

KURT ISSLEIB und EBERHARD WENSCHUH

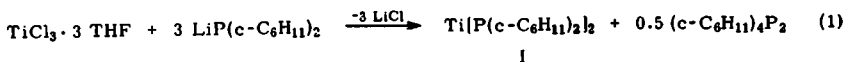
Alkali-Phosphorverbindungen und ihr reaktives Verhalten, XXIV¹⁾***P.P.*-Cyclohexylsubstituierte Phosphide von Titan(II),
Vanadin(III) und Chrom(III)**Aus dem Anorganisch-Chemischen Institut der Universität Halle (Saale)
(Eingegangen am 30. September 1963)

LiPR_2 ($\text{R} = \text{c-C}_6\text{H}_{11}$) reagiert mit $\text{TiCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ bzw. $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ THF}$ zu $\text{Ti}(\text{PR}_2)_2$ und $\text{R}_2\text{P}-\text{PR}_2$, mit $\text{VCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ und $\text{CrCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ zu $\text{V}(\text{PR}_2)_3$ bzw. $\text{Cr}(\text{PR}_2)_3$. Die Umsetzung von $\text{Ti}(\text{PR}_2)_2$ bzw. $\text{V}(\text{PR}_2)_3$ mit Jod liefert $\text{TiJ}_2(\text{PR}_2)_2$, TiJ_3PR_2 und $\text{VJ}(\text{PR}_2)_3$ als Oxydationsprodukte; überschüssiges Jod spaltet die Metall-Phosphor-Bindung unter Bildung von R_2PJ bzw. R_2PJ_3 . Aus $\text{Cr}(\text{PR}_2)_3$ und Eisessig entstehen $\text{Cr}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3$ und R_2PH . Der Spaltungsverlauf mit Methyljodid erlaubt Rückschlüsse auf die Stabilität der Metall-Phosphor-Bindung.

Im Verlauf der Untersuchungen über *P.P.*-disubstituierte Phosphide der Übergangsmetalle war wiederholt festzustellen, daß sich wasserfreie Metallsalze mit MePR_2 unterschiedlich umsetzen. Neben der Bildung einfacher Phosphide $\text{Me}'(\text{PR}_2)_n$ ($\text{Me}' = \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$; $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5, \text{c-C}_6\text{H}_{11}$ ^{2,3)}, wobei u. a. Redoxreaktionen auftreten, wird auch das Entstehen komplexer Phosphide $\text{MeMe}'(\text{PR}_2)_{n+1}$ ($\text{Me} = \text{K}, \text{Li}$; $\text{Me}' = \text{Mn}, \text{Ni}, \text{Cu}$; $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5, \text{c-C}_6\text{H}_{11}$ ²⁻⁴⁾ beobachtet. Letztere bilden sich aber nicht bei Verwendung von Titan-, Vanadin- oder Chromsalzen. Hingegen reagieren beispielsweise Titan(IV) und Vanadin(III) mit MePR_2 unter Reduktion zu niederen Wertigkeitsstufen. Während die Reaktionsprodukte aus $\text{KP}(\text{C}_6\text{H}_5)_2 \cdot 2$ Dioxan und $\text{VCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ bzw. $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ THF}$ noch näher untersucht werden, soll im folgenden über Darstellung und Reaktionsverhalten *P.P.*-cyclohexylsubstituierter Phosphide von Titan(II), Vanadin(III) und Chrom(III) berichtet werden.

Reaktionen von $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ mit Titan-, Vanadin- und Chromsalzen

Aus $\text{TiCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ und $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ entsteht in Benzol/THF eine dunkelbraune Lösung, die nach wiederholtem Einengen und Zugeben von *n*-Hexan (um LiCl vollständig abzutrennen) Titan(II)-bis-dicyclohexylphosphid (I) in schwarzbraunen Kristallen liefert. Bei der Umsetzung bildet sich gleichzeitig Tetracyclohexylbiphosphin, das man aus den Filtrerrückständen mit Toluol extrahiert. Die analytische Zusammensetzung von I sowie die Menge des entstehenden $(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$ ⁵⁾ ergeben folgenden Reaktionsverlauf:



1) XXIII. Mitteil.: K. ISSLEIB und E. WENSCHUH, Z. Naturforsch., i. Druck.

