

# TETRAMERE TRICHLOROANTIMON(V)ALKYLARSONATE

A. Rihm<sup>1</sup>, K.-W. Klinkhammer<sup>1</sup>, A. Schmidt\*<sup>1</sup>, and W. Bensch<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring 55, D-70569 Stuttgart, Germany

<sup>2</sup> Institut für Anorganische Chemie der Universität Frankfurt, Marie-Curie-Str. 11, D-60439 Frankfurt, Germany

---

## Abstract

RA<sub>3</sub>O(OH)<sub>2</sub> (R = CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) react with SbCl<sub>5</sub> to yield the trichloroantimony(V)alkylarsonates 1 (R = CH<sub>3</sub>) and 2 (R = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>). 1 and 2 are tetramer as characterized by single crystal X-ray diffraction studies.

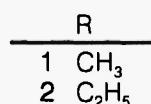
Keywords: Tetranuclear Antimony(V) Complexes; Structure; Spectra.

---

In zurückliegenden Arbeiten wurde über die Darstellung von tetrameren Trichloroantimon(V)-alkoxophosphaten [1] bzw. Trichloroantimon(V)-alkylphosphonaten [2] berichtet. Die ersteren lassen sich durch thermische Zersetzung von 1:1-Addukten aus Antimon(V)-chlorid und Phosphorsäuretrialkylestern (Gl.(1)) oder aus dimeren Tetrachloroantimon(V)-alkoxophosphaten [3] (Gl.(2)) darstellen. Beide Umsetzungen entsprechen formal der Michaelis-Arbusov-Reaktion [4].



Trichloroantimon(V)-alkylphosphonate waren auf vergleichbarem Wege nicht erhältlich, konnten aber Gl.(3) entsprechend synthetisiert werden. Nach diesem Verfahren können auch die bisher unbekannten Trichloroantimon(V)-alkylarsonate 1 und 2 zugänglich gemacht werden.



Wie die bisherigen Untersuchungen ergaben, haben die Phosphorverbindungen kubanartige Strukturen in jeweils unterschiedlichen Konformationen. In Lösung sind sie dynamisch, was <sup>31</sup>P-NMR-spektroskopisch eindeutig gezeigt werden kann, während die <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektren, sicher wegen der peripheren Position der Alkylreste, keine Hinweise auf eine Dynamik erkennen lassen [2].

Die Strukturuntersuchungen durch Röntgenbeugung zeigen, daß 1 und 2 ebenfalls tetramer sind. Nach chemischer Ionisierung mit NH<sub>3</sub> bzw. CH<sub>4</sub> als Reaktandgas lassen sich von 2 auch in den Cl-Massenspektren die Ionen [M\*NH]<sup>+</sup> (m/e=1529) bzw. [M-Cl+H]<sup>+</sup> (m/e=1477) mit M=[C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>AsO<sub>3</sub>SbCl<sub>3</sub>]<sub>4</sub> über die Isotopenmuster eindeutig identifizieren. Für 1 konnte dagegen kein auswertbares Massenspektrum erhalten werden.

## Kristall- und Molekülstrukturen von 1 und 2

Die röntgenographischen Messungen erfolgten, unter Kühlung der Kristalle auf 170 K, mit einem Vierkreisdiffraktometer Syntex P2<sub>1</sub> (für 1) bzw. einem STOE AED-II (für 2) mit MoK<sub>α</sub>-Strahlung (Graphitmo-

---

\* Korrespondenzautor: Prof. Dr. A. Schmidt.

nochromator).

Die Gitterkonstanten wurden durch Optimierung und Verfeinerung der Winkelwerte von 30 Reflexen ( $18^\circ < 2\theta < 27^\circ$ ; 1) und 84 Reflexen ( $40^\circ < 2\theta < 52^\circ$ ; 2) ermittelt. Kristallographische Daten und weitere Einzelheiten zu den Messungen sind in Tabelle I aufgeführt.

