeek und Prof. Dr. W. Sundermeyer  
 Anorganisch-chemisches Institut der Universität  
 69 Heidelberg, Tiergartenstraße 2