

eine Lösung von **1** (1.10 g, 3.35 mmol) in THF (25 mL). Unter Rühren läßt man auf Raumtemperatur erwärmen und erhitzt anschließend 3 h lang unter Rückfluß. Man kühlt auf Raumtemperatur ab und entfernt die flüchtigen Produkte sowie die Lösungsmittel im Ölpumpenvakuum. Es bleibt ein weißer Feststoff zurück, der in *n*-Hexan (20 mL) gelöst wird. Beim Abkühlen dieser Lösung ( $-21^{\circ}\text{C}$ ) erhält man 1.12 g (61 %) **4** als weißen, mikrokristallinen Feststoff. Schmp.  $>200^{\circ}\text{C}$  (Zers.);  $^1\text{H-NMR}$  (250 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , TMS):  $\delta = -0.43$  (d,  $^3J(\text{H,H}) = 6.6$  Hz, 2H;  $\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 0.30 (s, 9H;  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ), 0.50 (d, 4H,  $^3J(\text{H,H}) = 6.6$  Hz;  $\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 0.87 (m, 3H;  $\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.05 (d,  $^3J(\text{H,H}) = 6.5$  Hz, 6H;  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.19–1.27 (m, 18H;  $\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.42 (d,  $^3J(\text{H,H}) = 6.5$  Hz, 6H;  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 3.61 (m, 2H;  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ), 7.03 (m, 3H;  $\text{H}_{\text{arom}}$ );  $^{29}\text{Si-NMR}$  (79 MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ , TMS):  $\delta = -65.3$  ( $\text{SiO}_3$ ), 12.5 ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ ); IR (KBr, Nujol):  $\tilde{\nu}[\text{cm}^{-1}] = 1246, 1186, 1053, 915, 801, 684, 599, 483$ ; MS(EI):  $m/z$  (%): 1041 (100) [ $M^+ - \text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ]; korrekte Elementaranalyse.

Eingegangen am 11. Mai 1994 [Z 6925]

