

## DARSTELLUNG, EIGENSCHAFTEN UND SCHWINGUNGSSPEKTRUM VON $\text{NMe}_4[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$

N. ATAM, H. MÜLLER UND K. DEHNICKE

*Fachbereich Chemie der Universität Marburg/Lahn (Deutschland)*

(Eingegangen den 5. Oktober 1971)

### SUMMARY

Diethylberyllium reacts with  $\text{NMe}_4\text{SCN}$  to form the complex  $\text{NMe}_4[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$ , in which, on the evidence of  $^1\text{H}$  NMR and vibrational spectra, the sulphur atom functions as donor. The vibrational spectrum of  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  is reported and assigned on the basis of  $D_{2h}$  pseudosymmetry.

### ZUSAMMENFASSUNG

Diäthylberyllium reagiert mit  $\text{NMe}_4\text{SCN}$  unter Bildung des Komplexes  $\text{NMe}_4[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$ , in dem nach dem  $^1\text{H}$ -Kernresonanzspektrum und dem Schwingungsspektrum das S-Atom als Donatoratom fungiert. Das Schwingungsspektrum des  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  wird mitgeteilt und auf der Grundlage der Pseudosymmetrie  $D_{2h}$  zugeordnet.

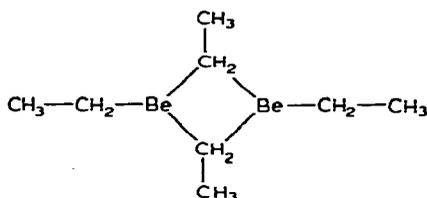
---

### I. EINLEITUNG

Unsere präparativen und schwingungsspektroskopischen Untersuchungen über das Acceptorverhalten von Metallalkylen des Cadmiums<sup>1</sup>, Galliums<sup>2</sup> und Aluminiums<sup>3</sup> gegenüber verschiedenen Pseudohalogenidionen führten uns zum Diäthylberyllium, von dem wegen des grossen Ionenpotentials des Berylliums besonders stabile Komplexe zu erwarten waren. Da Diäthylberyllium im frischdestillierten Zustand dimer vorliegt<sup>4</sup>, bedarf es vor der Adduktbildung mit geeigneten Elektronendonatoren einer Spaltung der Be–C–Be-Brückenbindungen. Hierzu sind einerseits Aether und Amine befähigt, mit denen sich Addukte im Molverhältnis 1/1 bilden<sup>5</sup>, andererseits auch die Ionen  $\text{F}^-$  und  $\text{Cl}^-$ , die mit  $\text{Et}_2\text{Be}$  zu  $[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{X}]^-$  reagieren<sup>6</sup>, während das  $\text{CN}^-$ -Ion sogar ein komplexes Ion im Molverhältnis 1/4,  $[(\text{Et}_2\text{Be})_4\text{CN}]^-$ , bilden soll<sup>6</sup>. In der vorliegenden Arbeit werden die Ergebnisse des Donatorverhaltens des  $\text{SCN}^-$ -Ions gegenüber Diäthylberyllium mitgeteilt. Das Thiocyanat-Ion wurde ausgewählt, da schwingungsspektroskopisch eine Unterscheidung der verschiedenen Koordinationsmöglichkeiten dieses Ions zu erwarten war. Hierzu war andererseits die Kenntnis des Schwingungsspektrums des Diäthylberylliums erforderlich; es ist daher ebenfalls Gegenstand dieser Untersuchung.

