

## 1,2-Distanna[2]- und 1,2,3-Tristanna[3]ferrocenophane\*\*

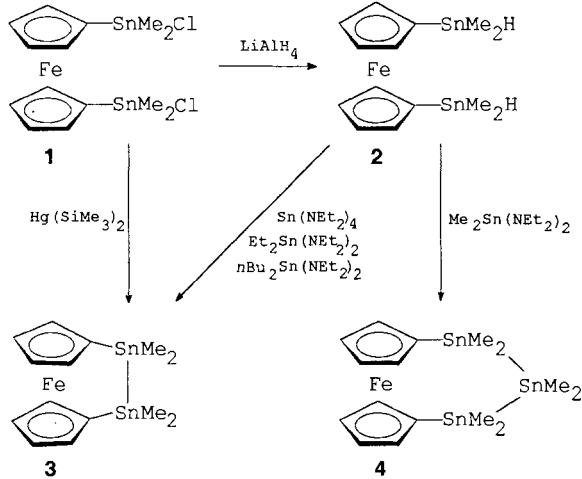
Max Herberhold\*, Udo Steffl, Wolfgang Milius und Bernd Wrackmeyer

Professor Hans Georg von Schnerring  
zum 65. Geburtstag gewidmet

[n]Ferrocenophane<sup>[1]</sup>, in denen die beiden Cyclopentadienyliganden über eine Brücke mit  $n = 1, 2$  oder  $3$  Brückengliedern verknüpft sind, haben als Monomere für die ringöffnende Polymerisation (ROP) zu metallhaltigen Polymeren Interesse gefunden<sup>[2, 3]</sup>. Darüber hinaus können sie als Modelle für die Untersuchung der Molekülbeweglichkeit<sup>[1a, 4]</sup> und der Reaktivität von Element-Element-Bindungen in einer mehr oder weniger gespannten Brücke<sup>[4-8]</sup> dienen.

Obwohl 1,1'-disubstituierte Ferrocenederivate wie  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{SnMe}_2)_2]$ <sup>[9, 10]</sup> und  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{SnMe}_2\text{Cl})_2]$  **1**<sup>[10]</sup> (Schema 1) beschrieben wurden, ist ihre Chemie nicht systematisch untersucht worden, und [n]Ferrocenophane mit Zinn in direkter Bindung zu den beiden Cyclopentadienyliganden waren bis vor kurzem unbekannt. Erst jüngst konnten I. Manners und Mitarbeiter<sup>[20]</sup> das erste 1-Stanna[1]ferrocenophan  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2(\text{SnBu}_2)]$  charakterisieren; frühere Versuche zur Darstellung von 1-Stanna[1]ferrocenophanen hatten neben polymeren Produkten immer nur (in geringer Ausbeute) die dinuclearen [1.1]Ferrocenophane  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{SnR}_2\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{Fe}]$  ( $\text{R} = \text{Et}$ <sup>[11]</sup>,  $n\text{Bu}$ <sup>[11, 12]</sup>) ergeben. Sila[n]ferrocenophane wie  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2(\text{SiR}_2)_n]$  ( $\text{R} = \text{Me}$ ;  $n = 1$ <sup>[7, 13]</sup>,  $2$ <sup>[6-8, 14]</sup>,  $3$ <sup>[8, 14]</sup>;  $\text{R} = \text{Ph}$ ;  $n = 1$ <sup>[13, 15]</sup>,  $\text{R} = \text{Cl}$ ;  $n = 1$ <sup>[13]</sup>) und Germa[n]ferrocenophane wie  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{GePh}_2]$ <sup>[16]</sup> und  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{GeMe}_2)_2]$ <sup>[14]</sup> sind hingegen seit langem bekannt. Wir haben nun einen bequemen Syntheseweg zu 1,1'-Bis(chlorodimethylstannyl)ferrocen **1**<sup>[10]</sup> gefunden, das sich leicht in das neue Hydrid **2** überführen lässt (Schema 1).

Sowohl **1** als auch **2** sind nützliche Ausgangsverbindungen für die Synthese von Stanna[n]ferrocenophanen. Behandelt man **1** mit Bis(trimethylsilyl)quecksilber, so entsteht das Distannan **3**



Schema 1. Synthesewege zu **2-4**.

