

# Zur Koordination unterschiedlicher Hauptgruppenmetalle mit einem speziellen, chelatisierenden Silazan

On the Coordination of Different Main Group Metals with a Special, Chelating Silazane

M. Veith\*, F. Goffing und V. Huch

Institut für Anorganische Chemie der Universität des Saarlandes, D-6600 Saarbrücken

Herrn Prof. Dr. Hans Bock zum 60. Geburtstag gewidmet

Z. Naturforsch. **43b**, 846–856 (1988); eingegangen am 8. Februar 1988

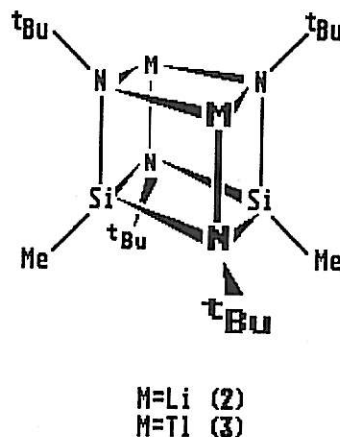
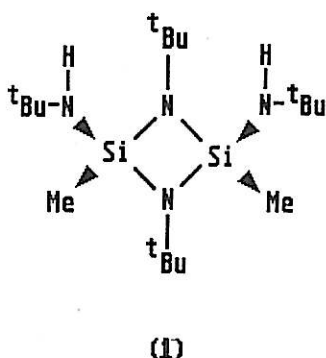
Metal Amides, Molecular Structures, <sup>1</sup>H NMR Spectra, X-Ray, Chelated Metal Atoms

The *cis*-isomer of the silazane H<sub>2</sub>L (**1**) (L = [N<sup>t</sup>Bu][Me]Si(N<sup>t</sup>Bu)<sub>2</sub>Si[Me][N<sup>t</sup>Bu]) has been used as a ligand to main group metals. By displacing the hydrogen atoms of **1** the compounds L(MgMe)<sub>2</sub> (**4**), L(MgCl)<sub>2</sub> (**5**) and L(Li)(InMe<sub>2</sub>) (**6**) have been obtained. According to the <sup>1</sup>H NMR spectra the structures of **4–6** are very similar: a polycyclic, cubane-like Si<sub>2</sub>N<sub>4</sub>M<sub>2</sub> framework results from the special atomic arrangements and from intramolecular Lewis acid-base interactions between the metals M and the nitrogen atoms. Divalent metals and metal-centered groups can also be incorporated into **1**. In the latter case a *seco* norcubane-like polycycle Si<sub>2</sub>N<sub>4</sub>M is produced as confirmed by X-ray structure determinations of LGaMe (**8**) and LSb<sup>+</sup>InCl<sub>4</sub><sup>-</sup> (**11**). LInMe (**7**) and LSn (**9**) seem to adopt the same tricyclic structure as **8**, although the <sup>1</sup>H NMR spectra are not consistent with a rigid molecule (low symmetry), but rather with a fluxional behaviour (high symmetry). When **5** is allowed to react with sodium/naphthalene in THF part of the magnesium is reduced and LMg(THF)<sub>2</sub> (**12**) is formed. An X-ray structure determination of **12** reveals the compound to be only bicyclic with the magnesium atom coordinated by two nitrogen and two THF oxygen atoms.

## Einleitung

Wie wir vor kurzem zeigen konnten, lassen sich die Wasserstoffatome im cyclischen Disiladiazan **1** (von dem auch die entsprechende *trans*-Verbindung bekannt ist [1]) durch die einwertigen Elemente Lithium oder Thallium ersetzen, was zu den cubanartig aufgebauten Molekülen **2** und **3** führt [1].

Die Metallatome in **2** und **3** bieten sich zum Austausch gegenüber anderen elektropositiven Elementen geradezu an. Ein Ziel der vorliegenden Arbeit war es, zu untersuchen, inwieweit Magnesiummethyl oder Magnesiumchlorid die Positionen des Lithiums in **2** einnehmen können. Bei vorsichtiger Umsetzung von **2** mit äquimolaren Mengen eines Metallhaloge-



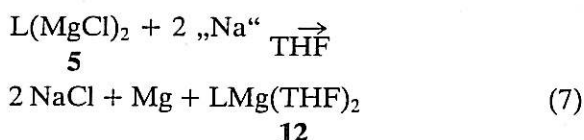
nids sollte es auch möglich sein, nur eines der Lithiumatome zu substituieren und so Polycyclen aufzubauen, die zwei unterschiedliche Metallatome besitzen.

Auch die Substitution der Metallatome in **2** durch ein zweiwertiges Metall oder einen zweiwertigen Me-

\* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. M. Veith.



Man erhält lediglich die Disproportionierungsprodukte **5** und **12** (Gl. (7)).



Wie aus den Analysen und  $^1\text{H-NMR}$ -Spektren zu ersehen ist, enthält **12** noch zwei Tetrahydrofuranmoleküle, die sich unter reduziertem Druck relativ leicht entfernen lassen. Die in Benzol gefundene halbe Molmasse von **12** deutet an, daß ein THF-Molekül in Lösung „abdissoziiert“.

#### $^1\text{H-NMR}$ -Spektren der Metalla-Polycyclen

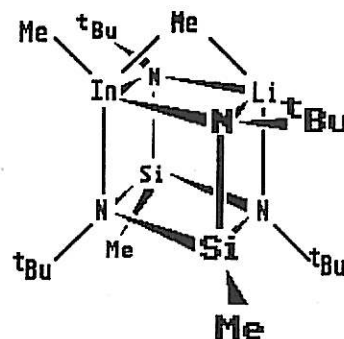
Zur Ermittlung der Strukturen der Verbindungen in Lösung (Benzol, Toluol) nutzten wir die  $^1\text{H-NMR}$ -Spektroskopie. Die Spektren von **4** und **5** enthalten jeweils drei Signale für L (1 Resonanz für die MeSi-Gruppen und zwei Resonanzen für die *t*Bu-Gruppen) und gleichen den Spektren von **2** und **3** [1].

Wir schlagen daher für **4** und **5** eine röntgenstrukturanalytisch für **2** und **3** nachgewiesene [1] cubanartige Struktur vor, mit Magnesiumatomen, die von drei Stickstoffatomen und einem weiteren Ligand (Cl oder  $\text{CH}_3$ ) koordiniert sind.

Das Spektrum des weniger symmetrisch aufgebauten Polycyclus  $\text{L}(\text{InMe}_2)(\text{Li})$  (**6**) zeigt erwartungsgemäß eine größere Anzahl von Resonanzsignalen (vgl. exp. Teil). Von den vier *tert*-Butylgruppen sind je zwei chemisch äquivalent; ebenso ergeben die beiden Methylsilylgruppen ein einziges Signal. Die Dimethylindiumgruppe zeigt im Spektrum zwei Signale, wovon eines sehr breit ist und eine für solche Methylgruppen typische Verschiebung aufweist, die

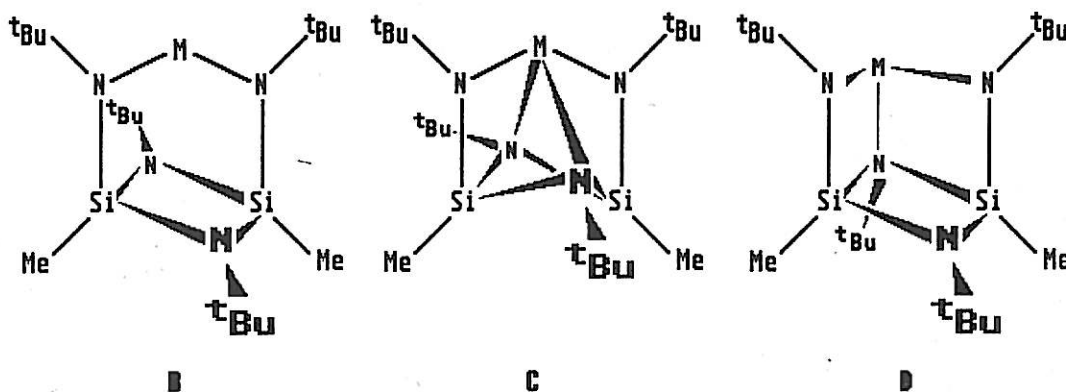
an einer Zwei-Elektronen-Drei-Zentren-Bindung zwischen zwei Metallatomen beteiligt sind (siehe z. B.  $\text{Al}_2\text{Me}_6$  [2]). Aus dem Spektrum muß man für **6** eine  $\text{C}_s(m)$ -Punktsymmetrie ableiten (Formel A).

