

tung^[13] läßt sich 5 regioselektiv zu 8 funktionalisieren (65%). Die Kupplung der so gewonnenen heterocyclischen Molekülhälfte von 1 mit dem Naphthalinteil – intermolekular nur mit sehr niedriger Ausbeute möglich^[4] – geschieht intramolekular, nachdem die beiden Kupplungspartner zuvor über eine Hilfsbrücke verknüpft worden sind. Hierfür eignet sich besonders eine Estergruppe wie in 9. Der dazu erforderliche difunktionelle Naphthalin-Baustein 7 ist aus dem Dibromid 6^[4] einfach zugänglich (74%) und läßt sich glatt mit dem Isochinolin 8 zu 9 verestern (86%).

Die intramolekulare Arylkupplung, die mit der von uns früher verwendeten Benzylether-Hilfsbrücke photochemisch auch in einfacheren Fällen^[4] bestenfalls mit 15% Ausbeute ablief, führt bei 9 unter Pd^{II}-Katalyse in sehr zufriedenstellender Ausbeute (49%) und mit erstaunlich hoher Regioselektivität^[16] zu den Helicen-ähnlichen, schwer trennbaren atropisomeren Lactonen 10 und 11. Dabei wird das Diastereomer 10, dessen Konfiguration der von Ancistrocladin 1 entspricht, bevorzugt gebildet. Die reduktive Spaltung der Hilfsbrücke liefert die atropisomeren Alkohole 12 und 14 (95%), die sich – bedingt durch die CH₂OH-Gruppe am Naphthalinteil – ungewöhnlich einfach chromatographisch trennen lassen (*R_f* von 12 = 0.26, *R_f* von 14 = 0.23; CHCl₃/MeOH = 100/7, Kieselgel). Schoonende Desoxygenierung und *N*-Deblockierung überführt 12 in 1 [91%, *Fp* = 261°C, $[\alpha]_D^{20} = -23$ (*c* = 0.16, MeOH)], chromatographisch und spektroskopisch identisch mit authentischem Ancistrocladin^[17]. Die analoge Umwandlung von 14 über 15 liefert Hamatin 16 [90%, *Fp* = 250°C, $[\alpha]_D^{20} = +68$ (*c* = 0.04, CHCl₃)^[17]], das natürliche Atropisomer^[18] von 1. Der bei der Arylkupplung von 9 erreichte Atropisomerenüberschuß entspricht von der Größenordnung her dem Mengenverhältnis, in dem diese beiden Alkaloide in den Pflanzen vorkommen.

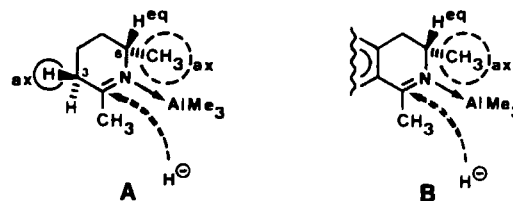
Basierend auf der hier vorgestellten ersten Totalsynthese von Ancistrocladin 1 sollten andere verwandte Naphthylisochinolin-Alkaloide beliebiger absoluter und relativer Konfigurationen – für pharmakologische Untersuchungen, aber auch zur Strukturaufklärung – gezielt hergestellt werden können.

Eingegangen am 20. Mai,
veränderte Fassung am 1. August 1986 [Z 1782/1783]