[\*] Prof. Dr. M. Herberhold, Dipl.-Chem. U. Steffl, Dr. W. Milius, Prof. Dr. B. Wrackmeyer

Laboratorium für Anorganische Chemie der Universität Postfach 10 12 51, D-95440 Bayreuth

Telefax: Int. + 921/552157

E-mail: max.herberhold@uni-bayreuth.de

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

in mäßigen Ausbeuten. Die Reaktion von **2** mit Bis(diethylamino)dimethylzinn führt unter Freisetzung von zwei Äquivalenten Diethylamin in hoher Ausbeute zum Tristannan **4**. Wenn hingegen andere Diethylaminozinn-Verbindungen wie  $\text{Et}_2\text{Sn}(\text{NET}_2)_2$ ,  $n\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{NET}_2)_2$  und  $\text{Sn}(\text{NET}_2)_4$  unter den gleichen Bedingungen mit **2** umgesetzt werden, lässt sich nur das Distannan **3** erhalten (Schema 1). Die Molekülstruktur<sup>[17]</sup> des 1,2-Distanna[2]ferrocenophans **3** im Kristall (Abb. 1) zeigt einige geringfügige, aber typische Deformationen (Abb. 2).

Die Cyclopentadienylringe sind fast parallel (Neigungswinkel zur Brücke hin:  $\alpha = 0^\circ$ ) und nehmen eine nahezu ekliptische Konformation ein (Verdrillungswinkel  $\tau = 2.9^\circ$ ). Der Abstand zwischen den beiden Cyclopentadienylringen (331.2 pm) ähnelt

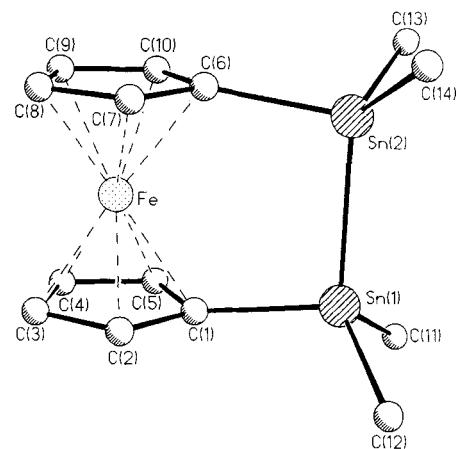
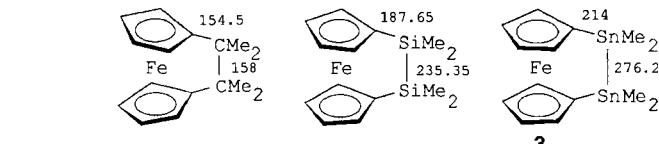
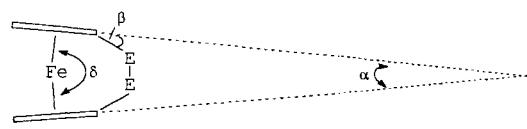


Abb. 1. Molekülstruktur von  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{SnMe}_2)_2]$  **3** im Kristall. Ausgewählte Bindungsängen [pm] und -winkel [ $^\circ$ ]:  $\text{Sn}(1)\text{-Sn}(2)$  276.2(1),  $\text{Sn}(1)\text{-C}(1)$  214.8(5),  $\text{Sn}(1)\text{-C}(11)$  213.5(6),  $\text{Sn}(1)\text{-C}(12)$  213.9(6),  $\text{Sn}(2)\text{-C}(6)$  213.3(6),  $\text{Sn}(2)\text{-C}(13)$  213.0(7),  $\text{Sn}(2)\text{-C}(14)$  213.5(8),  $\text{Sn}(2)\text{-Sn}(1)\text{-C}(1)$  97.5(1),  $\text{Sn}(2)\text{-Sn}(1)\text{-C}(11)$  114.7(2),  $\text{Sn}(2)\text{-Sn}(1)\text{-C}(12)$  117.1(2),  $\text{C}(1)\text{-Sn}(1)\text{-C}(11)$  108.5(3),  $\text{C}(1)\text{-Sn}(1)\text{-C}(12)$  109.5(3),  $\text{C}(11)\text{-Sn}(1)\text{-C}(12)$  108.7(2),  $\text{Sn}(1)\text{-Sn}(2)\text{-C}(6)$  97.7(1),  $\text{Sn}(1)\text{-Sn}(2)\text{-C}(13)$  115.8(2),  $\text{Sn}(1)\text{-Sn}(2)\text{-C}(14)$  115.9(2),  $\text{C}(6)\text{-Sn}(2)\text{-C}(13)$  107.2(3),  $\text{C}(6)\text{-Sn}(2)\text{-C}(14)$  110.4(3),  $\text{C}(13)\text{-Sn}(2)\text{-C}(14)$  108.9(3).



