

Darstellung und Kristallstruktur von Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2,2-dimethyl-2*H*-benzimidazol-1,3-dioxid, $(C_9H_{10}N_2O_2)H_3O^+ [AuCl_4]^-$

Heimo J. Keller*, Ingo Leichtert, Gerd Uhlmann und Johannes Weiss

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg,
Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg 1

Eingegangen am 5. April 1976

Die Reaktion von 1,2-Benzochinondioxim (1) mit Tetrachlorogold(III)-säure-trihydrat in Dialkylketonen als Lösungsmittel führt zu Festkörpern 5–7, die aus H_3O^+ - und $[AuCl_4]^-$ -Ionen sowie aus neutralen 2,2-Dialkyl-2*H*-benzimidazol-1,3-dioxiden (2–4) aufgebaut sind. Daraus läßt sich das organische neutrale Molekül mittels eines Ionenaustauschers abtrennen und in Substanz isolieren. Die Struktur des aus Aceton erhältlichen Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2,2-dimethyl-2*H*-benzimidazol-1,3-dioxids (5) wird durch Röntgenstrukturanalyse ermittelt.

Preparation and Crystal Structure of Hydronium Tetrachloroaurate(III)-2,2-dimethyl-2*H*-benzimidazole 1,3-Dioxide, $(C_9H_{10}N_2O_2)H_3O^+ [AuCl_4]^-$

1,2-Benzoquinone dioxime (1) reacts with tetrachlorogold(III) acid-trihydrate in dialkyl ketones as solvents to yield solids 5–7 which contain H_3O^+ and $[AuCl_4]^-$ ions and neutral 2,2-dialkyl-2*H*-benzimidazole 1,3-dioxides (2–4). The organic, neutral molecule can easily be isolated from this solid by means of an ion-exchanger. The structure of hydronium tetrachloroaurate(III)-2,2-dimethyl-2*H*-benzimidazole 1,3-dioxide (5), which can be obtained from acetone solutions, is obtained by X-ray analysis.

Kristallisierte Bis(α,β -diondioximato)metall(II)-Komplexe von Übergangsmetall-Ionen haben in jüngster Zeit wegen ihrer stark anisotropen physikalischen Eigenschaften erneut viel Interesse gefunden^{1–3}). Dabei wurden auch kristallisierte Komplexe des 1,2-Benzochinondioxims (1) bearbeitet^{4,5}). Da früher auch Festkörper dieses Typs mit Gold(I) bzw. Gold(III) beschrieben wurden⁶), haben wir versucht, 1,2-Benzochinondioximato-Komplexe von Gold nach dem früher für 2,3-Butandiondioxim angegebenen Verfahren darzustellen⁶). Bei der Reaktion von Tetrachlorogoldsäure-trihydrat mit 1 in Aceton wurden violettrote Verbindungen isoliert, die nicht die erwartete Zusammensetzung hatten. Das 1,2-Benzochinondioxim hatte anstatt mit dem anwesenden Au^{III}

¹) E. B. Jagubskij und M. L. Khidekel, Russ. Chem. Rev. 41, 1011 (1972).

²) T. W. Thomas und A. E. Underhill, Chem. Soc. Rev. 1, 99 (1972).

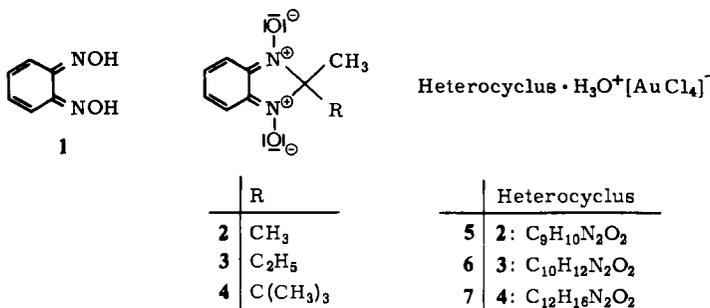
³) NATO-ASI Series B, Vol. 7, Low-dimensional Cooperative Phenomena and the Possibility of High-Temperature Superconductivity, ed. H. J. Keller, Plenum Press, New York 1975.

