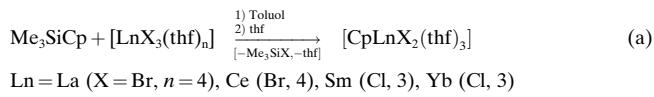


- [4] a) K. C. Nicolaou, Y. He, D. Vourloumis, H. Vallberg, Z. Yang, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 2554–2556; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 2399–2401; b) D. Meng, E. J. Sorensen, P. Bertinato, S. J. Danishefsky, *J. Org. Chem.* **1996**, *61*, 7998–7999; c) P. Bertinato, E. J. Sorensen, D. Meng, S. J. Danishefsky, *ibid.* **1996**, *61*, 8000–8001; d) D. Schinzer, A. Limberg, O. M. Böhm, *Chem. Eur. J.* **1996**, *2*, 1477–1482; e) J. Mulzer, A. Mantoulidis, *Tetrahedron Lett.* **1996**, *37*, 9179–9182; f) E. Claus, A. Pahl, P. G. Jones, H. M. Meyer, M. Kalesse, *ibid.* **1997**, *38*, 1359–1362; g) T. Gabriel, L. Wessjohann, *ibid.* **1997**, *38*, 1363–1366; R. E. Taylor, J. D. Haley, *ibid.* **1997**, *38*, 2061–2064.
- [5] a) A. Balog, D. Meng, T. Kamenecka, P. Bertinato, D.-S. Su, E. J. Sorensen, S. J. Danishefsky, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 2976–2978; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 2801–2803; b) D. Meng, D.-S. Su, A. Balog, P. Bertinato, E. J. Sorensen, S. J. Danishefsky, Y.-H. Zheng, T.-C. Chou, L. He, S. B. Horwitz, *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, *119*, 2733–2734.
- [6] a) Z. Yang, Y. He, D. Vourloumis, H. Vallberg, K. C. Nicolaou, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 170–172; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 166–168; b) K. C. Nicolaou, F. Sarabia, S. Ninkovic, Z. Yang, *ibid.* **1997**, *109*, 539–540 bzw. **1997**, *36*, 525–526.
- [7] D. Schinzer, A. Limberg, A. Bauer, O. M. Böhm, M. Cordes, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 543–544; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 523–524.
- [8] K. C. Nicolaou, N. Winssinger, J. A. Pastor, S. Ninkovic, F. Sarabia, Y. He, D. Vourloumis, Z. Yang, T. Li, P. Giannakakou, E. Hamel, *Nature* **1997**, *387*, 268–272.
- [9] D.-S. Su, D. Meng, P. Bertinato, A. Balog, E. J. Sorensen, S. J. Danishefsky, Y.-H. Zheng, T.-C. Chou, L. He, S. B. Horwitz, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 775–777; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 757–759.
- [10] K. C. Nicolaou, Y. He, D. Vourloumis, H. Vallberg, F. Roschangar, F. Sarabia, S. Ninkovic, Z. Yang, J. I. Trujillo, *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, *119*, 7960–7973.
- [11] K. C. Nicolaou, S. Ninkovic, F. Sarabia, D. Vourloumis, Y. He, H. Vallberg, M. R. V. Finlay, Z. Yang, *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, *119*, 7974–7991.
- [12] K. C. Nicolaou, D. Vourloumis, T. Li, J. Pastor, N. Winssinger, Y. He, S. Ninkovic, F. Sarabia, H. Vallberg, F. Roschangar, N. P. King, M. R. V. Finlay, P. Giannakakou, P. Verdier-Pinard, E. Hamel, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 2181–2187; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 2097–2103.