Winkel  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{[CMe}_2\text{]}_2]$   $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{[SiMe}_2\text{]}_2]$   $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{[SnMe}_2\text{]}_2]$  **3**

	$\alpha$	23.2	4.19	0.7
	$\beta$	10; 12	10.8	10.3; 10.6
	$\delta$	156.8	176.48	179.4
	$\tau$	9-10	6.0	2.9
	$\epsilon$	26; 28	7.85; 8.35	5.2; 5.5

Abb. 2. Vergleich der Strukturen dreier homologer [2]Ferrocenophane. Die Winkel  $\tau$  (Verdrillungswinkel) und  $\epsilon$  (Torsionswinkel) sind im Text definiert.

dem im Ferrocen (332 pm)<sup>[18]</sup>. Sowohl die C(1)-Sn(1)- und die C(6)-Sn(2)-Bindungslänge (214 pm im Durchschnitt) als auch die Me-Sn-Me-Winkel (108.8° im Durchschnitt) liegen innerhalb der erwarteten Bereiche; die entsprechenden Werte in  $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{Sn}(\text{nBu})_2\text{C}_5\text{H}_4)_2\text{Fe}]^{[12]}$  betragen 212.5(3) und 214.6(3) pm bzw. 110.1(2)°. Die beiden  $\text{SnMe}_2$ -Gruppen sind um 5.3° (Torsionswinkel  $\varepsilon$ ) aus der ekliptischen Anordnung herausgedreht.

Die NMR-Daten der neuen Stanna[n]ferrocenophane **3** und **4** bestätigen die vorgeschlagenen Strukturen. Von besonderem Interesse sind die  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Spektren, die typische  $^{117}\text{Sn}$ -Satellitensignale mit  $^1J(^{119}\text{Sn}, ^{117}\text{Sn}) = 5274.0$  Hz (**3**) und 3223.9 Hz (**4**) sowie  $^2J(^{119}\text{Sn}, ^{117}\text{Sn}) = 537.2$  Hz (**4**) zeigen. Da keine Veränderungen der  $^1\text{H}(\text{C}_5\text{H}_4)$ - und  $^1\text{H}(\text{SnMe}_2)$ -Resonanzsignale im Bereich von 25 °C bis –90 °C in  $[\text{D}_8]\text{Toluol}$  beobachtet werden können, scheint die aus drei  $\text{SnMe}_2$ -Einheiten bestehende Brücke in **4** sehr beweglich zu sein.

Offenbar nimmt die Spannung in den [2]Ferrocenophanen (Abb. 2) ab, wenn die E-E-Bindungslänge in der Brücke in der Reihenfolge  $\text{E} = \text{CMe}_2 < \text{SiMe}_2 < \text{SnMe}_2$  zunimmt. Wenn man die bekannte Reaktivität der Sn–Sn-Bindung in Distanzen und Polystannanen in Rechnung stellt, sollten die neuen Ferrocenophane **3** und **4** gute Modellverbindungen für die Untersuchung von Austausch- und Insertionsreaktionen<sup>[21]</sup> sein und den Zugang zu einer vielfältigen Chemie der Stanna[n]ferrocenophane eröffnen.

## Experimentelles

Alle Kopplungskonstanten zu  $^{119}\text{Sn}$  sind aus den Satellitensignalen ermittelt. Die  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ - und  $^{119}\text{Sn}$ -NMR-Spektren wurden bei 250, 62.9 bzw. 93.3 MHz gemessen. 1: Eine Mischung aus 1.41 g (2.8 mmol) 1,4'-Bis(trimethylstannyl)ferrocen und 1.3 g (5.9 mmol) Dimethylzinnchlorid wird 3 h auf 130 °C erhitzt. Das dabei entstehende Trimethylzinnchlorid wird an einen Kühlfinger (15 °C) sublimiert und dadurch aus dem Gleichgewicht entfernt. Letzte Spuren von  $\text{Me}_3\text{SnCl}$  und  $\text{Me}_2\text{SnCl}_2$  werden im Hochvakuum abgezogen. Man erhält 1.39 g (90%) 1 als dunkelorangenes Öl. Umkristallisation aus Hexan ergibt einen orangen Feststoff (Schmp. 85 °C). EI-MS:  $m/z = 554$  ( $M^+$ , 100%);  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^1\text{H})$ ):  $\delta = 0.55$  (s, 12 H,  $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J = 60.9$  Hz), 4.08 (m, 4 H, 2.5-H,  $J = 9.6$  Hz), 4.25 (m, 4 H, 3.4-H);  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{13}\text{C})$ ):  $\delta = -1.1$  ( $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J = 415.6$  Hz), 70.7 (C-1,  $J = 590.0$  Hz), 74.5 (C-2.5,  $J = 66.9$  Hz), 72.0 (C-3.4,  $J = 51.2$  Hz);  $^{119}\text{Sn}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 125.5$ .