Nach diesem Strukturvorschlag besteht das Grundgerüst aus einem  $\text{Si}_2\text{N}_4\text{LiIn}$ -Würfel, den diagonal über einer Fläche eine Methylgruppe überspannt.



Die  $^1\text{H-NMR}$ -Spektren von **7**, **8** und **9** ähneln sich alle insofern, als nur zwei Resonanzen für die *tert*-Butylgruppen und eine für die Methylsilylgruppen beobachtet werden (bei **7** und **8** erscheint noch eine zusätzliche Resonanz für die Methylgruppe am Indium bzw. Gallium). Von den möglichen Strukturen **B**, **C** und **D** scheinen demnach die höher symmetrischen **B** und **C** in Frage zu kommen.

Wie wir aus der Strukturanalyse von **8** und derjenigen des zu **9** isoelektronischen Kations  $\text{LSb}^+$  (**11**) entnehmen können (siehe weiter unten), ist im Festkörper ausnahmslos die *seco*-norcubanartige Struktur **D** vorhanden, die im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum eigent-



M = In-Me, Ga-Me, Sn

lich zu drei Resonanzsignalen für die *tert*-Butylgruppen führen sollte. Damit sind die höher symmetrischen Anordnungen **B** und **C** – letzteren Strukturtyp haben wir vor einigen Jahren in der Verbindung  $\text{Sn}_3(\text{N}^t\text{Bu})_2(\text{O}^t\text{Bu})_2$  erstmals gefunden [3] – in Frage zu stellen. Kühlt man eine Lösung von **7**, **8** bzw. **9** in Toluol bis auf  $-80^\circ\text{C}$  ab, so findet man zwar keine Aufspaltung der *tert*-Butyl-Signale, jedoch wird eines der Signale im Gegensatz zum anderen deutlich breiter und besitzt eine 3–5-fache Halbwertsbreite. Wir interpretieren dieses Phänomen mit der Annäherung an einen Koaleszenzpunkt, der aber bei allen drei Verbindungen außerhalb der Meßtemperatur liegt. Die höhere  $\text{mm}(\text{C}_{2v})$ -Symmetrie für **8** (und sehr wahrscheinlich auch für **7** und **9**) im  $^1\text{H}$ -NMR-Lösungsspektrum ist also nur vorgetäuscht und auf eine intramolekulare Dynamik zurückzuführen. Die beiden Stickstoffatome im  $\text{Si}_2\text{N}_2$ -Basisring konkurrieren um das Metallatom in **7**, **8** und **9**, wobei die Bewegung des Metalls gegenüber der  $^1\text{H}$ -NMR-Zeitskala schnell ist. Wegen der Schwerlöslichkeit von **11** in nicht-koordinierenden Lösungsmitteln konnten wir kein NMR-Spektrum erhalten und daher dieses Phänomen für **11** nicht nachweisen.

Die Struktur **B** mit nur dreifach koordinierten Stickstoffatomen kann für **12** sowohl in Lösung ( $^1\text{H}$ -

NMR) als auch im Festkörper (Strukturanalyse) bestätigt werden.

#### Röntgenstrukturbestimmungen an **8**, **11** und **12**

Nach Auswahl geeigneter Einkristalle konnten von **8**, **11** und **12** Röntgenstrukturanalysen durchgeführt werden. Zur groben Bestimmung der Gitterkonstanten und zur Raumgruppenzuordnung wurden Filmaufnahmen herangezogen. Alle wesentlichen Daten zu den Kristallen und zu den Strukturbestimmungen sind in Tab. I zusammengestellt. Die Berechnungen erfolgten mit dem SHELX-System [4] sowie ORTEP [5].  $F_o/F_c$ -Tabellen und anisotrope Temperaturfaktoren sind hinterlegt [6]; die Ortsparameter sind im experimentellen Teil enthalten.

In Abb. 1 ist als Ergebnis der Strukturbestimmung das Molekül **8** dargestellt, das im Kristall in einer dichtesten Molekülpackung [7] vorliegt (Punktsymmetrie  $\text{C}_1(1)$ ). Ga, Si(1), Si(2) und die vier Stickstoffatome N(1–4) bilden in erster Näherung eine secorncubanartige Anordnung von Atomen, wobei N(1), N(3) und Ga recht genau eine Spiegelebene definieren. Wie aus Tab. II zu ersehen, sind die jeweiligen Ga–N- und Si–N-Abstände sehr unterschiedlich und korrelieren mit der „Steilheit“ der Py-

	<b>8</b>	<b>11</b>	<b>12</b>
Kristallsystem	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$\text{P}2_1/c$	$\text{C}2/c$	$\text{P}2_1/n$
Gitterkonstanten [pm, °]	$a = 984,7(5)$ $b = 1500(1)$ $c = 1870(1)$ $\beta = 110,04(8)$	$1514,2(9)$ $1441(1)$ $1551,1(9)$ $112,4(8)$	$1070(1)$ $1638(2)$ $1894(2)$ $93,0(1)$
Zellvolumen [ $10^6 \cdot \text{pm}^3$ ]	2596,5	3128,0	3314,4
Z	4	4	4
$D_x$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,165	1,586	1,081
$\mu(\text{MoK}\alpha)$ [ $\text{cm}^{-1}$ ]	11,29	19,82	1,20
Kristallgröße [mm]	$0,3 \cdot 0,3 \cdot 0,4$	$0,5 \cdot 0,4 \cdot 0,6$	$0,3 \cdot 0,2 \cdot 0,2$
Diffraktometer (Vierkreis)	AED-2 (Siemens), $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator		
$2\theta$ -Meßbereich	3–45	3–45	3–45
Zahl der Reflexe	3306	1934	3227
„unbeob.“ Reflexe ( $\sigma$ -Grenze)	441( $2\sigma$ )	358( $4\sigma$ )	708( $1\sigma$ )
Parameter	281	165	384
Reflexe/Parameter	10,2	9,55	6,65
Strukturlösung	Patterson	– direkte Methoden –	
R-Wert	0,047	0,035	0,127
Gewichtsschema* $k_1$	1,123	1,237	0,498
$k_2$	0,001	0,000484	0,00995

Tab. I. Zusammenstellung der wichtigsten Kenngrößen zur Kristall- und Strukturbestimmung von  $\text{C}_{19}\text{H}_{45}\text{GaN}_4\text{Si}_2$  (**8**),  $\text{C}_{18}\text{H}_{42}\text{Cl}_4\text{InN}_4\text{SbSi}_2$  (**11**),  $\text{C}_{26}\text{H}_{58}\text{MgN}_4\text{O}_2\text{Si}_2$  (**12**).

