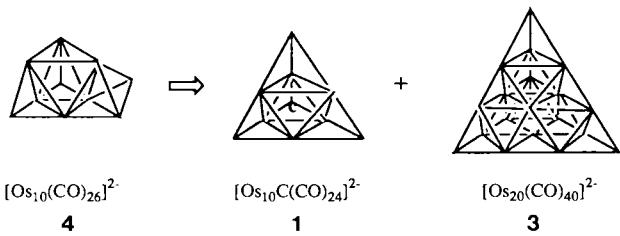


von **4** ein Isomer des symmetrischen, vierfach überdachten Oktaeders von **2** ist^[2]. Das offener Metallgerüst von **4** verfügt allerdings über zusätzliche Koordinationsstellen an der Peripherie des Clusters, die die beiden CO-Gruppen, die **4** mehr enthält, beherbergen können. Die Metallgerüste der Cluster **1** und **4** kann man sich auch von dem dreifach überdachten Oktaeder des kürzlich publizierten^[7] $[\text{Os}_9\text{H}(\text{CO})_{24}]^2-$ **5** abgeleitet denken, indem man das zehnte Metallatom an eine weitere Dreiecksfläche addiert.

Die Vakuumpyrolyse des Bu_4P^+ - oder Ph_4P^+ -Salzes von **4** bei 230°C führt zu **1** (> 85%), **3** (< 5%) und Spuren anderer, nicht charakterisierter Verbindungen. Die Ausbeute an **3** nimmt mit steigender Pyrolysetemperatur zu. Bei 300°C betragen die Ausbeuten an **1** und **3** 60 bzw. 25%. Die bei der Reaktion freigesetzten Gase CO und CO_2 wurden anhand der charakteristischen IR-Absorptionsbanden (P- und R-Banden mit Zentrum bei 2352 cm^{-1} für CO_2 , 2143 cm^{-1} für CO) identifiziert. Auf der Basis dieser Beobachtungen kann



Schema 1. Umwandlung von **4** in **1** und **3**.

man durchaus annehmen, daß **4** die gemeinsame Vorstufe für **1** [Gl. (a)] und **3** [Gl. (b)] bei der Vakuumpyrolyse von $[\text{Os}_3(\text{CO})_{10}(\text{NCMe})_2]$ bei hohen Temperaturen ist (siehe Schema 1).



Arbeitsvorschrift

In ein mit der Flamme ausgeheiztes Carius-Rohr (180 cm³) wurde festes $[\text{Os}_3(\text{CO})_{10}(\text{NCMe})_2]$ [10] (1 g) als Aufschlämmung in Hexan (5 mL) gegeben. Nach Abziehen des Lösungsmittels im Vakuum blieb eine dünne Schicht der Os_3 -Verbindung an der Innenwand des Rohrs zurück. Das Rohr wurde 2 h bei 10^{-3} Torr evakuiert und anschließend bei diesem Druck abgeschmolzen. Während der zwölfstündigen Pyrolyse bei der gewählten Temperatur (150–190°C) bildete sich ein dunkelbraunes Pulver. Dieses wurde zuerst mit CH_2Cl_2 (50 mL) extrahiert, um $[\text{Os}_3(\text{CO})_{18}]$, $[\text{Os}_6(\text{CO})_{18}]$, $[\text{Os}_3(\text{CO})_{21}]$ und $[\text{Os}_8(\text{CO})_{23}]$ zu entfernen. Der braune, in CH_2Cl_2 unlösliche Anteil bestand hauptsächlich aus $[\text{Os}_3(\text{CO})_{12}]$, $[\text{H}_2\text{Os}_9(\text{CO})_{24}]$ und $[\text{H}_2\text{Os}_{10}(\text{CO})_{26}]$. Nach Extraktion mit 10 mL Aceton resultierte daraus eine dunkelbraune Lösung und $[\text{Os}_3(\text{CO})_{12}]$ als gelbes Pulver. Die dünnschichtchromatographische Auf trennung des Acetonextrakts (Silicagel, Aceton/Hexan 1/1 als Eluent) ergab eine orange-braune Zone aus $[\text{Os}_9\text{H}(\text{CO})_{24}]^2-$ **5** ($R_f \approx 0.6$) und eine dunkelbraune aus $[\text{Os}_{10}(\text{CO})_{26}]^2-$ **4** ($R_f \approx 0.2$). Das $(\text{PPh}_3)_2\text{N}^+$ -Salz von **5** (167 mg, 16%) und das Ph_4P^+ -Salz von **4** (191 mg, 18%) erhielt man durch Kationenaustausch mit $[(\text{PPh}_3)_2\text{N}]^+$ bzw. $(\text{Ph}_4\text{P})^+$ und langsamem Eindampfen einer Lösung des Salzes in CH_2Cl_2 /Ethanol (1/1).