- [1] a) T. R. Govindachari, P. C. Parthasarathy, *Tetrahedron* 27 (1971) 1013; b) T. R. Govindachari, K. Nagarajan, P. C. Parthasarathy, T. G. Rajagopalan, H. K. Desai, G. Kartha, S. Lai Chen, K. Nakanishi, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, 1974, 1413.
- [2] M. Shamma: *The Isoquinoline Alkaloids*, Academic Press, New York 1972, S. 501.
- [3] Übersichtsarbeiten: a) T. R. Govindachari, P. C. Parthasarathy, *Heterocycles* 7 (1977) 661; b) G. Bringmann (The Naphthyl Isoquinoline Alkaloids) in A. Brossi (Hrsg.): *The Alkaloids*, Band 29. Academic Press, New York, im Druck, S. 141; c) in: *35 Jahre Fonds der Chemischen Industrie, 1950–1985*, Verband der Chemischen Industrie, Frankfurt 1985, S. 151.
- [4] G. Bringmann, J. R. Jansen, *Tetrahedron Lett.* 25 (1984) 2537.
- [5] Zur Synthese von Arylpropanonen vgl. a) S. Ahmad, W. B. Whalley, D. F. Jones, *J. Chem. Soc. C* 1971, 3590; b) H. B. Hass, A. G. Susie, R. L. Heider, *J. Org. Chem.* 15 (1950) 8.
- [6] G. Bringmann, J. R. Jansen, *Heterocycles* 24 (1986) 2407.
- [7] G. Bringmann, *Liebigs Ann. Chem.* 1985, 2126.
- [8] a) F. Weinges, G. Graab, *Chem. Ztg.* 94 (1970) 728; b) D. E. Nichols, C. F. Barfknecht, D. B. Rusterholz, *J. Med. Chem.* 16 (1973) 480; c) G. Knupp, A. W. Frahm, *Arch. Pharm. (Weinheim, Ger.)* 318 (1985) 535, zit. Lit.
- [9] Nicht nur 1, sondern alle Naphthylisochinolin-Alkaloide, deren Struktur bisher eindeutig aufgeklärt werden konnte, weisen an C-3 des Isochinolinteils (*S*)-Konfiguration auf, vgl. [3].
- [10] ¹H-NMR-spektroskopisch bestimmte Enantiomerenreinheit von 3 als Amid der (*S*)-2-Methoxy-2-trifluormethylphenyllessigsäure >93%, bei einem *ee*-Wert von 94% für das eingesetzte Phenylethylamin. Zur Deri-

vatisierung vgl. J. A. Dale, H. S. Mosher, *J. Am. Chem. Soc.* 95 (1973) 512, zit. Lit.

- [11] K. Maruoka, H. Yamamoto, *Angew. Chem.* 97 (1985) 670; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 668, zit. Lit.
- [12] Ähnlich hohe Diastereomerenüberschüsse waren zuvor bei der Reduktion von Tetrahydropyridinen mit LiAlH₄/AlMe₃ erreicht worden (siehe [11]). Als Ursache war dort der Angriff von „H⁺“ zum einen möglichst homosynplanar zur axialen CH₃-Gruppe an C-6 (gestrichelt eingekreist) und zum anderen möglichst antiperiplanar zum axialen H-Atom an C-3 (eingekreist) des durch die Al-Komplexierung in die Konformation A gezwungenen Tetrahydropyridinrings diskutiert worden. Da im Dihydroisochinolin-System B C-3 nicht mehr sp³-hybridisiert ist, fällt hier der zweitgenannte Einfluß weg, so daß nicht von vornherein mit so erfreulich hohen Diastereomerenüberschüssen zu rechnen war.



Andererseits sind die Ergebnisse stereoelektronisch in Einklang mit Befunden an Iminiumsalzen (und damit kationischen Systemen), vgl. P. Deslongchamps: *Stereoelectronic Effects in Organic Chemistry*, Pergamon Press, Oxford 1983, Kap. 6.

- [13] Zur selektiven Etherspaltung bei mehrfach methoxylierten Isochinolinen, vgl. u. a. A. Brossi, S. Teitel, *Helv. Chim. Acta* 53 (1970) 1779; R. W. Gray, A. S. Dreiding, *ibid.* 63 (1980) 315.
- [14] Für ähnliche Kupplungsreaktionen, aber mit wesentlich einfacheren Arenen, vgl. D. E. Ames, A. Opalko, *Tetrahedron* 40 (1984) 1919.
- [15] G. Bringmann, S. Schneider, *Synthesis* 1983, 139.
- [16] Die hier nicht beobachtete, ebenfalls mögliche 7-1'-Kupplung würde zum Strukturtyp des Ancistrocladins führen, vgl. [3].
- [17] 1 und 16, aus *Ancistrocladus hamatus* isoliert, dienen als authentische Vergleichssubstanzen. Für das Pflanzenmaterial danken wir Frau Dr. G. Reisch und Herrn Prof. Dr. Dr. J. Reisch, Institut für Pharmazeutische Chemie der Universität Münster, sowie Herrn Prof. Dr. A. A. L. Gunatillaka, University of Peradeniya, Sri Lanka.
- [18] T. R. Govindachari, P. C. Parthasarathy, T. G. Rajagopalan, H. K. Desai, K. S. Ramachandran, E. Lee, *Indian J. Chem.* 13 (1975) 641.

