

G. Becker, H.-M. Hartmann, O. Mundt und W. Schwarz (Inst. f. Anorganische Chemie der Universität Stuttgart). **Die Kristallstrukturen von  $\beta$ -Kaliumsilanid [1] und Lithium-dihydrogenphosphid  $\cdot$  1,2-Dimethoxyethan bei  $-110$  bzw.  $-120^\circ\text{C}$ .**

Das nach einer Vorschrift von Fehér und Krancher [2] aus Kalium und Silan in 1,2-Dimethoxyethan dargestellte Kaliumsilanid kristallisiert nach Zusatz von *n*-Pentan bei  $-5^\circ\text{C}$  in einer bisher unbekanntem Tieftemperaturmodifikation [ $\beta$ -Form: orthorhombisch, *Pnma*,  $Z = 4$ ;  $a = 880,0(2)$  pm,  $b = 541,6(1)$  pm,  $c = 682,3(1)$  pm bei  $-110 \pm 3^\circ\text{C}$ ]. Nach den Ergebnissen der Kristallstrukturanalyse ( $R = 0,032$ ; Wasserstoffatome lokalisiert) baut sich die Verbindung ohne erkennbare Fehlordnung aus isolierten Kalium-

kationen und pyramidalen Silanidanionen auf. Zur Koordinationssphäre beider Teilchen gehören sieben Gegenionen ( $K-Si$  356 bis 386 pm); beim Anion kommen zwei zusätzliche Kontakte zu gleichnamigen Nachbarn ( $Si \cdots Si$  355 pm) hinzu. Die Kristallstruktur stellt eine Defektvariante des Baryttyps dar; eine weniger enge Verwandtschaft besteht aber auch zur Hochtemperaturmodifikation ( $\alpha$ -Form, Steinsalztyp) [3] und zum Cäsiumtrihydrogermanid (Thalliumiodidtyp) [4].

Das nach Schäfer u. Mitarb. [5] bei  $-78^\circ C$  aus Phosphan und *n*-Butyllithium in 1,2-Dimethoxyethan leicht zugängliche Lithiumdihydrogenphosphid · 1,2-Dimethoxyethan kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe  $P2_12_12_1$  [ $a = 671,8(1)$  pm,  $b = 878,6(1)$  pm,  $c = 1332,2(2)$  pm bei  $-120 \pm 3^\circ C$ ]. Auch bei dieser Kristallstrukturbestimmung ( $R_w = 0,045$ ) konnten sämtliche Wasserstofflagen ermittelt werden. Gewinkelte  $PH_2$ -Gruppen ( $H-P-H$   $85^\circ C$ ) und von 1,2-Dimethoxyethanliganden koordinierte Lithiumatome bauen polymere Zickzackketten auf ( $Li-P$  254 und 260 pm), die jedoch nur an den Metall-, nicht aber an den Phosphoratomen gewinkelt sind ( $P-Li-P$   $118^\circ$ ,  $Li-P-Li$   $177^\circ$ ). Eine gleichzeitig mit uns von Jones u. Mitarb. [6] bei Zimmertemperatur durchgeführte Strukturuntersuchung der Verbindung brachte für die schweren Atome im wesentlichen gleiche Ergebnisse; die Autoren konnten jedoch die Wasserstoffatome nicht lokalisieren.

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde aus Mitteln des Bundesministers für Forschung und Technologie (BMFT) unter dem Förderkennzeichen 03-BE1-STU-0 gefördert.

## Literatur

1. Mundt, O., Becker, G., Hartmann, H.-M.: Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.
2. Fehér, F., Krancher, M.: Z. Anorg. Allg. Chem. **509** (1984) 95.
3. Weiss, E., Hencken, G., Kühr, H.: Chem. Ber. **103** (1970) 2868.
4. Thirase, G., Weiss, E., Hennig, H. J., Lechert, H.: Z. Anorg. Allg. Chem. **417** (1975) 221.
5. Schäfer, H., Fritz, G., Hölderich, W.: Z. Anorg. Allg. Chem. **428** (1977) 222.
6. Jones, R. A., Koschmieder, S. U., Nunn, C. M.: Inorg. Chem. **26** (1987) 3610.