Eingegangen am 17. Juni 1991 [Z 4727]

[1] P. J. Bailey, B. F. G. Johnson, J. Lewis, M. McPartlin, H. R. Powell, *J. Organomet. Chem.* 377 (1989) C17; P. J. Bailey, M. J. Duer, B. F. G. Johnson, J. Lewis, G. Conole, M. McPartlin, H. R. Powell, C. E. Anson, *ibid.* 383 (1990) 441; B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, M. D. Vargas, D. Braga, K. Henrick, M. McPartlin, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1984, 2151; B. F. G. Johnson, J. Lewis, M. McPartlin, W. J. H. Nelson, P. R. Raithby, A. Sironi, M. D. Vargas, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1983, 1476.

- [2] P. F. Jackson, B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, M. McPartlin, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1982, 2099.
 [3] B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, J. Puga, D. Braga, K. Henrick, M. McPartlin, *J. Organomet. Chem.* 266 (1984) 173; R. J. Gouldsmith, P. F. Jackson, B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, J. Puga, M. D. Vargas, D. Braga, K. Henrick, M. McPartlin, A. Sironi, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1985, 1795; B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, M. D. Vargas, D. Braga, K. Henrick, M. McPartlin, *ibid.* 1986, 975.
 [4] E. Charalambous, L. H. Gade, B. F. G. Johnson, J. Lewis, M. McPartlin, H. R. Powell, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1990, 688.
 [5] A. J. Amoroso, L. H. Gade, B. F. G. Johnson, J. Lewis, P. R. Raithby, W.-T. Wong, *Angew. Chem. 103* (1991) 102; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 30 (1991) 107.
 [6] D. M. P. Mingos, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1983, 706.
 [7] A. J. Amoroso, B. F. G. Johnson, J. Lewis, P. R. Raithby, W.-T. Wong, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1991, 814.
 [8] Spektroskopische Daten für **4**: IR (CH_2Cl_2): $\tilde{\nu}(\text{CO}) [\text{cm}^{-1}] = 2077\text{w}$, 2047vs, 2018s, 1988s, 1884w, 1846w, 1751w; FAB-MS: $m/z (M^+)$ exp. 2630; $^1\text{H-NMR}$ (CD_2Cl_2): keine Hydridsignale im Bereich $\delta = -40$ bis 0.
 [9] Kristalldaten für $(\text{Ph}_4\text{P})_2\mathbf{4} \cdot 0.74 \text{ CHCl}_3$: $C_{74}\text{H}_{40}\text{O}_{24}\text{P}_2\text{Os}_{10} \cdot 0.74 \text{ CHCl}_3$, $M = 3309.1$ (ohne CHCl_3), triklin, Raumgruppe $\bar{P}\bar{1}$ (Nr. 2), $a = 12.446(4)$, $b = 13.246(5)$, $c = 26.901(6)$ Å, $\alpha = 88.90(1)$, $\beta = 79.13(1)$, $\gamma = 68.07(1)$ °, $V = 4034(2)$ Å³, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber}} = 2.797 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 3049.96$, $\text{Mo}_{\text{K}\alpha}$ -Strahlung, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu(\text{Mo}_{\text{K}\alpha}) = 158.93 \text{ cm}^{-1}$, 6119 beobachtete Reflexe mit $F > 3\sigma(F)$. Strukturlösung durch Direkte Methoden und Fourier-Differenz-Techniken, verfeinert durch „Full-matrix-least-squares“-Analyse (Os und P anisotrop) auf $R = 0.058$, $R_w = 0.058$. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, University Chemical Laboratory, Lensfield Road, GB-Cambridge CB21EW, unter Angabe des vollständigen Literaturzitats angefordert werden.
 [10] B. F. G. Johnson, J. Lewis, D. A. Pippard, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1981, 407.