\*  $W = k_1/(\sigma^2(F) + k_2F^2)$ .



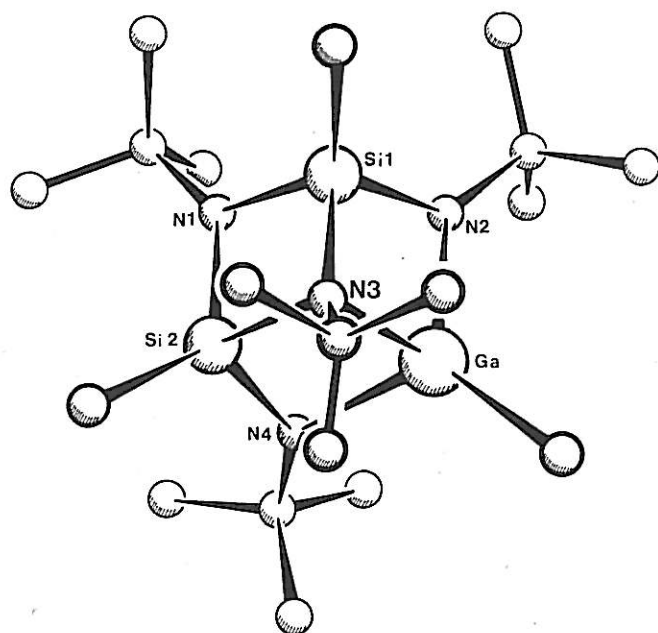


Abb. 1. Molekülstruktur von **8** mit Atombezeichnungen für die Schweratome. Die unbeschrifteten Atome sind Kohlenstoffatome.

ramide um die Stickstoffatome, an die sie gebunden sind. Während N(2) und N(4) trigonal planar koordiniert und damit  $sp^2$ -hybridisiert sind (Winkelsumme =  $359,5^\circ$  bzw.  $360,0^\circ$ ), ist N(1) leicht trigonal pyramidal (Winkelsumme =  $353,7^\circ$ ) und N(3) verzerrt tetraedrisch koordiniert (Winkelsumme der entsprechenden Liganden Si(1), Si(2) und C(3) =  $349,7^\circ$ ). Je flacher die Pyramide, um so kürzer sind die entsprechenden Ga–N- und Si–N-Bindungen [8]. Die gefundenen Abstände Ga–N(2) bzw. Ga–N(4) (Tab. II) sind vergleichsweise kurz [9], Ga–C liegt im erwarteten Bereich [10]. Die gegenüber Ga–N(2,4) deutlich längere Ga–N(3)-Bindung ( $\Delta = 19,15$  pm) läßt erkennen, daß eine Bindungslösung nur geringe Energie beanspruchen sollte, was die Deutung des NMR-Spektrums von **8** unterstützt. Die leicht pyramidale Einstellung der Liganden um das Atom N(1) ist auf sterische Gründe zurückzuführen, wie aus intramolekularen nichtbindenden Abständen (Abstoßung der *tert*-Butylgruppe des Atoms C(1) von den *tert*-Butylgruppen der Atome C(2) und C(4)) folgt.

Dem Polycyclus **8** sehr ähnlich ist das in Verbindung **11** enthaltene Kation (Abb. 2). Das Antimon-

Tab. II. Abstände [pm] und einige ausgewählte Bindungswinkel [°] in der Struktur von **8**.

N(2)–Ga	192,9(3)	C(3)–N(3)	149,1(5)
N(3)–Ga	211,9(3)	C(4)–N(4)	146,0(6)
N(4)–Ga	192,6(4)	C(11)–C(1)	152,5(7)
C(5)–Ga	200,9(4)	C(12)–C(1)	151,5(7)
N(1)–Si(1)	174,4(4)	C(13)–C(1)	151,5(8)
N(2)–Si(1)	169,1(4)	C(21)–C(2)	151,4(8)
N(3)–Si(1)	180,8(3)	C(22)–C(2)	153,3(7)
C(6)–Si(1)	187,7(4)	C(23)–C(2)	152,3(7)
N(1)–Si(2)	175,6(3)	C(31)–C(3)	151,4(7)
N(3)–Si(2)	181,9(4)	C(32)–C(3)	153,3(7)
N(4)–Si(2)	169,9(4)	C(33)–C(3)	152,9(7)
C(7)–Si(2)	186,0(5)	C(41)–C(4)	150,6(7)
C(1)–N(1)	149,2(5)	C(42)–C(4)	152,2(8)
C(2)–N(2)	147,0(6)	C(43)–C(4)	149,9(7)

intramolekulare nichtbindende Abstände:

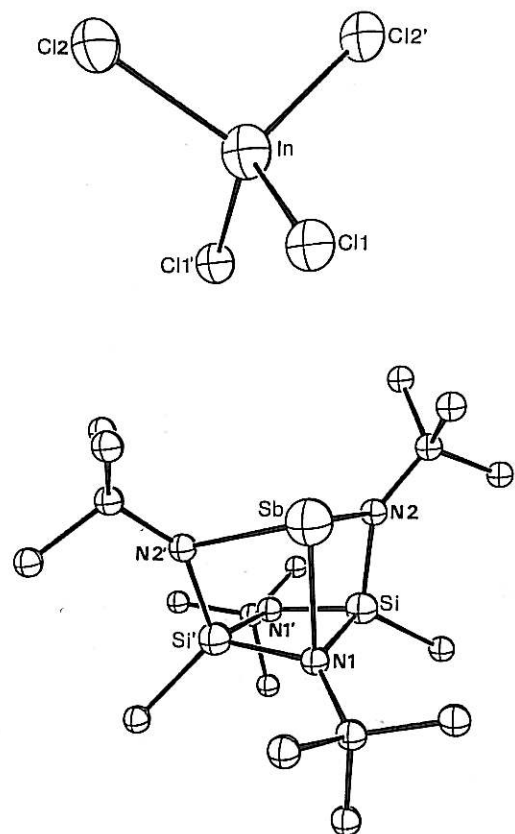
Si(1)···Ga	269,4(1)	Si(2)···Ga	270,5(1)
Si(2)···Si(1)	256,6(2)		

N(3)–Ga–N(2)	78,8(1)	Si(2)–N(1)–Si(1)	94,3(2)
N(4)–Ga–N(2)	114,7(2)	C(1)–N(1)–Si(1)	129,3(3)
N(4)–Ga–N(3)	79,0(1)	C(1)–N(1)–Si(2)	130,1(3)
C(5)–Ga–N(2)	121,4(2)	Si(1)–N(2)–Ga	95,9(2)
C(5)–Ga–N(3)	126,9(2)	C(2)–N(2)–Ga	126,1(3)
C(5)–Ga–N(4)	121,0(2)	C(2)–N(2)–Si(1)	137,5(3)
N(2)–Si(1)–N(1)	117,3(2)	Si(1)–N(3)–Ga	86,3(1)
N(3)–Si(1)–N(1)	86,1(2)	Si(2)–N(3)–Ga	86,4(1)
N(3)–Si(1)–N(2)	94,7(2)	Si(2)–N(3)–Si(1)	90,1(2)
C(6)–Si(1)–N(1)	114,6(2)	C(3)–N(3)–Ga	120,3(3)
C(6)–Si(1)–N(2)	118,1(2)	C(3)–N(3)–Si(1)	130,2(3)
C(6)–Si(1)–N(3)	120,1(2)	C(3)–N(3)–Si(2)	129,4(3)
N(3)–Si(2)–N(1)	85,4(2)	Si(2)–N(4)–Ga	96,3(2)
N(4)–Si(2)–N(1)	116,8(2)	C(4)–N(4)–Ga	127,4(3)
C(7)–Si(2)–N(3)	120,1(2)	C(4)–N(4)–Si(2)	136,3(3)
C(7)–Si(2)–N(4)	118,4(2)		

atom ist fehlgeordnet und nimmt zwei gleichberechtigte Lagen ein (50%), die über die  $C_2$ -Achse der Raumgruppe miteinander verknüpft sind. Das Indiumatom, das als Zentralatom eines  $\text{InCl}_4$ -Tetraeders fungiert, ist genau auf dieser  $C_2$ -Achse platziert. Tauscht man die Positionen des Sb- und In-Atoms aus, so erhöhen sich die Temperaturfaktoren der Atome, der *R*-Wert verschlechtert sich.