Die Strukturen wurden mit den Programmsystemen SHELXTL-PC und SHELX-93 [5] unter Anwendung von Direkten Methoden gelöst und die Ortsparameter nach der 'least squares Methode' mit voller Matrix gegen  $F^2$  verfeinert. Die Positionen der Wasserstoffatome wurden unter Vorgabe idealer Geometrie angeordnet und mit individuellen isotropen Auslenkungsparametern nach dem Reitermodell verfeinert. Dazu wurden die Auslenkungsparameter für die Methylenwasserstoffatome auf den 1,2-fachen, für die Methylwasserstoffatome auf den 1,5-fachen  $U_{eq}$ -Wert der entsprechend gebundenen C-Atome gesetzt. Für 2 wurde eine Absorptionskorrektur empirisch mit Psi-Scan-Reflexen durchgeführt (11 Reflexe;  $\Delta\Phi = 10^\circ$ ; Maximum Transmission: 0,371; Minimum Transmission: 0,131;  $\mu = 2,50 \text{ mm}^{-1}$ ).

Zusätzliche Informationen zur Strukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 404578 (1) bzw. 404577 (2) angefordert werden.

Die Ortsparameter und ausgewählte Moleküldaten stehen in den Tabellen II bis V.

Tabelle I Kristallographische Daten und Angaben zur Messung der tetrameren Trichloroantimon(V)alkylarsonate (1) und (2)

	1	2
Summenformel	$[\text{CH}_3\text{AsO}_3\text{SbCl}_3]_4$	$[\text{C}_2\text{H}_5\text{AsO}_3\text{SbCl}_3]_4$
Formelgewicht	1464,3	1520,4
Kristallsystem	monoklin	tetragon. innenzentriert
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr.14)	$I4_1/a$ (Nr.88 [6])
$a$ [pm]	1653,2(4)	1871,9(1) <sup>a)</sup>
$b$ [pm]	1245,6(3)	---
$c$ [pm]	1716,3(5)	1061,2(1)
$\beta$ [°]	108,57	---
$V$ [ $\text{pm}^3$ ]	$3350,1 \cdot 10^6$	$3718,6 \cdot 10^6$
Zahl der Formeleinheiten	4	4
$\rho$ röntgenographisch [ $\text{g/cm}^3$ ]	2,903	2,716
Kristalldimensionen [mm]	0,2*0,2*0,3	0,6*0,3*0,2
Meßtemperatur [K]	173	170
Meßbereich [ $2\Theta$ ]	$4 \leq 2\Theta \leq 56^\circ$	$3 \leq 2\Theta \leq 62^\circ$
Datenbereich	$0 < h < 21$ $0 \leq k \leq 16$ $-22 \leq l \leq 21$	$-27 \leq h \leq 10$ $0 < k \leq 27$ $0 \leq l \leq 15$
Zahl der gemess. Reflexe	8348	4771
Zahl der symm.-unabh. Reflexe	8088	2947
Zahl der beob. Reflexe $ > 2\sigma(I)$	7044	2709
Zahl der verfein. Parameter	326	92
$F(000)$	2688	2816
$\mu(\text{MoK}_\alpha)$ [ $\text{mm}^{-1}$ ]	8,112	2,50
Extinktionskoeffizient	0,00137(9)	0,00113(7)
R1 für Reflexe $ > 2\sigma(I)$	0,0442	0,0290
$R1 = \sum   F_o  -  F_c   / \sum  F_o $		
R1 für alle Daten	0,0533	0,0333
wR2 für Reflexe $ > 2\sigma(I)$	0,1122	0,0699
wR2 = $[\sum [w(F_o^2 - F_c^2)^2] / \sum [w(F_o^2)^2]$		
Gewichtsfaktor $w = 1 / [\sigma^2(F_o^2) + (0,0672 \cdot P)^2 + 13,65 \cdot P]$ für 1		
Gewichtsfaktor $w = 1 / [\sigma^2(F_o^2) + (0,0250 \cdot P)^2 + 18,38 \cdot P]$ für 2		
mit $P = (F_o^2 + 2 \cdot F_c^2) / 3$		
wR2 für alle Daten	0,1196	0,0713
$GooF = \sum w[F_o^2 - F_c^2] / (n-p)]^{1/2}$	1,139	1,190

<sup>a)</sup> Die Zahlen in Klammern in dieser und den folgenden Tabellen geben die Standardabweichung bezogen auf die letzte Dezimale an.