Ein tripelhelicaler Co_2^{II} -Komplex durch Selbstorganisation – Synthese und Struktur**

Von Alan F. Williams*, Claude Piguet und Gérald Bernardinelli

Die selektive und spontane Selbstorganisation bei der Komplexierung von zwei oder mehreren Metall-Ionen durch mehrzähnige Liganden^[1] ist ein sehr interessantes Forschungsgebiet der supramolekularen Chemie. Doppelhelicalare Strukturen können durch zwei Liganden, die aus mehreren zweizähnigen Untereinheiten aufgebaut sind, erzeugt werden, wenn sie Kationen mit bevorzugt tetraedrischer Koordination komplexieren. Die Metall-Metall-Achse der Komplexe ist die Helixachse, um die sich die Liganden winden. *Lehn* et al.^[2] synthetisierten eine Reihe von Oligobipyridyl-Liganden, die Doppelhelices mit bis zu fünf Cu^{I} -Ionen bilden, und *Sauvage* et al.^[3] nutzten einen doppelhelicalen Komplex, der aus Cu^{I} -Ionen und einem Liganden mit zwei über (CH_2)₄-Brücken verknüpften Phenanthrolineinheiten besteht, als Vorläufer in der Synthese einer molekularen Knoten-Verbindung. Die tetraedrische Koordination des Metalls ist keine notwendige Voraussetzung für die Bildung helicaler Strukturen. So berichteten wir kürzlich über einen doppelhelicalen Komplex aus Cu^{I} -Ionen, in dem der Ligand 2,6-Bis(1-methyl-benzimidazol-2-yl)pyridin (mbzimpy) im wesentlichen

[*] Dr. A. F. Williams, Dr. C. Piguet

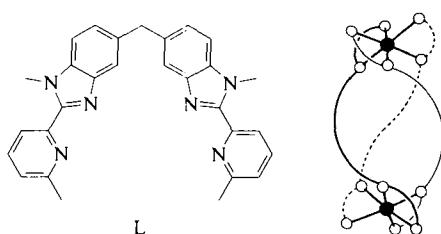
Département de Chimie Minérale, Analytique et Appliquée
Université de Genève
30 quai Ernest Ansermet, CH-1211 Genf 4 (Schweiz)

Dr. G. Bernardinelli
Laboratoire de Cristallographie aux Rayons-X
Université de Genève

[**] Diese Arbeit wurde vom Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (Stipendium Nummer 20.30139.90) gefördert. Wir danken Dr. O. Schaad und Frau A. Quattropani für ihre Unterstützung.

als bis(einzähniger) Ligand wirkt, so daß sich eine lineare Koordination der beiden Kupfer-Ionen ergibt^[4].

Eine grundlegende Voraussetzung für die Selbstorganisation um Metall-Ionen ist, daß die Koordinationsmöglichkeiten der Liganden und die stereochemisch bevorzugte Koordination des Metall-Ions zueinander passen. Deshalb ist die Voraussage möglich, daß Ionen mit bevorzugt oktaedrischer Koordination doppelhelicale Komplexe mit bis(dreizähnigen) Liganden sowie Tripelhelices mit bis(zweizähnigen) Liganden bilden können. Einen solchen Komplex mit Doppelhelix-Struktur $[\text{Cd}_2(\text{sexipyridyl})_2]^{4+}$ synthetisierten *Constable et al.*^[5] Im folgenden stellen wir die Struktur eines tripelhelicalen Komplexes vor, der beim Mischen stöchiometrischer Mengen des bis(zweizähnigen) Liganden Bis[1-methyl-2-(6'-methyl-2'-pyridyl)benzimidazol-5-yl]methan (L) und Cobalt(II)-Ionen entsteht.



Schema 1. Links: Struktur des Liganden L. Rechts: schematische Darstellung des helicalen Komplexes aus L und Co^{2+} -Ionen. Co-Atome sind als schwarze, N-Atome als weiße Kugeln dargestellt.