2: Eine Lösung von 0.73 g (1.3 mmol) 1 in 20 mL Ether wird langsam zu einer auf 0 °C gekühlten Suspension von 0.05 g (1.3 mmol)  $\text{LiAlH}_4$  in Ether getropft, und das Reaktionsgemisch wird 3 h bei Raumtemperatur gerührt. Die unlöslichen Bestandteile werden abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Es bleiben 0.61 g (96%) 2 als orangenes Öl zurück. EI-MS:  $m/z = 486$  ( $M^+$ , 100%);  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^1\text{H})$ ):  $\delta = 0.26$  (d, 12 H,  $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J = 57.9$  Hz,  $^3J(^1\text{H}, ^1\text{H}) = 2.2$  Hz), 3.99 (m, 4 H, 2.5-H,  $J = 9.4$  Hz), 4.23 (m, 4 H, 3.4-H), 5.45 (sept., 2 H,  $\text{HSn}$ ,  $J = 1824.0$  Hz);  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{13}\text{C})$ ):  $\delta = -7.5$  ( $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J = 371.8$  Hz), 65.8 (C-1,  $J = 515.4$  Hz), 75.0 (C-2.5,  $J = 53.8$  Hz), 71.4 (C-3.4,  $J = 42.4$  Hz);  $^{119}\text{Sn}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = -102.4$ .

3 aus 1 und  $\text{Hg}(\text{SiMe}_3)_2$ : Zu einer Lösung von 0.58 g (1 mmol) 1 in 20 mL Toluol werden 0.47 g (1.3 mmol) Bis(trimethylsilyl)quecksilber gegeben. Die Mischung wird 5 h bei Raumtemperatur gerührt. Das Lösungsmittel wird im Hochvakuum entfernt und der Rückstand in Pentan aufgenommen. Die Lösung wird filtriert und eingeelegt. Säulenchromatographie über Kieselgel mit Hexan/Dichlormethan (3:2) liefert 0.14 g (29%) 3 als gelben kristallinen Feststoff (Schmp. 105 °C). –3 aus 2 und  $\text{R}_2\text{Sn}(\text{NEt}_2)_2$  ( $\text{R} = \text{Et}$ ,  $\text{Bu}$ ) oder  $\text{Sn}(\text{NEt}_2)_4$ : Die stöchiometrische Menge der Diethylaminozinn-Verbindung wird zu einer Lösung von 0.2 g (0.41 mmol) 2 in 20 mL Ether bei 0 °C getropft, und die Mischung wird 2 h unter Rückfluß erhitzt. Die flüchtigen Bestandteile werden im Vakuum entfernt und der Rückstand durch Säulenchromatographie gereinigt. Man erhält 3 in Ausbeuten bis zu 52%. EI-MS:  $m/z = 484$  ( $M^+$ , 100%);  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^1\text{H})$ ):  $\delta = 0.40$  (s, 12 H,  $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J_1 = 50.2$ ,  $J_2 = 15.4$  Hz), 4.34 (m, 4 H, 2.5-H,  $J = 9.8$  Hz), 4.22 (m, 4 H, 3.4-H);  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{13}\text{C})$ ):  $\delta = -8.2$  ( $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J_1 = 227.0$ ,  $J_2 = 74.2$  Hz), 77.8 (C-1,  $J_1 = 338.9$ ,  $J_2 = 49.9$  Hz), 74.8 (C-2.5,  $J = 44.6$  Hz), 69.5 (C-3.4,  $J_1 = 32.7$ ,  $J_2 = 4.4$  Hz);  $^{119}\text{Sn}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{117}\text{Sn})$ ):  $\delta = -43.4$  ( $J = 5274.0$  Hz).