⁴) H. Endres, H. J. Keller, M. Megnamisi-Bélombé und D. Nöthe, Z. Naturforsch. 30, Teil B, 535 (1975).

⁵) H. Endres, H. J. Keller, W. Moroni und J. Weiss, Acta Crystallogr., Sect. B 31, 2357 (1975).

⁶) R. E. Rundle, J. Am. Chem. Soc. 76, 3101 (1954).

mit dem als Lösungsmittel im Überschuß vorhandenen Keton reagiert und eine Verbindung der Zusammensetzung $C_9H_{13}N_2O_3Cl_4Au$ (**5**) gebildet. Bei der Reaktion in Ethylmethylketon sowie in *tert*-Butylmethylketon wurden analoge Reaktionen zu **6** und **7** beobachtet. Mit Hilfe einer Anionenaustauschersäule bzw. durch Fällung mit Tetraphenylarsoniumchlorid konnte aus **5**, **6** und **7** außerdem das $[AuCl_4]^-$ entfernt werden, so daß die Moleküle der Zusammensetzung **2**, **3** und **4** erhalten wurden. Da die spektroskopischen Daten nur bedingt Aufschluß über den als Zwischenprodukt gebildeten Komplex gaben, wurde die Struktur eines der isolierten, untereinander sehr ähnlichen Reaktionsprodukte (**5**–**7**) bestimmt. Dazu wurden Kristalle von **5** verwendet.



Röntgenstrukturanalyse von Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2,2-dimethyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (**5**)

Die Verbindung **5** kristallisiert triklin in der Raumgruppe $P\bar{1}$ mit zwei Formeleinheiten in der Elementarzelle.

Tab. 1 enthält die kristallographischen Daten. Die genauen Gitterkonstanten wurden nach einem Ausgleichsverfahren⁷⁾ aus den Θ -Werten von 33 Reflexen ermittelt. Aus Diffraktometermessungen (5-Wert-Methode, Θ -2 Θ -Abtastung) wurden mit Mo-K α -Strahlung bis $2\Theta = 60^\circ$ insgesamt 3086 unabhängige Reflexe erhalten, wobei Reflexe, deren Intensität $| < 2.58 \sigma(I) |$ war, als nicht beobachtet eingestuft wurden.

Die Korrektur der Intensitäten erfolgte in der üblichen Weise. Die Dimensionen des Einkristalls betragen $0.14 \times 0.12 \times 0.31$ mm. Für Absorption und Extinktion wurden keine Korrekturen durchgeführt.

Die Lagen der Gold- und Chloratome konnten einer 3d-Patterson-Synthese entnommen werden, diejenigen von Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff einer anschließenden Fourier-Synthese.

Die so erhaltenen Parameter wurden dann nach der Methode der kleinsten Quadrate zunächst mit isotropen Temperaturfaktoren bis zu einem R-Wert von 12,8% und anschließend mit aniso-

Tab. 1. Kristallographische Daten von **5**

<i>a</i>	774.2 (4) pm	γ	89.45° (5)
<i>b</i>	803.3 (3) pm	<i>V</i>	80.6 · 10 ⁶ pm ³
<i>c</i>	1321.5 (10) pm	<i>D_x</i>	2.19 g/cm ³
α	82.30° (6)	Raumgr.	$P\bar{1}$
β	81.74° (6)		

⁷⁾ W. Berdesinski und B. Nuber, Neues Jahrb. Mineral., Abhandl. **104**, 133 (1966).