- [13] K. C. Nicolaou, H. Vallberg, N. P. King, F. Roschangar, Y. He, D. Vourloumis, C. G. Nicolaou, *Chem. Eur. J.* **1997**, *3*, 1957–1970.
- [14] K. C. Nicolaou, F. Sarabia, M. R. V. Finlay, S. Ninkovic, N. P. King, D. Vourloumis, Y. He, *Chem. Eur. J.* **1997**, *3*, 1971–1986.
- [15] A. Balog, P. Bertinato, D.-S. Su, D. Meng, E. J. Sorensen, S. J. Danishefsky, Y.-H. Zheng, T.-C. Chou, L. He, S. B. Horwitz, *Tetrahedron Lett.* **1997**, *38*, 4529–4532.
- [16] G. Höfle, persönliche Mitteilung.
- [17] R. J. Kowalski, P. Giannakakou, E. Hamel, *J. Biol. Chem.* **1997**, *272*, 2534–2541.
- [18] Zur Entwicklung der Olefinmetathese zur Ringbildung siehe: a) W. J. Zuercher, M. Hashimoto, R. H. Grubbs, *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 6634–6640; b) P. R. Schwab, H. Grubbs, J. W. Ziller, *ibid.* **1996**, *118*, 100–110; c) R. H. Grubbs, S. J. Miller, G. C. Fu, *Acc. Chem. Res.* **1995**, *28*, 446–452, zit. Lit.; d) J. Tsuji, S. Hashiguchi, *Tetrahedron Lett.* **1980**, *21*, 2955–2959; frühere Pionierarbeiten zu dieser Reaktion: e) T. J. Katz, S. J. Lee, N. Acton, *ibid.* **1976**, 4247–4250; f) T. J. Katz, N. Acton, *ibid.* **1976**, 4241–4254; g) T. J. Katz, J. McGinnis, C. Altus, *J. Am. Chem. Soc.* **1976**, *98*, 606–608; h) T. J. Katz, *Adv. in Organomet. Chem.* **1977**, *16*, 283–317.
- [19] Für Anwendungen der Olefinmetathesereaktion zur Synthese mittlerer und großer Ringe siehe: a) B. C. Borer, S. Deerenberg, H. Bieräugel, U. K. Pandit, *Tetrahedron Lett.* **1994**, *35*, 3191–3194; b) T. D. Clark, M. R. Ghadiri, *J. Am. Chem. Soc.* **1995**, *117*, 12364–12365; c) A. F. Houri, Z. Xu, D. A. Cogan, A. H. Hoveyda, *ibid.* **1995**, *117*, 2943–2944; d) A. Fürstner, K. Langemann, *J. Org. Chem.* **1996**, *61*, 3942–3943; e) S. F. Martin, H.-J. Chen, A. K. Courtney, Y. Liao, M. Pätz, M. N. Ramser, A. S. Wagman, *Tetrahedron* **1996**, *52*, 7251–7264; f) Z. Xu, C. W. Johannes, S. S. Salman, A. H. Hoveyda, *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 10926–10927.
- [20] J. K. Stille, *Angew. Chem.* **1986**, *98*, 504–522; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1986**, *25*, 508–524.
- [21] R. Baker, J. L. Castro, *J. Chem. Soc. Perkin Trans I* **1990**, 47–65.
- [22] A. Dondoni, A. R. Mastellari, A. Medici, E. Negrini, P. Pedrini, *Synthesis* **1986**, 757–760.
- [23] P. Reynaud, M. Robba, R. C. Moreau, *Bull. Soc. Chim. Fr.* **1962**, 1735–1740.
- [24] K. Sonogashira, Y. Tohda, N. Hagihara, *Tetrahedron Lett.* **1975**, *16*, 4467–4470.
- [25] Wir danken G. Höfle für die ¹H- und ¹³C-NMR-Spektren des natürlichen Epothilons **E**.

