Zur Kenntnis der Metall-Schwefelstickstoff-Verbindungen

Die Struktur von $[\text{Ni}(\text{C}_2\text{H}_4\text{ON}_4\text{S}_4)]$

ULF THEWALT und JOHANNES WEISS

Anorg. Chem. Institut der Universität Heidelberg

(Z. Naturforsch. 23 b, 1265 [1968]; eingegangen am 30. April 1968)

Aus der Umsetzung von $[\text{Ni}(\text{HN}_2\text{S}_2)_2]$ mit Glyoxal und Alkoholen konnten wir die Verbindungen **1** isolieren, die beim Chromatographieren an Al_2O_3 in die Verbindungen **2** übergehen¹. Die zunächst nur angenommene Struktur von **2** — mit $\text{R} = \text{CH}_3$ — konnten wir röntgenographisch bestätigen.

$[\text{Ni}(\text{C}_3\text{H}_4\text{ON}_4\text{S}_4)]$ kristallisiert monoklin, in der Raumgruppe $\text{C}_{2h}^2\text{-P2}_1/\text{c}$ mit 4 Formeleinheiten in der Elementarzelle und den Gitterkonstanten $a = 7,48 \text{ \AA}$, $b = 16,84 \text{ \AA}$, $c = 7,60 \text{ \AA}$, $\beta = 91,2^\circ$. Die Intensitäten der aus Weissenberg-Aufnahmen mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung um die c -Achse ($l = 0-4$) erhaltenen 660 unabhängigen $F(hkl)$ wurden visuell geschätzt und in der üblichen Weise korrigiert. Für Absorption wurde keine Korrektur durchgeführt.

Die Struktur wurde mittels 3d-Patterson- und Fourier-Synthesen bestimmt, und nach der Methode der kleinsten Quadrate verfeinert².

Der R -Wert betrug nach 2 Cyclen mit isotropen Temperaturfaktoren 0,136. Tab. 1 enthält die Atomparameter, Tab. 2 die Bindungswinkel und Bindungsabstände.

¹ U. THEWALT u. J. WEISS, Z. anorg. allg. Chem. **352**, 225 [1967].

² W. R. BUSING, K. O. MARTIN u. H. A. LEVY, ORFLS, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tenn. 1962.

	x	$\delta(x)$	y	$\delta(y)$	z	$\delta(z)$	B	$\delta(B)$
Ni	0,0626	(6)	0,1620	(3)	0,2483	(8)	4,91	(14)
S ₁	0,1036	(13)	0,0373	(6)	0,2836	(17)	5,22	(26)
S ₂	0,4187	(13)	0,1043	(6)	0,4115	(17)	5,20	(24)
S ₃	0,8811	(12)	0,3192	(5)	0,1544	(16)	4,44	(22)
S ₄	0,8041	(13)	0,1553	(6)	0,1307	(16)	5,11	(24)
N ₁	0,2971	(45)	0,0347	(19)	0,3613	(53)	6,81	(89)
N ₂	0,2901	(36)	0,1817	(16)	0,3359	(46)	5,38	(71)
N ₃	0,0564	(33)	0,2763	(14)	0,2302	(41)	3,70	(56)
N ₄	0,7398	(39)	0,2544	(17)	0,1032	(46)	5,64	(77)
O	0,2161	(31)	0,3875	(14)	0,2949	(39)	5,62	(61)
C ₁	0,3446	(40)	0,2585	(18)	0,3649	(49)	3,40	(70)
C ₂	0,2143	(44)	0,3064	(19)	0,2982	(55)	4,20	(77)
C ₃	0,3896	(44)	0,4233	(20)	0,3789	(57)	5,11	(85)

Tab. 1. Atomparameter.

Abstände [$\text{\AA}$]	Winkel [$^\circ$]
Ni-S ₁ 2,141	S ₁ -Ni-N ₂ 89,7
Ni-S ₄ 2,116	S ₄ -Ni-N ₃ 90,1
Ni-N ₂ 1,844	Ni-S ₁ -N ₁ 102,4
Ni-N ₃ 1,930	Ni-S ₄ -N ₄ 104,3
S ₁ -N ₁ 1,534	S ₁ -N ₁ -S ₂ 128,2
S ₄ -N ₄ 1,748	S ₄ -N ₄ -S ₃ 117,0
N ₁ -S ₂ 1,527	N ₁ -S ₂ -N ₂ 100,0
N ₄ -S ₃ 1,563	N ₄ -S ₃ -N ₃ 108,7
S ₂ -N ₂ 1,712	S ₂ -N ₂ -Ni 119,5
S ₃ -N ₃ 1,594	S ₃ -N ₃ -Ni 119,7
N ₂ -C ₁ 1,372	S ₂ -N ₂ -C ₁ 121,5
N ₃ -C ₂ 1,376	S ₃ -N ₃ -C ₂ 131,4
C ₁ -C ₂ 1,355	Ni-N ₂ -C ₁ 118,7
C ₂ -O 1,366	N ₂ -C ₁ -C ₂ 109,0
O-C ₂ 1,556	N ₃ -C ₂ -C ₁ 121,0
	N ₃ -C ₂ -O 111,7
	C ₁ -C ₂ -O 126,5
	C ₂ -O-C ₃ 112,9

Tab. 2. Bindungswinkel und Bindungsabstände.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für eine Sachbeihilfe.