Tab. 2. Atomparameter von 5. Die Werte für Au und Cl sind mit 10^4 , die anderen mit 10^3 multipliziert

ATOM	x	y	z	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
Au(1)	0	0	0	147(2)	172(2)	85(1)	12(2)	-24(1)	-3(1)
Cl(1)	2975(7)	0034(9)	9662(6)	131(8)	342(16)	132(6)	9(9)	-13(6)	9(8)
Cl(2)	9980(8)	2778(7)	9357(6)	246(12)	169(10)	168(7)	9(9)	-74(8)	22(7)
Au(2)		5000	5000	198(2)	161(2)	79(1)	2(2)	-10(1)	-2(1)
Cl(3)	2855(8)	4253(9)	4739(6)	209(12)	302(15)	140(7)	48(11)	-6(7)	2(8)
Cl(4)	0356(11)	5739(11)	6559(7)	382(20)	381(20)	142(8)	119(16)	-50(10)	-89(10)
C(1)	309(3)	239(3)	199(2)	19(4)	20(4)	6(1)	0.3(3)	-0.5(2)	2(2)
C(2)	469(3)	216(3)	238(2)	23(5)	19(4)	9(2)	-0.3(3)	-0.9(2)	-3(2)
C(3)	606(3)	344(4)	216(2)	22(5)	27(6)	13(3)	-5(4)	-0.6(3)	-4(3)
C(4)	561(4)	484(3)	151(2)	32(7)	22(5)	12(2)	-7(5)	2(3)	-3(3)
C(5)	402(4)	508(3)	110(2)	32(6)	24(5)	8(2)	2(5)	2(3)	-4(3)
C(6)	269(3)	385(3)	133(2)	26(5)	18(4)	8(2)	4(3)	-1(2)	-2(2)
C(7)	296(3)	979(3)	307(2)	22(5)	18(4)	10(2)	-2(3)	0.2(2)	-0.4(2)
C(8)	321(3)	810(3)	258(2)	29(6)	17(4)	10(2)	1(4)	-2(3)	-4(2)
C(9)	206(4)	964(3)	417(2)	41(6)	28(6)	8(2)	-8(5)	4(3)	-3(3)
O(1)	048(2)	68(2)	226(1)	18(3)	29(3)	14(2)	3(2)	-11(2)	-10(2)
N(1)	205(2)	106(2)	235(1)	25(4)	16(3)	8(1)	-1(3)	1(2)	-2(2)
N(2)	469(2)	70(3)	299(2)	22(4)	24(4)	9(2)	1(3)	-5(2)	-1(2)
O(2)	415(3)	982(3)	637(2)	41(5)	37(5)	11(1)	4(4)	-13(3)	-3(2)
O(3)	243(3)	217(3)	712(2)	34(5)	45(6)	20(3)	15(5)	3(3)	10(3)

C 146/76, Tab. 2

Tab. 3. Bindungsabstände und -winkel in 5

Bindungsabstände (pm)			Bindungswinkel ($^{\circ}$)		
Au(1) - Cl(1)	227,9(6)	Cl(1) - Au(1) - Cl(2)	89,5(2)		
Au(1) - Cl(2)	228,2(5)	Cl(3) - Au(2) - Cl(4)	90,0(3)		
Au(2) - Cl(3)	227,5(6)	C(1) - C(2) - C(3)	122(2)		
Au(2) - Cl(4)	227,4(10)	C(2) - C(3) - C(4)	122(2)		
C(1) - C(2)	141(3)	C(3) - C(4) - C(5)	126(3)		
C(2) - C(3)	145(4)	C(4) - C(5) - C(6)	121(2)		
C(3) - C(4)	140(4)	C(5) - C(6) - C(1)	115(2)		
C(4) - C(5)	141(4)	C(6) - C(1) - C(2)	124(2)		
C(5) - C(6)	141(4)	C(1) - N(1) - O(1)	134(2)		
C(6) - C(1)	142(3)	C(1) - N(1) - C(7)	110(2)		
N(1) - O(1)	128(2)	C(2) - N(2) - O(2)	127(2)		
N(1) - C(1)	134(3)	C(2) - N(2) - C(7)	111(2)		
N(1) - C(7)	154(3)	C(7) - N(2) - O(2)	121(2)		
N(2) - O(2)	135(3)	N(1) - C(7) - C(8)	108(2)		
N(2) - C(2)	133(3)	N(2) - C(7) - C(8)	110(2)		
N(2) - C(7)	152(3)	N(1) - C(7) - O(9)	112(2)		
C(7) - C(8)	152(3)	N(2) - C(7) - O(9)	109(2)		
C(7) - C(9)	151(3)	C(8) - C(7) - O(9)	117(2)		
O(2) - O(3)	254(3)				

