Chimia 43 (1989) 261–262
© Schweizerischer Chemiker-Verband; ISSN 0009–4293

Synthese von Bis(sulfinylamido)tellur OSN-Te-NSO

Alois Haas* und Rüdiger Pohl

Abstract: $Te(NSO)_2$ is formed in good yields from $[t\text{-}C_4H_9(CH_3)_2Si]_2Te$ and ClNSO dissolved in dichloromethane. Structural, spektroscopic, and physical data for the new tellurium «parahalide» are presented. It is isomorphous with $Se(NSO)_2$.

Die Reaktionsmöglichkeiten der elektronenreichen Hauptgruppenelementverbindungen Bis(sulfinylamido)schwefel[1–6] und Bis(sulfinylamido)selen[7] waren ein Anreiz, auch die homologe Tellurverbindung herzustellen.

* *Korrespondenz:* Prof. Dr. A. Haas
Lehrstuhl für Anorganische Chemie II
Ruhr-Universität Bochum
Postfach 102148, D-4630 Bochum 1
(Bundesrepublik Deutschland)

$Te(NSO)_2$ konnte aber nicht auf einem analogen[1,8] Syntheseweg erhalten werden, sondern entsteht neben t-$BuMe_2SiCl$, elementarem Tellur und $S(NSO)_2$ bei der Umsetzung von $(t\text{-}BuMe_2Si)_2Te$[9] mit ClNSO[10] in Dichlormethan in guter Ausbeute. Durch fraktionierende Sublimation lässt es sich von den anderen Reaktionsprodukten trennen und reinigen.

$Te(NSO)_2$ ist ein roter, kristalliner Feststoff, der bei 50 °C/10^{-3} Torr sublimiert und sich bei 132 °C zersetzt (dabei entsteht ein schwarz-grauer Feststoff, der bei weiterem Erhitzen heftig explodiert). An Luft zerfällt die neue Verbindung spontan unter Tellurabscheidung. Unzersetzt lässt sie sich im Vakuum in gut ausgeheizten Glasgefässen aufbewahren. Aus reinem Dichlormethan kann die Verbindung umkristallisiert werden.

Die Röntgen-Strukturanalyse von $Te(NSO)_2$ ergab eine zu $Se(NSO)_2$[8] isomorphe Struktur mit den Molekülparametern: d(Te-N) = 2.039(7) Å, d(N-S) = 1.492(7) Å, d(S-O) = 1.460(7) Å, $\sphericalangle$(N-Te-N) = 87.3(3)° und $\sphericalangle$(N-S-O) = 116.6(4)°[11].

Sämtliche spektroskopische Daten lassen sich mit einem planaren Kettenmolekül, analog der Schwefel-[12] und Selenverbindung[8], vereinbaren.

Experimentelles

Zur Lösung von 5.31 g (14.8 mmol) Bis(*tert*-butyldimethylsilyl)tellur in 20–30 mL CH_2Cl_2 (100mL-Cariusrohr mit Teflonventil) werden 2.89 g (29.6 mmol) ClNSO kondensiert. Das Gemisch wird bei 22 °C (48 h) gerührt. Nach Entfernen des Lösungsmittels und des entstandenen t-$BuMe_2SiCl$ wird der Rückstand zunächst bei 22 °C/10^{-3} Torr sublimiert, um das Nebenprodukt $S(NSO)_2$ abzutrennen. Danach kann $Te(NSO)_2$ bei 50 °C/10^{-3} Torr sublimiert werden; Aus-

beute: 1.34 g (36%). Die Schwefel- und Stickstoffanalysen ergaben korrekte Werte. IR(KBr-Pressling): 1180 (vs), 1039 (s), 595 (s), 413 (s) cm^{-1}; ^{125}Te-NMR: $\delta = 1273$ (s); ^{17}O-NMR: $\delta = 461$ (s); MS: neben dem M^+-Peak beobachtet man im wesentlichen die Fragmente OSNTe (100%) und NTe (43%).

^{125}Te- und ^{17}O-NMR-Spektren: Bruker AM 400 PFT; Ph_2Te_2 in $CDCl_3$ und D_2O als externer Standard, Lösungsmittel: $CDCl_3$. IR-Spektrum: Bruker FT-Spektrometer IFS 85. Massenspektrum: Varian MAT CH 5 (70eV); alle tellurhaltigen Fragmente zeigen die theoretische Isotopenverteilung. Elementaranalysen: Mikroanalytisches Laboratorium der Ruhr-Universität Bochum.

Eingegangen am 31. Juli 1989 [FC 168]

[1] M. Becke-Goehring, J. Heinke, *Z. Anorg. Allg. Chem. 272* (1953) 297.
[2] M. Becke-Goehring, H. Hohenschutz, J. Ebert, *Z. Anorg. Allg. Chem. 276* (1954) 47.
[3] M. Becke-Goehring, G. Magin, *Z. Anorg. Allg. Chem. 340* (1965) 126.
[4] D. Schläfer, M. Becke-Goehring, *Z. Anorg. Allg. Chem. 362* (1968) 1.
[5] H.W. Roesky, *Angew. Chem. 84* (1972) 685; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 11* (1972) 642.
[6] H.W. Roesky, J. Anhaus, W.S. Sheldrick, *Inorg. Chem. 23* (1984) 75.
[7] A. Haas, J. Kasprowski, *Chimia 42* (1988) 343.
[8] A. Haas, J. Kasprowski, *Chimia 41* (1987) 340.
[9] M.R. Detty, M.D. Seidler, *J. Org. Chem. 47* (1982) 1354.
[10] E. Nachbaur, W. Kosmus, H.J. Krannich, W. Sundermeyer, *Monatsh. Chem. 109* (1978) 1211.
[11] C. Krüger, unveröffentlichte Ergebnisse.
[12] R. Steudel, J. Steidel, N. Rautenberg, *Z. Naturforsch. B35* (1980) 792.