2) K. ISSLEIB und H.-O. FRÖHLICH, Chem. Ber. 95, 375 [1962].

3) K. ISSLEIB, H.-O. FRÖHLICH und E. WENSCHUH, Chem. Ber. 95, 2742 [1962].

4) K. ISSLEIB, E. WENSCHUH und H.-O. FRÖHLICH, Z. Naturforsch. 17b, 778 [1962].

5) K. ISSLEIB und W. SEIDEL, Chem. Ber. 92, 2681 [1959].

Eine analoge Redoxreaktion erfolgt mit $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ THF}$, wobei ebenfalls LiCl , $(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$ und I entstehen. Die Menge an $(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$ entspricht dem Wertigkeitswechsel von Titan(IV) zu Titan(II). Ohne Nebenreaktion verläuft die Umsetzung von $\text{VCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ bzw. $\text{CrCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ ⁶⁾ mit $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$; es bilden sich Vanadin(III)-tris-dicyclohexylphosphid (II) und Chrom(III)-tris-dicyclohexylphosphid (III). Die Isolierung von II bzw. III bereitet die gleichen Schwierigkeiten wie die von I, da sich

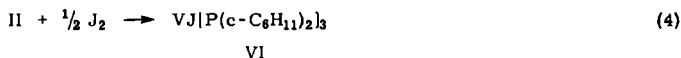
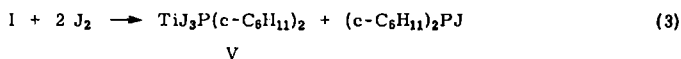


LiCl nur durch wiederholtes Einengen der THF/Benzollösungen und Behandeln der Rückstände mit n-Hexan bzw. Benzol vollständig abscheiden läßt. I–III lösen sich gut in indifferenten organischen Lösungsmitteln, werden durch Wasser oder Äthanol zersetzt und sind pyrophor. Überschüssiges $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ verhält sich gegenüber I–III indifferent, so daß eine Weiterreaktion zu Phosphiden des Typs $\text{LiMe}'(\text{PR}_2)_3$, wie sie im Falle von Mangan(II)⁴⁾ und Nickel(II)³⁾ beobachtet wurde, nicht eintritt. Versuche, beispielsweise aus III und $\text{C}_6\text{H}_5\text{Li}$ eine dem $\text{Li}_3\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_5)_6 \cdot 2.5$ Äther analoge⁷⁾ Verbindung darzustellen, blieben erfolglos. Obwohl hierbei ein Farbwechsel nach Rot auftrat, ließ sich nur unverändertes III zurückgewinnen. Ebenso indifferent ist das Verhalten von I–III gegenüber komplexbildenden N- bzw. P-haltigen Liganden, obwohl sie sich monomolekular in Benzol lösen und analog Ti^{II} , V^{III} sowie Cr^{III} -Salzen komplexaktiv sein sollten. Die magnetischen Untersuchungen ergeben bei 291° K ⁸⁾ stark reduzierte Momente für Ti^{II} , V^{III} und Cr^{III} entsprechend

I	II	III
$\mu = 0.60 \text{ B. M.}$	$\mu = 1.0 \text{ B. M.}$	$\mu = 2.93 \text{ B. M.}$
$(\chi_g = -0.34 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1})$	$(\chi_g \approx 0)$	$(\chi_g = 5.0 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1})$

Umsetzungen von I–III mit Jod bzw. Eisessig

Je nach den Mengenverhältnissen von I bzw. II und Jod entstehen in Benzol oder THF nach Gl. (2–4)



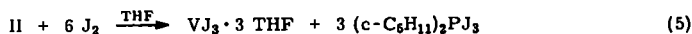
die Oxydationsprodukte IV–VI. Während IV und VI nach Einengen der Lösungen mit n-Hexan gefällt werden mußten, kristallisierte V während der Reaktion aus. V entsteht aus primär gebildetem IV nach Abspaltung von $(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2\text{PJ}$ ⁵⁾. Überschüssi-

6) E. KURRAS, *Naturwissenschaften* **46**, 171 [1959]; R. J. KERN, *J. inorg. nuclear Chem.* **24**, 1105 [1962].