C 146/76, Tab. 3

tropen Temperaturfaktoren bis zu $R = 7.8\%$ verfeinert (mittlere Änderung/Fehler 0.0013, größte Änderung/Fehler 0.0053).

Tab. 2 enthält die Atomparameter, Tab. 3 Bindungsabstände und -winkel.

Die Elementarzelle enthält zwei kristallographisch verschiedene Goldatome, die beide von vier Cl quadratisch-planar koordiniert sind. Eines der beiden Goldatome (in 0, 0, 0) hat außerdem zu zwei Sauerstoff-Atomen des organischen Moleküls – nämlich O(1) und O(1') – einen Abstand von 318 pm, so daß eine angenähert oktaedrische Umgebung resultiert (vgl. Abb).

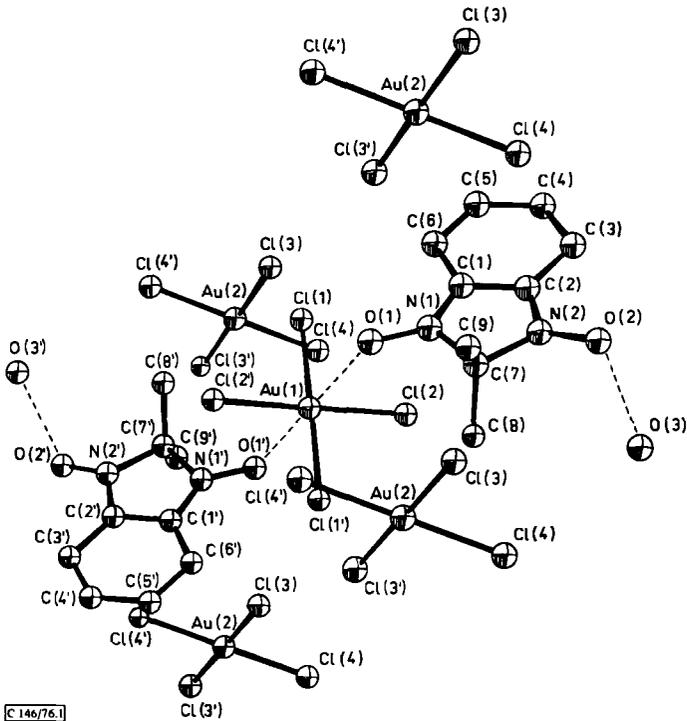


Abb.: Inhalt der Elementarzelle von **5**. Die eine $[AuCl_4]^-$ -Einheit ist viermal gezeichnet: Au(2) in $0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$; in $0, -\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$; in $0, \frac{1}{2}, -\frac{1}{2}$; in $0, -\frac{1}{2}, -\frac{1}{2}$

Tab. 4. Abweichungen (in pm) der Atome des organischen Moleküls **2** in **5** (ohne Methylgruppen) von einer durch sie gelegten „besten Ebene“