II. DAS SCHWINGUNGSSPEKTRUM VON  $(Et_2Be)_2$ 

Von Diäthylberyllium liegt bisher nur das Raman-Spektrum eines höher assoziierten Molekülverbandes vor<sup>7</sup>. Solche Präparate entstehen durch Alterung von frischdestilliertem und dabei dimer vorliegenden Moleküleinheiten in vorläufig ungeklärter Weise. Das von uns registrierte Raman-Spektrum des frischdestillierten Diäthylberylliums weist somit erwartungsgemäss Abweichungen von dem der genannten Autoren, besonders im Bereich der Gerüstschwingungen auf, in welchem wir unterhalb  $1100\text{ cm}^{-1}$  nur 8 gegenüber 12 der von Goubeau und Rodewald<sup>7</sup> beobachteten Streulinien registrieren. Dieser Befund liess bereits von der Anzahl der Banden her auf eine höhere Symmetrie schliessen, was durch das IR-Spektrum bestätigt wird, in welchem mit Ausnahme der Absorption bei  $724\text{ cm}^{-1}$  unterhalb  $1100\text{ cm}^{-1}$  keine Koinzidenz mit dem Raman-Spektrum festzustellen ist. Ein Strukturvorschlag, der diese Beobachtungen berücksichtigt, führt zu einem pseudozentrosymmetrischen Molekül, in dem die Assoziation mit Hilfe von Dreizentrenbindungen erfolgt ( $D_{2h}$ ):



Sie kann im vorliegenden Fall nur als Folge einer freien Rotation der terminalen Äthylgruppen verstanden werden, die für den flüssigen Zustand, analog den Verhältnissen bei anderen metallorganischen Äthylverbindungen, z.B.  $Et_2Hg$ <sup>8</sup> verständlich ist. Berücksichtigt man nur die für das Problem besonders aufschlussreichen Gerüstschwingungen  $Be_2C_8$ , so ergibt sich die in Tabelle 1 zusammengestellte Erwartung.

Tabelle 2 und Fig. 1 zeigen, dass diese Erwartungen sowohl der Anzahl als auch des Alternativverhaltens nach, im wesentlichen erfüllt sind. Die durch Grignardierung von  $BeCl_2$  in ätherischer Lösung erhaltenen  $BeEt_2$ -Präparate enthalten etwa 2% Diäthyläther, dessen Anwesenheit jedoch spektroskopisch unerheblich ist; soweit es sich um sehr intensive Banden handelt, wurden sie berücksichtigt. Bei der in

TABELLE 1

ERWARTUNGSSPEKTRUM DES  $Be_2C_8$ -GERÜSTES FÜR DIE MOLEKÜLSYMMETRIE  $D_{2h}$ 

Klasse	IR	RE	Anzahl der Schwingungen
$A_g$	ia	p	5
$B_{1g}$	ia	dp	4
$B_{1u}$	a	v	4
$B_{2g}$	ia	dp	1
$B_{2u}$	a	v	4
$B_{3g}$	ia	dp	2
$B_{3u}$	a	v	4

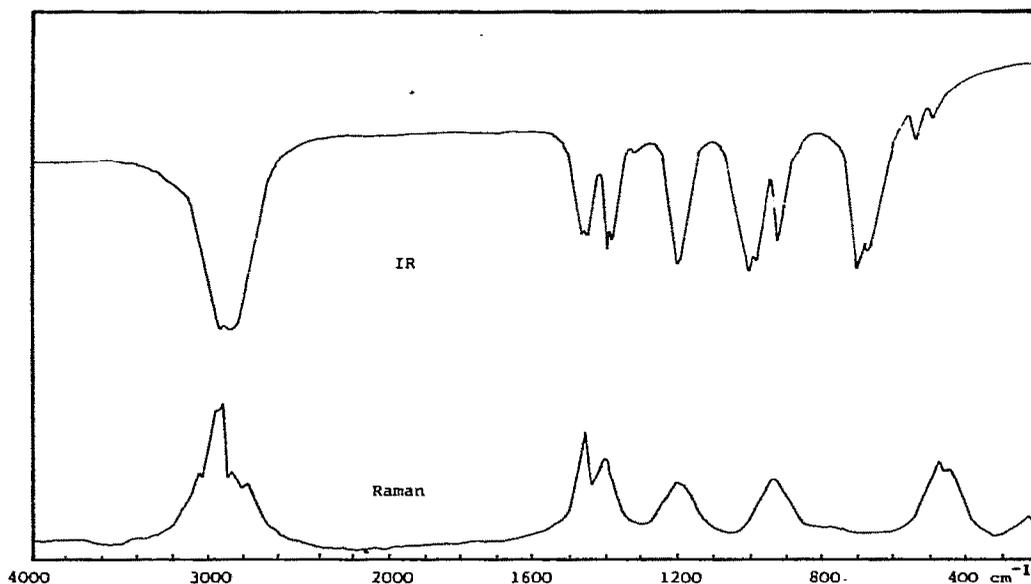


Fig. 1. Schwingungsspektrum von (Et<sub>2</sub>Be)<sub>2</sub>.