Tabelle II Ortsparameter ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren  $U_{eq}$  ( $\times 10^{-1}$ ) [pm $^2$ ] von 1.

Atom	x	y	z	$U_{eq}$
Sb(1)	-360(1)	2219(1)	4159(1)	16(1)
Sb(2)	-711(1)	4554(1)	1419(1)	15(1)
Sb(3)	1567(1)	1630(1)	2235(1)	17(1)
Sb(4)	-1635(1)	653(1)	1122(1)	16(1)
As(1)	-208(1)	2228(1)	587(1)	16(1)
As(2)	-1749(1)	2899(1)	2260(1)	15(1)
As(3)	-13(1)	355(1)	2825(1)	15(1)
As(4)	824(1)	3555(1)	3139(1)	14(1)
Cl(11)	637(1)	1253(2)	5197(1)	28(1)
Cl(12)	-1545(1)	1581(2)	4465(1)	29(1)
Cl(13)	-221(1)	3731(2)	4980(1)	36(1)
Cl(21)	552(1)	5079(2)	1203(1)	27(1)
Cl(22)	-1613(1)	5469(2)	310(1)	28(1)
Cl(23)	-637(1)	6002(2)	2319(1)	29(1)
Cl(31)	2710(1)	2244(2)	1851(1)	34(1)
Cl(32)	1472(1)	-26(2)	1573(1)	31(1)
Cl(33)	2407(1)	903(2)	3480(1)	36(1)
Cl(41)	-1835(1)	-865(2)	306(1)	30(1)
Cl(42)	-2541(1)	1775(2)	137(1)	31(1)
Cl(43)	-2728(1)	163(2)	1639(1)	34(1)
O(10)	-791(3)	-176(4)	2011(3)	19(1)
O(4)	-75(3)	3600(4)	2323(3)	17(1)
O(5)	-1721(3)	4005(4)	1689(3)	16(1)
O(7)	1599(3)	3012(4)	2819(3)	20(1)
O(1)	631(3)	2712(4)	3828(3)	19(1)
O(2)	-1134(3)	3093(4)	3245(3)	19(1)
O(6)	-803(3)	3285(4)	695(3)	19(1)
O(8)	807(3)	2317(4)	1217(3)	21(1)
O(9)	502(3)	1329(4)	2496(3)	19(1)
O(11)	-1309(3)	1863(4)	1901(3)	16(1)
O(12)	-655(3)	1059(4)	743(3)	20(1)
O(3)	-500(3)	924(4)	3446(3)	18(1)
C(1)	-187(5)	2209(6)	-501(4)	25(2)
C(3)	680(5)	-805(6)	3359(5)	32(2)
C(4)	1220(5)	4908(6)	3593(5)	26(2)
C(2)	-2901(4)	2727(6)	2203(5)	27(2)

$U_{eq}$  ist definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors

Tabelle III Ortsparameter ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren  $U_{eq}$  ( $\times 10^{-1}$ ) [pm $^2$ ] von 2

Atom	x	y	z	$U_{eq}$
Sb(1)	3754(1)	3137(1)	5515(1)	13(1)
Cl(11)	2566(1)	2991(1)	6056(1)	23(1)
Cl(12)	4149(1)	2973(1)	7591(1)	26(1)
Cl(13)	3724(1)	4376(1)	5715(1)	27(1)
As(1)	4440(1)	1448(1)	5108(1)	13(1)
O(1)	3802(1)	2086(1)	5238(2)	17(1)
O(2)	4263(1)	969(1)	3785(2)	16(1)
O(3)	5250(1)	1826(1)	4892(2)	18(1)
C(11)	4373(2)	823(2)	6519(3)	24(1)
C(12)	3606(3)	689(3)	6940(5)	41(1)

$U_{eq}$  ist definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors

Die Bezeichnungen der Atome sowie den räumlichen Aufbau der Moleküle von **1** und **2** zeigen die Abbildungen 1 und 2 (Schakal [7]).