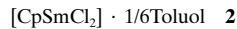
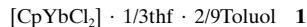
Neuartige, hochsymmetrische, halogenzentrierte Mehrkernkomplexe der Lanthanoide: $[\text{Cp}_6\text{Yb}_6\text{Cl}_{13}]^-$ und $[\text{Cp}_{12}\text{Sm}_{12}\text{Cl}_{24}]^{**}$

Winfried P. Kretschmer,* Jan H. Teuben und Sergei I. Troyanov*

Kürzlich haben wir gefunden, daß sich zahlreiche Monocyclopentadienylanthanoiddihalogenide ($\text{Cp} = \eta^5\text{-C}_5\text{H}_5$) unter geringem Aufwand, hochrein und in guten Ausbeuten durch Verwendung von Trimethylsilylcyclopentadien als Alkylierungsmittel [Gl. (a)] darstellen lassen.^[1] Im Unterschied zu den bisher beschriebenen Metathese- oder Synproportionierungsreaktionen kommt es dabei weder zur Koordinierung eines Salzes (LiCl, NaCl) noch zu den oft beobachteten Mehrfachalkylierungen.^[2,3]



Das Auftreten deutlicher Farbänderungen während der Synthese (z. B. farblos → violett → orange im Falle von Ytterbium) legt die Vermutung nahe, daß Intermediate auftreten. Ähnliche Farbänderungen wurden bereits bei der Synthese von $[\text{CpYbCl}_2(\text{thf})_3]$ beobachtet.^[4] Umkristallisation der nach der Alkylierung in Toluol schwerlöslichen Rückstände führte zu den Verbindungen **1** und **2**, die nur sehr



wenig bzw. kein thf enthalten. Einkristalle der Verbindungen **1** und **2** konnten reproduzierbar durch Behandlung der thf-Addukte $[\text{CpLnCl}_2(\text{thf})_3]$ ($\text{Ln} = \text{Sm}, \text{Yb}$) mit heißem Toluol

[*] Dr. W. P. Kretschmer, Prof. Dr. J. H. Teuben

Centre for Catalytic Olefin Polymerization, University of Groningen Nijenborgh 4, NL-9747 AG Groningen (Niederlande)

E-mail: teuben@chem.rug.nl

Dr. S. I. Troyanov

Chemistry Department

Moscow State University

119899 Moscow, Vorobyevy Gory (Russland)

Telefax: Int. +095/9328846

E-mail: troyanov@thermo.chem.msu.su

[**] W. P. K. dankt der Deutschen Forschungsgemeinschaft für ein Postdoktoranden-Stipendium.

und gleichzeitigem Abdestillieren des frei werdenden Tetrahydrofurans erhalten werden.

1 weist eine ionische Struktur auf, $[\text{Cp}_3\text{Yb}_3(\mu^3\text{-Cl})_2(\mu\text{-Cl})_3(\text{thf})_3][\text{Cp}_6\text{Yb}_6(\mu^6\text{-Cl})(\mu\text{-Cl})_{12}] \cdot 2\text{C}_7\text{H}_8$, die aus dreikernigen Kationen und sechskernigen Anionen gebildet wird (Abb. 1).^[5] Das Kation besteht aus einem gleichseitigen