Formale Insertion des HCO⁺-Fragments in die Metall-Methylidin-Bindung eines dreikernigen Clusters: Synthese, Struktur und Reaktivität von Cluster-gebundenem Ethinol**

Von K. Peter C. Vollhardt* und Matthias Wolfgruber

Ein kürzlich erschienener Bericht über den Nachweis von Ethinol (Hydroxyacetylen) in der Gasphase^[1] veranlaßt uns, die Isolierung dieses üblicherweise instabilen Moleküls als Ligand eines dreikernigen Cobaltclusters bekanntzugeben. Ethinol bildet sich durch die neuartige formale Insertion des Hydroxymethylidin-Kations HO–C:⁺ in eine Cobalt-Methylidin-Bindung; das isoelektronische NO⁺ reagiert analog^[2].

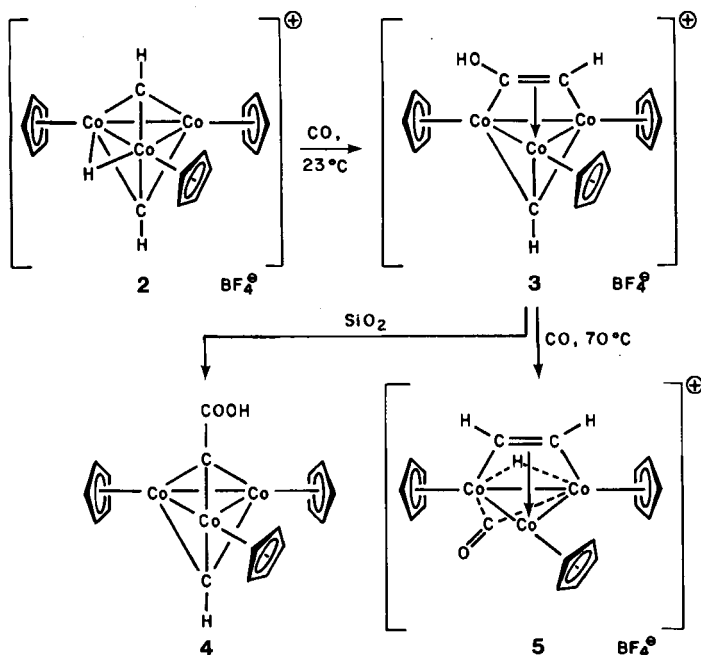
Bei Zugabe von HBF₄·OEt₂ zu einer Aufschlammung des Clusters 1^[3] in CH₂Cl₂ änderte sich die Farbe sofort von rot nach hellgrün, und 1 ging vollständig in Lösung. Auf Zusatz von Pentan fiel der kantenprotonierte^[4] Cluster 2 (94%)^[5] aus, der ein einziges ¹³C-NMR-Signal (CD₂Cl₂) bei δ = 87.61 (Methylidin-C-Signal nicht beobachtet) und

* Prof. Dr. K. P. C. Vollhardt, Dr. M. Wolfgruber
Department of Chemistry, University of California
and the Materials and Molecular Research Division
Lawrence Berkeley Laboratory
Berkeley, CA 94720 (USA)

** Diese Arbeit wurde von der National Science Foundation (CHE 8504987) gefördert. K. P. C. V. ist Miller Research Professor in Residence (1985–1986). M. W. erhielt ein Stipendium des Deutschen Akademischen Austauschdienstes (1984–1985). Die Röntgen-Strukturanalyse wurde vom Institutskristallographen Dr. F. J. Hollander durchgeführt.

drei ^1H -NMR-Signale (CD_2Cl_2 , -90°C) bei $\delta = -27.49$ (s, 1 H), 4.99 (s, 15 H) und 16.79 (s, 2 H) zeigte. Daß alle Cp-Protonen nur ein Signal ergeben, beruht entweder auf einer zufälligen Übereinstimmung oder auf einer Fluktuation um die Tricobalt-Einheit^[4].