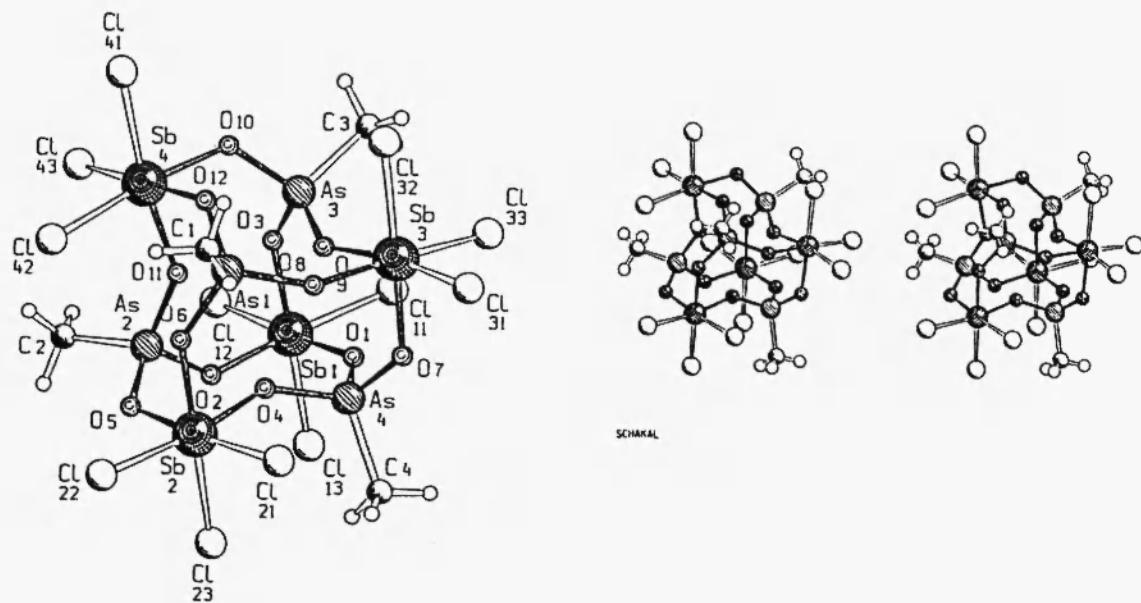


Abb. 1 Bezeichnung der Atome und Stereodarstellung von 1. In der Abb. ist das M-Chiramer gezeigt.