Tabelle 2 versuchsweise getroffenen Zuordnung der Frequenzen zu den einzelnen Schwingungen haben wir die an anderer Stelle<sup>9</sup> publizierte Symmetriekoordinaten eines analogen 10-Massenproblems zugrunde gelegt. Danach sind neben den Ringvalenzschwingungen, für deren sichere Zuordnung nur unzureichendes Vergleichsmaterial vorliegt, je zwei CC-Valenzschwingungen im IR- und im Raman-Spektrum zu erwarten, sowie je eine Be-C-Valenzschwingung. Die im IR-Spektrum auftretenden Schwingungen sind dabei jedesmal die Gegentakt-, die im Raman-Spektrum die Gleichtaktsschwingungen. Für den in Betracht zu ziehenden Bereich stehen im IR-Spektrum die Absorptionen bei 997, 969 und 925 cm<sup>-1</sup> zur Verfügung, während die entsprechenden Raman-Banden bei 972, 915 und 875 cm<sup>-1</sup> beobachtet werden. Gegenüber der Lage der antisymmetrischen C-Be-C-Valenzschwingung des *sp*-hybridisierten, monomeren Me<sub>2</sub>Be-Dampfes<sup>10</sup> bei 1081 cm<sup>-1</sup> erscheint die Zuordnung der Gegentaktvalenzschwingung des dimeren Et<sub>2</sub>Be mit *sp*<sup>2</sup>-hybridisiertem Beryllium bei 925 cm<sup>-1</sup> plausibel. Die sehr starken IR-Absorptionen bei 670 und 724 cm<sup>-1</sup> gehören unzweifelhaft CH<sub>2</sub>- und CH<sub>3</sub>-rocking-Schwingungen an, die erfahrungsgemäss im Raman-Spektrum nur mit sehr geringer Intensität zu beobachten sind. Die für die Ringvalenzschwingungen vorgeschlagene Zuordnung bleibt naturgemäss ebenso unsicher wie die für die Gerüstdeformationen, da wegen der Ähnlichkeit der an den Schwingungen beteiligten Massen die unübersichtlichen Kopplungsverhältnisse zur Zeit keine sichere Aussage zulassen. Gleichwohl haben wir bei der Zuordnung der Ringschwingungen die spektroskopischen Veränderungen berücksichtigt, die nach der unter Abschnitt III und IV beschriebenen Auflösung der Ringstruktur nach der Adduktbildung zu beobachten sind.

Für die Zuordnung der inneren Schwingungen der Aethylgruppen diente als spektroskopischer Vergleich das Schwingungsspektrum des Triäthylaluminiums<sup>11</sup>:

TABELLE 2

SCHWINGUNGSSPEKTRUM UND ZUORDNUNGEN FÜR  $(Et_2Be)_2$ ; SYMMETRIE  $D_{2h}$ 

ss = sehr schwach, s = schwach, m = mittel, st = stark, sst = sehr stark, Sch = Schulter, br = breit

IR		Raman		Zuordnung (Klasse)
( $cm^{-1}$ )	Int.	( $cm^{-1}$ )	Int.	
2946	st	2940	m	} $\nu(CH_2, CH_3)$
2900	(Sch)			
2880	st	2875	st	
2865	st	2864	sst	
2795	(Sch)	2785	(Sch)	
		2740	s	
1469	m	1470	(Sch)	} $\delta_{as}(CH_3)$
1455	m	1460	st	
1402	st	1405	m	$\delta(CH_2)$
1385	m	1385	(Sch)	$\delta_s(CH_3)$
1326	s			$\delta(CH_2)$ (Brücke)
1208	st	1204	m	$\gamma_1\tau(CH_2)$
997	st			$\nu(CC)(B_{3u})$
		972	m-st, br	$\nu(CC)(A_g)$
969	m			$\nu(CC)(B_{1u})$
925	m			$\nu(BeC)(B_{1u})$
		915	s	$\nu(CC)(A_g)$
		875	m	$\nu(BeC)(A_g)$
836	s			
724	sst	720	ss	$\rho(CH_3)$
670	st			$\rho(CH_2)$
630	s			
		615	ss	
538	m			Ring- $\nu(B_{1u}, B_{3u})$
508	s			
		499	m-st	Ring- $\nu(A_g)$
		470	m	$\delta, \gamma(CC)(B_{1g})$
		234	s-m	$\delta(BeCC)(B_{3g})$

