

NEUE PERRHENATE UND HEXAHALORHENATE DER METALL(III)-AMINEN

Cs. VÁRHELYI,* Á. CZÉGENI,* M. SOMAY* and G. LIPTAY

Institut für Anorganische Chemie,
Technische Universität, H-1521 Budapest

Eingegangen am 30. September 1985

Vorgelegt von Prof. dr. J. Nagy

Summary

35 new complex salts of the HReO_4 , $\text{H}_2[\text{ReCl}_6]$ and $\text{H}_2[\text{ReBr}_6]$ acids with various Diacido-tetramine and Monoacido-pentamine type cations were obtained by means of double exchange reactions. Acidic salts cannot be isolated. The new complex salts have been characterized by chemical analysis and IR spectra. A new volumetric method for the determination of cobalt in the presence of rhenium was described.

Einleitung

Die energetischen Faktoren (Ionenpotentialwert, thermochemische Ionenradien) der EO_4^- Ionen ($\text{E} = \text{Mn, Re, Cl, I}$) begünstigen die Bildung von schwerlöslichen Komplexsalzen von AB und AB_2 Typ, insbesondere mit Metall(III)aminkationen ohne hydrophilen Liganden mit thermochemischen Ionenradien: 2,4—2,8 Å [1].

Die Stabilität der Salze mit EO_4^- ist auch von den Oxydationseigenschaften der Anionen beeinflusst. So z. B. zersetzen sich die Permanganate der meisten Metall-aminen mit organischen Liganden, in trockenem Zustande rasch, oft unter Feuererscheinungen [2].

In früheren Arbeiten [3, 4] haben wir eine Reihe von Metaperiodate vom Typ $[\text{M}(\text{Am})_5\text{X}](\text{IO}_4)_2$, bzw. $[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]\text{IO}_4$ charakterisiert.

Das ClO_4^- Ion bildet viele gut kristallisierende Komplexsalze mit Metall(III)-aminen. Es wurden auch einige Metaperrhenate vom Typ $[\text{M}(\text{Am})_4](\text{ReO}_4)_2 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Ni, Co, Cu}$; $\text{Am} = \text{NH}_3, \text{Pyridin}$), als auch Hexamine: $[\text{M}(\text{Am})_6](\text{ReO}_4)_3 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Co, Cr}$; $\text{Am} = \text{NH}_3, \text{Harnstoff, H}_2\text{O}$) und Monoacido-pentamine: $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{X}](\text{ReO}_4)_2$ ($\text{X} = \text{Cl, NO}_2$) [5,

* Fakultät der Chemischen Technologie, "Babeş-Bolyai" Universität, 3400-Cluj-Napoca, Rumänien

6]. Diese Verbindungen entstehen in saurem oder neutralem Medium. In basischem Milieu konnten wir Mezoperiodate: $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{X}]\text{HJO}_5 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [7] isolieren.

Noddack [8] berichtete über die Bildung von $\text{Ba}_3(\text{ReO}_5)_2$ in basischer Lösung. Mezoperrhenate der Metall-amine wurden nicht erhalten.

Von den Hexahalo-säuren des Rheniums(IV): $\text{H}_2[\text{ReX}_6]$, bilden die $\text{H}_2[\text{ReCl}_6]$ und $\text{H}_2[\text{ReBr}_6]$ gut kristallisierende Salze mit Alkali- und Erdalkali-metallen, mit Tl(I), Ag(I) und mit den Chlorhydraten zahlreicher organischer Aminen und Alkaloiden.

Thermogravimetrische Untersuchungen zeigen, daß die thermische Zersetzung der $(\text{Amin} \cdot \text{H})_2[\text{ReCl}_6]$ -Salze zum Auftreten des $\text{Amin} \cdot \text{HReCl}_5$ Zwischenproduktes führt [9].