$[(\mu_3\text{-}\eta^1\text{-CH})_2(\text{CpCo})_3]$ **1**, $\text{Cp} = \eta^5\text{-C}_5\text{H}_5$



$[(\mu_3\text{-}\eta^1\text{-CCO}_2\text{CH}_3)(\mu_3\text{-}\eta^1\text{-CH})(\text{CpCo})_3]$ **6**

Während **1** gegenüber CO bei Raumtemperatur völlig inert ist, wird **2** glatt carbonyliert (23°C , 55 bar, CH_2Cl_2 , 97%). Dabei entsteht eine neue Verbindung, die als Ethinolkomplex **3** formuliert wird^[5]. Die Zusammensetzung von **3** wird durch Elementaranalyse bestätigt. Das ^1H -NMR-Spektrum ($[\text{D}_6]\text{Aceton}$) zeigt Signale bei $\delta = 22.18$ (C–H der intakten Methylidyngruppe), 11.16 (OH, durch Deuteriumaustausch zugeordnet), 10.38 (C–H des neuen Liganden) und 5.10 (s, 15 H, Cp). Es überrascht nicht^[2], daß der Alkinligand fluktuiert und die Cp-Protonen nur ein einziges Signal ergeben. Das ^{13}C -NMR-Spektrum (CD_3NO_2) zeigt Signale bei $\delta = 197.52$ und 124.25 (Ethinol-C-Atome) sowie 87.69 (Cp); ein Methylidin-C-Signal konnte nicht beobachtet werden. IR- (KBr): $\tilde{\nu} = 3380$ (br.), 1419, 1266, 1070, 985, 840 cm^{-1} und Massenspektrum [charakteristische Fragmente bei m/z 426 ($M^+ - \text{H}$, 68%) und 398 ($M^+ - \text{HCO}$, 66%)] sind in Einklang mit der Struktur **3**, die durch Röntgen-Strukturanalyse (Abb. 1) gesichert wurde^[6].

Der Alkinolligand in **3** ist parallel^[7] zu einer Co–Co-Bindung angeordnet und wie erwartet gedehnt und gewinkelt^[8]. Seine Bildung durch Kupplung des Methylidinliganden mit HOC^\oplus könnte mit anderen säurevermittelten Methylidin-CO-Kupplungen verwandt sein, die als grundlegende Schritte der Fischer-Tropsch-Synthese von Kohlenwasserstoffen aus CO und H_2 interessieren^[9]. Wir haben diese Protonierungs-Carbonylierungs-Sequenz auch bei anderen Bis(methylidin)-Clustern vom Typ **1** beobachtet.

Beim Versuch der Chromatographie an Silicagel wurde **3** in niedriger Ausbeute zur Säure **4** oxidiert^[10], die wir unabhängig aus dem Cluster **6** (durch Alkinspaltung erhalten^[3]) herstellten, und zwar durch Hydrolyse (1.

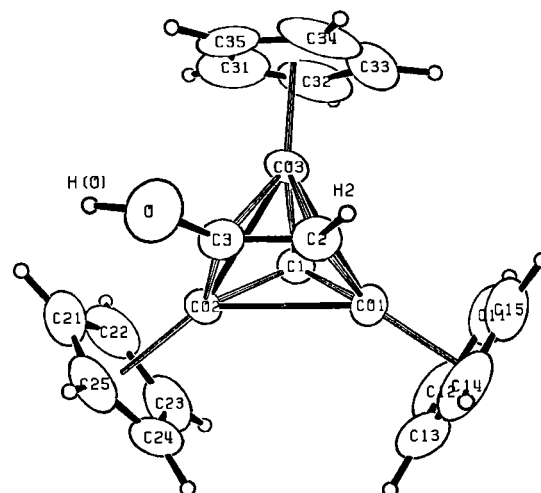


Abb. 1. ORTEP-Zeichnung der Struktur des Kations von **3** im Kristall (Ellipsoide mit 50% Wahrscheinlichkeit). H-Atome wurden nicht verfeinert und sind durch willkürliche Kugeln wiedergegeben. H(O) und H2 wurden durch Differenz-Fourier-Synthese lokalisiert. Alle anderen H-Atome sind in idealisierten Positionen eingesetzt. Ausgewählte Bindungslängen [Å] und Winkel [$^\circ$]: C2–C3 1.368(4), C2–H2 1.11, O–H(O) 1.02, Co1–C2 1.881(3), Co2–C3 1.886(3), Co3–C2 1.993(3), Co3–C3 2.036(3), Co1–Co2 2.501(1), Co1–Co3 2.392(1), Co2–Co3 2.435(1), Co1–C1 1.834(3), Co2–C1 1.830(3), Co3–C1 1.874(3), Co1–Cp1 1.695, Co2–Cp2 1.701, Co3–Cp3 1.677; Co1–C2–C3 108.1(2), Co1–C2–H2 131.2, C3–C2–H2 119.0, Co3–C3–C2 106.9(2), Co2–C3–O 128.1, C2–C3–O 123.6(3), C3–O–H(O) 107.8.