4: Eine Lösung von 0.2 g (0.41 mmol) 2 in 20 mL Ether wird auf 0 °C gekühlt; dann werden mit einer Spritze langsam 0.1 g (0.41 mmol) Bis(diethylamino)dimeethylzinn zugegeben. Die Reaktionsmischung wird 3 h unter Rückfluß erhitzt, danach werden alle flüchtigen Bestandteile abgezogen. Nach Säulenchromatographie über Kieselgel mit Hexan werden 0.11 g (43%) 4 als gelber kristalliner Feststoff erhalten (Schmp. 117 °C). EI-MS:  $m/z = 630$  ( $M^+$ , 43), 467 ( $M^+ - \text{SnMe}_3$ , 100%);  $^1\text{H}$ -

NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^1\text{H})$ ):  $\delta = 0.53$  (s, 12 H,  $\text{Me}_2\text{Sn}$ ,  $J_1 = 44.6$ ,  $J_2 = 22.6$  Hz), 0.45 (s, 6 H,  $\text{SnSnMe}_2\text{Sn}$ ,  $J_1 = 48.7$ ,  $J_2 = 13.8$ ,  $J_3 = 5.0$  Hz), 3.99 (m, 4 H, 2.5-H,  $J = 10.4$  Hz), 4.26 (m, 4 H, 3.4-H);  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{13}\text{C})$ ):  $\delta = -9.0$  ( $\text{C}_5\text{H}_4\text{SnMe}_2$ ,  $J_1 = 244.7$ ,  $J_2 = 42.7$ ,  $J_3 = 17.7$  Hz), -13.5 ( $\text{SnSnMe}_2\text{Sn}$ ,  $J_1 = 185.0$ ,  $J_2 = 30.5$  Hz), 72.2 (C-1,  $J_1 = 362.9$ ,  $J_2 = 54.1$ ,  $J_3 = 8.3$  Hz), 78.9 (C-2.5,  $J_1 = 46.5$ ,  $J_2 = 10.5$  Hz), 74.3 (C-3.4,  $J_1 = 35.0$ ,  $J_2 = 5.0$  Hz);  $^{119}\text{Sn}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ,  $J(^{119}\text{Sn}, ^{117}\text{Sn})$ ):  $\delta = -102.5$  ( $\text{C}_5\text{H}_4\text{SnMe}_2$ ,  $J_1 = 3223.9$ ,  $J_2 = 537.2$  Hz), -249.3 ( $\text{SnSnMe}_2\text{Sn}$ ,  $J = 3225.7$  Hz).

Eingegangen am 26. Februar 1996 [Z 8868]

