

Synthese und Eigenschaften von Ph₃Sn-substituierten Telluraten – Die Kristallstrukturen von *trans*-[(Ph₃SnO)₄Te(OH)₂] und *trans*-[(Ph₃SnO)₂Te(OMe)₄]

Synthesis and Properties of Ph₃Sn substituted Tellurates – The Crystal Structures of *trans*-[(Ph₃SnO)₄Te(OH)₂] and *trans*-[(Ph₃SnO)₂Te(OMe)₄]

Tobias Hertrich^[a] und Kurt Merzweiler*^[a]

Keywords: Tellurium; Tin; Organic-inorganic hybrid composites; X-ray diffraction; IR spectroscopy

Abstract. The reaction of Te(OH)₆ with Ph₃SnOH in ethanol leads to the formation of *trans*-[(Ph₃SnO)₄Te(OH)₂] (**1**). Compound **1** crystallizes triclinic in the space group *P* $\bar{1}$ with *a* = 996.6(2) pm, *b* = 1365.4(3) pm, *c* = 1368.2(3) pm and α = 71.15(2)°, β = 71.48(2)°, γ = 74.81(3)° (at 220 K). The molecular structure of **1** consists of a tellurium atom, which is coordinated nearly octahedrally by four Ph₃SnO units and two hydroxyl groups that are *trans* to each other. The Te–O bond lengths are in the range of 190.5(2) and 193.7(2) pm. Treatment of

1 with methanol under reflux yields *trans*-[(Ph₃SnO)₂Te(OMe)₄] (**2**). Compound **2** crystallizes triclinic in the space group *P* $\bar{1}$ with *a* = 1012.8(1) pm, *b* = 1422.4(2) pm, *c* = 1618.1(2) pm, and α = 100.44(1)°, β = 107.92(1)°, γ = 110.66(1)° (at 220 K). **2** forms centrosymmetric molecules in which the tellurium atom is surrounded nearly octahedrally by four methoxy groups and two *trans* arranged Ph₃SnO units. The Te–O bond lengths of 187.9(3)–194.5(3) pm are similar to those observed in **1**.

Einleitung

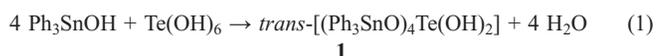
Organozinnellurate sind bisher erst sehr wenig untersucht worden. Beispielsweise berichteten Dakternieks et al. im Jahre 2002 über die Synthese von *mer*-[(Bu₃SnO)₃Te(OH)₃] und *trans*-[(Bu₃SnO)₂{CH₂(Ph₂SnO)₂}₂Te] [1]. *mer*-[(Bu₃SnO)₃Te(OH)₃] ist durch Umsetzung von Tellursäure mit Bu₃SnOMe zugänglich und *trans*-[(Bu₃SnO)₂{CH₂(Ph₂SnO)₂}₂Te] wird in einer Folgereaktion aus *mer*-[(Bu₃SnO)₃Te(OH)₃] und (Ph₂SnOH)₂CH₂ erhalten. Darüber hinaus kennt man in der Literatur das aus Me₃SnCl und HOTeF₅ zugängliche Me₂ClSnOTeF₅ [2]. In jüngster Zeit sind auch verschiedene neue Tellurastannoxane strukturell charakterisiert worden, die R₂Te^{IV}-Struktureinheiten enthalten, z. B. [{(*p*-MeOC₆H₄)₂TeOSn(*t*Bu)₂CO₃}₂] [3], [{(*p*-Me₂NC₆H₄)₂TeOSn(*t*Bu)₂(CO)₃}₂] [4] und [(*p*-MeOC₆H₄)₂Te(OSn(*t*Bu)₂OH)₂] [5].

