NOTIZEN

S₄N₄ und seine Derivate:**Die Struktur von TaCl₅ · S₄N₄**

S₄N₄ and its Derivatives:
Structure of TaCl₅ · S₄N₄

Ulf Thewalt* und Gertrud Albrecht

Sektion Röntgen- und Elektronenbeugung
der Universität Ulm, D-7900 Ulm

Z. Naturforsch. **37b**, 1098 (1982);
eingegangen am 22. Februar 1982

Tantalum(V) Complex, Molecular Structure

An X-ray structure determination of TaCl₅ · S₄N₄ shows that the S₄N₄ group is bonded *via* one of its nitrogen atoms to the Ta atom thus completing the coordination octahedron around the tantalum center.

Bei den Umsetzungen von S₄N₄ mit Metallhalogenverbindungen können in Abhängigkeit vom Metall und von den Reaktionsbedingungen recht unterschiedliche Reaktionen ablaufen. Der einfachste Reaktionstyp ist die Adduktbildung [1]. Eine aufgrund IR-spektroskopischer Beobachtungen als Addukt angesehene Verbindung ist das von Ashley und Torrible aus TaCl₅ und S₄N₄ erhaltene TaCl₅ · S₄N₄ [2]. Mittels einer Röntgenstrukturanalyse haben wir nun die Richtigkeit dieser Annahme bestätigt.

Rote, länglich-prismatisch entwickelte Kristalle von TaCl₅ · S₄N₄ mit unregelmäßig ausgebildeten Endflächen wachsen zwischen den Körnern der Ausgangsverbindungen, wenn man ein mit CCl₄ überschichtetes Gemisch von TaCl₅ und S₄N₄ einige Stunden ruhig stehen läßt [3].

Die beiden kristallographisch unabhängigen Komplexe in der Fundamenteinheit der Kristallstruktur [4] besitzen einen analogen Bau wie der SbCl₅ · S₄N₄- [5] und der AsF₅ · S₄N₄-Komplex [6]: Über N gebundene S₄N₄-Liganden vervollständigen die Koordinationsoktaeder der Zentralatome. Wie in den genannten Addukten und wie in den MX₃ · S₄N₄-Addukten BF₃ · S₄N₄ [7] und FeCl₃ · S₄N₄ [8, 9] ist auch in TaCl₅ · S₄N₄ die Konformation des S₄N₄-Ringes invers zu derjenigen des freien S₄N₄-Moleküls: Die S-Atome liegen annähernd in einer gemeinsamen Ebene und die N-Atome liegen alternierend unter und über dieser Ebene. Eine Projektion des einen TaCl₅ · S₄N₄-Moleküls ist in Abb. 1 dargestellt. Die eingetragenen Abstände und Winkel sind die Mittelwerte für beide Moleküle. Ähnliche Werte für den S₄N₄-Ligand wurden bei den anderen MX_n · S₄N₄-Addukten angetroffen [8].

Abb. 1. Projektion des einen der beiden unabhängigen TaCl₅ · S₄N₄-Komplexe. Abstände in Å, Winkel in Grad.

* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. U. Thewalt.
0340-5087/82/0800-1098/\$ 01.00/0

Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit.

- [1] Überblick über die entsprechenden Untersuchungen bis etwa 1977: G. G. Alange und A. J. Banister, J. Inorg. Nucl. Chem. **40**, 203 (1978).
- [2] P. J. Ashley und E. G. Torrible, Can. J. Chem. **47**, 2587 (1969).
- [3] Kristalldaten: monoklin, Raumgruppe P 2₁/c; Gitterkonstanten $a = 15,926(3)$, $b = 6,880(2)$, $c = 22,619(7)$ Å, $\beta = 92,33(2)^\circ$. $D(\text{berechnet}) = 2,91 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ für $Z = 8$. Messen ließ sich die Dichte nicht wegen der Empfindlichkeit der Kristalle. Röntgenmessungen mit Graphit-monochromatisierter MoK α -Strahlung auf einem Philips-PW 1100-Diffraktometer; Absorptionskorrektur angebracht. Die 1581 unabhängigen Reflexe mit $F_0 \geq 2,5 \sigma(F_0)$ für die weiteren Rechnungen be-

nutzt ($\theta_{\text{max}} = 22^\circ$). Die Verfeinerung wurde wegen der begrenzten Datenmenge nur mit isotropen Temperaturfaktoren durchgeführt; abschließender R -Index: 0,082.

- [4] Die Atomkoordinaten können bei den Autoren angefordert werden.
- [5] D. Neubauer und J. Weiss, Z. Anorg. Allg. Chem. **303**, 28 (1960).
- [6] R. J. Gillespie, J. P. Kent und J. F. Sawyer, Acta Crystallogr. **B 36**, 655 (1980).
- [7] M. G. B. Drew, D. H. Templeton und A. Zalkin, Inorg. Chem. **6**, 1906 (1967).
- [8] U. Thewalt, Z. Naturforsch. **35b**, 855 (1980).
- [9] U. Thewalt, Z. Anorg. Allg. Chem. **476**, 105 (1981).