- [1] A. F. Wells, *Structural Inorganic Chemistry*, 5. Aufl., Clarendon, Oxford 1984; S. Engels, *Anorganische Festkörperreaktionen*, Akademie, Berlin 1981; A. Zecchina, G. Spoto, S. Bordiga, A. Ferrero, G. Petrini, G. Leofanti, M. Padovan, *Zeolite Chemistry and Catalysis* (Hrsg.: P. A. Jacobs), Elsevier, Amsterdam 1991; F. Schwochow, L. Puppe, *Angew. Chem.* 1975, 87, 659; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 1975, 14, 620.
- [2] a) F. J. Feher, T. A. Budzichowski, K. J. Weller, *J. Am. Chem. Soc.* 1989, 111, 7288; b) F. J. Feher, K. J. Weller *Organometallics*, 1990, 9, 2638.
- [3] N. Winkhofer, A. Voigt, H. Dorn, H. W. Roesky, A. Steiner, D. Stalke, A. Reller, *Angew. Chem.* 1994, 106, 1414; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 1994, 33, 1352.
- [4] K. Fischer, *Am. Mineral.* 1963, 48, 664.
- [5] Kristallstrukturdaten von **3**:  $\text{C}_{46}\text{H}_{88}\text{Al}_2\text{N}_2\text{O}_6\text{Si}_4$ ,  $M_r = 963.50$ , monoklin, Raumgruppe  $P2_1/n$ ,  $a = 10.333(2)$ ,  $b = 20.258(3)$ ,  $c = 14.059(3)$  Å,  $\beta = 107.08(1)^{\circ}$ ,  $V = 2812.9(5)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 1.138$  g cm<sup>-3</sup>,  $F(000) = 1048$ ,  $\lambda = 0.71073$  Å,  $T = 150$  K,  $\mu(\text{MoK}\alpha) = 0.184$  mm<sup>-1</sup>. Die Intensitäten wurden auf einem Stoe-Siemens-AED-Vierkreisdiffraktometer von einem Kristall mit den Abmessungen  $0.60 \times 0.15 \times 0.15$  mm im Bereich von  $7^{\circ} \leq 2\theta \leq 45^{\circ}$  nach der Learnt-profile-Methode [6] gemessen. Von den 3793 gesammelten Reflexen sind 3668 unabhängig und 3638 wurden zur Strukturverfeinerung benutzt.  $R1 = \sum |F_o - F_c| / \sum F_o = 0.0718$  ( $F > 3\sigma F$ ),  $wR2 = [\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2 / \sum wF_o^4]^{1/2} = 0.2019$  (sämtliche Daten) für  $w^{-1} = \sigma^2(F_o^2) + (g_1/P)^2 + g_2/P$  mit  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$  und  $g_1 = 0.0399$  und  $g_2 = 7.1139$ ; minimale/maximale Restelektronendichte:  $0.487/-0.287$  e Å<sup>-3</sup>. – Kristallstrukturdaten von **4**:  $\text{C}_{54}\text{H}_{106}\text{Al}_4\text{N}_2\text{O}_6\text{Si}_4\text{-C}_{10}\text{H}_{14}$ ,  $M_r = 1185.86$ , monoklin, Raumgruppe  $P2_1/n$ ,  $a = 13.115(2)$ ,  $b = 18.531(3)$ ,  $c = 15.395(3)$  Å,  $\beta = 92.82(2)^{\circ}$ ,  $V = 3737.1(9)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 1.054$  g cm<sup>-3</sup>,  $F(000) = 1300$ ,  $\lambda = 0.71073$  Å,  $T = 213$  K,  $\mu(\text{MoK}\alpha) = 0.169$  mm<sup>-1</sup>. Die Intensitäten wurden auf einem Stoe-Siemens-AED-Vierkreisdiffraktometer von einem Kristall mit den Abmessungen  $0.5 \times 0.5 \times 0.5$  mm im Bereich von  $7^{\circ} \leq 2\theta \leq 50^{\circ}$  nach der Learnt-profile-Methode [6] gemessen. Von den 8925 gesammelten Reflexen sind 6555 unabhängig und 6544 wurden zur Strukturverfeinerung benutzt.  $R1 = 0.0531$  ( $F > 4\sigma F$ ) und  $wR2 = 0.1587$  (sämtliche Daten) für  $w^{-1} = \sigma^2(F_o^2) + (g_1/P)^2 + g_2/P$  mit  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$  und  $g_1 = 0.0826$  und  $g_2 = 2.812$ ; minimale/maximale Restelektronendichte:  $0.437/-0.420$  e Å<sup>-3</sup>. – Beide Strukturen wurden mit Direkten Methoden (SHELXS-90) [7] gelöst und nach dem Kleinst-Fehlerquadrat-Verfahren gegen  $F^2$  mit allen Daten verfeinert (SHELXL-93) [8]. Alle Nicht-Wasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden geometrisch ideal positioniert in die Verfeinerung einbezogen. Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, GB-Cambridge CB2 1EZ, unter Angabe des vollständigen Literaturzitats angefordert werden.
- [6] W. Clegg, *Acta Crystallogr. Sect. A* 1983, 39, 158.
- [7] G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr. Sect. A* 1990, 46, 467.
- [8] G. M. Sheldrick, SHELXL-93, Göttingen, 1993.

## Polynucleare Lanthanoidkomplexe: Bildung von $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]_6\text{Se}_{11}\}$ , einem Se-zentrierten $\text{Sm}_6$ -Komplex \*\*