Anion  $\text{InCl}_4^-$  und Kation  $\text{LSb}^+$  liegen in der Kristallstruktur von **11** weitgehend isoliert voneinander, was sich aus dem Cl(1)–Sb-Abstand von 435,4(5) pm ablesen läßt. Wie aus Tab. III zu entnehmen, ist das  $\text{InCl}_4^-$ -Anion nahezu ideal tetraedrisch aufgebaut; die gefundenen In–Cl-Abstände sind gut mit denen in  $\text{TlInCl}_4$  (In–Cl = 237(1) pm) [11] bzw.  $\text{Et}_4\text{NInCl}_4$  (In–Cl = 233(2) pm) [12] vergleichbar.

Ähnlich wie bei den entsprechenden Atomen in **8** sind die Abstände Sb–N(2) bzw. Sb–N(2') deutlich



kürzer als Sb–N(1) und Si–N(2) geringer als Si–N(1) bzw. Si–N(1'). Aufgrund der Fehlordnung im seco-norcubanartigen Kation ist allerdings die Korrelation mit der Steilheit in der Stickstoffpyramide nicht zwingend (die Winkelsumme von N(2) beträgt nur 349,9°!). Andererseits sind aber die Abstände zu den dreifach koordinierten Stickstoffatomen immer kürzer als die zu den vierfach koordinierten. Das Antimonatom befindet sich in der Spitze einer trigonalen Pyramide. Die Sb–N-Abstände sind deutlich länger als in  $\text{Me}_2\text{Si}(\text{N}^t\text{Bu})_2\text{SbAlCl}_4$ , in dem Antimon eine 2+1-Koordination besitzt [13]; sie liegen im Bereich von N→Sb-Donorbindungen, wie z. B. in  $\text{SbCl}_3 \cdot \text{N}_2\text{C}_8\text{H}_6$  gefunden (225(1) pm bzw. 232(2) pm) [14].

Im Unterschied zu den beiden seco-norcubanartigen Käfigen in **8** und **11** besitzt das Molekül **12** eine gänzlich andere Struktur, deren wichtigstes Element ein Bicyclus aus den Atomen Mg, Si(1), Si(2) und N(1–4) darstellt (Abb. 3; vergleiche Strukturvor-

Abb. 2. Molekülstruktur von **11**. Gezeichnet ist nur eines der beiden statistisch verteilten Sb-Atome. Die unbeschrifteten Atome sind Kohlenstoffatome.

Cl(1)–In	234,9(2)	C(11)–C(1)	153,3(8)
Cl(2)–In	233,9(2)	C(12)–C(1)	151,6(8)
N(1)–Sb	236,6(6)	C(13)–C(1)	152,3(8)
N(2)–Sb	227,5(7)	C(21)–C(2)	146(1)
N(2')–Sb	225,6(7)	C(22)–C(2)	150(1)
N(1)–Si	175,9(5)	C(23)–C(2)	147(1)
N(1')–Si	177,1(5)		
N(2)–Si	168,1(5)		
C–Si	183,7(5)		
C(1)–N(1)	148,8(7)		
C(2)–N(2)	140,9(7)		

intramolekulare nichtbindende Abstände:

Si...Si'	256,7(3)	Cl(1)...Sb	435,4(5)
N(1)...N(1')	239,6(6)		
Cl(1')–In–Cl(1)	109,3(1)	Si–N(2)–Sb	94,6(3)
Cl(2)–In–Cl(1)	110,6(1)	C(2)–N(2)–Si	145,2(5)
Cl(2')–In–Cl(1)	109,0(1)	C(2)–N(2)–Sb	110,1(4)
Cl(2')–In–Cl(2)	108,4(1)	C(11)–C(1)–N(1)	109,6(5)
N(2)–Sb–N(1)	71,6(2)	C(12)–C(1)–N(1)	108,9(5)
N(2')–Sb–N(1)	71,9(2)	C(13)–C(1)–N(1)	110,0(5)
N(2')–Sb–N(2)	90,4(2)	C(12)–C(1)–C(11)	108,7(5)
N(1')–Si–N(1)	85,5(3)	C(13)–C(1)–C(11)	109,6(6)
N(2)–Si–N(1)	104,3(3)	C(13)–C(1)–C(12)	110,1(5)
N(2)–Si–N(1')	103,7(3)	C(21)–C(2)–N(2)	113(1)
C–Si–N(1)	119,4(3)	C(22)–C(2)–N(2)	109,0(6)
C–Si–N(1')	119,4(3)	C(23)–C(2)–N(2)	108,5(9)
C–Si–N(2)	118,9(3)	C(22)–C(2)–C(21)	113,8(9)
Si–N(1)–Sb	89,4(2)	C(23)–C(2)–C(21)	103(1)
Si'–N(1)–Sb	89,1(2)	C(23)–C(2)–C(22)	108,8(9)
Si'–N(1)–Si	93,3(3)		
C(1)–N(1)–Sb	106,1(4)		
C(1)–N(1)–Si	131,9(4)		
C(1)–N(1)–Si'	131,2(4)		

Tab. III. Bindungsabstände [pm] und -winkel [°] im Ionenpaar **11**.

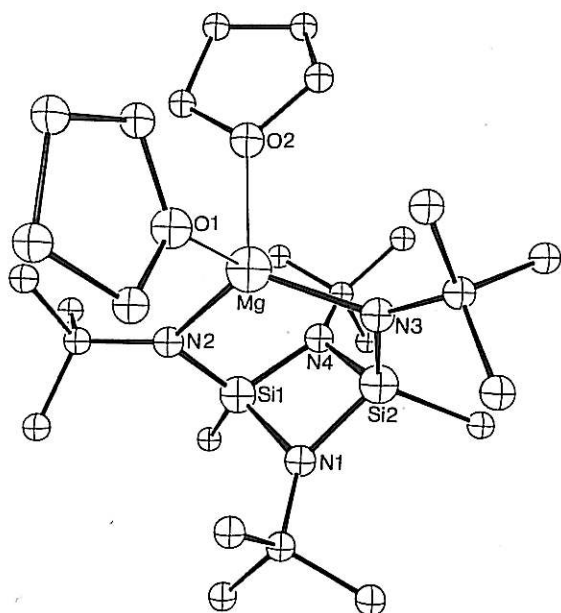


Abb. 3. Molekülstruktur von **12** mit Bezeichnung der wichtigsten Atome (außer Kohlenstoffatome).