Im Rahmen unserer Untersuchungen über organozinnsubstituierte Oxoanionen berichteten wir kürzlich über die Synthese von (Ph₃SnO)₃As durch Umsetzung von Ph₃SnOH mit einer wässrigen Suspension von As₂O₃ [6]. Obwohl die Lösung von As₂O₃ in Wasser nur schwach sauer reagiert, verläuft die Reaktion doch nahezu quantitativ. Wir interessierten uns nun dafür, ob sich dieses Reaktionsprinzip auch auf die Umsetzung von

Ph₃SnOH mit anderen anorganischen Säuren übertragen lässt und setzen Tellursäure als acide Komponente ein.

Ergebnisse und Diskussion

Setzt man Ph₃SnOH mit Te(OH)₆ in siedendem Ethanol um, so erhält man gemäß Gleichung (1) einen farblosen, mikrokristallinen Niederschlag, der aus *trans*-[(Ph₃SnO)₄Te(OH)₂] (**1**) besteht.



Verbindung **1** schmilzt bei 204 °C und löst sich mäßig in Toluol und Dichlormethan. Aus beiden Lösungsmitteln kann **1** auch umkristallisiert werden und bildet dann farblose Stäbchen.

Im IR-Spektrum von **1** (KBr) beobachtet man eine intensive, breite Bande bei 734 cm⁻¹, die einer $\nu(\text{TeO})$ -Schwingung zugeordnet werden kann. Im Falle einer O_h-symmetrischen TeO₆-Einheit wäre noch eine weitere IR-aktive $\nu(\text{TeO})$ -Schwingung bei etwas tieferen Wellenzahlen zu erwarten, allerdings liegen in diesem Bereich auch die Banden der Gerüstschwingungen der Phenylgruppen, so dass keine eindeutige Zuordnung möglich ist. In ionisch aufgebauten Telluraten liegen die $\nu(\text{TeO})$ -Frequenzen etwas niedriger als in **1**, z. B. findet man für Li₆TeO₆ $\nu(\text{TeO})$ -Schwingungen bei 700 und 640 cm⁻¹ [7].

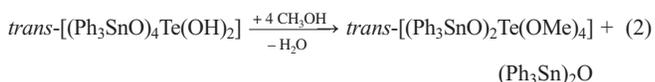
Das IR-Spektrum von **1** zeichnet sich weiterhin durch eine scharfe $\nu(\text{OH})$ -Bande bei 3553 cm⁻¹ aus. Lage und Form der

* Prof. Dr. K. Merzweiler
E-Mail: kurt.merzweiler@chemie.uni-halle.de
[a] Institut für Chemie
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Kurt-Mothes-Str. 2
06120 Halle, Germany

$\nu(\text{OH})$ -Bande sprechen dafür, dass die OH-Gruppen nicht signifikant an H-Brücken beteiligt sind.

Das ^{119}Sn NMR-Spektrum von **1** (in C_6D_6) besteht aus einem Singulett-Signal bei -114.2 ppm und ^{125}Te -Satelliten mit einer Kopplungskonstante $^2J(^{119}\text{Sn}-^{125}\text{Te})$ von 379 Hz. Vergleichbare Kopplungskonstanten $^2J(^{119}\text{Sn}-^{125}\text{Te})$ wurden auch in *trans*- $[(\text{Bu}_3\text{SnO})_2\{\text{CH}_2(\text{Ph}_2\text{SnO})_2\}_2\text{Te}]$ mit 434 und 504 Hz bestimmt. Im ^{125}Te NMR-Spektrum von **1** beobachtet man ein Singulett bei 751.4 ppm. Eine recht ähnliche chemische Verschiebung zeigt auch das ^{125}Te NMR-Spektrum von *trans*- $[(\text{Bu}_3\text{SnO})_2\{\text{CH}_2(\text{Ph}_2\text{SnO})_2\}_2\text{Te}]$ mit 712.5 ppm.

Bei einem Versuch, **1** aus siedendem Methanol umzukristallisieren zeigte sich, dass gemäß Gleichung (2) innerhalb mehrerer Stunden *trans*- $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_2\text{Te}(\text{OMe})_4]$ (**2**) entsteht. Verbindung **2** fällt beim Abkühlen der Reaktionslösung in Form farbloser Kristalle aus.