7) F. HEIN und R. WEISS, *Z. anorg. allg. Chem.* **295**, 145 [1958].

8) Herrn Dr. W. SEIDEL vom Institut für Anorganische Chemie der Universität Jena danken wir für die Durchführung der Messungen.

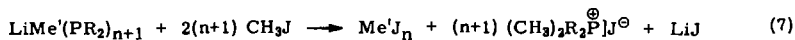
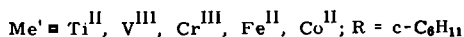
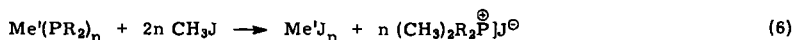
ges Jod spaltet die Metall-Phosphor-Bindung unter Bildung von $TiJ_4 \cdot 2 THF$ bzw. $VJ_3 \cdot 3 THF$ und Dicyclohexyl-trijodphosphoran⁹⁾. Das Auftreten von $VJ_3 \cdot 3 THF$ ist infolge der Unbeständigkeit eines Vanadin(IV)-jodids an Hand der verbrauchten Jodmenge nach Gl. (5)



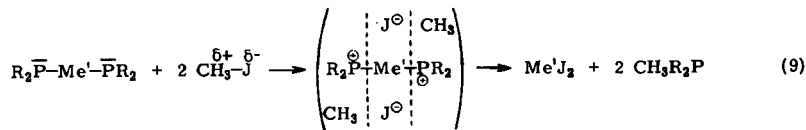
erklärbar. Die Zersetzung *P.P.*-disubstituierter Schwermetallphosphide durch Jod verläuft rasch und läßt keine Aussagen über die Stabilität der Metall-Phosphor-Bindung verschiedener Schwermetallphosphide zu. Auch in schwachen Säuren werden Schwermetallphosphide zersetzt. Als Beispiel sei die Umsetzung von III mit Eisessig genannt, wobei $Cr(CH_3CO_2)_3$ und $(c-C_6H_{11})_2PH$ entstehen. Durch diese Reaktion wird einmal die Spaltung der Chrom-Phosphor-Bindung, zum anderen die Oxydationsstufe + 3 des Chroms in III bewiesen. Gewisse Rückschlüsse auf die Bindefestigkeit Metall-Phosphor sind schließlich mittels CH_3J möglich.

Umsetzung *P.P.*-cyclohexylsubstituierter Schwermetallphosphide mit Methyljodid

Die Schwermetall-dicyclohexylphosphide der 3d-Übergangsmetalle können theoretisch zusätzlich zur Metall-Phosphor- σ -Bindung koordinative π -Bindungen, entsprechend einer Wechselwirkung des Phosphorelektronenpaares mit freien Orbitalen der Metalle, $Me' \leftarrow PR_2$, ausbilden. Derartige π -Bindungen müssen die Stabilität der Metall-Phosphor-Bindungen erhöhen und die Spaltung durch CH_3J infolge Blockierung des Phosphorelektronenpaares erschweren. Für die Spaltung sind folgende Reaktionsmöglichkeiten zu diskutieren



wobei intermediär Quartärsalzbildung mit nachfolgender Spaltung gemäß



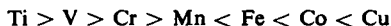
anzunehmen ist. Überschüssiges CH_3J führt zu $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus 10)}$. Nach Gl. (6) reagieren I, II, III, $Fe[P(c-C_6H_{11})_2]_2^{1)}$ und $\{Co[P(c-C_6H_{11})_2]_2\}_2^{3)}$; aus letzterem entsteht als Reaktionsprodukt $[CoJ_4][(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P]_2$. Eine Komplex-

⁹⁾ K. ISSLEIB und W. SEIDEL, Z. anorg. allg. Chem. 303, 155 [1960].

¹⁰⁾ K. ISSLEIB und A. TZSCHACH, Chem. Ber. 92, 1118 [1959].

bildung, wie sie für $\text{CuP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ ¹¹⁾ nach Gl. (8) charakteristisch ist, wird bei den Phosphiden der Gl. (6) und (7) nicht beobachtet.