Der Ligand L hat vier Koordinationsstellen, doch kann er aufgrund der Starrheit der aromatischen Ringe nicht als einfacher vierzähniger Ligand wirken; obendrein lässt die Abstoßung der Wasserstoffatome in Position 4 der Benzimidazole keine planare Struktur zu. Deshalb eignet sich L ideal als bis(zweizähniger) Ligand. Aus dem Reaktionsgemisch des Liganden mit Cobalt(II)-perchlorat kann ein orangefarbenes Salz der Zusammensetzung $[\text{Co}_2\text{L}_3](\text{ClO}_4)_4 \cdot 2.5 \text{CH}_3\text{CN}$ isoliert werden. Die rosaorange Farbe der Kristalle ließ auf eine oktaedrische Koordination der Cobalt-Ionen schließen, und die Stöchiometrie war in Einklang mit einer tripelhelicalen Struktur.

Das Vorliegen eines tripelhelicalen Komplexkations mit angenäherter D_3 -Symmetrie bestätigt eine Röntgenstrukturanalyse von $[\text{Co}_2\text{L}_3](\text{ClO}_4)_4 \cdot 2.5 \text{CH}_3\text{CN}$. Abbildung 1 zeigt die ORTEP^[6]-Stereoabbildung des Kations entlang der C_2 -Achse, die durch eines der Methylenkohlenstoffatome und den Mittelpunkt zwischen den beiden Cobaltatomen verläuft. Abbildung 2 enthält Computerdarstellungen der

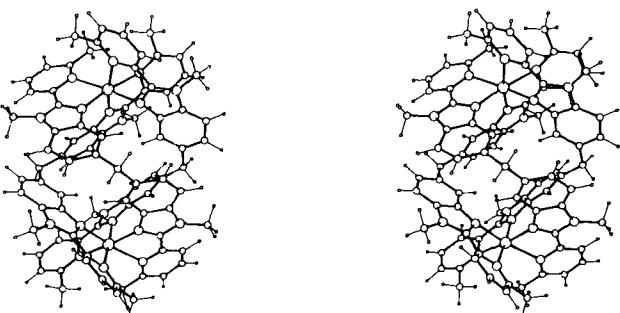


Abbildung 1. Stereobild des tripelhelicalen Kations $[\text{Co}_2\text{L}_3]^{4+}$ mit Sicht entlang einer der angenäherten C_2 -Achsen.

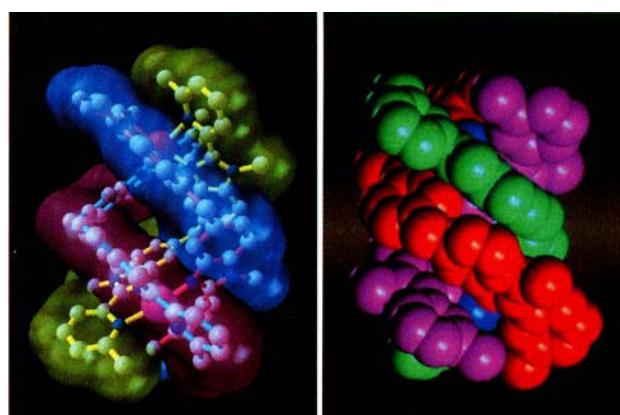


Abbildung 2. Links: Bild [14] des tripelhelicalen Kations $[\text{Co}_2\text{L}_3]^{4+}$. Die Liganden sind als Kugel-Stab-Modell dargestellt, umgeben von durchsichtigen Connolly-Bereichen [15]. Rechts: Bild [16] des Kations $[\text{Co}_2\text{L}_3]^{4+}$ mit Darstellung der Nichtwasserstoffatome als Kugeln mit 80% van-der-Waals-Radius. Es zeigt, wie sich die Liganden um die C_3 -Achse winden.

Struktur des Kations, bei denen die verschiedenen Helixstränge in unterschiedlicher Farbe wiedergegeben sind. Abbildung 3 zeigt die Projektion entlang der Co-Co-Achse. Bei einem der nicht abgebildeten Perchlorat-Ionen finden sich fünf Sauerstoffatome, während die restlichen drei Anionen praktisch keine Fehlordnung zeigen. Fünf Lösungsmittelmoleküle mit nicht vollständig besetzten Positionen wurden gefunden und mit einem Besetzungsgrad von 0.5 verfeinert.