Im Vergleich zu **1** hat **2** einen wesentlich tieferen Schmelzpunkt (140 °C) und eine deutlich höhere Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln.

Das IR-Spektrum von **2** zeigt eine intensive, breite $\nu(\text{TeO})$ -Bande bei 764 cm^{-1} , die gegenüber der $\nu(\text{TeO})$ -Bande von **1** um ca. 30 cm^{-1} zu höheren Wellenzahlen verschoben ist. Im ^{119}Sn NMR-Spektrum von **2** (in C_6D_6) findet man ein Signal bei -106.7 ppm, und ^{125}Te -Satelliten mit einer $^2J(^{119}\text{Sn}-^{125}\text{Te})$ -Kopplungskonstante von 593 Hz. Im Vergleich zu **1** liegt eine geringfügige Tieffeldverschiebung von 7.5 ppm vor. Das ^{125}Te NMR-Spektrum besteht aus einem Singulett bei 747.3 ppm, das von zwei Satellitenpaaren mit $^2J(^{119}\text{Sn}-^{125}\text{Te}) = 593$ Hz und $^2J(^{117}\text{Sn}-^{125}\text{Te}) = 567$ Hz flankiert wird.

Kristallstrukturuntersuchungen

Die Verbindungen **1** und **2** konnten durch Kristallstrukturuntersuchungen charakterisiert werden. Details der Kristallstrukturanalysen sind Tabelle 1 zusammengefasst. Ausgewählte Bindungslängen und -winkel sind in Tabelle 2 und Tabelle 3 enthalten.

Verbindung **1** kristallisiert triklin in der Raumgruppe $P\bar{1}$ mit einer Formeleinheit pro Elementarzelle. Wie aus Abbildung 1 ersichtlich wird, besteht **1** aus zentrosymmetrischen Molekülen, in denen das Telluratome von vier Ph_3SnO - und zwei OH-Gruppen verzerrt oktaedrisch umgeben ist. Die OH-Gruppen sind dabei in *trans* Stellung angeordnet. In den $\text{Te}-\text{O}-\text{Sn}$ -Brücken betragen die $\text{Te}-\text{O}$ -Abstände 190.5(2) und die $\text{Sn}-\text{O}$ -Abstände 199.5(2)–201.7(2) pm. Vergleichbare Werte der Bindungsparameter findet man auch in *trans*- $[(\text{Bu}_3\text{SnO})_2\{\text{CH}_2(\text{Ph}_2\text{SnO})_2\}_2\text{Te}]$ mit $\text{Te}-\text{O}$ -Abständen von 190.7–191.4 pm und $\text{Sn}-\text{O}$ -Abständen von 198.1–201.6 pm [1]. Die $\text{Sn}-\text{O}-\text{Te}$ -Winkel betragen 123.6(1) und 126.6(1)°. Im Vergleich zu den $\text{Sn}-\text{O}-\text{Te}$ -Struktureinheiten weisen die $\text{Te}-\text{OH}$ -Baugruppen etwas größere $\text{Te}-\text{O}$ -Abstände von 193.7(3) pm auf. Dadurch ergibt sich eine leichte Streckung des Oktaeders in Richtung der *trans*-ständigen OH-Gruppen. Die be-

Tabelle 1. Daten zu den Kristallstrukturanalysen von **1** und **2**.