Resultate und Diskussion

Wir haben beobachtet, daß das ReO_4^- Ion in schwachsauren oder neutralen Lösungen eine Reihe gut kristallisierende Salze mit Diacidotetramin-Komplexen des Kobalts(III) und Chrms(III) bildet. Doppelte Umsetzungsreaktionen mit Hexaminen und Monoacidopentaminen (z. B. $\text{cis}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Am})]^{2+}$) und HReO_4 bzw. KReO_4 führten aber nicht zur Bildung von schwerlöslichen Salzen. Die neuen Perrhenate der $[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]^+$ und $[\text{Co}(\text{Diox} \cdot \text{H})_2(\text{Am})_2]^+$ Katione sind in Tab. 1. und 2. charakterisiert.

Tabelle 1

Neue Perrhenate vom $[\text{Co}(\text{Am})_4\text{X}_2] \text{ReO}_4$ Typ

Formel	Mol. Gew. ber.	Charakteristik	Analyse		
			Ber.	Gef.	
trans- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Br}_2]\text{ReO}_4$	589	glänzende, dünne, gelbgrüne Platten	Co	10,01	10,02
			N	9,51	9,40
trans- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{ReO}_4$	510	glänzende dunkelgrüne Platten	Co	11,59	11,70
			N	10,99	11,10
trans- $[\text{Co}(\text{Pyridin})_4\text{Cl}_2] \cdot \text{ReO}_4$	696,5	Hellgrüne, unregelmässige kleine Krist.	Co	8,46	8,55
			N	8,04	8,20
trans- $[\text{Co}(\text{pn})_2\text{Cl}_2]\text{ReO}_4$	528,3	Dunkelgrüne Prismen	Co	11,15	11,30
			N	10,60	10,47
trans- $[\text{Co}(\text{pn})_2(\text{NCS})_2] \cdot \text{ReO}_4$	573,6	Rotviolette unregelmässige Krist.	Co	10,17	10,35
			N	14,65	14,78
trans- $[\text{Co}(\text{tm})_2(\text{NCS})_2] \cdot \text{ReO}_4$	573,6	Rotviolette Prismen	Co	10,17	10,33
			N	14,65	14,54

"en" = Ethylendiamin, "pn" = 1,2-Propylendiamin, "tm" = 1,3-Propylendiamin

Tabelle 2

Neue Perrhenate vom $[\text{Co}(\text{Diox} \cdot \text{H})_2(\text{Am})_2]\text{ReO}_4$ Typ

Formel	Mol. Gew. ber.	Charakteristik	Analyse		
			Ber.	Get.	
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{Anilin})_2]\text{ReO}_4$	725,6	Lange, gelbbraune schimmernde Platten	Co	8,12	8,11
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{o-Toluidin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	753,5	Goldbraune, schimmernde unregelmässige Krist.	Co	7,82	7,83
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Toluidin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	753,5	Kurze, hellbraune Prismen	N	11,15	11,40
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Cl-Anilin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	794,5	Lange, gelbbraune Prismen	Co	7,82	7,88
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{p-Cl-Anilin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	794,5	Gelbbraune Plättchen	N	11,15	11,24
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{p-Phenetidin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	813,7	Goldgelbe quadratische Platten	Co	7,41	7,28
			N	10,82	10,75
			Co	7,41	7,50
			Co	7,24	7,23
			C	35,43	35,51
			H	4,46	4,36
			N	10,33	10,50
$[\text{Co}(\text{Niox} \cdot \text{H})_2(\text{Anilin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	777,7	Braune Prismen	Co	7,58	7,44
			N	10,80	10,65
$[\text{Co}(\text{Niox} \cdot \text{H})_2(\text{m-Toluidin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	805,7	Braune unregelmässige Krist.	Co	7,31	7,15
$[\text{Co}(\text{Niox} \cdot \text{H})_2(\text{p-Toluidin})_2] \cdot \text{ReO}_4$	805,7	Gelbbraune Prismen	Co	7,31	7,44
			N	10,43	10,28

"DH₂" = C₄H₈N₂O₂ (Dimethylglyoxim); Niox · H₂ = C₆H₁₀N₂O₂ (Nioxim = 1,2-Cyclohexandiondioxim)

Diese Perrhenate lösen sich in polaren Lösungsmitteln, wie DMF und DMSO, sind aber in Wasser schwerlöslich.