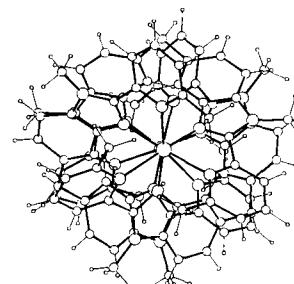


Abbildung 3. Blick entlang der Co-Co-Achse, der die angenäherte D_3 -Symmetrie zeigt.

Die Koordinationssphären der beiden Cobaltatome sind sehr ähnlich; in Tabelle 1 werden die Strukturparameter, die durch Mittelwertbildung der aufgrund von Pseudo- D_3 -Symmetrie verwandten Bindungslängen und -winkel erhalten

Tabelle 1. Strukturdaten der Cobaltkoordinationssphäre. py = Pyridin, bzim = Benzimidazol.

Abstände oder Winkel	Durchschnittswert [a]	Minimum	Maximum
Co-N _{py}	2.29(6)	2.24	2.40
Co-N _{bzim}	2.07(2)	2.04	2.10
„Bißwinkel“	76(2)	74.0	78.4
py-Co-py	103(4)	96.9	106.9
bzim-Co-bzim	97(2)	95.2	99.5
bzim-Co-py	172(2)	171.0	174.4
bzim-Co-py	84(3)	79.7	89.2

[a] Abstände [\AA] und Winkel [$^\circ$] sind Durchschnittswerte unter Annahme von D_3 -Symmetrie. Die in Klammern angegebenen Standardabweichungen wurden aus den sechs, zur Durchschnittsberechnung verwendeten Werten erhalten. Die experimentell ermittelten Standardabweichungen sind kleiner.

wurden, zusammengefaßt. Die Umgebung der Cobaltatome läßt sich am besten als ein Oktaeder beschreiben, das entlang einer C_3 -Achse abgeflacht ist. Der Co-N(Benzimidazol)-Abstand (2.07(2) Å) ist kürzer als der in der Literatur für oktaedrische High-spin-Cobalt(III)-Komplexe angegebene Wert von 2.103 Å^[17], der Co-N(Pyridin)-Abstand (2.29(6) Å) ist jedoch länger als der Standardwert von 2.185 Å. Wir führen diese Verzerrung auf die Abstoßung zwischen den Methylgruppen in Position 6 des Pyridinrings zurück, da die Abstände zwischen den Methylkohlenstoffatomen recht kurz sind (Mittelwert 4.05(2) Å). Dies steht in Einklang mit der Beobachtung, daß der durchschnittliche Pyridin-Co-Pyridin-Winkel mit 103° signifikant größer ist als der durchschnittliche Benzimidazol-Co-Benzimidazol-Winkel (97°). Der „Bißwinkel“ zwischen den Koordinationsstellen beträgt durchschnittlich 76.2°, der Cobalt-Cobalt-Abstand 8.427(4) Å.

Die Arenringe der Liganden sind innerhalb der experimentellen Fehlergrenze planar, die Winkel zwischen den Ebenen sind in Tabelle 2 angegeben. Der Durchschnittswinkel

Tabelle 2. Winkel [°] zwischen den Ebenen der aromatischen Ringe.

Ring [a]	pA1	bA1	bA2	pA2	pB1	bB1	bB2	pB2	pC1	bC1	bC2
bA1	24.0										
bA2	86.6	79.1									
pA2	82.7	87.7	30.5								
pB1	75.1	52.6	52.9	81.3							
bB1	85.6	67.2	32.1	62.3	22.6						
bB2	58.0	70.2	50.5	27.9	87.9	76.3					
pB2	33.2	49.3	66.3	51.7	84.1	81.9	25.0				
pC1	80.7	82.5	22.6	8.6	72.7	53.9	30.8	52.2			
bC1	69.0	76.3	37.0	14.0	81.0	65.7	14.7	37.7	16.1		
bC2	56.3	32.4	68.3	91.3	22.5	43.0	87.3	74.6	83.2	85.9	
pC2	70.1	47.4	54.8	82.0	5.1	26.1	86.1	80.5	73.5	80.45	17.7