**Stichworte:** Eisenverbindungen · Metallocenophane · Sandwichkomplexe · Stannylierungen · Zinn-Zinn-Bindungen

- [1] a) „Ferrocene Compounds containing Heteroelements“: M. Herberhold in *Ferrocenes, Homogeneous Catalysis, Organic Synthesis, Materials Science* (Hrsg.: A. Togni, T. Hayashi), VCH, Weinheim, 1995, S. 219–278; b) M. Herberhold, *Angew. Chem.* 1995, 107, 1985–1987; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 1995, 34, 1837–1840.
- [2] a) I. Manners, *Adv. Organomet. Chem.* 1995, 37, 131–168; b) *Phosphorus, Sulfur, Silicon* 1994, 93/94, 143–151.
- [3] a) P. F. Brandt, T. B. Rauchfuss, *J. Am. Chem. Soc.* 1992, 114, 1926–1927; b) C. P. Galloway, T. B. Rauchfuss, *Angew. Chem.* 1993, 105, 1407–1409; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 1993, 32, 1319–1321; c) *Phosphorus, Sulfur, Silicon* 1994, 93/94, 117–128.
- [4] a) E. W. Abel, K. G. Orrell, A. G. Osborne, V. Sik, W. Guoxiong, *J. Organomet. Chem.* 1991, 411, 239–249; b) M. Herberhold, U. Dörfler, W. Milius, B. Wrackmeyer, *ibid.* 1995, 492, 59–63; c) A. Davison, J. C. Smart, *ibid.* 1979, 174, 321–334.
- [5] a) M. Kumada, T. Kondo, K. Mimura, K. Yamamoto, M. Ishikawa, *J. Organomet. Chem.* 1972, 43, 307–314; b) M. Kumada, T. Kondo, K. Mimura, K. Yamamoto, *ibid.* 1972, 43, 315–321.
- [6] W. Finckh, B.-Z. Tang, A. Lough, I. Manners, *Organometallics* 1992, 11, 2904–2911.
- [7] W. Finckh, B.-Z. Tang, D. A. Foucher, D. B. Zamble, R. Ziembinski, A. Lough, I. Manners, *Organometallics* 1993, 12, 823–829.
- [8] V. V. Dement'ev, F. Cervantes-Lee, L. Parkanyi, H. Sharma, K. H. Pannell, M. T. Nguyen, A. Diaz, *Organometallics* 1993, 12, 1983–1987.
- [9] F. H. Köhler, W. A. Geike, N. Hertkorn, *J. Organomet. Chem.* 1987, 334, 359–367.
- [10] Z. Kabouche, Nguyen Huu Dinh, *J. Organomet. Chem.* 1989, 375, 191–195.
- [11] D. Seyerth, H. P. Withers, Jr., *Organometallics* 1982, 1, 1275–1282.
- [12] A. Clearfield, C. J. Simmons, H. P. Withers, Jr., D. Seyerth, *Inorg. Chim. Acta* 1983, 75, 139–144.
- [13] A. R. Fischer, J. B. Kinney, R. H. Staley, M. S. Wrighton, *J. Am. Chem. Soc.* 1979, 101, 6501–6506.
- [14] M. Kumada, T. Kondo, K. Mimura, M. Ishikawa, K. Yamamoto, S. Ikeda, M. Kondo, *J. Organomet. Chem.* 1972, 43, 293–305.
- [15] H. Stoeckli-Evans, A. G. Osborne, R. H. Whiteley, *Helv. Chim. Acta* 1976, 59, 91–101.
- [16] a) A. G. Osborne, R. H. Whiteley, R. E. Meads, *J. Organomet. Chem.* 1980, 193, 345–357; b) H. Stoeckli-Evans, A. G. Osborne, R. H. Whiteley, *ibid.* 1980, 194, 91–101.
- [17] Kristallstrukturanalyse von 3:  $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{FeSn}_2$ , oranges Plättchen mit den Abmessungen  $0.42 \times 0.35 \times 0.10$  mm<sup>3</sup>; 3 kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe  $P2_1/c$  mit den Gitterparametern  $a = 1309.0(2)$ ,  $b = 657.5(2)$ ,  $c = 1887.4(2)$  pm,  $\beta = 100.76(2)$ °,  $Z = 4$  und  $\mu(\text{Mo}_\text{K}) = 3.981$  mm<sup>-1</sup>. Auf einem Siemens-P4-Diffraktometer mit  $\text{Mo}_\text{K}\alpha$ -Strahlung ( $\lambda = 71.073$  pm, Graphit-Monochromator) wurden 4832 Reflexe im Bereich von  $3^\circ \leq 2\theta \leq 55^\circ$  ( $T = 296$  K) gesammelt. Die Struktur wurde mit 3547 unabhängigen, beobachteten Reflexen mit dem Programm SHELXTL PLUS gelöst und verfeinert ( $F_0 \geq 0\sigma(F_0)$ , keine Reflexe weggelassen). Die Daten wurden empirisch für Absorptionseffekte unter Verwendung von  $\psi$ -Scans von zehn ausgesuchten Reflexen, korrigiert (min./max. Transmissionsfaktoren 0.3847/0.8034). Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert, die Wasserstoffatome befinden sich in berechneten Positionen. Die Verfeinerung mit 155 Parametern konvergiert bei  $R/wR$ -Werten von 0.0403/0.0360 mit  $w^{-1} = \sigma^2(F_0)$ ; die min./max. Restelektronendichte war 1.09/–0.60 e Å<sup>-3</sup>. Die kristallographischen Daten der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als supplementary publication no. CCDC-179-54 beim Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC, 12 Union Road, GB-Cambridge CB2 1EZ; Tel.: Int. +1223/336408, Telefax: Int. +1223/336033; E-mail: teched@chemcrys.cam.ac.uk) hinterlegt.
- [18] a) J. D. Dunitz, L. E. Orgel, A. Rich, *Acta Crystallogr.* 1956, 9, 373–375; P. Seiler, J. D. Dunitz, *Acta Crystallogr. Sect. B* 1979, 35, 1068–1074; b) F. Taku-sagawa, T. F. Koetzle, *ibid.* 1979, 35, 1074–1081.
- [19] M. Burke Laing, K. N. Trueblood, *Acta Crystallogr.* 1965, 19, 373–381.
- [20] R. Rutkens, A. J. Lough, I. Manners, *Angew. Chem.* 1996, 108, 1929–1931; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 1996, 35, Nr. 16.
- [21] Erste Untersuchungen haben ergeben, daß Sauerstoff, Schwefel und Selen in die Sn-Sn-Bindung von 3 unter Bildung von 1,3-Distanna-2-chalkogeno[3]-ferrocenophanen inserieren.