NOTIZEN

**Zur Kenntnis der
Metall-Schwefelstickstoff-Verbindungen VI
Die Struktur des *mono*-Methylderivates von
[Ni(HN₂S₂)₂]**

JOHANNES WEISS und MANFRED ZIEGLER

Anorg. Chem. Institut der Universität Heidelberg

(Z. Naturforsch. **21 b**, 891 [1966]; eingegangen am 14. Juni 1966)

Eine frühere Strukturuntersuchung des di-Methylderivates von [Ni(HN₂S₂)₂] hatte für diese Verbindung Struktur I ergeben¹, also *trans*-Anordnung der Chelatgruppen, während die unsubstituierten Komplexe [Me(HN₂S₂)₂] (Me = Ni, Co, Pd, Pt)² *cis*-Konfiguration (II) haben³.

Es interessierte uns deshalb die Struktur der *mono*-Methylverbindung, [Ni(CH₃N₂S₂)(HN₂S₂)]¹.

Die Verbindung kristallisiert monoklin, in der Raumgruppe C_{2h} – P2₁/c, mit $a = 11,19 \text{ \AA}$, $b = 14,14 \text{ \AA}$, $c = 11,20 \text{ \AA}$, $\beta = 104,7^\circ$ und 8 Moll. in der Elementarzelle. Die aus Weissenberg-Aufnahmen

($k = 0-7$) erhaltenen 347 unabhängigen Reflexe wurden visuell geschätzt und in der üblichen Weise korrigiert.

Eine zunächst berechnete 3d-Patterson-Synthese ließ sich nur deuten unter der Annahme, daß von den beiden unabhängigen Moll. eines 2 verschiedene Positionen – statistisch verteilt – einnimmt, was die folgenden Fourier-Synthesen und *R*-Wert-Berechnungen auch bestätigten. Da sich diese beiden Moll. in der Fourier-Synthese z. T. überlagern, war eine genaue Bestimmung mancher Atomlagen nicht möglich. Auf eine weitere Verfeinerung wurde deshalb verzichtet – der letzte *R*-Wert betrug 0,20 ($B = 3,8$) – zumal auch das zur Verfügung stehende Intensitätsmaterial, wohl bedingt durch Gitterstörungen durch die Statistik, nicht sehr gut war. Die Verbindung hat *cis*-Konfiguration. Das Mol. (III) ist eben.

Die Rechnungen wurden mit dem Siemens-Digitalrechner 2002 im astronomischen Recheninstitut der Universität Heidelberg mit eigenen Programmen ausgeführt.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für eine Sachbeihilfe.

¹ J. WEISS u. M. ZIEGLER, Z. anorg. allg. Chem. **322**, 184 [1963].

² M. GOEHRING, Ergebnisse und Probleme der Schwefelstickstoffverbindungen, Scientia Chimica Band 9, Akademie-Verlag, Berlin 1957; T. S. PIPER, Chem. and Ind. **32**,

1101 [1957]; J. WEISS u. M. BECKE-GOEHRING, Z. Naturforsch. **13 b**, 198 [1958].

³ I. LINDQVIST u. J. WEISS, J. inorg. nuclear Chem. **6**, 184 [1958], J. WEISS u. U. THEWALT, unveröffentlicht.

Die Struktur von 2.4-Dithio-2.4-dichloro-1.3-dimethyl-cyclodiphosphazan, P₂Cl₂S₂N₂(CH₃)₂

JOHANNES WEISS und GÜNTHER HARTMANN

Anorg. Chem. Institut der Universität Heidelberg

(Z. Naturforsch. **21 b**, 891–892 [1966]; eingegangen am 15. Juni 1966)

Die Struktur des kürzlich von BECKE-GOEHRING, LEICHNER und SCHARF¹ beschriebenen 2.4-Dithio-2.4-dichloro-1.3-dimethyl-cyclodiphosphazan, P₂Cl₂S₂N₂(CH₃)₂ haben wir röntgenographisch bestimmt.

¹ M. BECKE-GOEHRING, L. LEICHNER u. B. SCHARF, Z. anorg. allg. Chem. **343**, 154 [1966].

Die Verbindung kristallisiert tetragonal, mit $a = 6,26 \text{ \AA}$ und $c = 13,30 \text{ \AA}$ und 2 Formeleinheiten in der Elementarzelle. Auf Grund der systematischen Auslöschungen, okl für $k+l=2n+1$ kamen die 3 Raumgruppen C_{4v}, D_{2d} und D_{4h} in Frage. Die Intensitäten der aus den Equinclination-Weissenberg-Aufnahmen um die *a*-Achse erhaltenen 183 unabhängigen Reflexe wurden visuell geschätzt und in der üblichen Weise korrigiert. Für Absorption wurde keine Korrektur durchgeführt. Wegen der starken Hydrolyse-Empfindlichkeit der Substanz mußte ein relativ großer und schlecht ausgebildeter Kristall für die Aufnahmen verwendet werden, so daß die gemessenen Intensitäten nicht sehr genau sind.