C(1)	-3.1	N(1)	-1.7
C(2)	-6.6	N(2)	-7.8
C(3)	-2.0	O(1)	5.4
C(4)	1.3	O(2)	11.8
C(5)	3.7		
C(6)	1.4		
C(7)	-2.6		

Der Festkörper enthält weiterhin Einheiten der Formel $C_9H_{10}N_2O_2$, die als 2,2-Dimethyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (**2**) aufzufassen sind. Der „organische Teil“ des Kristalls ist – ausgenommen die beiden Methylgruppen – weitgehend planar. Die Abweichungen der einzelnen Atome aus dieser Ebene sind in Tab. 4 angegeben. Das Sauerstoffatom O(3) ist entweder einem Wassermolekül oder einem Hydronium-Ion zuzuschreiben. Wegen der schweren Goldatome im Gitter ließen sich die Positionen der Wasserstoffatome nicht ermitteln, d. h. es bleibt die Frage offen, ob das Gitter ein protoniertes $(C_9H_{11}N_2O_2)^+$ als Kation und zusätzlich ein Molekül Wasser enthält oder ob der organische Teil als neutrales 2,2-Dimethyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid vorliegt und

die negativen Ladungen der $[\text{AuCl}_4]^-$ -Ionen durch isolierte Hydronium-Ionen kompensiert werden.

Eines der Sauerstoffatome des Benzimidazoldioxid-Systems ist von dem einem „Kristallwasser“ zuzuordnenden Sauerstoffatom (O(3)) nur 254 pm entfernt. Ein Vergleich mit entsprechenden Daten⁸⁾ ähnlicher Wasserstoffbrücken legt die Vermutung nahe, daß in dem hier genannten Fall eine starke Wasserstoffbrückenbindung zwischen einem Hydronium-Ion und einem neutralen Dioxid oder umgekehrt zwischen einem einfach positiv geladenen 2,2-Dimethyl-1-hydroxy-2*H*-benzimidazolium-3-oxid und dem Sauerstoff eines Wassermoleküls besteht. Je nach der formalen Zuordnung des Protons zu einem dieser beiden durch eine Wasserstoffbrücke verbundenen Systeme wäre eine der beiden Formulierungen anzugeben.

Die folgenden Argumente sprechen für die als $(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2)\text{H}_3\text{O}^+\text{AuCl}_4^-$ angegebene Formulierung für **5**:

a) Die beiden N–O-Abstände der Benzimidazoldioxid-Einheit sind innerhalb der Standardabweichungen gleich. Es ist deshalb wenig sinnvoll, für den festen Zustand eine starke OH-Bindung für eine der N–O-Gruppen zu postulieren.

b) Im IR-Spektrum tritt eine sehr breite und intensive Bande bei 3125 cm^{-1} auf, die einer durch Wasserstoffbrücken stabilisierten H_3O^+ -Einheit zugeschrieben werden kann.

In Lösung liegen die Bestandteile des Komplexes weitgehend dissoziiert vor. So kann das Ion $[\text{AuCl}_4]^-$ aus Lösungen von **5** mit Tetraphenylarsonium-halogeniden als farblos Niederschlag ausgefällt werden, wobei **2** in der Lösung verbleibt.

Der organische Teil der Substanz **2** kann außerdem nach Durchlaufen der wäßrigen Lösung von **5** durch eine Ionenaustauschersäule als neutrales Molekül isoliert werden. Seine Farbe in wäßriger Lösung erscheint etwas aufgehellt, was durch die Abwesenheit der H_3O^+ -Ionen sowie der Wasserstoffbrücken zu deuten ist.

Wenig informativ ist in diesem Fall das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum. In $[\text{D}_6]$ Aceton findet man zwei relativ scharfe Signale bei $\delta = 7.4$ und 1.8 ppm relativ zu TMS mit dem Intensitätsverhältnis 2 : 3, die den Protonen am Benzo-Ring bzw. den Methylprotonen zuzuordnen sind. Überraschenderweise zeigen Lösungen der Substanz in $[\text{D}_6]$ Aceton außer den genannten zwei Absorptionen auch bei tiefer Temperatur keine Banden im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum, die einem H_3O^+ oder einem H_2O zugeordnet werden könnten.