III. DARSTELLUNG UND EIGENSCHAFTEN VON  $NMe_4[(Et_2Be)_2SCN]$ 

Beim Aufkondensieren von überschüssigem Diäthylberyllium auf feinverteiltes  $NMe_4SCN$  bilden sich nach dem Erwärmen zwei farblose flüssige Phasen, von denen die spezifisch schwerere praktisch die gesamte Menge des nach Gl. (1) gebildeten Komplexes enthält:



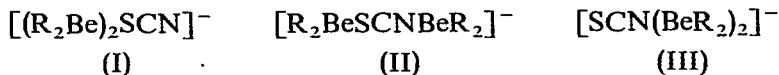
Diese Phase enthält noch geringe Mengen unumgesetztes Diäthylberyllium, das im Hochvakuum bei  $85^\circ$  abdestilliert werden kann. Der Komplex stellt bei Raumtemperatur eine viskose, farblose, sehr feuchtigkeits- und sauerstoffempfindliche Substanz dar, die jedoch im Gegensatz zu Diäthylberyllium nicht selbstentzündlich ist. Beim Versuch, eines der beiden addierten Diäthylberyllium-Moleküle durch thermischen Abbau abzuspalten, zersetzt sich der Komplex in langsamer Reaktion bei  $90^\circ$  nach Gl. (2):



Dieses Verhalten steht in auffälligem Gegensatz zu den Eigenschaften des analogen Trimethylaluminium-Komplexes NMe<sub>4</sub>[(Me<sub>3</sub>Al)<sub>2</sub>SCN], dessen thermischer Abbau in glatter Reaktion zu NMe<sub>4</sub>[Me<sub>3</sub>AlSCN] führt<sup>3</sup>.

#### IV. SCHWINGUNGSSPEKTRUM VON NMe<sub>4</sub>[(Et<sub>2</sub>Be)<sub>2</sub>SCN]

Für die Struktur des komplexen Anions bestehen wegen der spezifischen Koordinationsfähigkeiten<sup>12</sup> des SCN<sup>-</sup>-Ions die folgenden Möglichkeiten:



Zwischen den Strukturen (I) und (III) lässt sich schwingungsspektroskopisch eindeutig unterscheiden, da eine Koordination am S-Atom die  $[\overline{\text{S}}-\text{C}\equiv\text{N}]^-$ -Resonanzform, eine solche am N-Atom die  $\langle \text{S}=\text{C}=\overline{\text{N}} \rangle^-$ -Resonanzform und damit deutliche verschiedene Valenzschwingungen der SCN-Gruppe erfordert<sup>13</sup>. Struktur (II) kann mit Hilfe des Protonenresonanzspektrums prinzipiell von (I) und (III) unterschieden werden, da hier mit jeweils zwei verschiedenen Protonenmultipletts zu rechnen wäre. Es sei vorweggenommen (s. Abschnitt V), dass wir nur ein CH<sub>3</sub>- und ein CH<sub>2</sub>-Multiplett beobachten, so dass Strukturmöglichkeit (II) ausser Betracht bleiben kann.