William J. Evans\*, Gerd W. Rabe, Mohammad A. Ansari und Joseph W. Ziller

Kürzlich berichteten wir über die Verwendung der Organosamariumkomplexe  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}(\text{thf})_2]^{[1]}$  und  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]^{[2]}$  zur Synthese ungewöhnlicher Polyelement-Anionen mit Hauptgruppen-Elementen.  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]$ -Komplexe, die  $(\text{Bi}_2)^{2-}$ ,  $(\text{Sb}_2)^{3-}$  und  $(\text{Se}_2)^{2-}$ -Ionen enthalten, sind aus  $\text{BiPh}_3^{[3]}$ ,  $\text{SbnBu}_3^{[4]}$  bzw. elementarem Selen<sup>[5]</sup> erhalten worden. Die Chemie der Elemente der 6. Hauptgruppe ist kompliziert, da in Abhängigkeit von Reaktionsbedingungen und Reagensverhältnissen mehrere Reihen von Verbindungen entstehen können. Beispielsweise wurden für  $\text{E} = \text{S}, \text{Se}, \text{Te}$  die Komplexe  $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}(\text{thf})_2(\mu\text{-E})]\}$  und  $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]_2(\mu\text{-}\eta^1:\eta^3\text{-Se}_3)(\text{thf})\}$  identifiziert, die ineinander überführt werden können<sup>[5, 6]</sup>. Auch  $(\text{E}_2)^{2-}$ -Komplexe sind in diesem System zugänglich, wie durch Synthese von  $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]_2(\mu\text{-}\eta^2:\eta^2\text{-Te}_2)\}^{[5, 7]}$  gezeigt wurde. Andere Komplexe wurden im  $(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}/\text{E}$ -System beobachtet, konnten bislang aber nicht identifiziert werden.

Wir berichteten hier über  $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]_6\text{Se}_{11}\}$  **1**, ein neues Produkt aus diesem Reaktionssystem. **1** ist die erste Verbindung einer neuen Klasse polynuclearer Lanthanoidkomplexe. Da der Komplex **1** aus siebzehn Samarium- und Selenatomen aufgebaut ist, könnte er für die Herstellung verdünnter Halbleitermaterialien, die Lanthanoid-Metalle und Chalkogene enthalten, von Interesse sein; dieses Gebiet wird derzeit rege bearbeitet<sup>[8–12]</sup>. Auch im Bereich der Chalkogene ist der Komplex **1** präzedenzlos: Obwohl es eine Unmenge von Übergangsmetall-Chalkogen-Clustern gibt, die durch substituierte Phosphane, Thiole oder organische Liganden stabilisiert werden<sup>[13]</sup>, hat keiner eine Struktur wie **1**.

Der Komplex **1** kann reproduzierbar aus NMR-Proben von  $\{[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}]_2(\mu\text{-}\eta^1:\eta^3\text{-Se}_3)(\text{thf})\}$  **2**<sup>[5]</sup> in Toluol bei Raumtemperatur in 3–7 Tagen in einem stickstoffhaltigen Handschuhkasten erhalten werden. Einkristalle mit den gleichen Zellparametern wurden aus drei Proben von **2** in Toluol erhalten, jedoch nicht aus Benzol. Versuche, S- und Te-haltige Analoga nach dieser Methode zu synthetisieren, sind bis jetzt fehlgeschlagen. Die geringe Löslichkeit von **1** in Lösungsmitteln, mit denen es nicht reagiert, hat die NMR-spektroskopische Charakterisierung behindert, doch konnte die Identität von **1** durch Röntgenkristallographie sichergestellt werden (Abb. 1)<sup>[14]</sup>.

Die sechs  $(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}$ -Einheiten in **1** beschreiben ein in einer Ebene verzerrtes Oktaeder, so daß die einzigen Sm-Se-Sm-Winkel, die nicht nahe den erwarteten  $90^{\circ}$  und  $180^{\circ}$  liegen, die Winkel von  $74.6(1)^{\circ}$  für Sm(1)-Se(6)-Sm(3) und  $105.4(1)^{\circ}$  für Sm(1')-Se(6)-Sm(3) (sowie deren inversionssymmetrische Äquivalente) sind. Der Abstand zwischen den Sm-Atomen und den einzelnen C-Atomen der  $(\text{C}_5\text{Me}_5)_2$ -Gruppen (Durchschnitt  $2.679$  Å) weist klar auf die Anwesenheit von  $\text{Sm}^{\text{III}}$  hin, da über keinen Sm<sup>II</sup>-C( $\text{C}_5\text{Me}_5$ )-Abstand von weniger als  $2.79(1)$  Å berichtet wurde<sup>[15, 16]</sup>.

[\*] Prof. W. J. Evans, Dr. G. W. Rabe<sup>[†]</sup>, Dr. M. A. Ansari, Dr. J. W. Ziller  
Department of Chemistry, University of California  
Irvine, CA 92717 (USA)

[†] Neue Adresse:  
Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Universität München

[\*\*] Diese Arbeit wurde von der National Science Foundation (USA) gefördert. G. W. R. dankt der Stiftung Stipendien-Fonds des Verbandes der Chemischen Industrie für ein Liebig-Stipendium.