Verbindung	1	2
Formel	$\text{C}_{72}\text{H}_{62}\text{O}_6\text{Sn}_4\text{Te}$	$\text{C}_{40}\text{H}_{42}\text{O}_6\text{Sn}_2\text{Te}$
Formelmasse	1625.58	983.72
Kristallsystem	triklin	triklin
Raumgruppe	$P\bar{1}$	$P\bar{1}$
Gitterkonstanten		
<i>a</i> /pm	996.6(2)	1012.8(1)
<i>b</i> /pm	1365.4(3)	1422.4(2)
<i>c</i> /pm	1368.2(3)	1618.1(2)
α /°	71.15(2)	100.44(1)
β /°	71.48(2)	107.92(1)
γ /°	74.81(3)	110.66(1)
Zellvolumen /pm ³	1644.2(6) × 10 ⁶	1962.2(4) × 10 ⁶
Formeleinheiten <i>Z</i>	1	2
Berechnete Dichte /g·cm ⁻³	1.642	1.665
Absorptionskoeffizient $\mu(\text{Mo}-K_\alpha)$ /mm ⁻¹	1.986	2.045
Strahlung	Mo- K_α	Mo- K_α
Messtemperatur /K	220	220
Kristallgröße /mm	0.38 × 0.28 × 0.19	0.34 × 0.34 × 0.22
Absorptionskorrektur	numerisch	numerisch
Messbereich θ	2.37–26.0	2.20–25.9
Anzahl der gemessenen Reflexe	10349	15026
Anzahl unabh. Reflexe, <i>R</i> (int)	5909, 0.026	6983, 0.034
Anzahl unabh. Reflexe mit $I \geq 2\sigma(I)$	5009	6115
verfeinerte Parameter	379	445
$R_1(I \geq 2\sigma(I))$	0.0224	0.0334
$wR_2(\text{alle Daten})$	0.0540	0.1087
Messgerät	STOE IPDS I	STOE IPDS I
Rechenprogramme	[11–14]	[11–14]
Hinterlegungsnummer	CCDC-736687	CCDC-736688

* Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturanalysen können beim Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ in Großbritannien, unter der Angabe der Hinterlegungsnummer der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

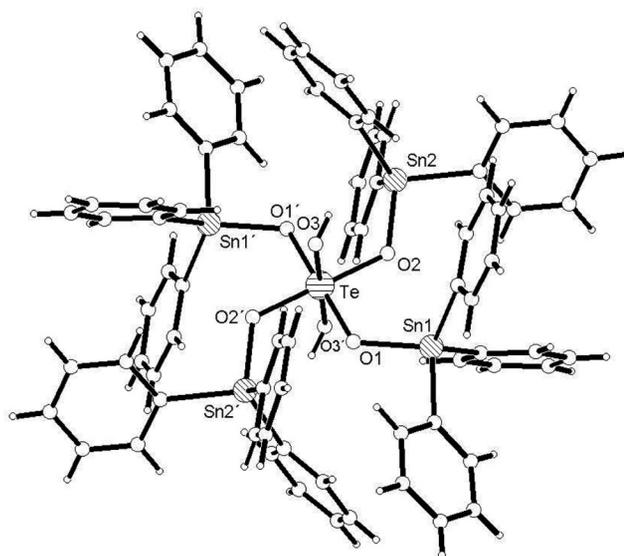
Tabelle 2. Ausgewählte Bindungslängen /pm und -winkel /° in **1**.

Bindungslängen	
Te–O(1)	190.5(2)
Te–O(2)	190.7(2)
Te–O(3)	193.7(2)
Sn(1)–O(1)	199.5(2)
Sn(2)–O(2)	201.5(2)
Sn(1)–C	213.3(3)–215.0(3)
Sn(2)–C	212.0(3)–213.3(3)
Bindungswinkel	
Te–O(1)–Sn(1)	126.5(1)
Te–O(2)–Sn(2)	123.6(1)
O(1)–Te–O(2)	91.4(1)
O(1)–Te–O(3)	89.2(1)
O(1)–Te–O(2')	88.6(1)
O(1)–Te–O(3')	90.8(1)
O(2)–Te–O(3)	90.7(1)
O(2)–Te–O(3')	89.3(1)
O(3)–Te–O(2')	89.3(1)
O–Sn(1)–C	101.7(1)–112.6(1)
C–Sn(1)–C	107.6(1)–112.2(1)
O–Sn(2)–C	98.9(1)–111.8(1)
C–Sn(2)–C	108.0(1)–118.4(1)