Die Reaktion von 1,2-Benzochinondioxim (**1**) mit Aceton erweckt aus zweierlei Gründen Interesse:

a) Die Reaktion deutet die Möglichkeit an, auf einfache und übersichtliche Weise zu 2*H*-Benzimidazoldioxiden zu gelangen. Die Reaktionen von Benzofuroxanen zu Chinolin- und Imidazol-Derivaten, in denen das Benzofuroxan elektrophil reagiert, sind bekannt und für viele Synthesen ausgenutzt worden⁹⁾. Hier hat man eine Reaktion des Dioxims als Nucleophil vor sich, die in guten Ausbeuten zu den 2*H*-Benzimidazol-1,3-dioxiden führt.

b) Die Struktur des als Zwischenprodukt gebildeten Komplexes **5** zeigt eine der Möglichkeiten, wie Schwermetall-Ionen an biologisch wichtige Stickstoffbasen gebunden

⁸⁾ J. O. Lundgren und I. Olovsson in *The Hydrogen Bond*, ed. P. Schuster, G. Zundel und C. Sandorfy, North-Holland, Amsterdam 1975.

⁹⁾ K. Ley und F. Seng, *Synthesis* 1975, 415.

werden könnten. Tatsächlich läßt sich **5**, gemessen an reinem $AuCl_4^-$, wesentlich schwerer zu elementarem Gold reduzieren, was im Hinblick auf die physiologische Aktivität derartiger Verbindungen besonderes Interesse verdient. Diese Problematik wurde kürzlich im Zusammenhang mit einem sehr ähnlich gebauten $[AuCl_4]^-$ -Komplex¹⁰⁾ angesprochen und an vergleichbaren $[PdCl_4]^{2-}$ - bzw. $[PtCl_4]^{2-}$ -Komplexen ausführlich diskutiert^{11, 12)}.

Experimenteller Teil

Da die Umsetzung von 1,2-Benzochinondioxim (**1**)¹³⁾ in ethanolischer Lösung mit wäßrigen Lösungen der Tetrachlorogold(III)-säure unter Erwärmen (entsprechend Lit.⁶⁾) zur Reduktion der Golde(III)-säure zu metallischem Gold führt, wurden verschiedene andere Lösungsmittel getestet.

Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2,2-dimethyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (5): Gibt man 1.03 g $HAuCl_4 \cdot 3 H_2O$ und 0.35 g **1** in 100 ml Aceton zusammen, so verfärbt sich die Reaktionslösung augenblicklich intensiv rot, nach 6 h tief violett. Beim Abziehen des Lösungsmittels bleibt ein hochviskoses dunkelviolettes Öl zurück. Daraus sind durch Umkristallisieren aus 1,2-Dichlorbenzol große, längliche, prismatische und dichroitische Kristalle zu erhalten. Ausb. 0.70 g (52%). Sie zersetzen sich bei 120°C und schmelzen danach bei 130°C. Die Kristalle erscheinen unter dem Mikroskop in Durchsicht rot, wenn Polarisationsrichtung des Analysators und Kristalllängsachse parallel sind, und sehen bei senkrechter Einstellung von Polarisator und Kristalllängsachse schwarz aus. Die Substanz ist löslich in vielen Lösungsmitteln wie z. B. Wasser, Ethanol, Aceton, $CHCl_3$, aber nicht in Petrolether.

$(C_9H_{10}N_2O_2)H_3O[AuCl_4]$ (536.0) Ber. C 20.15 H 2.44 Au 36.76 Cl 26.46 N 5.22 O 8.95
Gef. C 20.33 H 2.44 Au 36.68 Cl 26.41 N 5.28 O 9.10

Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2-ethyl-2-methyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (6): Wie vorstehend in Ethylmethylketon. Der violette Komplex **6** kristallisiert allerdings wesentlich schlechter als **5**, und es haftet ihm immer Lösungsmittel als Verunreinigung an. Aus üblichen Lösungsmitteln wie 1,2-Dichlorbenzol, Nitrobenzol, Petrolether, $CHCl_3$ und Ethanol konnten keine trockenen, lösungsmittelfreien Kristalle erhalten werden. Ausb. ca. 65%.