Die R—O Valenzschwingungsfrequenzen erscheinen in den UR-Spektren der erhaltenen Komplexsalze bei 920—930 cm⁻¹, wie im Falle anderer ionogen gebundenen Perrhenate [10]. In einigen Fällen wird aber eine Überlagerung von anderen Ligandfrequenzen beobachtet.

Wie aus unseren präparativen Arbeiten hervorgeht, bilden die Hexachloro- und Hexabromo-säuren des Re(IV) schön kristallisierende neutrale Salze mit verschiedenen Kobalt(III)- und Chrom(III)-aminen von Diacidotetramin-, bzw. Monoacido-pentamin-Typ. Die erhaltenen $[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]_2[\text{ReX}_6]$ und $[\text{Co}(\text{Diox} \cdot \text{H})_2(\text{Am})_2]_2[\text{ReX}_6]$ -Salze sind in Tabl. 3. und 4. charakterisiert.

Die Aquo-acido-Komplexe: $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{X}(\text{H}_2\text{O})]^{2+}$ und $[\text{Co}(\text{en})_2\text{X}(\text{H}_2\text{O})]^{2+}$ und die Hexamine: $[\text{M}(\text{Am})_6]^{3+}$ (M = Co, Cr; "A," = NH₃, H₂O, 1/2 en, 1/2 pn, 1/2 Dip, 1/2 o-Phen) geben mit H₂[ReCl₆] und H₂ReBr₆ keine gut kristallisierenden Komplexsalze.

Es wurden aber einige Monoacido-pentamine von Typ. $[\text{Co}(\text{Am})_5\text{X}]\text{ReCl}_6$, bzw. $[\text{Co}(\text{Am})_5\text{X}]\text{ReBr}_6$ isoliert und charakterisiert.

Tabelle 3

Hexahalorhenate vom $[M(\text{Am})_4\text{X}_2]_2[\text{ReX}_6]$ Typ

Formel	Mol. Gew. ber.	Charakteristik	Analyse		
				Ber.	Get.
trans- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]_2\text{ReCl}_6$	898,6	Unregelmässige, kleine grüne Kristallen	Co	13,11	12,98
			N	12,47	12,30
trans- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Br}_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1076,5	Glänzende, gelbgrüne Plättchen	Co	10,95	10,90
			N	10,41	10,30
trans- $[\text{Cr}(\text{en})_2(\text{NCS})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	975,8	Glänzende, Dunkelgelbe lange Prismen	C	14,41	14,25
			H	3,30	3,25
			N	17,23	17,10
			Co	13,11	13,01
cis- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	898,6	Kleine violette Prismen	Co	13,11	13,01
trans- $[\text{Co}(\text{en})_2(\text{NCS})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	989,1	Ziegelrote kleine Dendryte	Co	11,91	11,40
			N	16,19	16,60
cis- $[\text{Co}(\text{en})_2(\text{NCS})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	989,1	Dunkelrote ovale Platten	Co	11,91	12,08
			C	14,56	14,64
			H	3,26	3,27
			N	16,99	17,20
$[\text{Co}(\text{Pyridin})_2\text{Cl}_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1291,4	Hellgrüne mikrokrist. Masse	Co	9,13	9,20
			N	8,68	8,60
$[\text{Co}(\text{en})_2(\text{C}_2\text{O}_4)]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	932,8	Hellrote unregelmässige Krist.	Co	12,63	12,54
			N	12,01	11,80
$[\text{Co}(\text{en})_2(\text{C}_2\text{O}_4)]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$	1199,9	Rotbraune Prismen	Co	9,82	9,70
			N	9,34	9,20

Diese Hexahalorhenate(IV) wurden durch doppelte Umsetzungsreaktionen aus den wässrigen (verdünnten alkoholischen (1:3) Lösungen der Komplexsalze mit $(\text{NH}_4)_2[\text{ReCl}_6]$, bzw. $\text{K}_2[\text{ReBr}_6]$ erhalten.