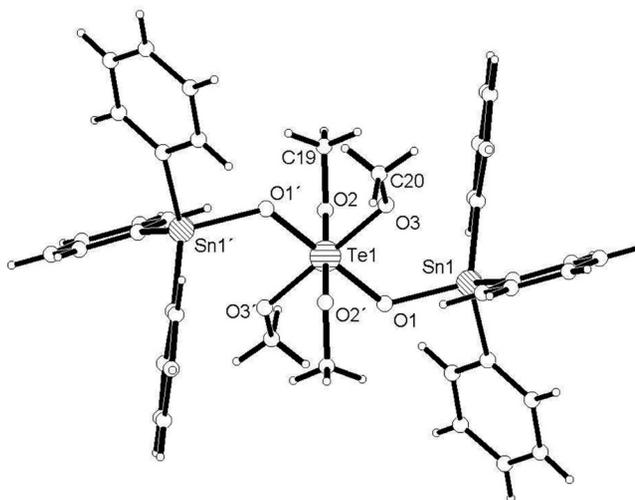
Tabelle 3. Ausgewählte Bindungslängen /pm und -winkel /° in **2**.

Molekül 1	
Bindungslängen	
Sn(1)–O(1)	200.6(4)
Te(1)–O(1)	187.9(3)
Te(1)–O(2)	193.0(3)
Te(1)–O(3)	194.5(4)
Sn(1)–O(1)	200.6(4)
Sn(1)–C	212.5(4)–213.5(5)
C(19)–O(2)	143.5(6)
C(20)–O(3)	142.5(6)
Bindungswinkel	
O(1)–Te(1)–O(2)	88.6(2)
O(1)–Te(1)–O(3)	89.0(2)
O(1)–Te(1)–O(2')	91.4(2)
O(1)–Te(1)–O(3')	91.0(2)
O(2)–Te(1)–O(3)	89.7(2)
O(2)–Te(1)–O(3')	90.3(2)
Te(1)–O(1)–Sn(1)	128.1(2)
Te(1)–O(2)–C(19)	120.7(3)
Te(1)–O(3)–C(20)	122.4(4)
O–Sn(1)–C	94.8(2)–111.3(2)
C–Sn(1)–C	112.1(2)–115.3(2)
Molekül 2	
Bindungslängen	
Te(2)–O(4)	188.4(3)
Te(2)–O(5)	192.2(3)
Te(2)–O(6)	193.5(3)
Sn(2)–O(4)	201.4(3)
Sn(2)–C	212.4(4)–214.7(4)
C(39)–O(5)	143.2(6)
C(40)–O(6)	144.2(6)
Bindungswinkel	
O(4)–Te(2)–O(5)	88.2(1)
O(4)–Te(2)–O(6)	91.7(1)
O(4)–Te(2)–O(6')	91.8(1)
O(4)–Te(2)–O(6'')	88.2(1)
O(5)–Te(2)–O(6)	90.0(1)
O(5)–Te(2)–O(6')	90.0(1)
Te(2)–O(4)–Sn(2)	123.2(2)
Te(2)–O(5)–C(39)	123.3(3)
Te(2)–O(6)–C(40)	119.6(3)
O–Sn(2)–C	97.0(2)–114.4(2)
C–Sn(2)–C	109.1(2)–114.5(2)

obachteten Te–OH–Abstände fallen in einen typischen Bereich, so findet man beispielsweise in (OC(NH₂)₂)₂[Te(OH)₆] Werte von 190.5(6)–195.0(4) pm [8]. Bedingt durch die kristallographische $\bar{1}$ -Symmetrie betragen die O–Te–O–Winkel zwischen den *trans*-angeordneten Sauerstoffatomen exakt 180°. Bei den *cis*-O–Te–O–Winkeln schwanken die Werte mit 88.6(1)–91.4(1)° geringfügig um den Idealwert. Im Einklang mit den Daten des IR-Spektrums gibt es auch in der Kristallstrukturanalyse keine Hinweise auf stärkere intra- oder intermolekulare Wechselwirkungen der OH-Gruppen. Die in **1** vorliegenden Ph₃SnO-Gruppen zeigen einen leicht verzerrt tetraedrischen Aufbau mit Sn–C–Abständen von 211.9(3)–215.3(4) pm. Mit Werten von 107.6(1)–118.4(1)° sind die C–Sn–C–Winkel im Durchschnitt etwas größer als die C–Sn–O–Winkel mit 98.9(1)–112.6(1)°.