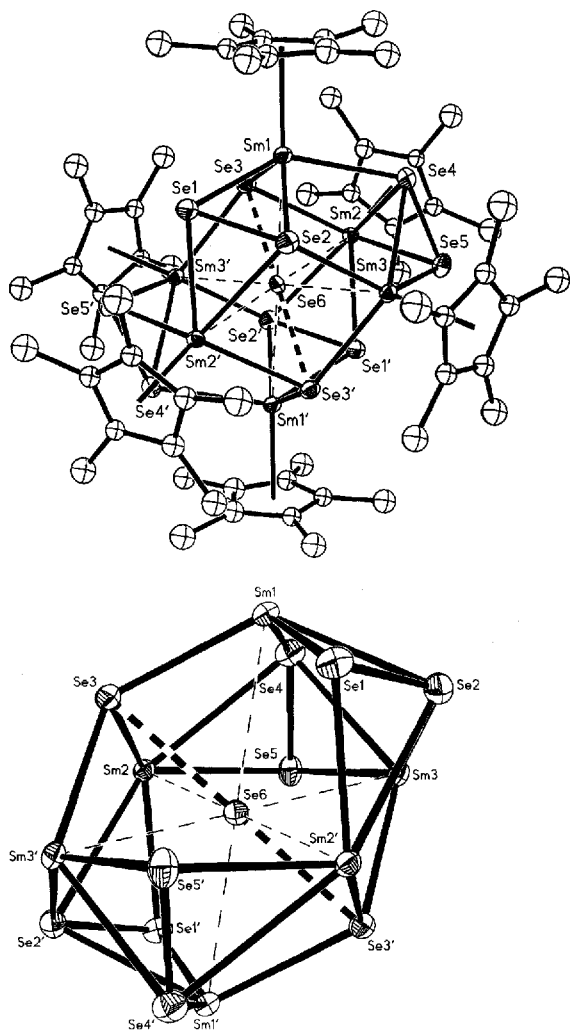


Abb. 1. Oben: Struktur von **1** im Kristall. Unten: Struktur des  $\text{Sm}_6\text{Se}_{11}$ -Kerns von **1**. Wichtige Bindungslängen [Å] und Winkel [°]: Sm(1)-Se(1) 2.869(2), Sm(1)-Se(2) 3.036(2), Sm(1)-Se(3) 2.859(2), Sm(1)-Se(4) 2.989(2), Sm(1)-Se(6) 3.182(2), Sm(2)-(Se1') 2.880(2), Sm(2)-Se(3) 2.951(2), Sm(2)-Se(4) 3.308(2), Sm(2)-Se(6) 3.123(1), Sm(2)-Se(2') 3.237(2), Sm(3)-Se(2) 3.026(2), Sm(3)-Se(4) 2.994(2), Sm(3)-Se(5) 2.878(2), Sm(3)-Se(6) 3.186(1), Se(1)-Se(2) 2.376(2), Se(3)-Se(6) 2.749(2), Se(4)-Se(5) 2.361(2); Sm(1)-Se(1)-Sm(2') 104.0(1), Sm(1)-Se(2)-Sm(3) 79.0(1), Sm(1)-Se(2)-Sm(2') 92.4(1), Sm(1)-Se(3)-Sm(2) 98.1(1), Sm(1)-Se(4)-Sm(2) 88.2(1), Sm(3)-Se(4)-Sm(2) 92.6(1), Sm(1)-Se(4)-Sm(3) 80.3(1), Sm(3)-Se(5)-Sm(2) 105.0(1), Sm(1)-Se(6)-Sm(1') 180.0(1), Sm(1)-Se(6)-Sm(2) 88.2(1), Sm(1)-Se(6)-Sm(3) 74.6(1), Sm(3)-Se(6)-Sm(2) 92.6(1), Se(3)-Se(6)-Se(3') 180.0(1).