Die Umsetzungsreaktionen führten zur Bildung von normalen Hexahalorhenaten. Saure Salzen: $[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]\text{HReCl}_6$, usw. wurden nicht hergestellt.

Im Vergleich zu anderen Hexahalosäuren: $\text{H}_2[\text{ReX}_6]$, zeigt die Hexaiodosäure: $\text{H}_2[\text{ReI}_6]$ eine kleinere Beständigkeit, als die analoge Hexaiodosäure des Platins: $\text{H}_2[\text{PtI}_6]$, diese wahrscheinlich wegen sterischen Hindernissen. Metall(III)-amminsalze der H_2ReI_6 wurden noch nicht im reinen Zustand isoliert.

Experimenteller Teil

$[\text{Co}(\text{Diox. H})_2(\text{Am})_2]\text{Cl}$ 0,1 Mol CoCl_2 in 150 ml Wasser werden mit 0,2 Mol α -Dioxim (Dimethylglyoxim, 1,2-Cyclohexandiondioxim) und 0,3 Mol Am (primäre aromatische Amine, Pyridinbasen, usw) in 300—350 ml Methanol mit einem kräftigen Luftstrom 5—6 stundenlang oxydiert. Darauf wird von den Oxydationsnebenprodukten abfiltriert und mit überschüssiger gesättigter KCl-Lösung ausgefällt [11].

Tabelle 4

Hexahalorhenate vom $[\text{Co}(\text{Diox. H})_2(\text{Am})_2]_2[\text{ReX}_6]$

Formel	Mol. Gew. ber.	Charakteristik	Analyse		
			Ber.	Get.	
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{o-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1405,6	Goldgelbe, dünne Platten	Co	8,38	8,15
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Coldbraune rhomb. Platten	Co	8,38	8,10
	1405,6		C	37,60	38,30
			H	4,59	4,68
			N	11,96	11,61
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{p-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1405,6	Glänzende goldgelbe quadratische Plättchen	Co	8,38	6,25
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{o-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$		Rotbraune Prismen	C	31,60	32,00
	1672,7		H	3,85	3,99
			N	10,03	10,25
			Co	8,73	8,37
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{Anilin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1349,7	Goldgelbe, lange Platten	C	35,59	35,64
			H	4,22	4,28
			N	12,45	12,80
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Cl-Anilin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1487,5	Goldgelbe Prismen	Co	7,92	7,81
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{p-Cl-Anilin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Glänzende braune Platten	Co	7,92	8,00
	1487,5		N	11,30	11,50
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Xylidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Braune, quadratische Platten	Co	8,06	7,97
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{NH}_3)_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1081,4	Dunkelgelbe, lange schimmernde Prismen	C	17,77	17,45
			H	3,73	3,40
			N	15,55	15,10
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{m-Aminophenol})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1413,7	Glänzende quadratische braune Prismen	Co	8,33	8,27
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{Thioharnstoff})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Glänzende, braune rhomb. Prismen	Co	9,19	9,08
	1281,7		C	18,74	18,50
			H	3,46	3,70
			C	32,16	32,70
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{o-Phenetidin})_2]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$	1792,8	Dunkelbraune Prismen	H	4,05	4,15
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{p-Phenetidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Ziegelrote kleine unregelmässige Krist.	Co	7,72	7,48
	1526		N	11,03	11,20
$[\text{Co}(\text{DH})_2(\text{o-Anisidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Glänzende, braune rhomb. Prismen	Co	8,02	7,94
	1469,8		N	11,43	11,25
$[\text{Co}(\text{Niox. H})_2(\text{Anilin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$		Braune unregelmässige Krist.	Co	8,10	8,05
$[\text{Co}(\text{Niox. H})_2(\text{Anilin})_2]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$	1720,6	Rotbraune Prismen	Co	6,85	6,96
			N	9,77	9,90
$[\text{Co}(\text{Niox. H})_2(\text{m-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReCl}_6]$	1510	Gelbbraune kleine unregelmäss. Krist.	Co	7,80	7,60
$[\text{Co}(\text{Niox. H})_2(\text{m-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$		Rotbraune Prismen	N	11,13	11,28
	1776,8		Co	6,63	6,50
			N	9,16	9,50
$[\text{Co}(\text{Niox. H})_2(\text{p-Toluidin})_2]_2 \cdot [\text{ReBr}_6]$	1776,8	Rotbraune Prismen	Co	6,63	6,82
			N	9,46	9,33