**Abbildung 1.** Molekülstruktur von **1** im Kristall.

Verbindung **2** kristallisiert wie **1** triklin in der Raumgruppe $P\bar{1}$. In der asymmetrischen Einheit sind zwei unabhängige Moleküle enthalten, die sich in den Bindungslängen und -winkeln kaum unterscheiden, jedoch in unterschiedlichen Konformationen vorliegen. In beiden Molekülen liegt das Telluratome jeweils auf einem kristallographischen Inversionszentrum. Wie Abbildung 2 verdeutlicht, ist das Telluratome leicht verzerrt oktaedrisch von zwei *trans*-ständigen OSnPh₃-Gruppen und vier OMe-Substituenten umgeben. Im Vergleich zu **1** unterscheiden sich die Te–O–Abstände nur unwesentlich. So findet man in den Te–O–Sn-Brücken Te–O–Abstände von 187.9(3)–188.4(3) pm, die geringfügig kleiner sind als in **1**. Die Te–O–Abstände zu den Methoxygruppen sind mit 192.2(3)–194.5(4) pm direkt mit den Te–OH–Abständen in **1** zu vergleichen. Eine weitgehende Übereinstimmung mit **1** findet man auch für die Te–O–Sn-Bindungswinkel, die in Molekül 1 119.6(3)° und in Mole-

**Abbildung 2.** Molekülstruktur von **2** im Kristall (Molekül I).

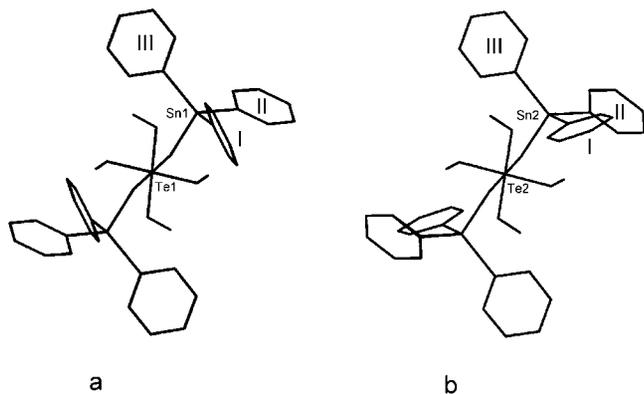


Abbildung 3. Vergleich der Molekülstrukturen der beiden kristallographisch unabhängigen Moleküle in **2**.

kül **2** $123.1(3)^\circ$ betragen. In beiden kristallographisch unabhängigen Molekülen sind die Methoxygruppen so angeordnet, dass zwei Methylgruppen [C(19) u. C(20)] oberhalb und zwei Methylgruppen [C(19') u. C(20')] unterhalb der aus dem Tellurat und den vier Sauerstoffatomen der Methoxygruppe aufgespannten Ebene liegen. Ein Vergleich der Strukturen der beiden symmetrieunabhängigen Moleküle **1** und **2** zeigt, dass die unterschiedlichen Konformationen im Wesentlichen auf die Anordnung der Phenylgruppen zurückzuführen sind, während die übrigen Baugruppen nahezu identische Orientierungen aufweisen. Besonders auffällig ist die unterschiedliche Anordnung der Phenylgruppen im Fall der Phenylgruppe **I** zu erkennen (Abbildung 3). Hier unterscheiden sich die Torsionswinkel O–Sn–C(Ph)–C(Ph) in beiden Molekülen um nahezu 90° . Etwas geringer fällt der Unterschied der Torsionswinkel bei der Phenylgruppe **II** aus (ca. 10°) und für die verbleibende Phenylgruppe **III** findet man in beiden Molekülen praktisch identische Orientierungen.