Um vergleichbare Bedingungen zu erhalten, werden die Schwermetall-dicyclohexylphosphide in THF mit dem 10fachen Überschuß an CH_3J versetzt und die Reaktionsgemische geschüttelt. Aus der Zeitdauer der Spaltungsreaktion, die sich an der Farbaufhellung der Reaktionslösungen sowie an der Bildung von $(\text{CH}_3)_2(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2\text{P}^{\oplus}\text{J}^{\ominus}$ verfolgen läßt, resultiert folgende Abstufung für die Beständigkeit der Metall-Phosphor-Bindungen gegenüber CH_3J :



Während die von I zu $\text{LiMn}[\text{P}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2]_3$ ⁴⁾ abnehmende Stabilität durch einen geringer werdenden π -Bindungsanteil zu erklären ist, läßt sich die in Richtung zum $\text{CuP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ zunehmende Stabilität auf die Ausbildung gewisser d_{π} - d_{π} -Bindungsanteile zwischen Metall und Phosphor zurückführen.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE¹¹⁾

Titan(II)-bis-dicyclohexylphosphid (I)

a) Aus $\text{TiCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$: Zu 7.8 g $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ in 120 ccm THF läßt man unter Rühren im Verlaufe von $1\frac{1}{2}$ Stdn. 3.9 g $\text{TiCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ in 100 ccm Benzol tropfen. Das dunkelbraune Reaktionsgemisch wird 4 Stdn. bei Raumtemperatur gerührt und anschließend über eine G4-Fritte filtriert. Das Filtrat wird bei 60° i. Vak. vollständig eingengt, der Rückstand 2 Stdn. bei 80–90° getrocknet, mit 100 ccm Benzol behandelt und LiCl sowie weiteres $(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$ abfiltriert. Um $\text{LiCl} \cdot \text{THF}$ zu entfernen, wird diese Operation 1–2 mal wiederholt bis die Benzollösung chloridfrei ist. Nach Einengen der Lösung auf etwa 10 ccm, Zugabe von 30 ccm n-Hexan und Aufbewahren über CO_2 -Schnee fällt I aus. Es wird abfiltriert, mit wenig n-Hexan gewaschen und i. Vak. bei 50–60° getrocknet. Aus der Mutterlauge ist weiteres I erhältlich. Ausb. 4.5 g (80% d. Th.); Zers.-P. 295°.

($\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$ wird aus den Filterrückständen mit Toluol extrahiert. Ausb. 1.8 g (72% d. Th.); Schmp. 172°.

b) Aus $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ THF}$: Analog a) werden 8.5 g $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ in 120 ccm THF mit 3.5 g $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ THF}$ umgesetzt; das Reaktionsgemisch wird entspr. aufgearbeitet. Ausb. 3.7 g (79% d. Th.) I und 2.2 g (54% d. Th.) ($\text{c-C}_6\text{H}_{11})_4\text{P}_2$.

I ist schwarzbraun, pyrophor, hydrolysenempfindlich und löst sich gut in Benzol sowie THF, schwer in n-Hexan und Äther.

$\text{Ti}[\text{P}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2]_2$ (442.4) Ber. Ti 10.83 P 14.00 Gef. Ti 10.92 P 13.92 Mol.-Gew. 450.0¹²⁾

Vanadin(III)-tris-dicyclohexylphosphid (II): Zur Suspension von 4.1 g $\text{VCl}_3 \cdot 3 \text{ THF}$ in 100 ccm Benzol läßt man im Verlaufe von $1\frac{1}{2}$ Stdn. unter Rühren 7.8 g $\text{LiP}(\text{c-C}_6\text{H}_{11})_2$ in 120 ccm THF tropfen. Man rührt 4 Stdn. bei Raumtemperatur, filtriert die dunkelgrüne Lösung über eine G4-Fritte, engt i. Vak. vollständig ein, trocknet den Rückstand 2 Stdn. bei 80–90° i. Vak. und behandelt ihn mit 80 ccm Benzol. Nach Filtrieren der Benzollösung über eine mit Kieselgur bedeckte G3-Fritte wird eingengt, getrocknet, in Benzol gelöst und filtriert. Dieses Verfahren wird 1–2 mal wiederholt, bis sämtliches LiCl entfernt ist. Aus der auf 10 ccm i. Vak. eingengten Benzollösung wird II nach Zugabe von 30 ccm n-Hexan und Aufbewahren

¹¹⁾ Vgl. frühere Mitteil.