In Fig. 2 ist das Schwingungsspektrum von NMe<sub>4</sub>[(Et<sub>2</sub>Be)<sub>2</sub>SCN] wiedergegeben, Tabelle 3 enthält die genauen Frequenzmaxima mit den Zuordnungsvorschlägen. Neben dem Schwingungsspektrum des NMe<sub>4</sub><sup>+</sup>-Kations<sup>14</sup> fand das des Diäthylberylliums (s. o.) Berücksichtigung. Eindeutig zuordnen lassen sich die CN-

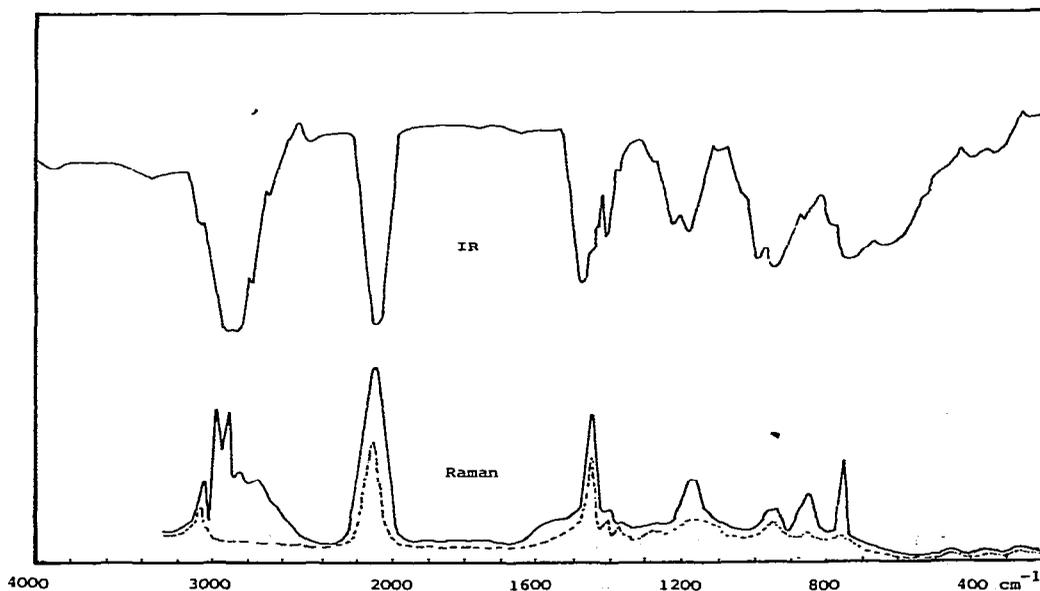


Fig. 2. Schwingungsspektrum von NMe<sub>4</sub>[(Et<sub>2</sub>Be)<sub>2</sub>SCN]. - - - - -: Polarisationsmessung.

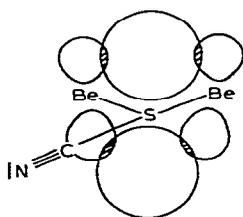
TABELLE 3

SCHWINGUNGSSPEKTRUM DES  $\text{NMe}_3[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$ 

IR		Raman		Zuordnung <sup>a</sup>
( $\text{cm}^{-1}$ )	Int.	( $\text{cm}^{-1}$ )	Int.	(Klasse)
3020	s	3029	m	$\nu(\text{CH}_3)$ (K)
		2980	m	} $\nu(\text{CH}_2, \text{CH}_3)$
2930	Sch	2924	m	
2890	st			
2840	st	2828	s	
		2790	m	
2775	ss	2780	m	
2705	ss			
2620	ss			
2580	ss			
2500	ss			
2480	ss			
2420	ss			
2310	ss			
2100	sst	2113	st	$\nu(\text{CN})$
1520	(Sch)			
1500	(Sch)			
1493	(Sch)			
1485	st			
1475	(Sch)			} $\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3)$
1460	(Sch)	1453	st	
1410	m	1420	m	$\delta(\text{CH}_2)$
1390	(Sch)			
1370	s	1370	s	$\delta_s(\text{CH}_3)$
1285	s	1288	s	$\gamma, \tau(\text{CH}_2)$
1230	s			
1200	(Sch)			
1185	m	1180	m	
1105	ss			
1055	(Sch)			
990	m	977	m	$\nu(\text{CC})$
945	m	950	m	$\nu_{\text{as}}(\text{NC}_4)$ (K)
920	(Sch)			
865	m	870	m	$\nu_s, \nu_{\text{as}}(\text{Be}_2\text{S})$
760	st	752	st	$\nu_s(\text{NC}_4)$ (K), $\rho(\text{CH}_3)$
740	st	740	ss	$\nu(\text{CS})$
665	m			$\rho(\text{CH}_2)$
575	(Sch)			
530	(Sch)			
495	(Sch)	497	ss	
450	(Sch)	460	ss	$\delta(\text{NC}_4)$ (K), $\delta(\text{BeCC})$
415	s, br.			$\gamma(\text{SCN})$
355	s, br.	370	ss	$\delta(\text{SCN})$
228	ss	236	ss	$\delta(\text{BeCC}), \delta(\text{Be}_2\text{S})$
		169	m	