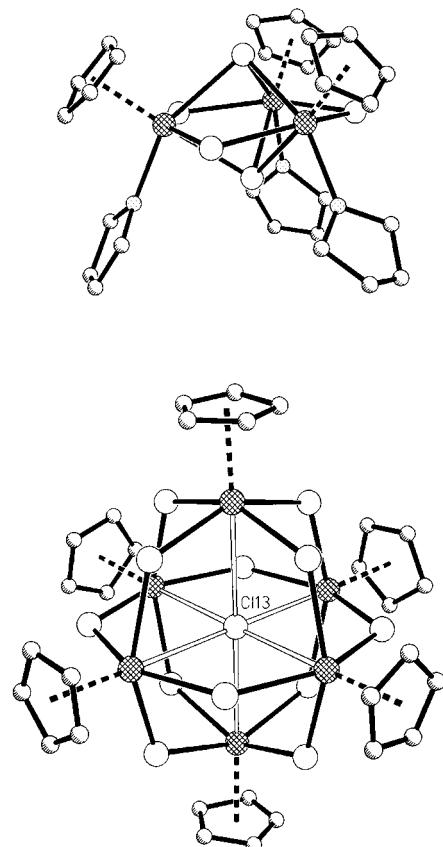


Abb. 1. Strukturen des dreikernigen Kations $[\text{Cp}_3\text{Yb}_3\text{Cl}_5(\text{thf})_3]^+$ (oben) und des Cl-zentrierten oktaedrischen Anions $[\text{Cp}_6\text{Yb}_6\text{Cl}_{13}]^-$ (unten) von **1** im Kristall.

Dreieck von Yb-Atomen, die durch doppelt verbrückende Cl-Atome über den Kanten (\bar{d} (Yb-Cl) 2.662 Å) und dreifach verbrückende Cl-Atome beiderseits der Fläche (\bar{d} (Yb-Cl) 2.764 Å) verbunden sind. Drei Cyclopentadienyl-Liganden (\bar{d} (Yb-Cp_z) 2.29 Å) auf der einen und drei thf-Liganden (\bar{d} (Yb-O) 2.25 Å) auf der anderen Seite der Dreiecksebene ergeben pseudooktaedrische Koordination für jedes Yb-Atom.^[6] Das Kation kann damit der häufig vorkommenden M_3X_{11} -Atomanordnung zugewiesen werden.^[7] Die sechs Yb-Atome des Anions in **1** beschreiben ein nahezu reguläres Oktaeder, dessen Kanten von 12 Cl-Atomen mit annähernd gleichen Yb-Cl-Abständen von 2.61–2.67 Å überbrückt werden. Ein weiteres Cl(13)-Atom mit deutlich längeren Yb-Cl-Abständen von 3.14–3.28 Å zentriert das Oktaeder. Die sechste Koordinationsstelle jedes Yb-Atoms ist mit einem Cyclopentadienyl-Liganden (\bar{d} (Yb-Cp_z) 2.29 Å) besetzt. Das Anion hat damit eine selten hohe Symmetrie. Weitere aus Lösungen erhaltenen sechskernige Verbindungen wie $[\text{Cp}^*\text{Sm}_6\text{Se}_{11}]$ ($\text{Cp}^* = \eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5$) und $[\{\text{Nd}_3(\mu^3\text{-OR})$

$\}_{2}](\text{OR})_3(\mu^6\text{-Cl})]$ weisen dagegen überaus starke Verzerrungen des Gerüsts auf,^[8,9] während der symmetrische Oktaeder im Komplex $[\text{K}(\text{thf})_4]_2[\text{Cp}^*\text{Yb}_6\text{I}_8]$ ($\text{Cp}^* = \eta^5\text{-C}_5\text{Me}_4(\text{SiMe}_2\text{iBu})$) nicht halogenzentriert ist und zweiwertige Yb-Ionen enthält.^[10]

Einen noch höheren Oligomerisierungsgrad als **1** hat die aus neutralen Molekülen aufgebaute Verbindung **2** $[\text{Cp}_{12}\text{Sm}_{12}(\mu^3\text{-Cl})_{24}] \cdot 2\text{C}_7\text{H}_8$.^[11] Eine Röntgenkristallstrukturanalyse ergab, daß jeweils zwölf $[\text{Cp}\text{SmCl}_2]$ -Einheiten zu einem Molekül vereinigt sind, wobei die Sm-Atome ikosaedrisch angeordnet sind (Abb. 2). Das gesamte Molekülgerüst