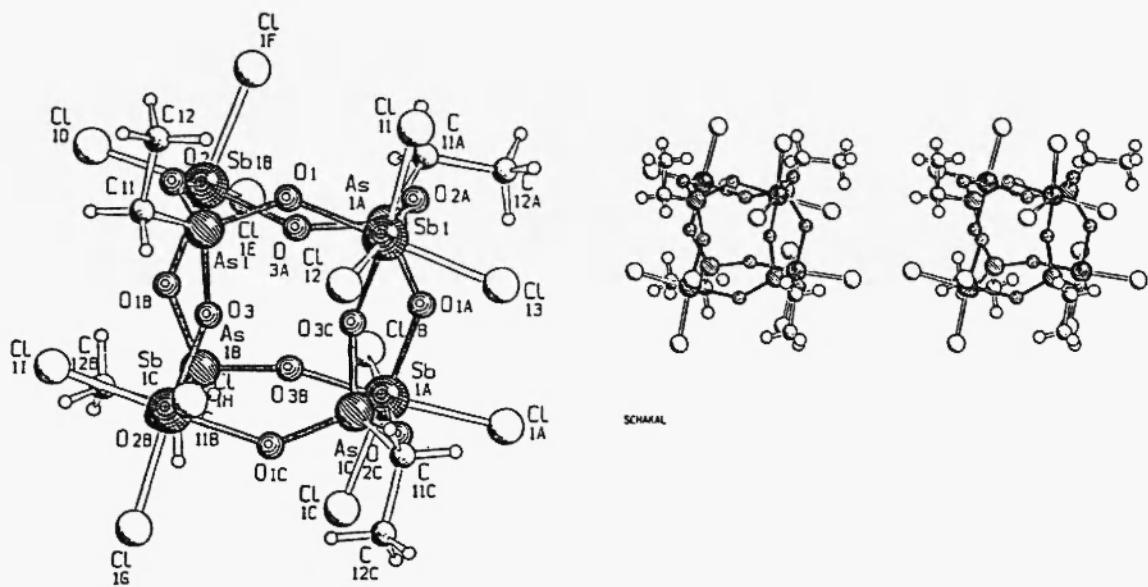


Abb. 2 Bezeichnung der Atome und Stereodarstellung von 2

Das  $\text{As}_4\text{O}_{12}\text{Sb}_4$ -Grundgerüst von **1** und **2** leitet sich im Feststoff von einem stark verzerrten Würfel ab, in dem die alternierend die Ecken besetzenden As- und Sb-Atome durch O-Atome zu Achtringen verknüpft sind.

Die Elementarzelle von 1 enthält vier chirale Moleküle (zwei M- und P-Chiramere, die in Anlehnung an die IUPAC Empfehlung [8] bezeichnet werden). Abbildung 1 zeigt das M-Chiramer, bei dem die vom

As(1)-Atom (Blick von As(1) nach Sb(1)) ausgehenden drei As-O-Sb-Bindungen nach links geschraubt sind. Die Struktur ist am besten in der Stereodarstellung zu sehen.

Das Moleköl von 1 hat als Symmetrieelement eine dreizählige Achse auf der C(1), As(1) und Sb(1) liegen. Die Sauerstoffatome 4, 5, 11, 10, 9 und 7 bilden innerhalb der Fehlgrenzen ein ebenes, unregelmäßiges Sechseck durch dessen Mittelpunkt senkrecht die C<sub>3</sub>-Achse verläuft. Der As(1)-Sb(1)-Abstand ist mit ≈622 pm etwa 9% länger als der zwischen den anderen gegenüberliegenden As- und Sb-Atomen (As(2)-Sb(3), As(3)-Sb(2), As(4)-Sb(4)). Trotz der deutlichen Streckung entlang der C<sub>3</sub>-Achse variieren die As-O- und Sb-O-Abstände untereinander wenig. Größere Unterschiede zeigen dagegen die O-Sb-O- (83,4 bis 92,2°) und die O-As-O-Winkel (105,9 bis 112,0°), wobei die größeren Winkel jeweils an den As(1)- und Sb(1)-Atomen auftreten. Die stärksten Schwankungen weisen die As-O-Sb-Winkel an den nur zweifach koordinierten O-Atomen (126 bis 142,5°) auf.

Die verzerrte Kubanstruktur, in der alle As<sub>2</sub>O<sub>4</sub>Sb<sub>2</sub>-Achtringe in einer Twist-Boat-Chair-Konformation vorliegen, wird deshalb im wesentlichen durch die in den Achtringen beliebig anpaßbaren O-As-O-Sb-Torsionswinkel ermöglicht.

2 hat eine S<sub>4</sub>- und eine C<sub>2</sub>-Achse die beide senkrecht auf den gegenüberliegenden As<sub>2</sub>O<sub>4</sub>Sb<sub>2</sub>-Achtringen stehen die die Atome As(1)O(1)Sb(1)O(3C)As(1C)O(1C)Sb(1C)O(3) bzw. As(1A)O(1A)Sb(1A)O(3B)As(1B)O(1B)Sb(1B)O(3A) enthalten, und die gegeneinander um 90° verdreht sind. Diese beiden Ringsysteme liegen in einer stark abgeflachten Twist-Chair-Chair-Konformation vor, während die vier anderen Achtringe angenähert eine Twist-Boat-Chair-Konformation haben. Die O(3)-Atome sind in den Würfel nach innen gerichtet und bilden die Ecken eines, entlang der zweizähligen Achse signifikant gedehnten, Tetraeders.