¹²⁾ Kryoskop. in Benzol.

über CO₂-Schnee isoliert. Ausb. 5.0 g (61% d. Th.); Schmp. 215°. Farbe und Löslichkeits-eigenschaften von II gleichen denen von I.

V[P(c-C₆H₁₁)₂]₃ (642.8) Ber. V 7.93 P 14.46 Gef. V 7.87 P 14.38 Mol.-Gew. 612.0¹²)

Chrom(III)-tris-dicyclohexylphosphid (III): Analog II erhält man aus 4.4 g CrCl₃·3 THF in 100 ccm Benzol und 7.2 g LiP(c-C₆H₁₁)₂ in 100 ccm THF nach entsprech. Aufarbeitung eine LiCl-freie Benzollösung. Sie wird i. Vak. auf 15 ccm eingeeengt, mit 30 ccm Petroläther (60–80°) versetzt und mehrere Stdn. über CO₂-Schnee aufbewahrt. Man trennt III über eine G3-Fritte ab, wäscht mit Petroläther und trocknet bei 50° i. Vak. Ausb. 3.2 g (42% d. Th.); Schmp. 160°. III ist graugrün, äußerst hydrolysenempfindlich, pyrophor und löst sich gut in Benzol und THF, schwer in Petroläther.

Cr[P(c-C₆H₁₁)₂]₃ (643.8) Ber. Cr 8.08 P 14.44 Gef. Cr 8.02 P 14.35 Mol.-Gew. 634.0¹²)

Titan(IV)-dijodo-bis-dicyclohexylphosphid (IV): 0.378 g I werden in 30 ccm THF gelöst, mit 0.217 g Jod in 6 ccm THF versetzt und 1 Stde. geschüttelt. Nach Filtrieren der schwarzbraunen Lösung über eine G3-Fritte, Einengen auf 5 ccm i. Vak. und Zugeben von 20 ccm n-Hexan fällt dunkelbraunes IV aus. Es wird abfiltriert, mit 10 ccm n-Hexan gewaschen und bei 50° i. Vak. getrocknet. Ausb. 0.4 g (67% d. Th.).

TiJ₂[P(c-C₆H₁₁)₂]₂ (696.3) Ber. Ti 6.88 J 36.45 P 8.90 Gef. Ti 7.03 J 36.14 P 8.84

Titan(IV)-trijodo-dicyclohexylphosphid (V): Analog IV werden 0.639 g I und 0.734 g Jod in 40 ccm Benzol 1 Stde. geschüttelt. V kristallisiert als braune Substanz, die abfiltriert, mit Benzol gewaschen und i. Vak. getrocknet wird. Ausb. 0.75 g (83% d. Th.).

TiJ₃P(c-C₆H₁₁)₂ (625.9) Ber. Ti 7.65 J 60.84 P 4.95 Gef. Ti 7.91 J 60.62 P 4.68

Aus dem Benzolfiltrat läßt sich (c-C₆H₁₁)₂PJ durch Zugeben von Jod als (c-C₆H₁₁)₂PJ₃ ausfällen.

Vanadin(IV)-jodo-tris-dicyclohexylphosphid (VI): Man versetzt 0.370 g II in 25 ccm THF mit 0.146 g Jod in 5 ccm THF, wobei Farbänderung der Lösung von Dunkelgrün nach Dunkelbraun auftritt. Das Reaktionsgemisch wird 2 Stdn. geschüttelt, über eine G3-Fritte filtriert, die Lösung i. Vak. auf 5 ccm eingeeengt und mit 30 ccm n-Hexan versetzt. Nach Kühlen über CO₂-Schnee wird VI abfiltriert, mit 30 ccm n-Hexan gewaschen und wie üblich getrocknet. Ausb. 0.350 g (79% d. Th.). VI löst sich leicht in THF, schwer in n-Hexan.