schlag **B**). Zwei Moleküle THF koordinieren das Magnesiumatom zusätzlich, so daß eine stark verzerrte tetraedrische Umgebung um das Metallatom resultiert (Tab. IV). Unter Vernachlässigung der Ausrichtung der THF-Moleküle ergibt sich annähernd  $mm(C_{2v})$ -Symmetrie. Alle Stickstoffatome besitzen trigonale, nahezu planare Koordinationen (die Winkelsummen um N(1) und N(4) betragen  $355,6^\circ$ , da die *tert*-Butylgruppen an diesen Atomen von den anderen *tert*-Butylliganden bzw. THF-Molekülen abgestoßen werden; die Winkelsummen an N(2) und N(3) ergeben genau  $360^\circ$ ). Die Abstoßung der Liganden drückt sich auch in dem extrem spitzen O(1)–Mg–O(2)-Winkel von  $88,9(2)^\circ$  aus. Im Unterschied zu den Mg–O- liegen die Mg–N-Abstände in Bereichen, die man aus Strukturbestimmungen an anderen Magnesiumverbindungen kennt ( $[Me_2Si(N^tBu)_2Mg \cdot THF]_2$ : Mg–O =  $204,9(6)$  pm, Mg–N =  $199,3(4)$  pm [15];

N(1)–Si(1)	174,9(7)	O(1)–Mg	213,9(6)
N(2)–Si(1)	166,3(7)	O(2)–Mg	209,1(6)
N(4)–Si(1)	172,2(7)	C(1)–N(1)	149(1)
C(5)–Si(1)	190,9(9)	C(2)–N(2)	149(1)
N(1)–Si(2)	175,3(7)	C(3)–N(3)	149(1)
N(3)–Si(2)	169,1(6)	C(4)–N(4)	148(1)
N(4)–Si(2)	175,2(7)	C(7)–O(1)	146(1)
C(6)–Si(2)	190,2(9)	C(8)–O(1)	145(1)
N(2)–Mg	206,1(6)	C(14)–O(2)	145(1)
N(3)–Mg	204,8(6)	C(15)–O(2)	145(1)

Tab. IV. Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [°] im Molekül **12**.

intramolekulare nichtbindende Abstände:

Si(2) ... Si(1)	253,7(4)	Mg ... Si(1)	283,4(6)
N(4) ... Mg	270,4(6)	Mg ... Si(2)	283,9(6)
N(4) ... N(1)	235,4(9)		
N(2)–Si(1)–N(1)	113,7(3)	Si(2)–N(1)–Si(1)	92,8(3)
N(4)–Si(1)–N(1)	85,4(3)	C(1)–N(1)–Si(1)	131,2(6)
N(4)–Si(1)–N(2)	107,0(3)	C(1)–N(1)–Si(2)	131,6(6)
N(1)–Si(1)–C(5)	112,4(4)	Mg–N(2)–Si(1)	98,6(3)
N(2)–Si(1)–C(5)	118,7(4)	C(2)–N(2)–Si(1)	128,6(5)
N(4)–Si(1)–C(5)	114,8(4)	C(2)–N(2)–Mg	132,8(5)
N(3)–Si(2)–N(1)	114,7(3)	Mg–N(3)–Si(2)	98,4(3)
N(4)–Si(2)–N(1)	84,4(3)	C(3)–N(3)–Si(2)	128,5(5)
N(4)–Si(2)–N(3)	105,7(3)	C(3)–N(3)–Mg	133,1(5)
N(1)–Si(2)–C(6)	111,3(4)	Si(2)–N(4)–Si(1)	93,8(3)
N(3)–Si(2)–C(6)	120,2(4)	C(4)–N(4)–Si(1)	132,2(6)
N(4)–Si(2)–C(6)	114,9(4)	C(4)–N(4)–Si(2)	131,1(6)
N(3)–Mg–N(2)	121,5(3)	C(7)–O(1)–Mg	122,6(5)
O(1)–Mg–N(2)	106,9(3)	C(8)–O(1)–Mg	127,6(6)
O(1)–Mg–N(3)	107,7(3)	C(8)–O(1)–C(7)	109,8(8)
O(2)–Mg–N(2)	113,3(3)	C(14)–O(2)–Mg	124,8(6)
O(2)–Mg–N(3)	113,1(3)	C(15)–O(2)–Mg	126,8(5)
O(2)–Mg–O(1)	88,9(2)	C(15)–O(2)–C(14)	108,3(7)

$C_6H_5MgBr \cdot 2Et_2O$ : Mg–O = 201(4) und 206(4) pm [16];  $NMg_6(NH^tBu)_9$ : Mg–N = 204,3–214,8 pm [17]). Die in **12** gefundenen zu langen Mg–O-Abstände korrelieren mit dem bereits angesprochenen sehr spitzen O(1)–Mg–O(2)-Winkel und mit dem experimentellen Befund, daß sich die THF-Moleküle sehr leicht abspalten lassen (siehe weiter oben).

### Experimenteller Teil

Alle Reaktionen wurden unter Ausschluß von Luft und Feuchtigkeit mit Stickstoff als Schutzgas in Stock'schen Vakuumapparaturen durchgeführt.  $^1H$ -NMR-Spektren, meist Benzollösung,  $\delta$ -Werte,  $i$ -TMS, wurden auf einem Gerät Bruker WP 80/Aspect 2000 (80 MHz), Massenspektren auf einem Finnigan-MAT 311 (70 eV) und IR-Spektren auf einem PE-IC 597 erhalten. C-, H-, N-Analysen erhielten wir vom Mikroanalytischen Laboratorium Beller, Göttingen. Für die Röntgenbeugungsaufnahmen verwendeten wir Weissenberg-Kameras der Firma Stoe, Darmstadt, und Precession-Kameras der Firma Huber, Rimsting.

*1,3,5,7-Tetra-tert-butyl-2,4,6,8-tetramethyl-1,3,5,7-tetraazonia-2,8-disila-4 $\lambda^4$ ,6 $\lambda^4$ -dimagnesia-pentacyclo[4.2.0.0 $^{2,5}$ .0 $^{3,8}$ .0 $^{4,7}$ ]-octan (4)*

Eine Lösung von 2,39 g (6,21 mmol) des Dilithiumsalzes **2** [1] in 20 ml Benzol versetzt man mit einer Lösung von 2,07 g (12,42 mmol) Methylmagnesiumiodid [18] in 20 ml Diethylether. Nach 3 h Erhitzen unter Rückfluß wird der Ether abkondensiert und die verbleibende Lösung weitere 6 h gekocht. Abfiltrieren des Lithiumiodids und Abdestillieren des Lösungsmittels ergeben ein festes Rohprodukt, das durch Sublimation im Vakuum gereinigt wird.

$C_{20}H_{48}MgN_4Si_2$  (4) (449,41)

Farblose Kristalle (löslich in Hexan, Benzol, Diethylether), Sdp.: 110 °C/0,001 Torr, Ausbeute: 2,04 g (73%), Fp.: 183 °C/Zersetzung. Molmasse (kryoskopisch in Benzol): 453 g/mol.  $^1H$ -NMR: –0,59 (6H, Mg–CH<sub>3</sub>), 0,60 (6H, Si–CH<sub>3</sub>), 1,13 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,34 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm.

Ber. C 53,45 H 10,77 Mg 10,82 N 12,47,  
Gef. C 53,30 H 10,39 Mg 11,10 N 12,60.

*1,3,5,7-Tetra-tert-butyl-2,8-dimethyl-4,6-dichloro-1,3,5,7-tetraazonia-2,8-disila-4 $\lambda^4$ ,6 $\lambda^4$ -dimagnesia-pentacyclo[4.2.0.0 $^{2,5}$ .0 $^{3,8}$ .0 $^{4,7}$ ]-octan (5)*

Zu einer Lösung von 2,92 g (6,5 mmol) der Bis(methylmagnesium)verbindung **4** in 20 ml Benzol

tröpfelt man unter Rühren eine Lösung von 2,21 g (13 mmol) Siliciumtetrachlorid in 10 ml Benzol, wobei ein feinkörniger, farbloser Niederschlag ausfällt. Die Suspension wird 3 h bei R.T. gerührt und danach werden Lösungsmittel und gebildete Methylchlorosilane abdestilliert. Der verbleibende Rückstand (3,12 g  $\cong$  98%) kann aus Benzol umkristallisiert oder durch Sublimation gereinigt werden.

