

## Über die Struktur von InOOH

A. NØRLUND CHRISTENSEN und  
S. E. RASMUSSEN*Anorganisch-Chemisches Institut der  
Universität, Aarhus*

R. NEVALD und V. FRANK

*Institut für Elektrophysik der Dänischen  
Technischen Hochschule, Kopenhagen,  
Dänemark*

In einer Zuschrift in den *Naturwissenschaften* haben O. Glemser *et al.*<sup>1</sup> Infrarot- und Protonenresonanzspektren von InOOH und InOOD besprochen und die Lage der Wasserstoffatome diskutiert.

Während eines Besuches von O. Glemser in Aarhus haben wir ihm u.a. einige vorläufige Infrarotspektren von InOOH und InOOD gezeigt und die Lage der O—H-Streckfrequenz in Abhängigkeit vom O—H—O-Abstand, den wir mittels Röntgenstrukturanalyse bestimmt hatten,<sup>2</sup> diskutiert.

Unsere Verbindungen waren durch hydrothermale Synthesen aus In(OH)<sub>3</sub> bzw. In(OD)<sub>3</sub> durch Behandlung mit NaOH—H<sub>2</sub>O bzw. NaOD—D<sub>2</sub>O-Lösungen im Temperaturbereich von 330—380°C dargestellt worden.

Wir haben auf Wunsch von O. Glemser ihm unsere Präparate ausgehändigt, nachdem er angeboten hatte, für uns die Infrarotspektren zu untersuchen und uns diese Resultate zu überlassen. Bis zu O. Glemser's Zuschrift<sup>1</sup> in den *Naturwissenschaften*, haben wir nichts von den uns zugesagten Resultaten gesehen.

Natürlich waren wir selbst auch an der Lage der Protonen in der InOOH-Struktur sehr interessiert; da wir die O. Glemser geliehenen Präparate bis zu seiner Publikation nicht zurückerhalten haben, stellten wir neue Präparate von InOOH und InOOD dar und haben daran das Protonenresonanzspektrum einer Pulverprobe von InOOH gemessen. Diese Messungen bestätigen die von O. Glemser *et al.* angegebenen Messwerte. Weiterhin können wir die Lage der O—H- und O—D-Schwingungsfrequenzen bei Zimmertemperatur bestätigen.

Tabelle 1. 2. Moment (Gauss<sup>2</sup>) der H-Kernresonanzlinie (Z.T.).

	O. Glemser <i>et al.</i> <sup>1</sup>	R. Nevald u. V. Frank
Gemessen	7.62	7.0 ± 0.5
Berechnet für H in der Mitte der Was- serstoffbrücke	7.42	7.55
Absorptionsbanden in den I. R. Spektren bei Z.T.		
	O. Glemser <i>et al.</i> <sup>1</sup>	*
InOOH	2680 cm <sup>-1</sup> 1923 cm <sup>-1</sup>	2680 cm <sup>-1</sup> 1950 cm <sup>-1</sup>
InOOD	2000 cm <sup>-1</sup> 1558 cm <sup>-1</sup>	1970 cm <sup>-1</sup> 1520 cm <sup>-1</sup>

\* Wir verdanken diese Spektren dem Institut für Chemische Physik der Universität Aarhus.

Auch ganz grosse Verschiebungen der Lage der Wasserstoffatome verursachen bei der Berechnung des zweiten Momentes im P.R.-Spektrum nur kleine Änderungen. Die Angaben von O. Glemser *et al.* über die Lage der H-Atome können wir daher bislang weder bestätigen noch widerlegen.

Um eine endgültige Aussage über die H-Positionen zu erhalten, beabsichtigen wir auch noch eine Neutronendiffraktionsuntersuchung durchzuführen.

Die Tabelle 1 zeigt die Übereinstimmung zwischen den verschiedenen Messungen und Berechnungen.

- Schwarzmann, E., Glemser, O. und Marsmann, H. *Naturwiss.* 52 (1965) 344.
- Christensen, A. N., Grønbaek, R. und Rasmussen, S. E. *Acta Chem. Scand.* 18 (1964) 1261.

Eingegangen am 23. Februar, 1966.