$\text{HBF}_4 \cdot \text{OEt}_2$, 2. H_2O ; 94%). Bei Behandlung von **3** mit CO bei 70°C (CH_2Cl_2 , 16 bar, 5 h, 73%) fand eine Umlagerung zu **5** statt, an der formal eine CO-Abspaltung aus dem Liganden und eine Kupplung zweier Methylidinliganden beteiligt sind! Das IR-Spektrum von **5** (KBr) ($\tilde{\nu} = 1845 \text{ cm}^{-1}$) weist auf eine CO-Brücke hin; das Massenspektrum stimmt mit dem von **3** überein, und im ^1H -NMR-Spektrum ($[\text{D}_6]\text{Aceton}$) [$\delta = 9.18$ (s, 2 H, Ethin-H), 5.49 (s, 10 H, 2 Cp), 5.41 (s, 5 H, Cp)] fehlt ein Signal für ein Methylidin-H-Atom. Das Hydrid-Signal konnte nicht gefunden werden. Im ^{13}C -NMR-Spektrum (CD_3NO_2) traten Signale bei $\delta = 161.02$ (CO), 149.14 (Ethin), 91.48 und 87.52 (Cp) auf. Die Elementaranalyse und die zusätzlichen IR-Banden bei 1000–1150 cm^{-1} ^[11] stützen die Formulierung von **5** als BF_4^- -Salz. Ein verwandter Rhodiumkomplex ist bekannt^[12]. Die Umwandlung von **3** in **5** ist analog zur baseinduzierten NO-Abspaltung mit CH/CH-Kupplung der verwandten NO-Insertionsprodukte von **1**^[2].

Eingegangen am 5. Mai,
veränderte Fassung am 11. Juli 1986 [Z 1759]

- [1] a) B. van Baar, T. Weiske, J. K. Terlouw, H. Schwarz, *Angew. Chem.* 98 (1986) 275; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 25 (1986) 282; b) komplexiertes Ethinol ist als Zwischenstufe postuliert worden: E. Boyar, A. J. Deeming, S. E. Kabir, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1986, 577.
- [2] A. Goldhaber, K. P. C. Vollhardt, E. C. Walborsky, M. Wolfgruber, *J. Am. Chem. Soc.* 108 (1986) 516.
- [3] J. R. Fritch, K. P. C. Vollhardt, *Angew. Chem.* 92 (1980) 570; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 19 (1980) 559.
- [4] D. E. Van Horn, K. P. C. Vollhardt, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1982, 203.
- [5] Alle isolierten neuen Verbindungen wurden vollständig charakterisiert.
- [6] Monoklin, $P2_1/n$, $a = 9.7371(6)$, $b = 12.0361(9)$, $c = 15.7240(17)$ Å, $\beta = 91.246(7)^\circ$, $V = 1842.4(5)$ Å³, $Z = 4$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.85 \text{ g cm}^{-3}$, $\mu_{\text{ber.}} = 27.1 \text{ cm}^{-1}$, $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung (Graphit-Monochromator); $3^\circ \leq 2\theta \leq 45^\circ$; 2703 Reflexe, davon 2108 unabhängig mit $F_0 > 3\sigma(F^2)$; $R = 0.0329$, $R_w = 0.0532$. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-51991, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