Die elf Se-Atome in **1** können in drei Gruppen unterteilt werden: Vier Paare von Se-Atomen, Se(1)-Se(2) und Se(4)-Se(5) sowie ihre Inversionsäquivalente mit Se-Se-Abständen von 2.376(2) bzw. 2.361(2) Å. Diese Abstände ähneln denen in anderen Strukturen, die  $(\text{Se}_2)^{2-}$ -Ionen enthalten<sup>[17]</sup>. In jedem dieser Paare befindet sich ein Se-Atom, Se(1) und Se(5), 2.869(2) bis 2.880(2) Å von zwei Sm-Atomen entfernt. Diese Abstände sind länger als die Sm-Se-Abstände in  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)_2\text{Sm}(\text{thf})_2(\mu\text{-Se})]^{[5]}$  (2.782(1) und 2.779(1) Å), aber kürzer als die Abstände in **2** (2.917(1) bis 3.007(1) Å)<sup>[5]</sup>. Die anderen Se-Atome in jedem Paar, Se(2) und Se(4), haben zu drei Sm-Atomen Abstände von 2.989(2)–3.308(2) Å.

Der zweite Selentyp in **1** ist das zentrale Se(6), welches von sechs Sm-Atomen im Abstand von 3.123(1)–3.186(1) Å umgeben ist. Se(3) und Se(3'), der dritte Selentyp in **1**, haben drei Sm-Atome als Nachbarn mit Abständen von 2.859(2)–2.951(2) Å. Se(6), Se(3) und Se(3') müssen eine Ladung von  $-4$  tragen, um einen Ladungsausgleich zwischen den vier  $(\text{Se}_2)^{2-}$ -

Ionen und den sechs  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)\text{Sm}]^{2+}$ -Einheiten herzustellen. Ein  $(\text{Se}_3)^{4-}$ -Ion war bisher unbekannt, obwohl es isoelektronisch ist mit dem wohlbekannten  $\text{I}_3^-$ -Ion<sup>[18, 19]</sup>. Der Se(3)-Se(6)-Abstand von 2.749(2) Å paßt zu einem  $(\text{Se}_3)^{4-}$ -Ion: Er ist länger als die durchschnittliche Einfachbindungs-länge von 2.37 Å in  $(\text{Se}_2)^{2-}$ , so wie auch die I-I-Bindungs-länge<sup>[19]</sup> im symmetrischen  $\text{I}_3^-$  länger ist (2.901(1)–2.904(1) Å), als die Einfachbindung in  $\text{I}_2$  (2.70 Å)<sup>[20]</sup>. Ein Präzedenzfall für Chalkogen-Chalkogen-Abstände, die länger sind als typische Einfachbindungen findet sich im  $(\text{Te}_3)^{4-}$ -Ion<sup>[21, 22]</sup>.

Es ist unwahrscheinlich, daß der hexanucleare Komplex **1** einzigartig in der Chemie der Lanthanoide ist. Die ähnlichsten Organolanthanoidkomplexe sind die oxo-zentrierten, quadratisch-pyramidalen Systeme  $[(\text{C}_5\text{H}_5)_5\text{Ln}_5(\text{OMe})_8\text{O}]$  ( $\text{Ln} = \text{Y}^{[23]}$ ,  $\text{Gd}^{[24]}$ ) und der überkappte Fluorid-Schmetterlingskomplex  $[(\text{C}_5\text{Me}_5)_6\text{Yb}_5\text{F}_9]^{[25]}$ . Der Mechanismus der Bildung von **1** und verwandter Spezies wird zur Zeit untersucht.

Eingegangen am 13. April 1994 [Z 6843]