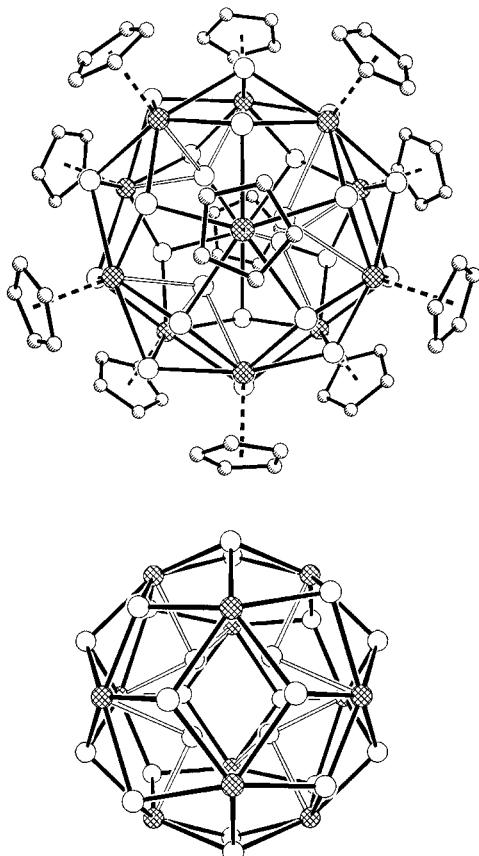


Abb. 2. Oben: Struktur von $[\text{Cp}_{12}\text{Sm}_{12}\text{Cl}_{24}]$ im Kristall in Richtung einer der sechs fünfzähligen Pseudoachsen. Unten: Struktur des $\text{Sm}_{12}\text{Cl}_{24}$ -Skeletts von **2** mit 20 äußeren und vier inneren Cl-Atomen in Richtung einer der drei zweizähligen Achsen. Die Sm-Atome sind als schraffierte, die Cl-Atome als leere Kreise und die inneren Sm-Cl-Bindungen als doppelte Linien dargestellt.

hat die kristallographische Symmetrie 222 mit drei zweizähligen, sich im Molekülzentrum kreuzenden Achsen. Damit sind nur drei Sm- und sechs Cl-Atome sowie drei Cp-Liganden kristallographisch unabhängig. Jedes Sm-Atom weist eine stark verzerrte pentagonal-bipyramidale Koordinationssphäre bestehend aus sechs Cl-Atomen und einem Cp-Liganden auf. Jedes Cl-Atom überspannt eine Samarium-Dreiecksfläche, wobei 20 Cl-Atome eine „äußere“ pentagonal-dodekaedrische Hülle bilden (Sm-Cl_a-Abstände im Bereich von 2.67–3.09 Å), während vier weitere Cl-Atome ein „inneres“ Tetraeder (Cl_i-Cl_i = 3.29 Å) ergeben, das das Sm-

Ikosaeder zentriert ($\text{Sm}-\text{Cl}_i = 2.95 \text{ \AA}$). Die 60 C-Atome der 12 Cp-Liganden ($d(\text{Sm}-\text{Cp}_2)2.36 \text{ \AA}$) bilden eine Anordnung, die einem abgestumpften Ikosaeder entspricht und damit eine Analogie zum C_{60} -Fulleren aufweist. Diese Gesamtanordnung macht den Sm-Ikosaeder damit nicht nur in der Lanthanoidepräzedenzlos.