Hydronium-tetrachloroaurat(III)-2-tert-butyl-2-methyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (7): Versetzt man 1.03 g $HAuCl_4 \cdot 3 H_2O$ mit 0.35 g **1** in 100 ml *tert*-Butylmethylketon, so färbt sich die Lösung sofort dunkelrot. Nach 12 h wird sie violett. Nach Abziehen des Lösungsmittels und Umkristallisieren aus 1,2-Dichlorbenzol fällt **7** in zerfließlichen Kristallen an. Ausb. 1.7 g (60%).

7 kann ebenso wie **5** über eine Ionenaustauschersäule (Ionenaustauscher III, Merck, stark basisch) mit quantitativer Ausb. in *2-tert-Butyl-2-methyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (4)* übergeführt werden. Schmp. 109°C.

$C_{12}H_{16}N_2O_2$ (220.3) Ber. C 65.45 H 7.27 N 12.73 O 14.55
Gef. C 64.60 H 7.36 N 12.27 O 15.46

Da sich alle drei Substanzpaare hinsichtlich ihrer chemischen und spektroskopischen Eigenschaften sehr ähnlich sind, andererseits aber die Bindungsverhältnisse zwischen $[AuCl_4]^-$ und organischem Molekül im kristallinen Komplex hier von zentralem Interesse waren, wird die „chemische Seite“ dieses Problems hier nicht ausführlicher diskutiert.

¹⁰⁾ M. R. Caira, L. R. Nassimbeni und A. L. Rogers, Acta Crystallogr., Sect. B **31**, 1112 (1975).

¹¹⁾ B. L. Kindberg und E. L. Amma, Acta Crystallogr., Sect. B **31**, 1492 (1975).

¹²⁾ L. Goodrich Purnell und D. J. Hodgson, J. Am. Chem. Soc. **98**, 4759 (1976).

¹³⁾ United States Rubber Co. (Erf. E. C. Ladd und W. P. Ter Horst), US-Pat. 2335941 (14. Dez. 1943) [C. A. **38**, 3295^e (1944)].

Spaltung von 5: Gibt man eine Lösung von 0.1 g **5** in 10 ml Wasser über eine Anionenaustauschersäule (Ionenaustauscher III, Merck, stark basisch), so läßt sich aus dem Eluat rotes 2,2-Dimethyl-2H-benzimidazol-1,3-dioxid (**2**), Schmp. 133°C, isolieren, das goldfrei und nicht mehr dichroitisch ist. Ausb. quantitativ.

$C_9H_{10}N_2O_2$ (178.2) Ber. C 60.67 H 5.62 N 15.73 Gef. C 60.22 H 5.84 N 15.28

Das hier erhaltene Produkt **2** ist offensichtlich identisch mit dem früher aus der Reaktion von Benzofurazon-1-oxid mit 2-Nitropropan isolierten Produkt (Schmp. 132–134°C)¹⁴⁾.

Die Abtrennung des $[AuCl_4]^-$ vom organischen Heterocyclus kann man auch durch Zugabe einer wäßrigen Lösung von Tetraphenylarsoniumchlorid zu einer wäßrigen Lösung von **5** erreichen. Es fällt augenblicklich ein weißer Niederschlag von $[As(C_6H_5)_4][AuCl_4]$ aus. Er ist unlöslich in Wasser und Säuren (sogar in Königswasser), aber löslich in Aceton. Analyse, Schmp. (244–248°C) und Misch.-Schmp. (248°C) mit $[As(C_6H_5)_4][AuCl_4]$ (Schmp. 249°C), das aus $[As(C_6H_5)_4]Cl$ und $HAuCl_4$ hergestellt wurde, beweisen die angegebene Zusammensetzung. Aus dem Filtrat läßt sich nach Durchlauf durch eine Ionenaustauschersäule **2** gewinnen.

¹⁴⁾ M. J. Abu El-Haj, J. Org. Chem., 37, 2519 (1972).