- [1] W. J. Evans, *Polyhedron* **1987**, *6*, 803.
- [2] W. J. Evans, L. A. Hughes, T. P. Hanusa, *J. Am. Chem. Soc.* **1984**, *106*, 4270.
- [3] W. J. Evans, S. L. Gonzales, J. W. Ziller, *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 9880.
- [4] W. J. Evans, S. L. Gonzales, J. W. Ziller, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1992**, 1138.
- [5] W. J. Evans, G. W. Rabe, J. W. Ziller, R. J. Doedens, *Inorg. Chem.* **1994**, *33*, 2719.
- [6] D. J. Berg, C. J. Burns, R. A. Andersen, A. Zalkin, *Organometallics* **1989**, *8*, 1865.
- [7] A. Zalkin, D. J. Berg, *Acta Crystallogr. Sect. C* **1988**, *44*, 1488.
- [8] A. G. Strzelecki, P. A. Timinski, B. A. Helsel, P. A. Bianconi, *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 3159.
- [9] D. R. Cary, J. Arnold, *J. Am. Chem. Soc.* **1993**, *115*, 2520.
- [10] a) M. Berardini, T. J. Emge, J. G. Brennan, *J. Am. Chem. Soc.* **1993**, *115*, 8501; b) M. Berardini, T. J. Emge, J. G. Brennan, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1993**, 1537.
- [11] a) I. P. Parkin, J. C. Fitzmaurice, *Polyhedron* **1993**, *12*, 1569; b) W. E. Piers, L. R. MacGillivray, M. Zaworotko, *Organometallics* **1993**, *12*, 4723.
- [12] A. Recknagel, M. Noltemeyer, D. Stalke, U. Pieper, H.-G. Schmidt, F. T. Edelmann, *J. Organomet. Chem.* **1991**, *411*, 347.
- [13] a) D. Fenske, J. Ohmer, J. Hachgenei, K. Merzweiler, *Angew. Chem.* **1988**, *100*, 1300; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1988**, *27*, 1277; b) I. G. Dance, *Polyhedron* **1986**, *5*, 1037.
- [14] Kristallstrukturanalyse von **1** · 2 Toluol:  $\text{C}_{74}\text{H}_{106}\text{Se}_{11}\text{Sm}_6$ , monoklin,  $P2_1/n$ ,  $a = 13.715(2)$ ,  $b = 14.427(4)$ ,  $c = 21.486(4)$  Å,  $\beta = 103.626(15)^\circ$ ,  $V = 4131.9(16)$  Å<sup>3</sup>, bei 163 K.  $R(F) = 0.055$  für 4505 Reflexe mit  $(|F_o| > 3.0\sigma|F_o|)$ . Die Struktur wurde mit direkten Methoden (SHELXTL) aufgeklärt und mit der Methode der kleinsten Quadrate verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden unter Verwendung eines „Reitermodells“ mit  $d(\text{C-H}) = 0.96$  Å eingefügt. Alle schweren Atome wurden anisotrop, Kohlenstoffatome isotrop verfeinert. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-58274 angefordert werden.
- [15] W. J. Evans, S. E. Foster, *J. Organomet. Chem.* **1992**, *433*, 79.
- [16] W. J. Evans, J. W. Grate, H. W. Choi, I. Bloom, W. E. Hunter, J. L. Atwood, *J. Am. Chem. Soc.* **1985**, *107*, 941.
- [17] M. A. Ansari, J. A. Ibers, *Coord. Chem. Rev.* **1990**, *100*, 223.
- [18] a) M. B. Cingi, A. M. M. Lanfredi, A. Tiripichio, G. Bandoli, D. A. Clemente, *Inorg. Chim. Acta* **1981**, *52*, 237; b) K.-F. Tebbe, B. Freckmann, M. Hörner, J. Strähle, *Acta Crystallogr. Sect. C* **1985**, *41*, 660.
- [19] G. V. Gridunova, V. E. Shklover, Y. T. Struchkov, V. D. Vil'chevskaya, N. L. Podobedova, A. I. Krylova, *J. Organomet. Chem.* **1982**, *238*, 297.
- [20] R. W. G. Wyckoff, *Crystal Structures*, Vol. 1, 2. Aufl., Interscience, New York, **1963**, S. 53.
- [21] J. M. McConachie, M. A. Ansari, J. C. Bollinger, R. J. Salm, J. A. Ibers, *Inorg. Chem.* **1993**, *32*, 3201.
- [22] U. Müller, C. Grebe, B. Neumüller, B. Schreiner, K. Z. Dehnicke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1993**, *619*, 500.
- [23] W. J. Evans, M. S. Sollberger, *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 6095.
- [24] H. Schumann, G. Kociok-Köhn, J. Loebel, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1990**, *581*, 69.
- [25] P. L. Watson, T. H. Tulip, I. Williams, *Organometallics* **1990**, *9*, 1999.