$C_{18}H_{42}Cl_2Mg_2N_4Si_2$  (5) (490,25)

Farblose Kristalle, löslich in THF oder heißem Benzol, Sdp.: 110 °C/0,001 Torr, Ausbeute: 2,7 g (85%), Fp.: 250 °C/Zersetzung. Massenspektrum: Peak höchster Masse:  $m/z = 477$ , ber. für  $(M-CH_3)^+$  ( $C_{17}H_{39}^{37}Cl_2^{24}Mg_2N_4^{28}Si_2$ ).  $^1H$ -NMR: 0,53 (6H, Si–CH<sub>3</sub>), 1,10 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,38 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm.

Ber. C 44,10 H 8,64 Cl 14,46 Mg 9,92 N 11,43,  
Gef. C 45,02 H 8,70 Cl 13,88 Mg 9,68 N 11,00.

*1,3,5,7-Tetra-tert-butyl-2,2,4,6-tetramethyl-1,3,5,7-tetraazonia-4,6-disila-2 $\lambda^5$ -inda-8 $\lambda^3$ -lithiapentacyclo[4.2.0.0 $^{2,5}$ .0 $^{3,8}$ .0 $^{4,7}$ ]-octan (6)*

Eine Suspension von 956 mg (5,3 mmol) Dimethylindiumchlorid [19] in 20 ml Toluol versetzt man bei –78 °C mit einer Lösung von 2,04 g (5,3 mmol) der Dilithiumverbindung **2** [1] in 20 ml Toluol und läßt auf R.T. erwärmen. Nach 12 h Rühren wird vom ausgefallenen Lithiumchlorid abfiltriert und die verbleibende Lösung im Vakuum eingengt. Es fallen farblose Kristalle aus, die aus Toluol umkristallisiert werden.

$C_{20}H_{48}InLiN_4Si_2$  (6) (522,56)

Farblose Kristalle, löslich in Benzol, Toluol und Diethylether, Ausbeute: 1,94 g (70%), Fp.: 170 °C. Molmasse (kryoskopisch in Benzol): 518 g/mol.  $^1H$ -NMR: –0,24 ( $w_{1/2} = 124$  Hz, 3H, In–CH<sub>3</sub>), 0,35 (3H, In–CH<sub>3</sub>), 0,63 (6H, Si–CH<sub>3</sub>), 0,99 (9H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,33 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,39 (9H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm.

Ber. C 45,97 H 9,26 In 21,97 Li 1,33 N 10,72,  
Gef. C 45,91 H 9,09 In 21,63 Li 1,15 N 10,77.

*2,4,6,7-Tetra-tert-butyl-1,3,5-trimethyl-2,4,6-triaza-7-azonia-1,5-disila-3 $\lambda^4$ -inda-tricyclo[3.1.1.0 $^{3,7}$ ]-heptan (7)*

Methode a): In eine Suspension von 1,45 g (8,04 mmol) Dimethylindiumchlorid [19] in 5 ml Benzol/5 ml Diethylether tröpfelt man eine Lösung von 1,54 g (4 mmol) des Dilithiumsalzes **2** [1] in 10 ml Benzol und rührt anschließend noch 12 h.



Beim Abkondensieren des Ethers fällt weiteres Lithiumchlorid aus. Es wird abfiltriert, verbleibendes Lösungsmittel abdestilliert und der Rückstand sublimiert (Ausbeute: 1,9 g (95%)).

*Methode b):* Analog zur Darstellung von **8** durch Umsetzung von **2** mit Methylindiumdichlorid [20]. Ausbeute: 85%.

$C_{19}H_{45}InN_4Si_2$  (**7**) (500,59)

Farblose Kristalle, löslich in Benzol, Hexan, Diethylether, Sdp.: 80 °C/0,001 Torr, Fp.: 235 °C. Molmasse (kryoskopisch in Benzol): 505 g/mol. Massenspektrum: Peak höchster Masse:  $m/z = 485$ , ber. für  $(M-CH_3)^+$  ( $C_{18}H_{42}^{115}InN_4^{28}Si_2$ ).  $^1H$ -NMR (Toluol): 0,39 (3H, In-CH<sub>3</sub>), 0,60 (6H, Si-CH<sub>3</sub>), 1,29 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,30 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm. Bei -80 °C wird das Signal bei  $\delta = 1,29$  deutlich breiter.

Ber.	C 45,59	H 9,06	In 22,94	N 11,19
Gef.	C 45,82	H 9,00	In 22,72	N 11,22

*2,4,6,7-Tetra-tert-butyl-1,3,5-trimethyl-2,4,6-triaza-7-azonia-1,5-disila-3 $\lambda^4$ -galla-tricyclo[3.1.1.0<sup>3,7</sup>]-heptan* (**8**)

Eine Lösung von 1,15 g (2,99 mmol) der Dilitiumverbindung **2** [1] in 15 ml Benzol wird tropfenweise mit einer Lösung von 465 mg (2,99 mmol) Methylgalliumdichlorid [21] in 5 ml Benzol versetzt und 12 h gerührt. Nach Abfiltrieren des Lithiumchlorids und Abdestillieren des Lösungsmittels wird der Rückstand durch Sublimation gereinigt.

$C_{19}H_{45}GaN_4Si_2$  (**8**) (455,59)

Farblose Kristalle, löslich in Benzol, Hexan, Diethylether, Sdp.: 85 °C/0,001 Torr, Ausbeute: 1,25 g (92%), Fp.: 315 °C/Zersetzung.  $^1H$ -NMR: 0,36 (3H, Ga-CH<sub>3</sub>), 0,62 (6H, Si-CH<sub>3</sub>), 1,26 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,33 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm. IR (Benzol komp., Wellenzahlen (cm<sup>-1</sup>): 2960 (s), 1380 (m), 1360 (m), 1255 (m), 1220 (s), 1085 (s), 1015 (w), 890 (s), 840 (s), 740 (w).

Ber.	C 50,10	H 9,96	Ga 15,31	N 12,30
Gef.	C 50,28	H 9,97	Ga 15,72	N 11,92

*2,4,6,7-Tetra-tert-butyl-1,5-dimethyl-2,4,6-triaza-7-azonia-1,5-disila-3 $\lambda^3$ -stanna-tricyclo[3.1.1.0<sup>3,7</sup>]-heptan* (**9**)

Zu einer Aufschlammung von 380 mg (2 mmol) Zinn(II)chlorid in 5 ml Benzol tropft man eine Lösung von 769 mg (2 mmol) des Dilitiumsalzes **2** in 10 ml Benzol und rührt 36 h bei R.T. Beim Eintropfen färbt sich die Lösung intensiv gelb. Es wird vom Lithiumchlorid abfiltriert und die resultierende klare orange Lösung im Vakuum eingengt. Der subli-

mierte Rückstand wird anschließend aus Toluol umkristallisiert.

$C_{18}H_{42}N_4Si_2Sn$  (**9**) (489,43)

Blaßgelbe Kristalle, löslich in Benzol und Diethylether, Sdp.: 72 °C/0,001 Torr, Ausbeute: 675 mg (69%), Fp.: 230 °C/Zersetzung.  $^1H$ -NMR: 0,56 (6H, Si-CH<sub>3</sub>), 1,27 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,38 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ppm. Bei -80 °C Verbreiterung des Signals bei 1,27 ppm.