Zusammenfassung

In den hier beschriebenen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass Tellursäure bereits unter milden Bedingungen mit Triphenylzinnhydroxid reagiert und dabei vier der aciden Wasserstoffatome durch Ph_3Sn -Gruppen substituiert werden. Nach den Ergebnissen der Kristallstrukturanalyse enthält das Reaktionsprodukt $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_4\text{Te}(\text{OH})_2]$ (**1**) ein oktaedrisch koordiniertes Tellurat mit einer *trans*-Anordnung der OH-Gruppen. In siedendem Methanol reagiert **1** unter Abspaltung von Wasser und Bis(triphenylzinn)oxid zu $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_2\text{Te}(\text{OMe})_4]$ (**2**). In Verbindung **2** ist das Tellurat verzerrt oktaedrisch von vier OMe- und zwei *trans*-ständigen OSnPh_3 -Gruppen umgeben. Im Rahmen der laufenden Arbeiten soll untersucht werden, ob die für **1** und **2** gefundenen Synthesen auch auf weitere Triorganozinn-tellurate übertragen werden können.

Experimenteller Teil

Ph_3SnOH wurde nach einer Literaturvorschrift aus Ph_3SnCl und NaOH synthetisiert [9], Tellursäure wurde von FLUKA bezogen und ohne weitere Reinigung eingesetzt.

Die Elementaranalysen fertigte das Mikroanalytische Labor der Universität Halle mit einem CHNS-932 (LENCO) an. Die NMR-Spektren wurden mit den Geräten Gemini 2000 und Unity 500 der Firma Varian gemessen. Für die Aufnahme der IR-Spektren standen die Geräte Mattson 5030 und Bruker Tensor 27 zur Verfügung.

trans- $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_4\text{Te}(\text{OH})_2]$ (1**):** Ph_3SnOH (4.40 g, 12 mmol) und $\text{Te}(\text{OH})_6$ (0.69 g, 3 mmol) wurden in Ethanol (75 mL, 96 %) suspendiert und für sechs Stunden unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abdampfen des Lösungsmittels im Vakuum konnte der farblose Rückstand aus Dichlormethan, Benzol oder Toluol umkristallisiert werden. Verbindung **1** wurde dabei in Form klarer prismatischer Kristalle erhalten.

Ausbeute: 2.92 g (60 %). Schmelzpunkt: $204\text{--}208^\circ\text{C}$. $\text{C}_{72}\text{H}_{62}\text{O}_6\text{Sn}_4\text{Te}$ (1625.7) Analyse: gef.: C 53.09, H 3.92, ber.: C 53.20, H 3.84 %. ^{119}Sn NMR (C_6D_6), $\delta = -114.2$, $^2J(^{119}\text{Sn}\text{--}^{125}\text{Te}) = 379$ Hz; ^{125}Te NMR (C_6D_6), $\delta = 751.4$. IR (KBr): 3553 (m), 3047 (m), 1480 (w), 1427 (m), 1075 (w), 1003 (w), 734 (s), 697 (m), 608 (m), 500 (m), 446 (m), 350 (w) cm^{-1} .

trans- $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_2\text{Te}(\text{OMe})_4]$ (2**):** *trans- $[(\text{Ph}_3\text{SnO})_4\text{Te}(\text{OH})_2]$* (**1**) (2.0 g, 1.2 mmol) wurde in Methanol (100 mL) suspendiert und mehrere Stunden unter Rückfluss erhitzt. Die Verbindung ging dabei langsam in Lösung. Aus der filtrierten Reaktionslösung schieden sich beim Abkühlen auf 4°C farblose Kristalle von **2** ab. Aus der eingeeengten Mutterlauge fiel in der Kälte **2** zusammen mit dem Nebenprodukt $(\text{Ph}_3\text{Sn})_2\text{O}$ aus. $(\text{Ph}_3\text{Sn})_2\text{O}$ wurde durch das IR-Spektrum und durch einen Vergleich der Gitterkonstanten (CCDC-Refcode: OPHSN) identifiziert [10].