Ein Vergleich der beiden Komplexe spiegelt in eindrucksvoller Weise den Einfluß von analogem Reaktionsverhalten der Lanthanoide bei unterschiedlichen Ionenradien auf die Struktur wider. So ist eine pseudo-oktaedrische Umgebung (KZ = 6) in allen monomeren $[\text{CpLnCl}_2(\text{thf})_3]$ -Komplexen strukturbestimmendes Merkmal, unabhängig vom Radius der Ionen.^[12] Werden die voluminösen thf-Liganden gegen die kleineren μ -Cl-Atome ausgetauscht und dabei gleichzeitig die entsprechenden Bindungen länger, so erhöht sich die Koordinationszahl von 6 auf 7. Das ist z. B. in den vergleichbaren π -Aren-Komplexen $[(\eta^6\text{-Aren})\text{Ln}(\text{AlCl}_4)_3]$ der Fall, in denen für alle Ln-Atome eine pentagonal-bipyramidal Koordinationssphäre, bestehend aus sechs μ -Cl-Atomen (zwischen Ln und Al) und einem Aren-Liganden gefunden wurde.^[13] Die Koordinationszahl 7 kann für die $[\text{CpLnCl}_2]$ -Komplexe allerdings nur erreicht werden, wenn aus jedem terminalen Cl-Atom der Monomere ein μ^3 -Cl-Atom in den Oligomeren wird. Diese Bedingungen sind hervorragend im Sm-Ikosaeder erfüllt, der neben der pentagonalen Symmetrie auch einen genügend großen Innenraum für vier Cl-Atome bereitstellt. Die kleineren Yb-Ionen ($r_{\text{Yb}} = 0.925 \text{ \AA}$, $r_{\text{Sm}} = 1.020 \text{ \AA}$ für KZ = 7)^[14] bevorzugen hingegen die oktaedrische Yb₆-Anordnung mit KZ = 6.

Die neuen Verbindungen **1** und **2** beweisen eindrucksvoll, daß die Lanthanoide trotz analoger Reaktivität zu einer reichhaltigen und einzigartigen Strukturchemie befähigt sind. Es ist zu erwarten, daß eine systematische Untersuchung der Entfernung von thf aus den einkernigen Monocyclopentadienylverbindungen für die gesamte Reihe der Lanthanoide zur Isolierung neuer Typen von Mehrkernkomplexen führen sollte.

Experimentelles

Alle präparativen Arbeiten wurden unter Stickstoff durchgeführt.

1: Eine Suspension von 2.73 g (5.5 mmol) $[\text{YbCl}_3(\text{thf})_3]$ und 0.84 mL (5 mmol) $\text{C}_5\text{H}_5\text{SiMe}_3$ in 50 mL Toluol wird 24 h unter Rückfluß erhitzt. Man zieht das Lösungsmittel im Vakuum ab, wäscht solange mit Toluol, bis dieses nur noch gering gefärbt ist, und kristallisiert den Rückstand in siedendem Toluol um. Langsame Abkühlung auf Raumtemperatur ergibt violette Prismen, die abfiltriert und im Vakuum getrocknet werden. Ausbeute: 0.90 g (51%). Elementaranalyse von $\text{C}_{71}\text{H}_{85}\text{Cl}_{18}\text{O}_3\text{Yb}_9$: ber. (gef.) C 26.80 (27.01), H 2.67 (2.78); IR (KBr, Nujol): $\tilde{\nu} [\text{cm}^{-1}] = 3097, 3081, 1688, 1681, 1673, 1651, 1038, 1012$ (vs), 919, 854 (vs), 794 (vs), 788 (vs), 736, 694, 464.

2: Eine Suspension von 0.20 g (0.4 mmol) $[\text{CpSmCl}_2(\text{thf})_3]$ in 20 mL Toluol wird 24 h unter Rückfluß erhitzt, wobei das Lösungsmittel langsam abdestilliert wird. Der Rückstand wird mit 10 mL Toluol bei 80 °C kontinuierlich extrahiert, wobei sich orange Kristalle abscheiden. Man dekantiert die Lösung ab, wäscht mit wenig Toluol und trocknet im Vakuum. Ausbeute: 0.044 g (35%).

Eingegangen am 26. August 1997 [Z10761]