Ber.	C 44,17	H 8,65	N 11,45	Sn 24,25
Gef.	C 45,74	H 9,05	N 10,56	Sn 23,70

*2,4,6,7-Tetra-tert-butyl-1,5-dimethyl-2,4,6-triaza-7-azonia-1,5-disila-3 $\lambda^4$ -stiba-tricyclo[3.1.1.0<sup>3,7</sup>]-heptyltetrachloroindat* (**11**)

Zu einer Lösung von 1,06 g (2,76 mmol) der Dilitiumverbindung **2** in 10 ml Benzol fügt man unter Rühren zunächst eine Suspension von 0,61 g (2,76 mmol) Indiumtrichlorid in 5 ml Diethylether und kocht 4 h unter Rückfluß. Anschließend fügt man 0,63 g (2,76 mmol) Antimontrichlorid in Benzol hinzu (alternativ kann man auch so verfahren, daß zunächst Antimontrichlorid und dann Indiumchlorid zugesetzt werden). Es entsteht ein farbloser Niederschlag, der über eine Fritte abgetrennt wird, und eine Emulsion. Nach Abkondensieren der Lösungsmittel kristallisiert das verbleibende Öl in mikrokristallinen, hellgelben Nadeln.

$C_{18}H_{42}Cl_4InN_4SbSi_2$  (**11**) (749,12)

Hellgelbe Kristalle, schwer löslich auch in polaren Lösungsmitteln, Ausbeute: 1,84 g (89%), Fp.: 275 °C/Zersetzung. Massenspektrum: Peak höchster Masse:  $m/z = 756$ , ber. für  $(M)^+$  ( $C_{18}H_{42}^{37}Cl_4^{115}InN_4^{123}Sb^{28}Si_2$ ) und andere Kombinationen von Isotopen.

Ber.	C 28,86	H 5,65	Cl 18,93	In 15,33	N 7,48	Sb 16,25
Gef.	C 28,85	H 6,01	Cl 18,76	In 15,08	N 7,51	Sb 16,00

*2,4,6,7-Tetra-tert-butyl-3-bis(tetrahydrofuran)-1,5-dimethyl-2,4,6,7-tetraaza-1,5-disila-3 $\lambda^4$ -magnesiatriacyclo[3.1.1]-heptan* (**12**)

Zu einer Lösung von 3,05 g (6,22 mmol) **5** in 50 ml Tetrahydrofuran gibt man bei -78 °C im Laufe von 5 h eine Lösung von 1,88 g (12,44 mmol) Naphthalin-Natrium [22] in 30 ml Tetrahydrofuran. Man rührt noch 2 h bei dieser Temperatur und entfernt dann das Kühlbad. Der gebildete graue Niederschlag, der nach röntgenographischen Pulveraufnahmen ein Gemisch aus Kochsalz und Magnesium darstellt, wird von der rotbraunen Lösung abfiltriert. Im Vakuum wird die Lösung eingengt und der Rückstand zur Entfernung des Naphthalin bei 40 °C/

0,001 Torr 3 h belassen. Zur Reinigung wird aus THF umkristallisiert.

$C_{26}H_{58}MgN_4O_2Si_2$  (12) (539,25)

Farblose Kristalle, löslich in Benzol und THF, Ausbeute: 1,84 g (55%), Fp.: 168 °C/Zersetzung. Molmasse (kryoskopisch in Benzol): 278 g/mol (Dissoziation eines THF!). Massenspektrum: Peak höchster Masse:  $m/z = 379$ , ber. für  $(M-2THF)^+$  ( $C_{18}H_{42}^{24}MgN_4^{28}Si_2$ ).  $^1H$ -NMR: 0,86 (6H, Si-CH<sub>3</sub>), 1,44 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 1,47 (m; 8H, -CH<sub>2</sub>-), 1,50 (18H, C(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 3,61 (m; 8H, -O-CH<sub>2</sub>-) ppm.

Ber. C 57,91 H 10,84 Mg 4,51 N 10,39,  
Gef. C 54,18\* H 10,39\* Mg 4,96\* N 11,36\*.

Ergebnis der Röntgenstrukturanalysen

In Tab. V sind die Ortskoordinaten der Atome in den Kristallstrukturen von **8**, **11** und **12** zusammen-

\* Die zu niederen Werte für C und H und die zu hohen für Mg und N sind auf Verlust von THF zurückzuführen. Bei Verlust eines THF-Moleküls errechnen sich folgende Werte: Ber.: C 56,56, H 10,79, Mg 5,13, N 11,99.

Tab. V. Die Ortskoordinaten (in Klammern Standardabweichungen) und der Parameter des Debye-Waller-Faktors für die Atome der asymmetrischen Einheit der Kristallstrukturen von **8**, **11** und **12**. Die B-Werte des Temperaturfaktors  $\exp(-B \sin^2\theta/\lambda^2)$  bei den schweren Atomen wurden aus den  $u_{ij}$ -Werten [6] nach Hamilton [23] berechnet.

Atom	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	B [10 <sup>6</sup> pm <sup>2</sup> ]
<b>Verbindung 8:</b>				
Ga	0,25122(5)	0,35413(3)	0,07071(3)	3,46(4)
Si(1)	0,4022(1)	0,27209(8)	0,20202(6)	3,06(7)
Si(2)	0,2930(1)	0,17581(8)	0,08263(6)	3,01(8)
N(1)	0,3149(4)	0,1697(3)	0,1797(2)	3,2(2)
N(2)	0,2984(4)	0,3646(3)	0,1792(2)	3,4(2)
N(3)	0,4270(4)	0,2641(3)	0,1109(2)	2,9(2)
N(4)	0,1598(4)	0,2438(3)	0,0276(2)	3,6(2)
C(1)	0,2277(6)	0,1205(3)	0,2186(3)	4,0(3)
C(11)	0,2101(9)	0,0250(4)	0,1893(4)	6,9(5)
C(12)	0,3099(7)	0,1197(5)	0,3038(3)	5,9(4)
C(13)	0,0820(7)	0,1647(5)	0,2031(4)	6,6(5)
C(2)	0,2363(6)	0,4298(4)	0,2186(3)	4,4(3)
C(21)	0,0734(8)	0,4307(6)	0,1843(5)	8,5(6)
C(22)	0,289(1)	0,5237(4)	0,2085(5)	8,0(6)
C(23)	0,2841(9)	0,4107(5)	0,3035(3)	7,2(5)
C(3)	0,5595(6)	0,2779(5)	0,0914(3)	4,6(4)
C(31)	0,6273(7)	0,3674(5)	0,1218(4)	6,2(5)
C(32)	0,6694(7)	0,2028(5)	0,1268(4)	6,7(5)
C(33)	0,5171(7)	0,2745(5)	0,0034(3)	5,9(4)
C(4)	0,0183(6)	0,2318(4)	0,9687(3)	4,3(3)
C(41)	0,0311(8)	0,2456(9)	-0,1084(3)	11,3(7)
C(42)	-0,0467(9)	0,1409(5)	-0,0266(5)	9,6(6)

Tab. V. (Fortsetzung)

