

Abb. 1. a) Struktur von **1** im Kristall (ohne fehlgeordnetes THF). Wichtige Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$]: Cu-S 2.231(2), Cu-S(B) 2.186(2), Cu-N 2.077(7), Cu-Cu(A) 2.828(1); N-Cu-S 101.6(2), S(B)-Cu-N 129.3(2), S-Cu-S(B) 128.4(1), C1-S-Cu 107.5(3), Cu(A)-S-C1 109.9(3), Cu-S-Cu(A) 79.63(7). Das Molekül hat eine kristallographische dreizähnige Drehachse. Pfeile deuten die linksgängige Anordnung der „Chelat-Arme“ an. b) Kalottenmodell von **1** mit Blick auf die „offene“ S₃-Seite.

Moleköl ist chiral. Die CH(Me)NMe₂-Gruppe des Liganden bildet eine linksgängige Schraube, in der die C-Methylgruppe axial zum Arylring angeordnet ist^[5]. Eine „rechtsgängige Schraube“ als Gegenstück konnten wir NMR-spektroskopisch nicht entdecken. Vermutlich ist diese Konformation – mit äquatorialer C-Methylgruppe – sterisch ungünstig.

Die Struktur von **1** im Kristall, in der alle Liganden äquivalent sind, scheint der Hauptkomponente in Lösung bei tiefer Temperatur zu entsprechen. Die unsymmetrische Verbindung, die mit der Hauptkomponente bei höherer Temperatur im Gleichgewicht steht, ist höchstwahrscheinlich ebenfalls trimer. Wir nehmen an, daß durch Inversion der Konfiguration an einem Schwefelatom die entsprechende Phenylgruppe in eine axiale Position relativ zum Cu₃S₃-Ring gerät. Diese Diastereomerisierung, die man ¹H-NMR-spektroskopisch beobachtet, verläuft wahrscheinlich intramolekular, denn weder die kryoskopisch in Benzol bestimmte Molmasse noch das bei tiefen Temperaturen ¹H-NMR-spektroskopisch ermittelte Isomerenverhältnis sind konzentrationsabhängig. Bei Thioethern^[6] ist die postulierte S-Inversion bekannt, bei d¹⁰-Metallthiolaten jedoch neu. Die vorgeschlagene unsymmetrische Struktur weist Analogien zu [B₃(SR)₃]^[7] auf.

Verbindung **1** ist das erste charakterisierte Metallthiophenolat mit einer chelatbildenden Gruppe in *ortho*-Position. Dank dieser Gruppe konnte sich ein neutraler, trimerer, isolierbarer Kupfer(I)-thiophenolat-Komplex bilden – dies ist beachtlich, da neutrale Spezies dieses Typs selten sind und Trimere bisher unbekannt waren^[1]. Weil die Positionen der Schwefel- und Stickstoffatome relativ zueinander fixiert sind, könnte man **1** als chiralen dreizähnigen Schwefelliganden verwenden; achirale Analoga sind z. B. Thio-[9]krone-3-Verbindungen^[8]. Weiterhin prüfen wir, ob sich **1** als chirales Templat zur Synthese von Cupraten höherer Ordnung eignet^[9].

Arbeitsvorschrift

1: Eine Mischung von 4.38 g (30.6 mmol) Cu₂O und 7.73 g (42.6 mmol) 2-(R)-1-(Dimethylamino)ethylthiophenol in 100 mL Ethanol wurde in einer N₂-Atmosphäre 20 h unter Rückfluß erhitzt. Man filtrierte überschüssiges Cu₂O ab und dampfte das Filtrat im Vakuum ein. Der zurückbleibende gelbe Feststoff wurde wie folgt umkristallisiert: In einem 3-L-Dewargefäß, das zunächst mit 68°C warmem Wasser gefüllt war, ließ man eine gesättigte THF-Lösung des Feststoffs während zwei Tagen von 68 auf 14°C abkühlen. Man erhielt 8.03 g (78%) **1**·THF als schwachgelbe Nadeln vom Fp=148°C. Solvensfreies **1** entstand durch Auflösen der Kristalle des Solvats in Pentan und Entfernung des Lösungsmittels im Vakuum.

Eingegangen am 19. Oktober 1988 [Z 3016]

- [1] J. R. Nicholson, I. L. Abrahams, W. Clegg, C. D. Garner, *Inorg. Chem.* 24 (1985) 1092, zit. Lit.
- [2] 1: ¹H-NMR (200.13 MHz, C₆D₅CD₃, 358 K): δ = 7.53 (d, J = 7 Hz, 1H; o-H_{ar}), 6.5–6.9 (m; 3H, H_{ar}), 3.10 (q, J = 6 Hz, 1H; CH), 2.02 (s, 6H; N(CH₃)₂), 1.35 (d, J = 6 Hz, 3H; α -CH₃). ¹H-NMR (200.13 MHz, C₆D₅CD₃, 223 K); C₁-Konformer: δ = 7.62 (d, J = 7 Hz, 1H; o-H_{ar}), 6.80 (dd, 1H; m-H_{ar}), 2.57 (q, J = 6 Hz, 1H; CH), 1.86 (d, J = 6 Hz, 3H; α -CH₃); C₁-Konformer: δ = 8.04 (d, J = 7 Hz, 1H; o-H_{ar}), 7.63 (d, J = 7 Hz, 1H; o-H_{ar}), 7.49 (d, J = 7 Hz, 1H; o-H_{ar}), 6.76 (dd, 1H; m-H_{ar}), 6.87 (dd, 1H; m-H_{ar}), 6.65 (dd, 1H; m-H_{ar}), 4.48 (q, J = 6 Hz, 1H; CH), 0.63 (d, J = 6 Hz, 3H; α -CH₃), 2.63 (q, J = 6 Hz, 1H; CH), 1.76 (d, J = 6 Hz, 3H; α -CH₃), 2.50 (q, J = 6 Hz, 1H; CH), 0.72 (d, J = 6 Hz, 3H; α -CH₃). Unabhängig von der Symmetrie des Gesamt moleküls und unter der Voraussetzung, daß die Cu¹-N-Koordination in der NMR-Zeitskala stabil ist, sind die NMe-Gruppen wegen der Chiralität des benzyliischen C-Atoms diastereotop [10].
- [3] 1: Raumgruppe P_{6_3} , a = 13.743(1), c = 11.248(1) Å, V = 1839.8(3) Å³, 100 K, Z = 2, ρ_{ber} = 1.451 g cm⁻³, μ = 19.8 cm⁻¹; Enraf-Nonius-CAD4 (MoK_α, Zr-Filter); 1448 Reflexe mit $I \geq 2.5\sigma(I)$ wurden benutzt. Die Struktur wurde mit Standard-Patterson- und Fourier-Methoden (SHELX-76) gelöst und mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate bis R = 0.054, R_w = 0.067 [$w = 1/\sigma^2(F)$; 140 Parameter] verfeinert. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, University Chemical Laboratory, Lensfield Road, Cambridge CB2 1EW (England), unter Angabe des Literaturzitats angefordert werden.
- [4] I. G. Dance, M. L. Scudder, L. J. Fitzpatrick, *Inorg. Chem.* 24 (1985) 2547.
- [5] G. van Koten, J. G. Noltes, *J. Am. Chem. Soc.* 101 (1979) 6593.
- [6] a) K. G. Orrell, V. Šík, C. H. Brubaker, B. McCulloch, *J. Organomet. Chem.* 276 (1984) 267; b) E. W. Abel, S. K. Bhargava, K. G. Orrell, A. W. G. Platt, V. Šík, T. S. Cameron, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1985, 345.
- [7] S. Pollitz, F. Zettler, D. Forst, H. Hess, *Z. Naturforsch. B* 31 (1976) 897.
- [8] H. J. Küppers, A. Neves, C. Pomp, D. Ventur, K. Wieghardt, B. Nuber, J. Weiss, *Inorg. Chem.* 25 (1986) 2400; M. T. Ashby, D. L. Lichtenberger, *ibid.* 24 (1985) 636.
- [9] Nach vorläufigen Untersuchungen kann der neuartige Komplex MeLi·**1** die Methylgruppe in einer 1,4-Addition auf Chalcon PhCH=CHC(O)Ph (30% ee) übertragen. Als erstes Beispiel einer gemischten Organo-thiolato-kupfer-Verbindung aus [CuC≡C-*t*Bu]_n und [Cu₃(SC₆H₄[CH₂NMe₂-o])₃] wurde [Cu₆(SC₆H₄[CH₂NMe₂-o])₄(C≡C-*t*Bu)] kürzlich charakterisiert.
- [10] G. van Koten, J. T. B. H. Jastrzebski, J. G. Noltes, W. M. G. F. Pontengel, J. Kroon, A. L. Spek, *J. Am. Chem. Soc.* 100 (1978) 5021.

(*t*BuSiP)₄ – das erste Silaphosphacuban**

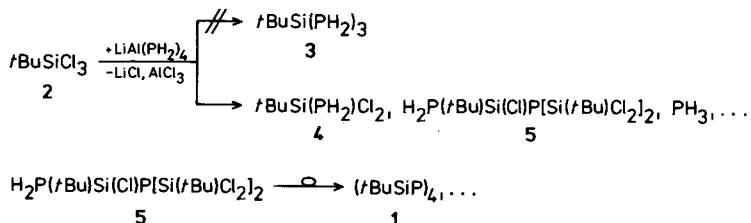
Von Marianne Baudler*, Guido Scholz,
Karl-Friedrich Tebbe und Magda Fehér

Phosphor-Silicium-Heterocyclen mit unterschiedlichen Ringgerüsten sind bereits in größerer Zahl bekannt^[1,2]. Ein Silaphosphan mit Cuban-Struktur ist jedoch noch nicht beschrieben worden. Wir haben jetzt mit *closo*-Tetrakis(*tert*-butylsilylphosphan) **1** das erste Silaphosphacuban gefunden und berichten hier über die unerwartete Bildung und bemerkenswerte Molekülgeometrie dieser Verbindung.

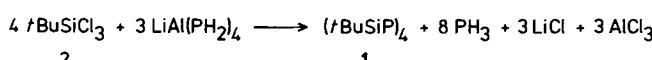
Nach der erfolgreichen Synthese mehrerer Organotris(phosphino)silane RSi(PH₂)₃ (R = Me, Et, iPr, Ph)^[3] zeigte sich, daß die Phosphinierung des Trichlorsilans **2** mit LiAl(PH₂)₄^[4] (1,2-Dimethoxyethan (DME), -40°C) nicht zur *tert*-Butylverbindung **3**, sondern zu **4**, **5**^[5], PH₃ und geringen Anteilen nicht näher charakterisierter Verbindun-

[*] Prof. Dr. M. Baudler, G. Scholz, Prof. Dr. K.-F. Tebbe, Dr. M. Fehér
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Greinstrasse 6, D-5000 Köln 41

[**] Beiträge zur Chemie des Phosphors, 192. Mitteilung. Diese Arbeit wurde vom Minister für Wissenschaft und Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen und vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert. – 191. Mitteilung: M. Baudler, C. Block, H. Budzikiewicz, H. Münster, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, im Druck.



gen führt. Dieser Reaktionsablauf wird offensichtlich durch die voluminöse *tert*-Butylgruppe erzwungen. Im Unterschied zu 4 ist 5 im Reaktionsgemisch bei Raumtemperatur und Lösungsmittelentzug nicht beständig, sondern lagert sich in höherkondensierte Si-P-Verbindungen um, von denen 1 durch Extraktion mit *n*-Hexan analysenrein isoliert werden konnte^[6]; die Bildung lässt sich idealisiert durch folgende Gleichung beschreiben:



Das Silaphosphan **1** bildet farblose, tetraedrische oder plättchenförmige Kristalle ($F_p = 323\text{--}324^\circ\text{C}$, Zers., im geschlossenen Rohr), die unter Schutzgas beständig und in Kohlenwasserstoffen, THF und Monoglyme mäßig löslich sind. **1** ist oxidations- und hydrolyseempfindlich, besonders in Lösung. Im Massenspektrum (15 eV, 100°C) tritt neben der Signalgruppe für das M^+ -Ion (m/z 464–469) nur eine Intensitätsschwäche für das Ion $(M-t\text{-Bu}+\text{H})^+$ auf. Das $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR-Spektrum von **1** (*n*-Hexan, 25°C , 121.497 MHz) zeigt ein Singulett bei $\delta = -177.0$ mit ^{29}Si -Satelliten, das $^1\text{H}\{^{31}\text{P}\}$ -NMR-Spektrum (300.135 MHz) ein Singulett bei $\delta = 1.01$ und das $^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -DEPT-NMR-Spektrum (THF/[D₈]THF, 25°C , 59.628 MHz) ein AX₃Y-System mit $\delta = -28.5$ und den berechneten Kopplungskonstanten $^1J_{\text{SiP}} = +37.6(1)$, $^3J_{\text{SiP}} = -12.6(3)$, $^2J_{\text{PP}} = +23.8(1)$ Hz. Im IR-Spektrum beobachtet man eine Bande bei 413 (s) mit Schulter bei 380 cm^{-1} und im Raman-Spektrum drei Banden (mit Aufspaltungen) bei 375 (s), 402 (m) und 439 (vs) cm^{-1} , die den Valenzschwingungen des Si-P-Gerüstes zugeordnet werden können. Alle Befunde sind nur mit dem Vorliegen der symmetrischen Käfigverbindung 2,4,6,8-Tetra-*tert*-butyl-1,3,5,7-tetraphospho-2,4,6,8-tetrasilapentacyclo[4.2.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]octan **1** vereinbar. Die genauen Molekülparameter wurden durch eine Kristallstrukturanalyse^[7] ermittelt (Abb. 1).

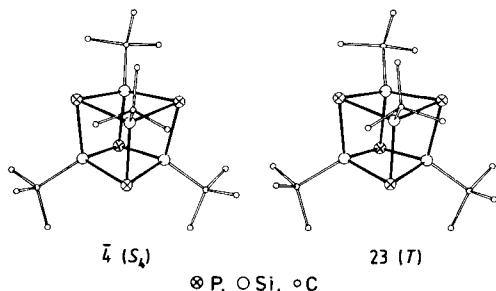


Abb. 1. Molekülstrukturen von **1** im Kristall.

Im Kristall von **1** liegen zwei unterschiedliche Moleküle der Symmetrie $\bar{4}$ (S_4) und 23 (T) im Verhältnis 6 : 2 nebeneinander vor, die sich strukturell nur wenig unterscheiden (Tabelle 1). Der gegenüber einem Würfel erheblich verzerrte Käfig wird aus einem größeren P_4 - und einem kleineren Si_4 -Tetraeder aufgebaut. Verglichen mit dem Ecken-

winkel eines Würfels ist der Bindungswinkel am Silicium signifikant aufgeweitet, während der am Phosphor entsprechend verengt ist, wodurch die Phosphoratome nach außen gedrückt werden. Die *tert*-Butylsubstituenten sind gestaffelt angeordnet; die Silicium-Kohlenstoff-Bindungen weisen bei den Molekülen mit der Symmetrie 4 nahezu und bei denjenigen mit der Symmetrie 23 exakt in Richtung der Raumdiagonalen des Phosphor-Silicium-Käfigs.

Tabelle 1. Ausgewählte Abstände [pm] und Winkel [$^{\circ}$] in den unterschiedlichen Molekülen von 1 [Mittelwerte (S) und Werte (T)]

Abstand	S_4	T	Winkel	S_4	T
P—Si	228.1(2)	227.8(3)	P-Si-P	101.61(7)	101.62(9)
P···P	353.6(3)	353.1(4)	Si-P-Si	77.03(31)	77.02(9)
Si···Si	284.1(8)	283.6(4)	P-Si-C	116.5(15)	116.5(2)
Si—C	189.4(6)	190.3(7)	Si-C-C	109.6(7)	106.2(5)
C—C	151.8(19)	155.6(10)	C-C-C	109.3(8)	112.5(5)
			P-Si-C-C	- 174.9(5) - 56.1(5) + 63.5(5)	- 173.2(4)

1 wird sehr wahrscheinlich durch intermolekulare Kondensation von Vierringverbindungen mit alternierenden Si-P-Ringgliedern und reaktionsfähigen PH- und SiCl-Gruppen gebildet, die als Zwischenstufen ^{31}P -NMR-spektroskopisch nachweisbar sind. Die bemerkenswerte thermische Beständigkeit von **1** im Vergleich zum verwandten Heterophosphacuban (PhSnP_4)^[9] ist auf die ähnlichen Kovalenzradien von Phosphor und Silicium sowie die sperrigen *tert*-Butylsubstituenten zurückzuführen.

Eingegangen am 20. Oktober 1988 [Z 3017]

CAS-Registry-Nummern:

1: 118762-11-1 / **2:** 18171-74-9 / **4:** 118762-12-2 / **5:** 118762-13-3 /
LiAl(PH₃)₄: 25248-80-0 / PH₃: 7803-51-2.

- [1] Übersicht: G. Fritz, *Adv. Inorg. Chem.* 31 (1987) 171.

[2] a) M. Baudler, H. Jongebloed, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 458 (1979) 9; b) M. Baudler, T. Pontzen, *ibid.* 491 (1982) 27; c) M. Baudler, T. Pontzen, U. Schings, K.-F. Tebbe, M. Fehér, *Angew. Chem.* 95 (1983) 803; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 22 (1983) 775.

[3] M. Baudler, G. Scholz, W. Oehlert, *Z. Naturforsch. B*, im Druck.

[4] a) A. E. Finholt, C. Helling, V. Imhof, L. Nielsen, E. Jacobson, *Inorg. Chem.* 2 (1963) 504; b) A. D. Norman, D. C. Wingelath, *ibid.* 9 (1970) 98; c) A. D. Norman, *ibid.* 9 (1970) 870.

[5] 4: ^{31}P -NMR (36.434 MHz, DME, -60°C): $\delta = -240.1$ (t mit ^{29}Si -Satelliten, $^1\text{J}(\text{PH}) = +195.2$, $^1\text{J}(\text{PSi}) = +48.1$ Hz). - 5: $^{31}\text{P}[^1\text{H}]$ -NMR (121.497 MHz, DME, -60°C): AB-System mit $\delta(\text{A}) = -214.6$, $\delta(\text{B}) = -237.5$, $^2\text{J}(\text{AB}) = \pm 12.5$ Hz; ^1H -NMR (300.135 MHz, DME/[D₈]THF, -60°C): $\delta = 1.36$ (m, $^1\text{J}(\text{P}_\text{A}\text{H}) = +186$ Hz, 2 H; PH₂), 1.03 (s, 9 H; tBuSi₃), 0.86 (s, $^3\text{J}(\text{HSi}_\text{L}) = \pm 6.5$ Hz, 9 H; tBuSi₃), 0.84 (s, $^3\text{J}(\text{HSi}_\text{L}) = \pm 6.7$ Hz, 9 H; tBuSi₂); $^{29}\text{Si}[^1\text{H}]$ -NMR (59.628 MHz, DME/[D₈]THF, -60°C): $\delta = +50.1$ (dd, $^1\text{J}(\text{Si}_\text{P}_\text{A}) = +49.5$, $^1\text{J}(\text{Si}_\text{P}_\text{B}) = +131.5$ Hz, 1 Si; H₂P_ASi₃(tBuCl)₂), +48.9 (dd, $^1\text{J}(\text{Si}_{1/2}\text{P}_\text{B}) = +160.2$, $^3\text{J}(\text{Si}_{1/2}\text{P}_\text{A}) = \pm 3.5$ Hz, 2 Si; Pd(Si_{1/2}(tBu)Cl₂)₂).

[6] 1: Zu 188.7 mL (50 mmol) einer 0.265 M Lösung von LiAl(PH₂)₄ in DME werden bei -40°C unter Röhren innerhalb von 20 min 19.2 g (100 mmol) 2 in 40 mL DME getropft. Man röhrt noch 1 h bei -40°C, entfernt das gebildete PH₃ bei Raumtemperatur und zieht das Lösungsmittel im Wasserstrahlvakuum innerhalb von 2 h vollständig ab. Der blaßgelbe Rückstand wird 30 min bei 0.1 Torr getrocknet und dann viermal mit je 100 mL Hexan extrahiert. Aus den vereinigten und auf 100 mL eingeengten Extraktaten kristallisiert bei -35°C innerhalb von 12 h bis 5 d reines 1, das dreimal mit je 4 mL katem Hexan (-35°C) gewaschen wird; Ausbeute 0.54 g (7% bezogen auf LiAl(PH₂)₄).

[7] Kristallstrukturanalyse von 1: Raumgruppe $P\bar{4}3n$ (Nr. 218); $a = 1740.9(4)$ pm, $V = 5276.2 \times 10^6$ pm 3 , $Z = 8$, $\rho_{\text{räntg.}} = 1.1698$ g cm $^{-3}$, $F(000) = 1984$; $\mu(\text{Mo}_{K\alpha}) = 0.4595$ mm $^{-1}$. CAD4-Diffraktometer (Enraf-Nonius), Raumtemperatur, Mo $K\alpha$ -Strahlung, $2\theta \leq 54^\circ$; 1066 unabhängige Reflexe, davon 578 mit $|F_0| \geq 4\sigma(F_0)$. Lösung mit Direkten Methoden (SHELX 86); Verfeinerung: P, Si, C anisotrop, H in starren Methylgruppen mit $d(C-H) = 108$ pm (SHELX 76); $R = 0.026$, $R_w = 0.035$. Weitere Einzelheiten zur Strukturbestimmung siehe [8].

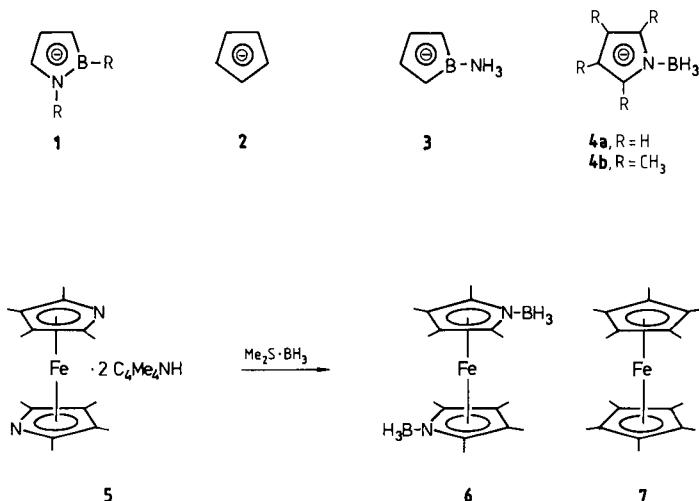
[8] K.-F. Tebbe, M. Fehér, *Acta Crystallogr. Sect. C*, im Druck.

[9] H. Schumann, H. Benda, *Angew. Chem. 80* (1968) 846; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 7* (1968) 813.

(C₄Me₄NBH₃)₂Fe – ein zu Decamethylferrocen isosterer Metallkomplex mit charakteristischer Metallocen-Fehlordnung**

Von Norbert Kuhn*, Eva-Maria Horn, Roland Boese* und Norbert Augart

Die Koordinationschemie der Dihydro-1,2-azaborolide **1**^[1,2] basiert auf einer fruchtbaren Anwendung des Isosterie-Prinzips, da sich diese Liganden formal vom Cyclopentadienid-Ion **2** durch Austausch eines C₂-Fragments gegen eine BN-Einheit herleiten lassen. Die Verbindungen **3** und **4a** mit exocyclischen BN-Bindungen sind, im Gegensatz zu den durch gleichen Ringaufbau nahe verwandten Borol-Dianionen^[1,3] und Pyrrolen^[4], als Liganden bislang nicht verwendet worden; dies mag mit ungelösten Problemen bei ihrer Synthese zusammenhängen^[5].