Tabelle 5
Hexahalorhenate vom $\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Amin})][\text{ReX}_6]$ Typ

Formel	Mol. Gew. ber.	Charakteristik	Analyse		
			Ber.	Get.	
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{o-Anisidin})].$ $[\text{ReCl}_6]$	736,4	Braune rhomb. Prismen	Co	8,00	7,80
			C	18,16	18,28
			N	9,51	9,86
			H	3,41	3,64
$\text{cia-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{o-Anisidin})].$ $[\text{ReBr}_6]$	1003,2	Rotbraune Prismen	Co	5,87	5,77
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Anilin})].$ $[\text{ReCl}_6]$	706,4	Braune unregelmässige Krist.	Co	8,34	8,50
			N	9,91	9,75
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Anilin})].$ $[\text{ReBr}_6]$	973,2	Rotbraune unregelmässige Krist.	Co	6,05	5,95
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Phenetyl-amin})][\text{ReCl}_6]$	734,5	Rotviolette Aggregata aus kleinen Nadeln	Co	8,02	7,98
			C	19,62	19,63
			H	3,70	3,85
			N	9,53	9,75
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{Benzyl-amin})][\text{ReCl}_6]$	720,5	Rotbraune kleine unregel- mässige Prismen	Co	8,18	8,13
			C	18,77	18,56
			N	9,72	10,03
			H	3,35	3,59
$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}(\text{p-Toluidin})][\text{ReCl}_6]$	720,5	Braune Prismen	Co	8,18	8,27

$\text{cis-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{X}(\text{Amin})](\text{NO}_3)_2$ 0,1 Mol $\text{trans-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}$, bzw. $\text{trans-}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Br}_2]\text{Br}$ werden in einer Reibschale mit 10—15 ml Wasser und 0,11—0,12 Mol Amin innig vermischt. Nach 4—5 Stunden wird die Masse in 100—150 ml 1% HNO_3 bei 50—60 °C gelöst, abfiltriert, und mit 30—40 g NaNO_3 behandelt. Die ausgeschiedene krist. Massen werden abfiltriert und mit eisgekühltem Wasser gewaschen [12].

$[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]\text{ReO}_4$, $[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]_2[\text{ReX}_6]$ und $[\text{M}(\text{Am})_5\text{X}]\text{ReX}_6$ 10—15 mMol Komplexsalz ($[\text{M}(\text{Am})_4\text{X}_2]\text{Cl}$, $[\text{Co}(\text{Diox. H})_2(\text{Am})_2]\text{Cl}$. bzw. $[\text{Co}(\text{en})_2\text{X}(\text{Am})](\text{NO}_3)_2$) werden in 20—200 ml Wasser (verd. Alkohol (1:3) gelöst, und mit 0,3 mMol NaReO_4 , bzw. $(\text{NH}_4)_2[\text{ReCl}_6]$ ($\text{K}_2[\text{ReBr}_6]$) in 10—15 ml Wasser behandelt. Nach 10—30 Min. Stehenlassen werden die ausgeschiedenen Perrhenate und Hexahalorhenate(IV) abfiltriert, mit wenig Wasser gewaschen und an der Luft getrocknet.