[a] Die Ringe werden mit Pyridin p oder Benzimidazol b bezeichnet, zu Ligandstrang A, B oder C gehörig und gebunden an Co1 oder Co2. pB2 ist demnach ein Pyridin im Strang B, das an Co2 gebunden ist. Der Fehler der Winkelbestimmung liegt typischerweise bei 1°.

kel zwischen den Pyridin- und den Benzimidazolebenen eines Chelatringes beträgt 22.7° und zwischen den beiden Benzimidazolebenen innerhalb eines Helixstranges 80°, wobei die Werte jedoch um einige Grad streuen. Wenn auch die Cobaltkoordinationssphären näherungsweise D_3 -Symmetrie aufweisen, weicht der Gesamtkomplex deutlich von dieser hohen Symmetrie ab (Abb. 3). Diese Abweichung liegt im wesentlichen an den streuenden Werten der Torsionswinkel, von denen man keine starke Fixierung erwartet und die eine recht hohe Flexibilität des Moleküls nahelegen. Dafür spricht auch, daß im Gegensatz zum $[Cu_2(mbzimpy)_2]^{2+}$ -Komplex keine starken Stapelwechselwirkungen zu beobachten sind; im $[Co_2L_3]^{4+}$ -Komplex gibt es zwar Hinweise auf leichte Stapeleffekte zwischen den Benzimidazolen verschiedener Helixstränge, die Ringebenen sind allerdings nicht parallel, und die Abstände zwischen den Benzimidazolen (die sich unter Verwendung der Atome mit der größten Überlappung ergeben) liegen zwischen 4.2 und 4.6 Å, während bei $[Cu_2(mbzimpy)_2]^{2+}$ zuvor 3.4 Å^[4] beobachtet wurden. Nach diesen Befunden dürfte die Selbstorganisation eher von den Koordinationsanforderungen des Kations als von Wechselwirkungen zwischen den Liganden gesteuert werden.

Soweit uns bekannt ist, handelt es sich hierbei um die erste tripelhelicale Koordinationsverbindung, die durch Röntgenstrukturanalyse charakterisiert wurde. *Libman, Tor* und

Shanzer^[8] haben über einen tripelhelicalen zweikernigen Eisenkomplex berichtet, den sie mit 1H -NMR- und CD-Spektroskopie charakterisierten. In diesem Falle spielt jedoch die tripodale Natur des Liganden ohne Zweifel eine bedeutende Rolle für die Struktur des Komplexes. Über einen weiteren Fe_2 -Komplex, der aus zwei oktaedrisch komplexierten Fe^{II} -Zentren und drei zweizähnigen Liganden besteht, wurde kürzlich berichtet^[9], aber in diesem Fall wurde, wahrscheinlich wegen der größeren Flexibilität der Liganden, keine tripelhelicale Struktur beobachtet.

Experimentelles

Der Ligand wurde mit einer Phillips-Kondensation aus 3,3'-Diamino-4,4'-bis(*N*-methylamino)diphenylmethan, das nach einer modifizierten Literaturvorschrift [10] hergestellt wurde, und 2-Methylpyridin-6-carbonsäure [11] hergestellt. $[Co_2L_3](ClO_4)_4 \cdot 2.5CH_3CN$ -Kristalle wurden aus Lösungen in Acetonitril bei 40 °C erhalten. Der rotorange Kristall ($0.22 \times 0.32 \times 0.32$ mm³) wurde in einem Kapillarröhrchen mit etwas Mutterlauge abgeschmolzen. $M_r = 1994$, triklin, $P\bar{1}$, $a = 14.403(2)$, $b = 16.558(3)$, $c = 21.328(3)$ Å, $\alpha = 78.15(1)$, $\beta = 81.19(1)$, $\gamma = 89.02(1)$ auf der Basis von 24 Reflexen ($16^\circ < 2\theta < 31^\circ$), $V = 4919(1)$ Å³, $Z = 2$. Intensitätsdaten wurden bei Raumtemperatur auf einem Enraf-Nonius-CAD4-Diffraktometer mit $Mo_K\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 0.71069$ Å) gesammelt, $4^\circ < 2\theta < 38^\circ$; es wurden 7877 einheitliche Reflexe gemessen. Die Struktur wurde mit direkten Methoden [12] gelöst; andere Berechnungen verwendeten das XTAL-System [13]. Vollständige Matrixverfeinerung wurde nacheinander für Ligand 1 und Cobalt, Ligand 2, Ligand 3, Perchlorat und die Lösungsmittelmoleküle durchgeführt (maximale Anzahl der Variablen = 335). Alle Atome außer den Perchloratsauerstoffatomen und den Kohlenstoffatomen der Lösungsmittelmoleküle wurden mit anisotropen thermischen Auslenkungsparametern verfeinert. Der *R*-Faktor betrug am Ende 11.0% ($R_w = 9.7\%$, $w = 1/\sigma^2(F_0)$) bei 4980 beobachteten Reflexen ($|F_0| > 4\sigma(F_0)$). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, University Chemical Laboratory, Lensfield Road, CB2 1EW, unter Angabe des vollständigen Literaturzitats angefordert werden.