- [7] A. D. Clauss, J. R. Shapley, C. N. Wilker, R. Hoffmann, *Organometallics* 3 (1984) 619.
- [8] Siehe M. R. Churchill, J. C. Fetting, J. B. Keister, R. F. See, J. W. Ziller, *Organometallics* 4 (1985) 2112, zit. Lit.; Übersicht siehe E. Sappa, A. Tiripicchio, P. Braunstein, *Coord. Chem. Rev.* 65 (1985) 219.
- [9] Ausgewählte neuere Arbeiten siehe D. C. Brower, K. R. Birdwhistell, J. L. Templeton, *Organometallics* 5 (1986) 94; J. Hriljac, D. F. Shriver, *ibid.* 4 (1985) 2225; M. J. Sailor, D. F. Shriver, *ibid.* 4 (1985) 1476; K. R. Birdwhistell, T. L. Tonker, J. L. Templeton, *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 4474; S. J. Holmes, R. R. Schrock, M. R. Churchill, H. J. Wasserman, *Organometallics* 3 (1984) 476; F. R. Kreißl, W. J. Sieber, M. Wolfgruber, J. Riede, *Angew. Chem.* 96 (1984) 618; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 640; F. R. Kreißl, W. Sieber, M. Wolfgruber, *ibid.* 95 (1983) 503 bzw. 22 (1983) 493; *Angew. Chem. Suppl.* 1983, 631; M. R. Churchill, H. J. Wasserman, *Inorg. Chem.* 22 (1983) 41.
- [10] 4: Rotes Pulver; m/z 442 (M^+ , 39%), 189 (100); $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ = 18.92 (s, 1 H), 10.00 (br. s, 1 H), 4.55 (s, 15 H); ^1R (KBr): $\bar{\nu}$ = 3300–2500 (br.), 1636, 1264, 808 cm^{-1} .
- [11] K. Richter, E. O. Fischer, C. G. Kreiter, *J. Organomet. Chem.* 122 (1976) 187.
- [12] R. S. Dickson, C. Mok, G. Pain, *J. Organomet. Chem.* 166 (1979) 385.

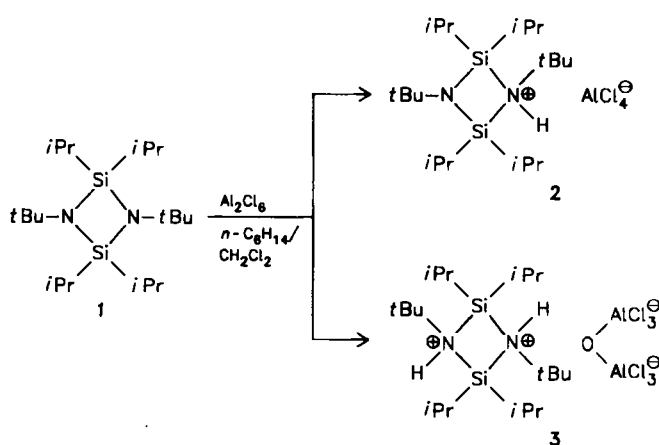
Cyclodisilazan-Kationen – Synthese und Kristallstruktur**

Von Ursula Kliebisch, Uwe Klingebiel*, Dietmar Stalke
und George M. Sheldrick

Das Stickstoffatom in Silicium-Stickstoff-Verbindungen ist fast immer planar umgeben und zeigt kaum basische Eigenschaften^[1,2]; Addukte – die häufig weiterreagieren und deswegen nicht isoliert werden können – bilden sich nur mit sehr starken Lewis-Säuren. Protonierte Silazane sind unseres Wissens noch nicht nachgewiesen worden.

Bei Reaktionen von Aluminiumtrihalogeniden mit Silazanen wurden bisher zwei Hauptziele verfolgt: Erstens die Synthese von Aluminasilazanen^[3–5] und zweitens die Synthese von Verbindungen mit dreifach koordiniertem Silicium^[6–8]. Die Stabilisierung von Silicium-Yliden durch Adduktbildung mit Aluminiumtrihalogeniden^[8] veranlaßte uns, Reaktionen von Cyclosilazanen mit Al_2Cl_6 zu untersuchen.

Wird das Cyclodisilazan **1**^[9] mit Al_2Cl_6 in *n*-Hexan/Dichlormethan (10:3 v/v) erhitzt, so tritt nach Abkühlung eine Phasentrennung auf. Durch Einengen der Dichlormethanphase werden die Salze **2** und **3** als Feststoffe erhalten: Monoprotoniertes **1** mit AlCl_4^- als Gegenion^[10] bzw. diprotoniertes **1** mit dem neuartigen Dianion



[*] Prof. Dr. U. Klingebiel, U. Kliebisch, D. Stalke,
Prof. G. M. Sheldrick
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert.