VJ[P(c-C₆H₁₁)₂]₃ (769.7) Ber. V 6.62 J 16.49 P 12.07 Gef. V 6.49 J 16.15 P 11.87

Umsetzung von I bzw. II mit überschüss. Jod: I und II werden in THF jeweils mit überschüss. Jod versetzt, die Reaktionsgemische 1 Stde. geschüttelt, gebildetes (c-C₆H₁₁)₂PJ₃ abfiltriert und mit 20 ccm THF gewaschen. Die Filtrate werden auf 30 ccm eingeeengt, 5 g KJ in 400 ccm H₂O zugegeben und nicht umgesetztes Jod mit 0.1 n Na₂S₂O₃ zurücktitriert.

Aus 0.841 g I und 2.89 g Jod in 85 ccm THF erhält man 1.50 g (68% d. Th.) (c-C₆H₁₁)₂PJ₃, Zers.-P. 248°.

Aus 0.445 g II und 1.21 g Jod in 55 ccm THF entstehen 1.0 g (82% d. Th.) (c-C₆H₁₁)₂PJ₃.

(c-C₆H₁₁)₂PJ₃ (578.0) Ber. J 65.88 P 5.36 Gef. J 65.80 P 5.24

Umsetzung von III mit Eisessig: 0.457 g III werden in 20 ccm Eisessig 5 Stdn. geschüttelt. Aus der filtrierten Lösung scheidet sich nach Zugabe von 80 ccm n-Hexan nach längerer Zeit ein grünes Öl ab. Dieses wird abgetrennt, mit 50 ccm n-Hexan versetzt und über CO₂-Schnee aufbewahrt, wobei Cr(CH₃CO₂)₃ allmählich kristallisiert. Cr(CH₃CO₂)₃ wird wie üblich isoliert; es löst sich leicht in Eisessig, schwer in n-Hexan oder Benzol. Ausb. 0.140 g (72% d. Th.).

Umsetzung von I, II, III, Fe[P(c-C₆H₁₁)₂]₂ und {Co[P(c-C₆H₁₁)₂]₂ mit Methyljodid: Das jeweilige Schwermetall-dicyclohexylphosphid wird in THF gelöst, mit Methyljodid versetzt

und das Reaktionsgemisch geschüttelt. Das bei der Spaltung gebildete $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus}$ wird über eine G3-Fritte abfiltriert, mit 10 ccm THF gewaschen, 1–2 mal aus Äthanol/Äther umgefällt und i. Vak. getrocknet; Schmp. 217–219°.

Aus 0.347 g I, 50 ccm THF und 4.50 g CH_3J entstehen nach 8 Stdn. 0.200 g (36% d. Th.) $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus}$.

Aus 0.372 g II, 40 ccm THF und 5.00 g CH_3J erhält man nach 3 Stdn. 0.380 g (61% d. Th.) $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus}$.

Aus 0.377 g III, 40 ccm THF und 5.00 g CH_3J entsteht sofort ein Teil und nach 1½ Stdn. weiteres $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus}$; Ausb. 0.390 g (62% d. Th.).

Aus 0.323 g $Fe[P(c-C_6H_{11})_2]_2$ und 4.10 g CH_3J in 40 ccm THF erhält man nach 8 Stdn. 0.170 g (33% d. Th.) $(CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P^{\oplus}J^{\ominus}$.

Aus 0.394 g $\{Co[P(c-C_6H_{11})_2]_2\}_2$, 20 ccm Äther und 4.93 g CH_3J bildet sich nach je 2 stdg. Schütteln und Kochen eine grüne Lösung, aus der während des Kühlens über CO_2 -Schnee $[CoJ_4] \{ (CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P \}_2$ gleicher Farbe auskristallisiert. Ausb. 0.500 g (56% d. Th.).

$[CoJ_4] \{ (CH_3)_2(c-C_6H_{11})_2P \}_2$ (1021.3) Ber. Co 5.77 J 49.71 P 6.07
Gef. Co 5.97 J 49.59 P 6.37