Ein eingegangen am 1. Juli 1991 [Z 4764]

CAS-Registry-Nummern:

L, 136629-58-8; $[Co_2(L_3)](ClO_4)_4 \cdot 2.5(CH_3CN)$, 136642-58-5; $[Co_2L_3](ClO_4)_4$, 136642-57-4; 3,3'-Diamino-4,4'-bis(*N*-methylamino)diphenylmethan, 23816-42-4; 2-Methylpyridin-6-carbonsäure, 934-60-1.

- [1] E. C. Constable, *Nature* 346 (1990) 314–315.
- [2] J.-M. Lehn, A. Rigault, J. Siegel, J. Harrowfield, B. Chevrier, D. Moras, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 84 (1987) 2565–2569; J.-M. Lehn, A. Rigault, *Angew. Chem. 100* (1988) 1121–1122; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 27 (1988) 1095–1097.
- [3] J.-P. Sauvage, *Acc. Chem. Res.* 23 (1990) 319–327; C. O. Dietrich-Buchecker, J. Guilhem, C. Pascard, J.-P. Sauvage, *Angew. Chem. 102* (1990) 1202–1204; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 29 (1990) 1154–1156.
- [4] C. Piguet, G. Bernardinelli, A. F. Williams, *Inorg. Chem.* 28 (1989) 2920–2925.
- [5] E. C. Constable, M. D. Ward, *J. Am. Chem. Soc.* 112 (1990) 1256–1258.
- [6] C. K. Johnson, ORTEP II Report ORNL-5138, Oak Ridge National Laboratory, TN, USA, 1976.
- [7] A. G. Orpen, L. Brammer, F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, R. Taylor, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1989, S1–S83.
- [8] J. Libman, Y. Tor, A. Shanzer, *J. Am. Chem. Soc.* 109 (1987) 5880–5881.
- [9] B. R. Serr, K. A. Andersen, C. M. Elliott, O. P. Anderson, *Inorg. Chem.* 27 (1988) 4499–4504.
- [10] V. V. Korshak, A. A. Iznynev, D. M. Mognonov, V. P. Mazurevskii, *Zh. P. Mazurevskaya, I. S. Novak, G. F. Slezko, A. I. Prokosova, A. D. Markov, Tr. Buryat. Inst. Estestv. Nauk. Buryat. Fil., Sib. Otd. Akad. Nauk SSSR* 1971, 143–145.
- [11] G. Black, E. Depp, B. B. Corson, *J. Org. Chem.* 14 (1949) 14–21.
- [12] P. Main, S. J. Fiske, S. E. Hull, L. Lessinger, G. Germain, J.-P. Declercq, M. M. Woolfson, MULTAN 87, Universities of York, England, and Louvain, Belgium, 1987.
- [13] S. R. Hall, J. M. Stewart (Hrsg.): *XTAL 3.0 User's Manual*, Universities of Western Australia and Maryland, 1990.
- [14] E. de Castro, S. Edelstein, VISP 2.0, University of Geneva, 1991.
- [15] M. L. Connolly, *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 1118–1124.
- [16] J. Brickmann, MOLCAD molecular modelling package, Technische Hochschule, Darmstadt, 1990.