Tabelle IV Ausgewählte Bindungslängen (in pm) und -winkel (in °) für 1

Sb(1)-O(1)	199,5(5)	Sb(1)-O(2)	200,1(5)
Sb(1)-O(3)	199,3(5)	Sb(2)-O(4)	197,2(4)
Sb(2)-O(5)	199,1(4)	Sb(2)-O(6)	198,6(5)
Sb(3)-O(9)	198,6(4)	Sb(4)-O(12)	199,4(5)
As(1)-O(6)	168,8(5)	As(1)-O(8)	168,6(5)
As(1)-O(12)	169,3(5)	As(2)-O(2)	169,0(5)
As(2)-O(11)	169,0(5)	As(3)-O(3)	168,3(5)
As(4)-O(4)	168,7(4)	As(4)-O(7)	168,9(5)
As(1)-C(1)	187,8(7)	As(2)-C(2)	188,9(6)
Sb(1)-Cl(11)	233,8(2)	Sb(1)-Cl(12)	232,3(2)
Sb(1)-Cl(13)	232,0(2)	Sb(2)-Cl(21)	232,6(2)
Sb(2)-Cl(22)	231,0(2)	Sb(2)-Cl(23)	235,2(2)
O(1)-Sb(1)-O(3)	91,2(2)	O(1)-Sb(1)-O(2)	89,3(2)
O(2)-Sb(1)-O(3)	92,2(2)	O(4)-Sb(2)-O(5)	83,4(2)
O(4)-Sb(2)-O(6)	85,8(2)	O(5)-Sb(2)-O(6)	88,2(2)
O(1)-Sb(1)-Cl(11)	86,1(1)	O(1)-Sb(1)-Cl(13)	89,5(2)
O(3)-Sb(1)-Cl(12)	65,4(1)	O(4)-Sb(2)-Cl(21)	90,8(1)
O(4)-Sb(2)-Cl(23)	92,4(2)	O(1)-Sb(1)-Cl(12)	176,3(2)
Cl(11)-Sb(1)-Cl(12)	95,3(<1)	Cl(21)-Sb(2)-Cl(22)	96,2(<1)
O(6)-As(1)-O(8)	112,0(2)	O(6)-As(1)-O(12)	110,7(2)
O(8)-As(1)-O(12)	110,5(2)	O(2)-As(2)-O(5)	110,1(2)
O(2)-As(2)-O(11)	106,4(2)	O(5)-As(2)-O(11)	108,4(2)
O(12)-As(1)-C(1)	107,0(3)	O(6)-As(1)-C(1)	108,4(3)
O(8)-As(1)-C(1)	108,0(3)	O(2)-As(2)-C(2)	110,1(3)
O(5)-As(2)-C(2)	105,9(3)	O(11)-As(2)-C(2)	116,0(3)
As(1)-O(6)-Sb(2)	139,3(3)	As(1)-O(8)-Sb(3)	139,1(3)
As(1)-O(12)-Sb(4)	135,3(3)	As(2)-O(2)-Sb(1)	137,5(3)
As(2)-O(5)-Sb(2)	126,3(2)	As(2)-O(11)-Sb(4)	140,7(3)

Die 1 entsprechende Phosphorverbindung [2] und das mit 2, bezüglich der Geometrie der an As