Atom	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>	B [10 <sup>6</sup> pm <sup>2</sup> ]
C(43)	-0,0871(6)	0,2969(5)	-0,0187(4)	7,3(5)
C(5)	0,2386(6)	0,4620(3)	0,0048(3)	3,7(3)
C(6)	0,5634(6)	0,2733(4)	0,2924(3)	4,7(3)
C(7)	0,3317(7)	0,0711(4)	0,0397(3)	5,3(4)
<b>Verbindung 11:</b>				
In	0,0000(0)	0,67980(5)	0,2500(0)	5,31(6)
Sb	0,59119(5)	0,78499(5)	0,33625(5)	3,52(5)
Si	0,5491(1)	0,6350(1)	0,1984(1)	3,32(9)
Cl(1)	0,1213(2)	0,5856(2)	0,3525(2)	9,2(2)
Cl(2)	-0,0653(2)	0,7747(2)	0,3329(2)	9,1(2)
N(1)	0,5727(3)	0,6223(4)	0,3180(4)	5,7(4)
N(2)	0,5608(5)	0,7494(4)	0,1847(5)	8,1(6)
C	0,6025(5)	0,5531(5)	0,1415(5)	5,5(5)
C(1)	0,6546(4)	0,5807(4)	0,3958(4)	4,6(4)
C(11)	0,6562(6)	0,6174(5)	0,4892(5)	6,9(6)
C(12)	0,6422(5)	0,4762(4)	0,3936(5)	5,5(5)
C(13)	0,7481(5)	0,6055(5)	0,3859(7)	7,0(6)
C(2)	0,6004(5)	0,8174(4)	0,1449(5)	5,1(5)
C(21)	0,530(1)	0,882(1)	0,085(1)	18(2)
C(22)	0,658(1)	0,7706(7)	0,098(1)	12(1)
C(23)	0,6637(9)	0,877(1)	0,220(1)	18(2)
<b>Verbindung 12:</b>				
Si(1)	0,1754(4)	0,1953(2)	0,0498(2)	3,9(2)
Si(2)	0,2810(3)	0,3330(2)	0,0674(2)	3,7(2)
Mg	0,3667(4)	0,2051(2)	0,1588(2)	3,3(2)
N(1)	0,2682(9)	0,2593(6)	0,0003(5)	3,3(5)
N(2)	0,2569(9)	0,1264(6)	0,0975(5)	3,4(5)
N(3)	0,4052(8)	0,3209(5)	0,1253(5)	2,6(5)
N(4)	0,1578(8)	0,2791(6)	0,1032(5)	3,6(5)
C(1)	0,348(2)	0,2418(8)	-0,0601(7)	5,0(8)
C(11)	0,275(2)	0,188(1)	-0,1123(7)	8(1)
C(12)	0,381(2)	0,322(1)	-0,0936(7)	7(1)
C(13)	0,462(1)	0,198(1)	-0,0340(8)	6,1(9)
C(2)	0,245(1)	0,0358(7)	0,0960(6)	3,8(7)
C(21)	0,341(2)	-0,0044(8)	0,1473(9)	7(1)
C(22)	0,115(2)	0,010(1)	0,1216(8)	7(1)
C(23)	0,257(2)	0,0002(9)	0,0224(7)	5,9(9)
C(3)	0,509(1)	0,3792(8)	0,1431(7)	4,0(7)
C(31)	0,454(2)	0,459(1)	0,172(1)	8(1)
C(32)	0,602(1)	0,340(1)	0,1970(8)	5,7(9)
C(33)	0,576(2)	0,400(1)	0,0767(9)	7(1)
C(4)	0,053(1)	0,3070(9)	0,1451(7)	4,9(8)
C(41)	0,098(2)	0,370(1)	0,1994(9)	7(1)
C(42)	-0,053(2)	0,345(1)	0,099(1)	9(1)
C(43)	-0,003(1)	0,237(1)	0,1822(9)	7(1)
C(5)	0,026(1)	0,161(1)	-0,0018(8)	5,8(9)
C(6)	0,238(2)	0,4386(9)	0,0321(9)	7(1)
O(1)	0,5414(9)	0,1446(6)	0,1816(4)	4,9(5)
C(7)	0,626(2)	0,123(1)	0,1270(7)	5,6(9)
C(8)	0,595(2)	0,119(1)	0,2503(8)	7(1)
C(9)	0,719(2)	0,066(1)	0,162(1)	9(1)
C(10)	0,708(2)	0,072(2)	0,239(1)	11(2)
O(2)	0,3318(8)	0,1993(5)	0,2663(4)	4,0(4)
C(14)	0,357(2)	0,2646(9)	0,3167(9)	5,9(9)
C(15)	0,272(2)	0,133(1)	0,3023(8)	7(1)
C(16)	0,268(2)	0,251(1)	0,3727(7)	6(1)
C(17)	0,252(3)	0,164(1)	0,374(1)	9(1)

gestellt. Alle Rechnungen wurden auf der Micro-VAX des Instituts für Anorganische Chemie durchgeführt.

Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie für die uns gewährte finanzielle Unterstützung.

- [1] M. Veith, F. Goffing und V. Huch, *Chem. Ber.*, im Druck.
- [2] T. B. Stanford und K. L. Henold, *Inorg. Chem.* **14**, 2426 (1975).
- [3] M. Veith und W. Frank, *Angew. Chem.* **96**, 163 (1984); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **23**, 158 (1984).
- [4] G. M. Sheldrick, Program for Crystal Structure Determination, Univ. of Cambridge, England (1976).
- [5] C. K. Johnson, ORTEP-II, Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794 (1971).
- [6] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 53120, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [7] A. I. Kitaigorodskii, *Organic Chemical Crystallography*, Consultants Bureau, New York (1961).
- [8] M. Veith, *Acta Crystallogr.* **B31**, 678 (1975).
- [9] H. D. Hausen, F. Gerstner und W. Schwarz, *J. Organomet. Chem.* **145**, 227 (1978).
- [10] V. I. Bregadze, N. G. Furmanova, L. M. Golubinskaya, O. Y. Kompan und Y. T. Struchkov, *J. Organomet. Chem.* **192**, 1 (1980).
- [11] V. P. Spiridonov, Yu. A. Brezgin und M. I. Shakhparonov, *Zh. Strukt. Khim.* **13**, 320 (1972).
- [12] J. Trotter, F. W. B. Einstein und D. G. Tuck, *Acta Crystallogr.* **B25**, 603 (1969).
- [13] M. Veith und B. Bertsch, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, im Druck.
- [14] A. Lipka und H. Wunderlich, *Z. Naturforsch.* **35b**, 1548 (1980).
- [15] M. Veith, W. Frank, F. Töllner und H. Lange, *J. Organomet. Chem.* **326**, 315 (1987).
- [16] G. D. Stucky und R. E. Rundle, *J. Am. Chem. Soc.* **86**, 4825 (1964).
- [17] G. Dozzi, G. Del Piero, M. Cesari und S. Cucinella, *J. Organomet. Chem.* **190**, 229 (1980).
- [18] J. E. Callen, C. A. Dornfeld, G. H. Coleman, *Org. Synth., Coll. Vol. III*, 26 (1955).
- [19] H. D. Hausen, K. Merz, E. Veigel und J. Weidlein, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **410**, 156 (1974).
- [20] H. C. Clark und A. L. Pickard, *J. Organomet. Chem.* **8**, 427 (1967).
- [21] H. Schmidbaur und W. Findeis, *Chem. Ber.* **99**, 2187 (1966).
- [22] L. Horner und H. Güsten, *Liebigs Ann. Chem.* **652**, 99 (1962).
- [23] W. C. Hamilton, *Acta Crystallogr.* **12**, 609 (1959).

Ei

S

zäh

Ko

kö

Sa

wi

cat

auc

cya

ter

im

Er

Da

[N

sch

KN

6 N

res

be

NE

we

fü

—

\* :

Ve

09: