

Belichtet man **2** in Cyclohexan oder Diethylether ( $\lambda \geq 300$  nm), so tritt quantitativ Valenzisomerisierung zum Tetrahedran **1** ein. Dieses zweite spektroskopisch gesicherte<sup>[8]</sup> Tetrahedran-Derivat ist thermisch noch stabiler (höhere Barriere der Rückisomerisierung zum Cyclobutadien) als Tetra-*tert*-butyltetrahedran. Während letzteres bei 135 °C in das zugehörige Cyclobutadien umlagert, schmilzt **1** bei 162 °C unzerlegt zu einer farblosen Flüssigkeit, die erst bei 180 °C unter Rotfärbung in das Cyclobutadien **2** übergeht. Da der „Korsett-Effekt“ in **1** nicht stärker sein sollte als im Tetra-*tert*-butyl-Analogon (längere C—Si-Bindung), liegt nahe, daß die Tetrahedran-Struktur von der Trimethylsilyl-Gruppe auch aufgrund von elektronischen Effekten<sup>[11]</sup> stabilisiert wird.

### Arbeitsvorschriften

**2:** Zu 500 mg (5.06 mmol) CuCl gibt man bei 0 °C 320 mg (1.00 mmol) Diazoverbindung **4** in 5 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Nach 14 h wird auf Raumtemperatur erwärmt, die rote Lösung mit 400 mg (1.00 mmol) Ethylenbis(diphenylphosphan) in 10 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> versetzt, 2 h unter Rückfluß erhitzt, das Lösungsmittel im Argonstrom verdampft und das freigesetzte Cyclobutadien **2** bei  $3 \times 10^{-2}$  Torr im Luftbad bei etwa 120 °C sublimiert (vgl. Tabelle 1).

**1:** 50 mg (0.17 mmol) **2**, gelöst in 0.4 mL [D<sub>12</sub>]Cyclohexan, werden in einem abgeschmolzenen NMR-Rohr 4 d belichtet ( $\lambda \geq 300$  nm; 200 W-Hg-Hochdrucklampe). Die Lösung wird im Laufe der Belichtung farblos, und im <sup>13</sup>C-NMR-Spektrum sind nur die Signale von **1** zu erkennen. Chromatographie an basischem Aluminiumoxid mit Pentan als Laufmittel, gefolgt von einer Sublimation (30 °C,  $3 \times 10^{-2}$  Torr), liefert reines Tetrahedran **1** (vgl. Tabelle 1).

Eingegangen am 3. April 1989 [Z 3267]

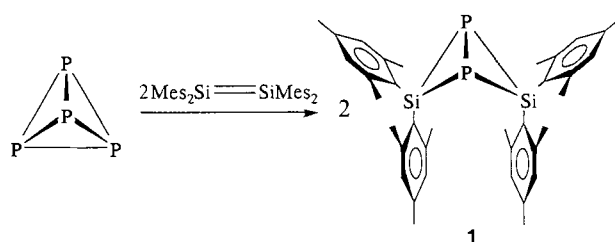
CAS-Registry-Nummern:

**1**, 120883-27-4; **2**, 120883-28-5; **3**, 120883-30-9; **4**, 97476-04-5; **11**, 120883-31-0; **12**, 120883-32-1; **14**, 120883-29-6; Fe<sub>3</sub>(CO)<sub>9</sub>, 15321-51-4.

## Synthese, Charakterisierung und Komplexierung eines ungewöhnlichen P<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>-Bicyclobutans mit Schmetterlingsstruktur: 2,2,4,4-Tetramesityl-1,3-diphospha-2,4-disilabicyclo[1.1.0]butan\*\*

Von Matthias Driess, Alan D. Fanta, Doug Powell und Robert West\*

Disilene, Verbindungen mit Si-Si-Doppelbindungen, sind nützliche Vorläufer für die Synthese neuartiger Si-Heterocyclen<sup>[1]</sup>. Von besonderem Interesse sind die jüngst beschriebenen Synthesen drei- und viergliedriger Ringsysteme durch Umsetzung von Disilenen mit Elementen der sechsten Hauptgruppe, O, S, Se und Te<sup>[1, 2]</sup>. Die Produkte der Reaktion von Mes<sub>4</sub>Si<sub>2</sub> (Mes = 2,4,6-C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>Me<sub>3</sub>) mit molekularem Sauerstoff haben ungewöhnliche Strukturen, die interessante Fragen hinsichtlich der chemischen Bindung aufwerfen<sup>[2, 3]</sup>. Wir haben jetzt gefunden, daß Mes<sub>4</sub>Si<sub>2</sub> auch gegenüber Phosphor, einem Element der fünften Hauptgruppe, eine bemerkenswerte Reaktivität aufweist. Bei der Reaktion von Tetramesityldisilen mit weißem Phosphor (40 °C, Toluol, 24 h) erhält man 87 % des gelben Bicyclobutans **1**, das Schmetterlingsstruktur hat.



<sup>31</sup>P- und <sup>29</sup>Si-NMR-spektroskopisch ist keine phosphorreiche Verbindung als Zwischenprodukt nachzuweisen. **1** ist ein blaßgelber Feststoff, der sauerstoff- und feuchtigkeitsempfindlich ist. Seine Zusammensetzung wurde durch <sup>1</sup>H-, <sup>31</sup>P- und <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren, ein hochaufgelöstes Massenspektrum und eine Elementaranalyse bestätigt<sup>[4]</sup>. Das <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von **1** weist Signalgruppen für zwei chemisch nicht äquivalente Mesitylreste (*exo*- und *endo*-ständig) auf. Das <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektrum von **1** zeigt ein Singulett mit <sup>29</sup>Si-Satelliten bei sehr hohem Feld ( $\delta = -324.0$ ), einem für Phosphabicyclo[1.1.0]butane mit Brückenkopf-P-Atomen typischen Bereich<sup>[5]</sup>. Im <sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektrum beobachtet man ein Triplett bei  $\delta = -49.5$ . Der relativ hohe Wert der  $J(^{29}\text{Si}-^{31}\text{P})$ -Kopplungskonstante (77 Hz) ist typisch für dreigliedrige Silicium-Phosphor-Ringverbindungen und läßt sich damit erklären, daß man hier bei der Si-P-Bindung einen größeren Anteil an s-Charakter als bei größeren cyclischen und acyclischen Si-P-Verbindungen findet<sup>[6]</sup>.

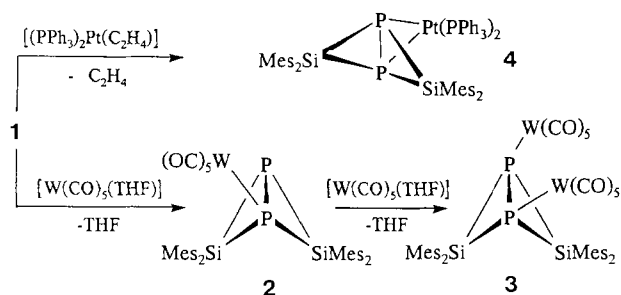
**1** reagiert mit [W(CO)<sub>5</sub>(THF)] und [(Ph<sub>3</sub>P)<sub>2</sub>Pt(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] zu den kristallinen Übergangsmetallkomplexen **2** und **3** bzw. **4**; für **4** wird eine neuartige, propellanartige Struktur vorgeschlagen. Zusammensetzung und Struktur der Metallkomplexe **2–4** werden durch FAB-Massenspektren sowie <sup>1</sup>H-, <sup>29</sup>Si- und <sup>31</sup>P-NMR-Spektren bestätigt<sup>[7]</sup>. Bei **4** zeigen die <sup>31</sup>P-Kerne des Ph<sub>3</sub>P-Liganden am Pt eine typische große  $^1J(^{31}\text{P}-^{195}\text{Pt})$ -Kopplungskonstante (2522.6 Hz), während

\*] Prof. Dr. R. West, Dr. M. Driess [\*], A. D. Fanta, Dr. D. Powell  
Department of Chemistry, University of Wisconsin  
Madison, WI 53706 (USA)

[\*] Ständige Adresse: Anorganisch-chemisches Institut der Universität  
Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg

[\*\*] Diese Arbeit wurde vom Air Force Office of Scientific Research gefördert.  
M. D. dankt dem Fonds der Chemischen Industrie für ein Liebig-Stipendium.

- [1] G. Maier, *Angew. Chem.* 100 (1988) 317; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 27 (1988) 309.
- [2] a) G. Maier, S. Pfriem, U. Schäfer, R. Matusch, *Angew. Chem.* 90 (1978) 552; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 17 (1978) 520; b) G. Maier, S. Pfriem, U. Schäfer, K.-D. Malsch, R. Matusch, *Chem. Ber.* 114 (1981) 3965; c) Zusammenfassung: [1].
- [3] a) G. Maier, K. A. Reuter, L. Franz, H. P. Reisenauer, *Tetrahedron Lett.* 26 (1985) 1845; b) G. Maier, I. Bauer, D. Born, H.-O. Kalinowski, *Angew. Chem.* 98 (1986) 1132; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 25 (1986) 1098; in dieser Arbeit wird unter anderem eine Dimerisierung von **4** diskutiert.
- [4] U.-J. Vogelbacher, M. Regitz, R. Mynott, *Angew. Chem.* 98 (1986) 835; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 25 (1986) 842.
- [5] a) A. Heydt, H. Heydt, B. Weber, M. Regitz, *Chem. Ber.* 115 (1982) 2965; b) P. Eisenbarth, M. Regitz, *ibid.* 117 (1984) 445.
- [6] M. R. Booth, S. G. Frankiss, *Chem. Commun.* 1968, 1347; b) *Spectrochim. Acta Part A* 26 (1970) 859; c) J. A. Seckar, J. S. Thayer, *Inorg. Chem.* 15 (1976) 501.
- [7] a) 2,3,4-Tri-*tert*-butylcyclobutadien-1-carbonsäureester addieren Isonitrile in der gleichen Weise: J. Fink, M. Regitz, *Chem. Ber.* 119 (1986) 2159; b) Die Umsetzung vom Azet **13** mit *tert*-Butylisocyanid liefert nach eigenen Untersuchungen ein zu **14** analoges Addukt.
- [8] Wir danken Dr. R. Boese, Gesamthochschule Essen, für die Strukturanalysen der Komplexe **3** und **11**. Nach ersten Befunden von Dr. Boese treten beim Cyclobutadien **2** und beim Tetrahedran **1** die gleichen Fehlordnungsprobleme auf, mit denen Prof. H. Inngartinger, Universität Heidelberg, auch bei der Strukturbestimmung von Tetra-*tert*-butylcyclobutadien und Tetra-*tert*-butyltetrahedran zu kämpfen hatte (vgl. Diskussion in [1]).
- [9] I. Bauer, *Dissertation*, Universität Gießen 1986.
- [10] Mit diesem Reagens ist es Krebs et al. gelungen, das erste kinetisch stabilisierte Cyclobutadien aus seinem PdCl<sub>2</sub>-Komplex freizusetzen: H. Kimling, A. Krebs, *Angew. Chem.* 84 (1972) 952; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 11 (1972) 932; A. Krebs, H. Kimling, R. Kemper, *Justus Liebigs Ann. Chem.* 1978, 431.
- [11] Beispiele: eigene Arbeiten, zitiert in [1]. Nach der Theorie können  $\sigma$ -Donor- $\pi$ -Acceptor-Substituenten Dreiringe stabilisieren: J. D. Dill, A. Greenberg, J. F. Liebman, *J. Am. Chem. Soc.* 101 (1979) 6814; T. Clark, G. W. Spitznagel, R. Klose, P. von R. Schleyer, *ibid.* 106 (1984) 4412; D. Cremer, E. Kraka, *ibid.* 107 (1985) 3811. Dieser Effekt ist auch von einer Trimethylsilyl-Gruppe zu erwarten.



Mes = 2,4,6- $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$

der entsprechende Wert für die Brückenkopf-P-Atome viel kleiner ist (340.2 Hz). Die aus den Satelliten-Signalen der  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR-Spektren<sup>[7]</sup> entnommenen Werte der  $^1J(^{31}\text{P}-^{183}\text{W})$ - und  $^1J(^{31}\text{P}-^{195}\text{Pt})$ -Kopplungskonstanten sind bemerkenswert niedrig und zeigen, daß die  $\sigma$ -Donorbindung zwischen dem Brückenkopf-P-Atom und dem Metall einen wesentlich geringeren s-Orbital-Beitrag am Phosphor aufweist als bei „normalen“ Phosphanübergangsmetall-Komplexen<sup>[8]</sup>. Dieser Befund stimmt mit dem Ergebnis von MO-Berechnungen überein, die zeigen, daß Brückenkopf-P-Atome in Di-, Tri- und Tetraphosphabicyclo[1.1.0]butanen Donor-Orbitale mit sehr hohem p-Charakter [HOMO, HOMO-1] besitzen<sup>[9]</sup>. Die Struktur des Komplexes 3 im Kristall wurde ferner durch eine Röntgenbeugungsanalyse bestimmt (Abb. 1)<sup>[10]</sup>.

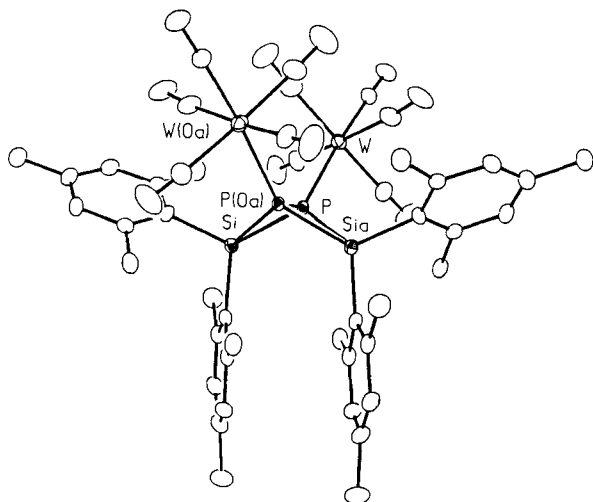


Abb. 1. Struktur von 3 im Kristall. Wichtige Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: P-P 2.342(2), Si-P 2.2657(2) (2.244(2)), P-W 2.560(1), Si-C 1.890(7) (1.873(5)), Si-Si 3.244(2); P-Si-P 62.5(1), Si-P-P 58.2(1) (59.2(1)), Si-P-Si 91.9(1), C-Si-C 110.5(3)

Danach ist 3 durch eine zweizählige Symmetrieachse senkrecht zur P-P-Bindung charakterisiert. Die P-P-Bindung ist bei 3 mit 2.345 Å etwas länger als die typische P-P-Bindung (2.21 Å) in Diphosphan-Metallkomplexen<sup>[11]</sup>. Der Diederwinkel zwischen den beiden dreigliedrigen  $\text{Si}_2\text{P}$ -Ring beträgt 114.6° und der W-P-P-W-Torsionswinkel 30.9°. Eine auffällige Eigenschaft der Struktur von 3 im Kristall ist die annähernd parallele Konformation der *endo*-Mesitylgruppen.

### Arbeitsvorschriften

1: Eine Lösung von  $\text{Mes}_2\text{Si}_2$  (500 mg, 0.94 mmol) in Toluol (10 mL) wurde mit weißem Phosphor (58.2 mg, 0.47 mmol) versetzt und die orange Lösung 24 h bei 40 °C gerührt. Die orange Lösung wurde langsam blaßgelb klar. Nach Einengen der Lösung auf ca. 5 mL und Zusatz von Benzol (5 mL) kristallisierte 1 aus dem heißen Lösungsmittelgemisch (ca. 60 °C) als blaßgelbes Pulver. Fp = 217–218 °C, Ausbeute: 516.8 mg (87%).

2, 3: Eine Lösung von 150 mg (0.25 mmol) 1 in 5 mL THF wurde zu einer frisch angesetzten Lösung von 118.7 mg (0.3 mmol)  $[\text{W}(\text{CO})_5(\text{THF})]$  gegeben und das Gemisch 2 h bei 25 °C gerührt. Flüchtige Bestandteile wurden im Vakuum entfernt, der Rückstand wurde mehrmals aus einem Toluol/Benzol-Gemisch (1:1) umkristallisiert; man erhielt 2 in Form gelber Kristalle. Fp = 192–197 °C (Zers.), Ausbeute: 142.5 mg (56%). 3 wurde analog zu 2–150 mg (0.25 mmol) 1; 2.5 Äquivalente  $[\text{W}(\text{CO})_5(\text{THF})]$ – oder durch Reaktion von 2 mit 1.5 Äquivalenten  $[\text{W}(\text{CO})_5(\text{THF})]$  dargestellt. Reinigung von 3 durch Umkristallisation aus heißem Benzol ergab orangefarbene Kristalle. Fp = 181–185 °C (Zers.), Ausbeute: 234.8 mg (70%).

4: Eine intensiv gerührte Lösung von 1 (200 mg, 0.34 mmol) in Toluol (10 mL) wurde bei 0 °C mit festem  $[\text{Pt}(\text{PPh}_3)_2(\text{C}_2\text{H}_4)]$  (251.4 mg, 0.34 mmol) versetzt. Bei der Zugabe wurde die Lösung sofort tiefbraun. Man ließ die Lösung auf 25 °C erwärmen, und nach 2 h Rühren wurde das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Das braune Öl wurde in Benzol (3 mL) gelöst; nach 2–8 h kristallisierte 4 als gelber Feststoff aus. Fp = 188–194 °C (Zers.), Ausbeute: 330.6 mg (74%).

Eingegangen am 25. April 1989 [Z 3305]

- [1] Übersicht: R. West, *Angew. Chem.* 99 (1987) 1231; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 1201; G. R. Gillette, J. Maxka, R. West, *ibid.* 101 (1989) 90 bzw. 28 (1989) 54; M. Weidenbruch, B. Flintjer, S. Pohl, W. Saak, *ibid.* 101 (1989) 89 bzw. 28 (1989) 95.
- [2] H. B. Yokelson, A. J. Millevolte, B. R. Adams, R. West, *J. Am. Chem. Soc.* 109 (1987) 4116; M. J. Michalczyk, M. J. Fink, K. J. Haller, R. West, J. Michl, *Organometallics* 5 (1986) 531. ( $\text{Mes}_2\text{Si}_2$ )<sub>2</sub>Si und ( $\text{Mes}_2\text{Si}_2$ )<sub>2</sub>Te: G. R. Gillette, R. West, R. Tan, unveröffentlichte Ergebnisse.
- [3] D. Cremer, J. Gauss, E. Cremer, *J. Mol. Struct.* 169 (1988) 531.
- [4] 1:  $^1\text{H}$ -NMR (200 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300 K):  $\delta$  = 2.09 (br. s, 12H, *p*-Me), 2.57 (s, 12H, *o*-Me), 2.80 (s, 12H, *o*-Me), 6.34 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ );  $^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (71.55 MHz, INEPT-Pulsfolge,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -49.50 (t,  $J$  = 77 Hz);  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (202.4 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -324.0(s); MS: ber. ( $M^+$ ) 594.2456, gef. 594.2453 (23%).
- [5] E. Niecke, R. Rüger, B. Krebs, *Angew. Chem.* 94 (1982) 553; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 21 (1982) 544; R. Appel, B. Niemann, M. M. Nieger, *ibid.* 100 (1988) 957 bzw. 27 (1988) 957.
- [6] M. Baudler, H. Jongebloed, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 458 (1979) 9; K. F. Tebbe, *ibid.* 468 (1980) 202; M. Weidenbruch, M. Herrndorf, A. Schaefer, K. Peters, H. G. von Schnering, *J. Organomet. Chem.* 295 (1985) 7; M. Baudler, T. Pontzen, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 491 (1982) 27.
- [7] 2:  $^1\text{H}$ -NMR (200 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300 K):  $\delta$  = 1.97 (s, 6H, *p*-Me), 2.16 (s, 6H, *p*-Me), 2.41 (s, 12H, *o*-Me), 2.73 (br. s, 12H, *o*-Me), 6.24 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ ), 6.67 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ );  $^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (71.55 MHz, INEPT-Pulsfolge,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -39.7 (dd,  $^1J_{\text{Si-P}} = 80.0$  Hz,  $^1J_{\text{Si-P-PW}} = 34.0$  Hz);  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (202.4 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -278.3 (d,  $\text{P-PW}$ ,  $^1J_{\text{P-PW}} = 106.9$  Hz,  $^1J_{\text{P-P-Si}} + ^1J_{\text{P-P-Si-W}} = 285.0$  Hz), -321.0 (d,  $\text{P-PW}$ ); MS (FAB, 3- $\text{NO}_2(\text{C}_6\text{H}_4)\text{CH}_2\text{OH}$ -Matrix):  $m/z$  987 (27%,  $[M + \text{Matrixfragment}]^+$ ), 891 (100%,  $M - \text{CO} + 1^+$ ); IR:  $\nu_{\text{CO}}$  = 1973, 1951, 1941  $\text{cm}^{-1}$ . 3:  $^1\text{H}$ -NMR (200 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300 K):  $\delta$  = 1.93 (s, 6H, *p*-Me), 2.03 (s, 6H, *p*-Me), 2.22 (s, 12H, *o*-Me), 2.81 (br. s, 12H, *o*-Me), 6.17 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ ), 6.66 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ );  $^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (71.55 MHz, INEPT-Pulsfolge,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -53.7 (t,  $^1J_{\text{Si-P}} = 38.2$  Hz);  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (202.4 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -272.7 (s,  $^1J_{\text{P-Si}} + ^1J_{\text{P-Si-W}} = 129.7$  Hz); MS (FAB, 3- $\text{NO}_2(\text{C}_6\text{H}_4)\text{CH}_2\text{OH}$ -Matrix):  $m/z$  1243 (20%,  $[M + 1]^+$ ); IR:  $\nu_{\text{CO}}$  = 1983, 1958, 1942  $\text{cm}^{-1}$ . 4:  $^1\text{H}$ -NMR (500 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6/\text{C}_7\text{D}_8$ , 300 K):  $\delta$  = 2.118 (s, 6H, *p*-Me), 2.332 (s, 6H, *p*-Me), 2.761 (s, 12H, *o*-Me), 2.767 (s, 12H, *o*-Me), 6.406 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ ), 6.842 (s, 4H,  $\text{C}_6\text{H}_2\text{Me}_3$ ), 6.933 (m, 20H,  $\text{PPh}_3$ ), 7.008 (m, 10H,  $\text{PPh}_3$ );  $^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$ -NMR (71.55 MHz, INEPT-Pulsfolge,  $\text{C}_6\text{D}_6/\text{C}_7\text{D}_8$ ):  $\delta$  = -27.0 (t,  $^1J_{\text{Si-P}} = 65.0$  Hz);  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (202.4 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta$  = -119.9 (pseudo-t, Si-P-Pt,  $^2J_{\text{P-PPh}_3} + ^2J_{\text{P-PPh}_3(\text{trans})} = 28.3$  Hz,  $^1J_{\text{P-PPh}_3} = 340$  Hz), +22.5 (pseudo-t,  $\text{PPh}_3$ ,  $^1J_{\text{P-PPh}_3} = 2522.6$  Hz); MS (FAB, 3- $\text{NO}_2(\text{C}_6\text{H}_4)\text{CH}_2\text{OH}$ -Matrix):  $m/z$  1346 (100%,  $[M + \text{Matrixfragment}]^+$ ).
- [8] J. G. Verkade, J. A. Mosbo in J. G. Verkade, L. D. Quin (Hrsg.): *Phosphorus-31 NMR Spectroscopy in Stereochemical Analysis*, VCH, New York/Weinheim 1987, S. 425.
- [9] W. W. Schoeller, C. Lerch, *Inorg. Chem.* 22 (1983) 2992; W. W. Schoeller, V. Staemmler, P. Rademacher, E. Niecke, *ibid.* 25 (1986) 4382.
- [10] Röntgenstrukturanalyse von 3: orange Rhomben aus Benzol. Kristallgröße:  $0.3 \times 0.45 \times 0.55$  mm<sup>3</sup>, monoklin, Raumgruppe  $\text{C}2/c$ ,  $a = 17.547(4)$ ,  $b = 14.517(3)$ ,  $c = 20.086(4)$  Å,  $\beta = 115.55(3)^\circ$ ,  $V = 4616.2(17)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 1.788$  g cm<sup>-3</sup>,  $\mu = 5.262$  mm<sup>-1</sup> ( $\text{MoK}\alpha$ );  $T = 118$  K, 5330 unabhängige Reflexe ( $2\theta_{\text{max}} = 55.0^\circ$ ), davon 4602 mit  $|F| > 2\sigma(F)$  für die Strukturbestimmung verwendet (direkte Methoden).  $R = 0.0413$  ( $R_w = 0.0539$ ,  $\omega^{-1} = \sigma F^2 + 0.0005 F^2$ ). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-53860, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [11] G. Huttner, P. Friedrich, H. Willenber, H. D. Müller, *Angew. Chem.* 89 (1977) 268; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 16 (1977) 260; R. Davis, L. A. P. Kane-Maguire in G. Wilkinson, A. Stone, E. W. Abel (Hrsg.): *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Vol. 3, Pergamon, Oxford 1982.