Tabelle V Ausgewählte Bindungslängen (in pm) und -winkel (in °) für 2

Sb(1)-O(1)	199,2(2)	Sb(1)-Cl(11)	231,3(<1)
Sb(1)-O(2A)	199,2(2)	Sb(1)-Cl(12)	234,4(<1)
Sb(1)-O(3C)	197,9(2)	Sb(1)-Cl(13)	232,9(<1)
As(1)-O(1)	169,4(2)	As(1)-C(11)	190,4(3)
As(1)-O(2)	169,9(2)	C(11)-C(12)	152,3(6)
As(1)-O(3)	168,9(2)	O(2)-Sb(1B)	199,2(2)
O(3)-Sb(1C)	197,9(2)		
O(3C)-Sb(1)-O(1)	86,7(1)	O(3C)-Sb(1)-O(2A)	85,9(<1)
O(1)-Sb(1)-O(2A)	87,9(1)	O(3C)-Sb(1)-Cl(11)	173,1(<1)
O(1)-Sb(1)-Cl(11)	87,9(<1)	O(2A)-Sb(1)-Cl(11)	89,5(<1)
O(3C)-Sb(1)-Cl(13)	91,1(<1)	O(1)-Sb(1)-Cl(13)	176,5(<1)
O(2A)-Sb(1)-Cl(13)	89,3(<1)	Cl(11)-Sb(1)-Cl(13)	94,1(<1)
O(3C)-Sb(1)-Cl(12)	91,2(<1)	O(1)-Sb(1)-Cl(12)	89,7(<1)
O(2A)-Sb(1)-Cl(12)	176,4(<1)	Cl(11)-Sb(1)-Cl(12)	93,1(<1)
Cl(13)-Sb(1)-Cl(12)	93,0(<1)	O(3)-As(1)-O(1)	110,4(1)
O(3)-As(1)-O(2)	106,5(1)	O(1)-As(1)-O(2)	107,6(1)
O(3)-As(1)-C(11)	115,0(1)	O(1)-As(1)-C(11)	108,8(<1)
O(2)-As(1)-C(11)	108,2(1)	As(1)-O(1)-Sb(1)	137,7(1)
As(1)-O(2)-Sb(1B)	129,2(1)	As(1)-O(3)-Sb(1C)	144,6(1)
C(12)-C(11)-As(1)	113,2(3)		

bzw. P gebundenen terminalen Gruppen, vergleichbare tetramere  $(H_3COPO_3SbCl_3)_4$  (unveröffentlicht) haben die gleichen Konformationen. Dies läßt vermuten, daß die Konformation dieser Verbindungen im festen Zustand durch die Raumbeanspruchung dieser Gruppen bedingt wird.

### Experimenteller Teil

Die NMR-Spektren wurden mit dem Spektrometer AM 200 der Firma Bruker aufgenommen. Die chemischen Verschiebungen  $\delta^{13}C$  und  $\delta^1H$  beziehen sich auf Tetramethylsilan (jeweils über das deuterierte Lösungsmittel). Die Aufnahme der IR-Spektren erfolgte mit einem Spektrophotometer PE 883 der Firma Perkin Elmer in Nujol bzw. Hostaflonöl als Einbettmittel. Die Massenspektren wurden mit einem MAT 711 bzw. MAT 95 der Firma Finnigan vermessen.

Trichloroantimon(V)methylarsonat (1). Zu einer Suspension von 5,48 g (39,12 mmol) Methylarsonsäure [9] in 45 ml  $CH_2Cl_2$  wurde bei Raumtemperatur eine Lösung von 11,75 g (39,12 mmol)  $SbCl_5$  in 5 ml  $CH_2Cl_2$  getropft. Dabei geht die Arsonsäure in Lösung. Anschließend wurde 2 Tage unter Rückfluß erhitzt. Der gebildete schwerlösliche, farblose und amorphe Niederschlag wurde aus  $CH_2Cl_2$  umkristallisiert. Ausb. (vor der Kristallisation) 9,7 g (68%) 1; Smp. Zers. ab 220 °C.



ber.: C 3,28 H 0,83 Cl 29,05 As 20,47 Sb 33,26

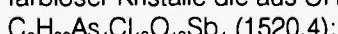
gef.: C 3,4 H 0,6 Cl 29,7 As 20,6 Sb 32,4

NMR-Daten in  $CD_2Cl_2$  ( $\delta$  [ppm]);  $\delta^1H$ :  $CH_3$  2,76 (s);  $\delta^{13}C\{^1H\}$ :  $CH_3$  22,2 (s)

IR-Daten:  $\nu$ CH 3025 s, 2868 s;  $\delta$ CH 1398 s, 1266 m,  $\nu$ AsO 951 s, 919 Sch, 866 Sch, 844 Sch, 823 sst,  $\nu$ AsC 640 s,  $\nu$ SbO 518 Sch, 493 m, 441 m,  $\nu$ SbCl 357 st

Trichloroantimon(V)ethylarsonat (2). Umsetzung analog zu 1.