Analyse. Komplexometrische Bestimmung des Kobalts in Anwesenheit von Rhenium. Es wurde beobachtet, daß das Rhenium die komplexometrische Bestimmung des Kobalts stört und deshalb muß dieses vor der Titrierung entfernt werden. Zu diesem Zweck eignet sich am besten die chromatographische Methode (Adsorption der $\text{H}_2[\text{ReCl}_6]$ an Anionenaustauscherharzen in R—Cl Form).

20—50 mg Probe werden in einer Epruvette mit 1—2 ml konz. H_2SO_4 und einigen Kristallen von KNO_3 zur Zersetzung der organischen Bestandteile bis zur rotviolettten Farbe erhitzt. Nach Kühlung wird mit Wasser auf 30—40 ml verdünnt, mit 5 ml 10% HCl behandelt und durch eine chromatographische Säule (Amberlit IRA 410-Anionenaustauscherharz in R—Cl-form) durchfließen gelassen. Die saure Lösung wird mit Natriumacetat neutralisiert und in Anwesenheit von Murexid-Indikator und etwas Ammoniaklösung mit 0,01 M EDTA-Lösung titriert.

Der C, H und N- Gehalt der Proben wurden durch die üblichen mikroanalytischen Methoden bestimmt.

Zusammenfassung

Durch doppelte Umsetzungsreaktionen wurden 35 neue normale Komplexsalze der $HReO_4$, $H_2[ReCl_6]$ und $H_2[ReBr_6]$ -säuren mit verschiedenen Komplexkationen von Diacido-tetramin- und Monoacido-pentamin Typ erhalten. Saure Salzen wurden nicht isoliert. Die erhaltenen Komplexsalze wurden durch chemische Analyse und IR-Spektren charakterisiert. Eine neue volumetrische Methode zur Bestimmung des Kobalts in Gegenwart von Rhenium wurde ausgearbeitet.

Literatur

1. YATSIMIRSKI, K. B.: "Termochimia kompleksnih soedinenii", Izdat. Akad. Nauk SSSR, Moskwa, 1961, S. 60.
2. RIPAN, R., VÁRHELYI, Cs ÜRMÖSI, J.: Studii și Cerc. Chim., Acad. RPR, Fil. Cluj., 14, (2) 215 (1963).
3. RIPAN, R., VÁRHELYI, Cs.: Studii și Cerc. Chim., Acad. RPR, Fil. Cluj, 10, (1) 51 (1959).
4. SOÓS, I., VÁRHELYI, Cs., STOICOVICI, E.: Studii și Cerc. Chim., Acad. RPR, Fil. Cluj., 11, (2), 249 (1960).
5. NEUSER, E.: Z. anorg. allg. Chem., 230, 258 (1937).
6. BRISCOE, V. A., ROBINSON, P. L., RUDGE, A. J.: J. Chem. Soc., 1931, 2212.
7. VÁRHELYI, Cs., KÉZSMÁRKY, M., BOROVSKY, É.: Stud. Univ. Babeş—Bolyai, Chem., 4, 47 (1959).
8. NODDACK, I. W.: "Das Rhenium", Leipzig, 1932, S. 52.
9. SCHMIED, H.: Z. anorg. allg. Chem., 212, 192 (1933); TRONEV, V. G., BABASHKINA, T. K.: Zhur. neorg. Khim., 3, 2276 (1958); BABASHKINA, T. K., TRONEV, V. G.: Dokl. Akad. Nauk. SSSR, 152, 100 (1963).
10. LOCK, C. J. L., WILKINSON, G.: Chem. Ind., 1962, 40.
11. VÁRHELYI, Cs., KÖVENDI, S.: J. prakt. Chem., (4), 34, 209 (1966).
12. ZSAKÓ, J., VÁRHELYI, Cs., BLEOCA, S.: Acta Chim. Acad. Sci. Hung., 70, 175 (1971).

Dr. Csaba VÁRHELYI	}	“Babes-Bolyai” Universităt 3400-Cluj-Napoca, Romania H-1521 Budapest
Ákos CZÉGENI		
Magda SOMAY		
Dr. György LIPTAY		