Stichwörter: Cyclopentadienylkomplexe · Mehrkernkomplexe · Samarium · Ytterbium

- [1] W. P. Kretschmer, S. I. Troyanov, A. Meetsma, J. H. Teuben, *Proc. 31th Int. Conf. Coordination Chemistry, 18–23 Aug. 1996, Vancouver, Canada*, **1996**, Abstr. S. 176.
- [2] Übersicht über Lanthanoid-Verbindungen: H. Schumann, J. A. Meese-Marktschaffel, L. Esser, *Chem. Rev.* **1995**, *95*, 865–986.
- [3] Übersicht über Monocyclopentadienyl-Komplexe: R. Poli, *Chem. Rev.* **1991**, *91*, 509–551.
- [4] M. Adam, X.-F. Li, W. Oroschin, R. D. Fischer, *J. Organomet. Chem.* **1985**, *296*, C19–C22.
- [5] Kristalldaten von **1**: monoklin, $P2_1/c$, $a = 16.262(1)$, $b = 26.376(1)$, $c = 21.742(1) \text{ \AA}$, $\beta = 101.027(5)^\circ$, $V = 9153.5(8) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $\rho_{\text{ber.}} = 2.309 \text{ g cm}^{-3}$, $T = 295 \text{ K}$, $1.5^\circ < 2\Theta < 48^\circ$ (MoK_α , $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$), CAD-4 (Enraf-Nonius), 14655 Reflexe, davon 11333 unabhängig. Strukturbestimmung mit Direkten Methoden (SHELXS-86). Verfeinerung gegen $|F^2|$ (SHELXL-93) mit 9563 Reflexen ($F_o^2 \geq 0$) und 912 Parametern, wR_2 (alle) = 0.1070 und R_i (beob.) = 0.0641 [11b].
- [6] Hier und im weiteren bezieht sich die Definition des Koordinationspolyeders auf die Anordnung der σ -Liganden und der Zentren der π -Liganden. Siehe z. B.: *Encyclopedia of Inorganic Chemistry*, Vol. 2 (Hrsg.: R. B. King), Wiley, New York, **1994**, S. 819.
- [7] Beispiele für M_3X_{11} : a) D. L. Clark, J. C. Gordon, J. C. Huffman, J. G. Watkin, B. D. Zwick, *New J. Chem.* **1995**, *19*, 495–502; b) W. J. Evans, M. S. Sollberger, T. P. Hanusa, *J. Am. Chem. Soc.* **1988**, *110*, 1841–1850.
- [8] W. J. Evans, G. W. Rabe, M. A. Ansari, J. W. Ziller, *Angew. Chem.* **1994**, *106*, 2200–2201; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1994**, *33*, 2110–2111.
- [9] R. A. Andersen, D. H. Templeton, A. Zalkin, *Inorg. Chem.* **1978**, *17*, 1962–1965.
- [10] S. P. Constantine, G. M. De Lima, P. B. Hitchcock, J. M. Keates, G. A. Lawless, *Chem. Commun.* **1996**, 2421–2422.
- [11] a) Kristalldaten von **2**: tetragonal, $I4_1/acd$, $a = 26.822(3)$, $c = 28.071(2)$, $V = 20195(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 8$, $\rho_{\text{ber.}} = 2.281 \text{ g cm}^{-3}$, $T = 273 \text{ K}$, $3.0^\circ < 2\Theta < 39.0^\circ$ (MoK_α , $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$), IPDS (Stoe), 12239 Reflexe davon 2160 unabhängig. Strukturbestimmung mit Direkten Methoden (SHELXS-86). Verfeinerung gegen $|F^2|$ (SHELXL-93) mit 1568 Reflexen ($F_o^2 \geq 0$) und 160 Parametern, wR_2 (alle) = 0.1233 und R_i (beob.) = 0.0659. b) Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Strukturen wurden als „supplementary publication no. CCDC-100593“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: The Director, CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ (Telefax: Int +1223/336-033; E-mail: deposit@chemcrys.cam.ac.uk).
- [12] X. Zhou, Z. Wu, H. Ma, Z. Xu, X. You, *Polyhedron* **1994**, *13*, 375–378.
- [13] a) F. A. Cotton, W. Schwotzer, *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 4657–4658; b) Übersicht: G. B. Deacon, Q. Shen, *J. Organomet. Chem.* **1996**, *506*, 1–17.
- [14] R. D. Shannon, *Acta Crystallogr. Sect. A* **1976**, *32*, 751–767.