Ansatz: 6,0 g (39,1 mmol)  $C_2H_5AsO(OH)_2$  [9], 11,68 g (39,1 mmol)  $SbCl_5$ . Ausb. 9,2 g (61%) 2 in Form farbloser Kristalle die aus  $CH_2Cl_2$  umkristallisiert werden können; Smp. > 200 °C Zers.



ber.: C 6,32 H 1,33 Cl 27,98 As 19,71 Sb 32,03

gef.: C 6,3 H 1,3 Cl 28,2 As 19,3 Sb 32,3

NMR-Daten in  $CD_2Cl_2$  ( $\delta$  [ppm]);  $\delta^1H$ :  $CH_3$  1,65 (q),  $CH_2$  3,18 (t);  $^3J_{HH} = 7,71$  Hz.

$\delta^{13}C\{^1H\}$ :  $CH_3$  7,79 (s),  $CH_2$  34,90 (s)

IR-Daten:  $\nu$ CH 2980 sm, 2940 sm, 2878 s,  $\delta$ CH 1455 sm, 1387 sm, 1379 s, 1265 ss, 1252 ss, 1230 ss,  $\nu$ CC 1019 ss, 970 Sch,  $\nu$ AsO 911 sst, 877 sst, 857 sst,  $\nu$ AsC 602 ss,  $\nu$ SbO 488 st, 464 s, 450 s,  $\nu$ SbCl 391 m, 362 mst, 340 m, 321 m

Dem Fonds der chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

#### Literatur

- [1] R.A.Laber, A.Schmidt, *Z.anorg.allg.Chem.* 428 (1977) 209
- [2] A.Rihm, J.E.Faerber, P.Amann, H.J.Deiseroth, A.Schmidt, *Z.anorg.allg.Chem.* im Druck
- [3] Z.Arnold, A.Holy, *Collect.Czechoslov.Chem.Comm.* 27 (1962) 2886; R.Schmidt, K.Dehnicke, E.Flück, *Z.anorg.allg.Chem.* 366 (1969) 316; P.Volgnandt, R.A.Laber, A.Schmidt, *Z.anorg.allg.Chem.* 427 (1976) 17; M.Bräuninger, W.Schwarz, A.Schmidt, *Z.Naturforsch.* 34b (1979) 1703; F.Knödler, W.Schwarz, A.Schmidt, *Z.Naturforsch.* 42b (1987) 1282
- [4] B.A.Arbusov, D.Kh.Yarmukhametova, *Dokl.Akad.Nauk SSSR* 101 (1955) 675; C.A. 50 (1956) 3214
- [5] G.M.Sheldrick, *Programmsystem SHELXTL-PC*, Revision 4.1, *Siemens Analytical X-Ray Instruments, Madison, Wisconsin* 1990. G.M.Sheldrick, *Programmsystem SHELXL-93*, *Göttingen* 1993
- [6] *International Tables for X-Ray Crystallography*, *D.Reidel Publishing Company, Dordrecht, Holland* 1983
- [7] E.Keller, *Schakal 92, A Computer Program for the graphic Representation of molecular and crystallographic Models*
- [8] *Internationale Regeln für die chemische Nomenklatur und Terminologie, Band 2*, *Verlag Chemie, Weinheim*, 1976. Regeln 7.871 ff, S.105
- [9] A.J.Quick, R.Adams, *J.Amer.Chem.Soc.* 44 (1922) 805

**Received: November 29, 1995 - Accepted: December 15, 1995 -  
Accepted in revised camera-ready format: January 4, 1996**