Der Aufbau des Trihydro(tetramethylpyrrolyl)borat-Liganden **4b** am Komplexzentrum ist durch Borylierung entsprechender Azacyclopentadienyl-Komplexe denkbar. Zur Synthese des Decamethylferrocen-analogen Eisen(II)-trihydro(tetramethylpyrrolyl)borats **6** haben wir anstelle des nicht zugänglichen 1,1'-Diazaferrrocens dessen Tetramethylpyrrol-Addukt **5**^[7] mit Me₂S·BH₃ umgesetzt. Die so in guten Ausbeuten zugängliche Sandwich-Verbindung **6** ist

in dipolar aprotischen Lösungsmitteln gut löslich und im festen Zustand luftstabil. Die ¹³C-NMR-Verschiebung der koordinierten C-Atome in **6** ($\delta = 98.56, 86.97$) unterscheidet sich erwartungsgemäß wenig von den entsprechenden Werten der Ausgangsverbindung **5**^[7]; das ¹¹B-NMR-Spektrum ($\delta = -20.23$ (q), $^1J_{B,H} = 94.84$ Hz) zeigt die Analogie der Liganden **4b** zu den Pyridin-Boran-Addukten^[8]. Die im Massenspektrum sichtbare schrittweise Abspaltung der BH₃-Gruppen von **6** zu Bis(tetramethylpyrrolyl)eisen als intensivstem Peak ließ sich präparativ nicht nachvollziehen.

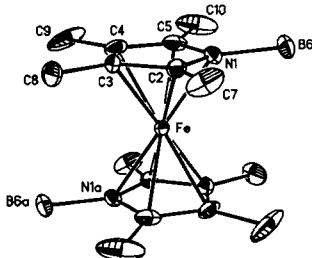


Abb. 1. Struktur von **6** im Kristall mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen, ohne Wasserstoffatome.

Bei der Strukturbestimmung von **6**^[9] im Kristall waren Fehlordnungen zu beobachten, wie sie Seiler und Dunitz bereits bei Ferrocen^[10a,b], Nickelocen^[10c] und Ruthenocen^[10d] festgestellt hatten. Auch Cobaltocen ist im Kristall fehlgeordnet^[11], so daß man Fehlordnungen als charakteristisches Merkmal der Metallocene bezeichnen kann. Bei Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren (Abb. 1), hier besser als anisotrope Versetzungs faktoren (ADPs)^[13] bezeichnet, sind auch in niedrigeren Symmetrien die Auslenkungen weder mit einer Temperaturschwingung noch mit einer Rotationsfehlordnung vereinbar. Vielmehr handelt es sich bei Annahme von Zentrosymmetrie um Fehlordnungen, bei denen die Ringe jeweils um eine verschobene und verdrehte C₅-Achse angeordnet sind. Für **6** verdeutlicht dies Abbildung 2; alle Atome wurden mit jeweils isotropen Versetzungs faktoren und halben Besetzungs faktoren gut konvergierend und mit gleichem R-Wert frei verfeinert. Dadurch war eine Analyse der ADPs mit dem THMA-Programm^[15] nicht nötig. Die Bindungslängen innerhalb jedes „halben Moleküls“ sind mit denen vergleichbar, die auch bei Verfeinerung mit ADPs erhalten wurden, welche im folgenden diskutiert werden.

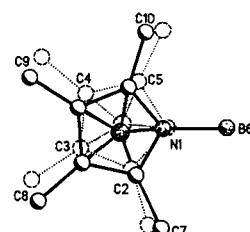


Abb. 2. Darstellung der Fehlordnung von **6**; die durchgezogenen und die gestrichelt gezeichneten Atome sind jeweils mit halben Besetzungs faktoren verfeinert.

Aufgrund des Isosterieprinzips könnte **6** auch isostrukturell zu Decamethylferrocen **7**^[16] sein. **7** hat im Kristall D_{5d}-Symmetrie in der Raumgruppe Cmca, wobei die fünfzähligen Achsen der Moleküle orthogonal zueinander stehen. Dies könnte auch für **6** zutreffen, wenn Bor- und Stickstoffatom auf der kristallographischen Spiegelebene

[*] Prof. Dr. N. Kuhn, Dipl.-Chem. E.-M. Horn
Fachbereich 6 (Chemie) der Universität – Gesamthochschule
Lotharstraße 1, D-4100 Duisburg 1

Dr. R. Boese, Dipl.-Chem. N. Augart
Institut für Anorganische Chemie der Universität – Gesamthochschule
Universitätsstraße 3-5, Postfach 103764, D-4300 Essen

[**] Heterocyclen als Liganden, 4. Mitteilung. Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert. Wir danken Prof. Dr. P. Sartori für seine freundliche Unterstützung. – 3. Mitteilung: [7].