Darstellung und Kristallstruktur von Germylalkaliverbindungen, GeH_3M

Preparation and Crystal Structure of Germyl Alkali Compounds, GeH_3M

GEORG THIRASE und ERWIN WEISS

Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg

(Z. Naturforsch. **29b**, 800 [1974]; eingegangen am 10. September 1974)

Germyl alkali compounds, Synthesis, Crystal structure

Germyl alkali compounds GeH_3M ($\text{M}=\text{Li}$, Rb , Cs) have been prepared. From an X-ray investigation it has been shown that GeH_3K and GeH_3Rb display the NaCl-type structure ($a_0 = 7.245$ and $7.518 \text{ \AA}$ resp.), whereas GeH_3Cs has a TII-type structure with the unusual coordination number 7.

Von den Alkylgermylen sind bisher nur die Kalium- und Natriumverbindungen beschrieben worden¹⁻³.

Durch Umsetzung von German, GeH_4 , mit feinverteiltem Lithium bzw. Rubidium- oder Caesiumstücken in Dimethoxyäthan („Monoglyme“) konnten die noch unbekannten Germylvverbindungen nach folgender Reaktionsgleichung dargestellt werden:

Alle Verbindungen sind licht-, wärme- und feuchtigkeitsempfindlich, ließen sich jedoch mit Ausnahme der Lithiumverbindung lösungsmittelfrei isolieren.

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. E. WEISS, Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg, D-2000 Hamburg 13, Papendamm 6.

^{1a} CH. A. KRAUS u. E. S. CARNEY, J. Amer. Chem. Soc. **56**, 765 [1935];

^b G. K. TEAL u. CH. A. KRAUS, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 4706 [1950];

^c N. S. GLARUM u. CH. A. KRAUS, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 5398 [1950].

Von Germylkalium, -rubidium und -caesium konnten aus Dimethoxyäthan Einkristalle erhalten und röntgenographisch untersucht werden.

Germylkalium und -rubidium haben NaCl-Struktur (Raumgruppe $\text{Fm}3\text{m}$) mit den Gitterkonstanten $a = 7,245(5) \text{ \AA}$ (GeH_3K) bzw. $7,518(4) \text{ \AA}$ (GeH_3Rb).

Germylcaesium kristallisiert rhombisch im TIIJ-Typ (Raumgruppe Cmcm) mit den Zellparametern:

$$a = 5,1675(8), b = 14,435(16), c = 5,9664(12) \text{ \AA}, Z = 4.$$

Folgende 4-zählige Lagen werden besetzt:

$$0, y, \frac{1}{4}; 0, \bar{y}, \frac{3}{4}; \frac{1}{2}, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{4}; \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, \frac{3}{4}$$

mit $y_{\text{Cs}} = 0,62233(9)$ und $y_{\text{GeH}_3} = 0,90066(22)$.

Eine LSQ-Verfeinerungsrechnung mit 392 Daten und ohne Berücksichtigung der H-Atome führte zu einem R-Wert von 7,3% (anisotrop). Die Struktur ist in Fig. 1 dargestellt.

Fig. 1. Struktur von Germylcaesium.

Bemerkenswert an dieser Verbindung ist die relativ seltene Koordinationszahl 7 sowohl für die Cs- als auch GeH_3 -Ionen. Über diese Ergebnisse sowie ^1H -NMR-Breitlinienresonanz-Untersuchungen wird noch ausführlicher berichtet.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Förderung dieser Arbeit.

² E. AMBERGER u. E. MÜHLHOFER, J. Organomet. Chem. **12**, 55 [1968].

³ T. BIRCHALL u. J. DRUMMOND, J. Chem. Soc., A. **1970**, 1859.