$^-\text{Cl}_3\text{Al}-\text{O}-\text{AlCl}_3^-$ **3** als Gegenion^[11]. Durch mehrmaliges Kristallisieren aus *n*-Hexan/Dichlormethan wird **3** in Form röntgentauglicher Kristalle abgetrennt. **3** bildet sich offenbar unter Beteiligung von Spuren Wasser bei der Umsetzung und/oder Aufarbeitung des Reaktionsgemisches^[12].

1 reagiert in Abwesenheit von Dichlormethan nicht mit Al_2Cl_6 und kann unzersetzt zurückgewonnen werden; demnach fungiert CH_2Cl_2 wahrscheinlich als Reaktant. Abbauprodukte von Dichlormethan wurden nicht nachgewiesen. Die Beständigkeit von Salzen wie **2** und **3** kann auf die kinetische Stabilisierung durch die großen Substituenten zurückgeführt werden.

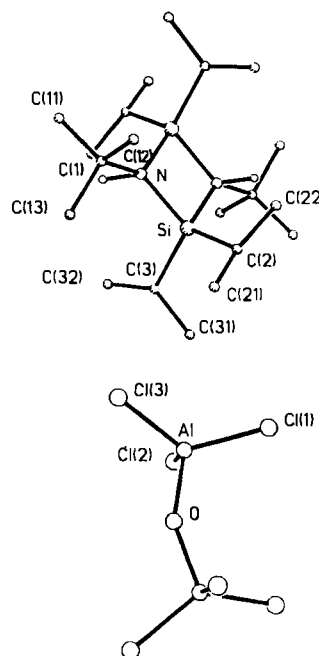


Abb. 1. Struktur von **3** im Kristall. Stoe-Siemens-AED-Diffraktometer mit graphitmonochromatisierter $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 71.069$ pm) bei Raumtemperatur; Kristallgröße: $0.46 \times 0.46 \times 0.77$ mm³; 4652 Reflexe mit $7^\circ < 2\theta < 50^\circ$, davon 1640 symmetrieunabhängige mit $F > 4\sigma(F)$. Die Struktur wurde mit direkten Methoden gelöst. Alle Nicht-H-Atome wurden anisotrop verfeinert. Die neun H-Atome der *tert*-Butylgruppen wurden geometrisch positioniert (C-H-Abstand: 96 pm, H-C-H-Winkel: 109.9° , $U(\text{H}) = 1.5 U_{\text{eq}}(\text{C})$, $U_{\text{eq}}(\text{C}) = 1/3$ (Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors)). Bei den H-Atomen der sekundären C-Atome der Isopropylgruppen wurde ebenso verfahren, nur daß hier gilt: $U(\text{H}) = 1.2 U_{\text{eq}}(\text{C})$. Das H-Atom am Stickstoff konnte auch in einer Hochwinkelverfeinerung mit anschließender Differenz-Fourier-Synthese nicht eindeutig lokalisiert werden. In der Verfeinerung blieben sie daher unberücksichtigt. In der Abbildung wurden sie entsprechend ihrer idealen Geometrie positioniert. – Raumgruppe C_2/c , $Z = 4$, $a = 1482.5(2)$, $b = 1247.9(4)$, $c = 1866.7(3)$ pm, $\beta = 98.63(2)^\circ$, $\mu(\text{MoK}\alpha) = 0.64$ mm⁻¹, $R = 0.055$, $R_w = 0.054$ ($w^{-1} = (\sigma^2(F) + 0.0002 F^2)$). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52105, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Wie die ^{29}Si -NMR-Spektren von **1** ($\delta = 7.44$)^[9], **2** ($\delta = 30.05$) und **3** ($\delta = 30.84$) zeigen, sind die Si-Atome in **2** und **3** stark entschirmt. Die ^{15}N -NMR-Resonanzen von **2** und **3** treten im Bereich quartärer Ammoniumsalze auf. Die Si–N-Bindungen sind in **1** (174.7 pm)^[9] bedeutend kürzer als in **3** (179.2 pm), d. h. sie sind aufgrund der sp^3 -Hybridisierung des Stickstoffs geschwächt. Die Existenz der Protonen am Stickstoff ist ^{15}N - und ^1H -NMR-spektroskopisch gesichert. Jede der N–C-Bindungen bildet mit der $(\text{SiN})_2$ -Ringebeine einen Winkel von 16.8° . Diese ungewöhnliche Konfiguration am Stickstoff deutet auf Protonierung hin.