<sup>a</sup> K = Banden des  $\text{NMe}_3^+$ -Kations. Bezüglich der Polarisationsverhältnisse im Raman-Spektrum s. Fig. 2.

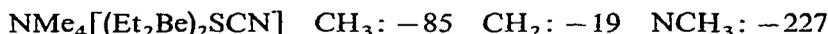
Valenzschwingung der SCN-Gruppe bei 2106 cm<sup>-1</sup> (Mittelwert aus IR- und Raman-Spektrum) und die CS-Valenzschwingung bei 740 cm<sup>-1</sup>, Frequenzlagen, die sich somit nur mit Strukturvorschlag (I) decken. Zwar lässt sich die Bande bei 740 cm<sup>-1</sup> nicht eindeutig getrennt von der δ(CH<sub>2</sub>)-Schwingung beobachten, doch lässt sie sich mit Hilfe des Raman-Spektrums sicher lokalisieren, wo sie deutlich neben der total-symmetrischen NC<sub>4</sub>-Valenzschwingung des NMe<sub>4</sub><sup>+</sup>-Kations (752 cm<sup>-1</sup>), die wiederum im IR-Spektrum inaktiv ist, auftritt. Im Deformationsschwingungsbereich der SCN-Gruppe beobachten wir Banden bei 362 und 415 cm<sup>-1</sup>, die als ebene und nicht-ebene Deformationsschwingung zu erklären sind, was ebenfalls gegen (II) spricht, da man hier wegen der relativ hohen Symmetrie mit Schwingungsentartung zu rechnen hat. Unter Berücksichtigung der spektroskopischen Befunde sowie der erstaunlichen thermischen Beständigkeit des Komplexes lassen sich die Bindungsverhältnisse am besten in folgender Weise verstehen. Durch die Koordination der R<sub>2</sub>Be-Moleküle am S-Atom des Thiocyanat-Ions werden zunächst zwei Be-S-σ-Bindungen ausgebildet, was zur sp<sup>2</sup>-Hybridisierung am Beryllium führt. Die beiden unbesetzten, senkrecht auf der sp<sup>2</sup>-Ebene stehenden p<sub>z</sub>-Orbitale der Be-Atome vermögen nunmehr mit dem noch freien Elektronenpaar am S-Atom zu überlappen, was zu einer Bindungsverstärkung der Be-S-Bindung und zur sp<sup>2</sup>-Hybridisierung auch am S-atom führt:



Da, wie unter Abschnitt V näher ausgeführt, die Abschirmung der CH-Protonen des Et<sub>2</sub>Be nach der Adduktbildung deutlich abgeschwächt wird, müssen zusätzliche Rückbindungseffekte wirksam werden, bei denen in gewissem Umfang die d-Orbitale des S-Atoms populiert werden. Für die Festlegung der Be-S-Be-Valenzschwingungen, von denen für diese Baugruppe je eine Schwingung mit symmetrischen und asymmetrischen Charakter zu erwarten ist, kommt nur die im IR-Spektrum nach der Adduktbildung neu auftretende Bande bei 868 cm<sup>-1</sup> in Betracht, die somit als zufällig entartet gelten muss, was einen Hinweis auf einen wahrscheinlich kleineren Bindungswinkel als 120° für die Be-S-Be-Brücke ist, die aber im Hinblick auf die oben diskutierten p<sub>π</sub>-d<sub>π</sub>-Wechselwirkungen als Folge der 90°-Orbitalwinkel der d-Zustände plausibel erscheint. Während für Be-S-Valenzschwingungen keine nennenswerten spektroskopischen Vergleichsdaten zur Verfügung stehen, weisen die wenigen bis jetzt vermessenen B-S-Verbindungen, bei denen man vergleichbare Bindungsverhältnisse erwarten sollte, eine unerwartete Streuung auf. So wird ν<sub>as</sub>(BS<sub>3</sub>) von B(SMe)<sub>3</sub><sup>15</sup> (E') bei 905 cm<sup>-1</sup>, ν<sub>as</sub>(BS<sub>2</sub>) von MeB(SMe)<sub>2</sub><sup>15</sup> (B<sub>1</sub>) bei 1026 cm<sup>-1</sup>, ν(BS) von Ph<sub>2</sub>BSCN<sup>16</sup> bei 826 cm<sup>-1</sup> und die beiden Valenzschwingungen der B-S-B-Brücke von Me<sub>2</sub>BSBMe<sub>2</sub><sup>15</sup> bei 545 (A<sub>1</sub>) bzw. 594 cm<sup>-1</sup> (B<sub>1</sub>) angegeben, wobei allerdings die von Ref. 15 berechneten B-S-Valenzkraftkonstanten im Sinne des Ausbleibens von BS-Mehrfachbindungsanteilen interpretiert werden.

V.  $^1\text{H}$ -KERNRESONANZSPEKTREN VON  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  UND  $\text{NMe}_4[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$ 

Da in den bei Zimmertemperatur mit Hilfe eines 60 MHz-Gerätes (Varian T 60) vermessenen Protonenresonanzspektren des  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  nur ein Triplett der  $\text{CH}_3$ - und ein Quartett der  $\text{CH}_2$ -Protonen der Aethylgruppen auftreten, muss auf raschen Austausch von brücken- und terminalgebundenen Aethylgruppen geschlossen werden, analog den Verhältnissen bei Aluminiumalkylen<sup>17</sup>. Auffällig ist die nach der Adduktbildung mit dem  $\text{SCN}^-$ -Ion erfolgende Verschiebung der Signale nach kleinerem Feld, entsprechend einer Verringerung der Abschirmung. Die gegen TMS als internem Standard gemessenen chemischen Verschiebungen  $\delta$  (in Hz) betragen:



Dieses Verhalten steht im Gegensatz zu Erfahrungen, die wir bei der Addition von Pseudohalogenidionen an Alkyle von Aluminium, Gallium und Cadmium gemacht haben<sup>1</sup>, bei denen die CH-Signale nach höherem Feld verschoben werden, was als einfache Folge der Ladungsübertragung vom Elektronendonator Pseudohalogenid zum Acceptor Metallalkyl zu verstehen ist. Der bei Diäthylberyllium nach der Addition zu beobachtende umgekehrte Effekt einer Verschiebung der CH-Signale nach kleinerem Feld lässt sich somit nur mit Rückbindungsanteilen erklären, bei denen das unbesetzte  $p_z$ -Orbital des Be mit dem besetzten  $p_z$ -Orbital des Donatoratoms überlappt (s. o.). Damit wird auch verständlich, dass solche Rückbindungen, mit denen eine Bindungsverstärkung einhergeht, nicht bei den nur über besetzte  $p_z$ -Zustände verfügenden Metallalkylen der 2. Nebengruppe und der 3. Hauptgruppe möglich sind. Die dem  $^1\text{H}$ -Kernresonanzspektrum zu entnehmenden Kopplungskonstanten  $J(\text{CH}_2-\text{CH}_3)$  ändern sich beim Uebergang  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  ( $J$  45.2 Hz) zum komplexen Anion  $[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]^-$  ( $J$  66 Hz) in erster Linie als Folge der Auflösung der dimeren Struktur des Diäthylberylliums und der damit verbundenen Aufhebung der Dreizentrenbindungen.