Ausbeute: 0.8 g (70 %). Schmelzpunkt: $140\text{--}142^\circ\text{C}$. Analyse: gef.: C 50.01, H 4.49, ber.: C 48.81, H 4.30 %. ^1H NMR (C_6D_6), $\delta = 3.42$ (s, CH_3), 7.2–7.8 (m, Ph). ^{13}C NMR (C_6D_6), $\delta = 51.1$, 128.2, 129.4, 136.7, 140.6. ^{119}Sn NMR (C_6D_6), $\delta = -106.7$, $^2J(^{119}\text{Sn}\text{--}^{125}\text{Te}) = 593$ Hz. ^{125}Te NMR (C_6D_6), $\delta = 747.3$, $^2J(^{125}\text{Te}\text{--}^{119}\text{Sn}) = 593$, $^2J(^{125}\text{Te}\text{--}^{117}\text{Sn}) = 567$ Hz. IR (KBr): 3059 (m), 3014 (w), 2963 (m), 2927 (m), 2900 (sh), 2823 (m), 1479 (w), 1428 (m), 1077 (m), 1018 (s), 764 (s), 736 (s), 697 (m), 558 (m), 502 (m), 447 (m), 337 (w) cm^{-1} .

Danksagung

Die Autoren danken der DFG (Graduiertenkolleg 894 "Selbstorganisation durch koordinative und nichtkovalente Wechselwirkungen") für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur

- [1] J. Beckmann, D. Dakternieks, J. O'Connell, K. Jurkschat, M. Schürmann, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2002**, 1484.
- [2] A. Vij, W. W. Wilson, V. Vij, R. C. Corley, F. S. Tham, M. Gerken, R. Haiges, S. Schneider, T. Schroer, R. I. Wagner, *Inorg. Chem.* **2004**, *43*, 3189.
- [3] J. Beckmann, D. Dakternieks, A. Duthie, N. A. Lewcenko, C. Mitchell, *Angew. Chem.* **2004**, *116*, 6851; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2004**, *43*, 6683.
- [4] J. Beckmann, D. Dakternieks, A. Duthie, C. Mitchell, *Acta Crystallogr., Sect. E* **2004**, *60*, m1978.
- [5] J. Beckmann, D. Dakternieks, A. Duthie, C. Mitchell, *Dalton Trans.* **2005**, 1563.
- [6] T. Hertrich, K. Merzweiler, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2008**, *634*, 2572.
- [7] E. J. Baran, *Monatsh. Chem.* **1976**, *107*, 241.
- [8] J. Loub, W. Haase, R. Mergehenn, *Acta Crystallogr., Sect. B* **1979**, *35*, 3039.

- [9] B. Kushlefsky, L. Simmons, A. Ross, *Inorg. Chem.* **1963**, 2, 187.
- [10] C. Glidewell, D. C. Liles, *Acta Crystallogr., Sect. B* **1978**, 34, 1693.
- [11] G. M. Sheldrick, *SHELX-97*, Programs for Crystal Structure Determination, Göttingen, **1997**.
- [12] A. Altomare, M. C. Burla, M. Camalli, G. L. Cascarano, C. Giacovazzo, A. Guagliardi, A. G. G. Moliterni, G. Polidori, R. Spagna, *J. Appl. Crystallogr.* **1999**, 32, 115.
- [13] *Diamond*, Visuelles Informationssystem für Kristallstrukturen, G. Bergerhoff, K. Brandenburg, Bonn, **1996**.
- [14] *PLATON*, A Multipurpose Crystallographic Tool, A. L. Spek, Utrecht University, Utrecht, **2008**.

Eingegangen: 6. August 2009
Online veröffentlicht: 24. November 2009