## VI. EXPERIMENTELLES

Alle Experimente wurden unter extrem trockenem und sauerstofffreiem Stickstoff in geschlossenen Glasapparaturen ausgeführt; sämtliche Schiffe wurden mit Teflonmanschetten bzw. Teflonfett gedichtet. Diäthylberyllium erhielten wir durch Grignardierung von  $\text{BeCl}_2$  in Aether, das mehrfach destillierte Präparat enthielt 2% Aether, wie  $^1\text{H}$ -kernresonanzspektroskopisch festgestellt wurde.

Zur Darstellung von  $\text{NMe}_4[(\text{Et}_2\text{Be})_2\text{SCN}]$  destilliert man  $(\text{Et}_2\text{Be})_2$  im Ueberschuss (etwa 4 molar) auf feingepulvertes, im Hochvakuum getrocknetes  $\text{NMe}_4\text{SCN}$  auf, wobei der im Diäthylberyllium enthaltene Aether wegen der exotherm verlaufenden Adduktbildung entweicht. Anschliessend erwärmt man im Hochvakuum im Oelbad zwei Stunden auf maximal  $85^\circ$ , wobei sowohl Vollständigkeit der Reaktion als auch das Abdestillieren des überschüssigen Diäthylberylliums erreicht wird. (Gef.: C, 58.4; H, 12.0; Be, 6.6; S, 12.1.  $\text{C}_{12}\text{H}_{32}\text{Be}_2\text{N}_2\text{S}$  ber.: C, 58.64; H, 12.00; Be, 6.76; S, 12.00%)

Die IR-Spektren wurden unter Verwendung der beschriebenen Apparatur<sup>17</sup> in kapillarer Schicht zwischen CsJ-Scheiben mit Hilfe des Perkin-Elmer-Gerätes 225 registriert. Für die Raman-Spektren stand das Coderg-Gerät PH1 zur Verfügung, als Erregerlinie diente die 6328 Å-Linie des He/Ne-Gaslasers von Spectra Physics.

DANK

Herrn Dr. R. Schmitt sind wir für die Aufnahme der Raman-Spektren dankbar. Der Stiftung Volkswagenwerk danken wir für die Ueberlassung des Raman-Gerätes, der Fonds der Deutschen Chemischen Industrie unterstützte diese Arbeit ebenfalls in dankenswerter Weise.

#### LITERATUR

- 1 N. RÖDER UND K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 33 (1971) 281.
  - 2 I. L. WILSON, F. WELLER UND K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 30 (1971) C1.
  - 3 F. WELLER UND K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 35 (1972) 237; 36 (1972) 23.
  - 4 W. STROHMEIER, K. H. HÜMPFNER, K. H. MILTENBERGER UND F. SEIFERT, *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.*, 63 (1959) 537.
  - 5 F. M. PETERS, *J. Organometal. Chem.*, 3 (1965) 334.
  - 6 W. STROHMEIER UND F. GERNERT, *Chem. Ber.*, 95 (1961) 1420.
  - 7 J. GOUBEAU UND B. RODEWALD, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 258 (1949) 163.
  - 8 D. SEYBOLD UND K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 11 (1968) 1.
  - 9 K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 9 (1967) 11.
  - 10 R. A. KOVAR UND G. L. MORGAN, *Inorg. Chem.*, 8 (1969) 1099.
  - 11 E. G. HOFFMANN, *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.*, 64 (1960) 616.
  - 12 A. H. NORBURY UND A. I. P. SINHA, *Quart. Rev., Chem. Soc.*, 24 (1970) 69.
  - 13 H. SIEBERT, *Anwendungen der Schwingungsspektroskopie in der anorganischen Chemie*, Springer, Berlin-Heidelberg-New York, 1966, S. 155.
  - 14 G. L. BOTTGER UND A. L. GEDDES, *Spectrochim. Acta*, 21 (1965) 1701.
  - 15 H. VAHRENKAMP, *J. Organometal. Chem.*, 28 (1971) 181.
  - 16 T. WIZEMANN, H. MÜLLER, D. SEYBOLD UND K. DEHNICKE, *J. Organometal. Chem.*, 20 (1969) 211.
  - 17 V. KRIEG UND J. WEIDLEIN, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 368 (1969) 44.
- J. Organometal. Chem.*, 37 (1972)