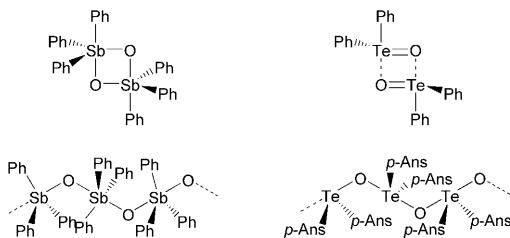


Wohldefinierte Stibonsäuren und Tellurinsäuren**

Jens Beckmann,* Pamela Finke, Malte Hesse und Burkhard Wettig

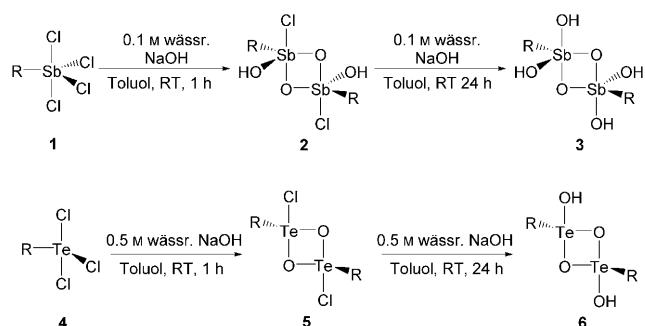
Die ersten Stibonsäuren $\text{RSb}(\text{O})(\text{OH})_2$ ^[1] und Tellurinsäuren $\text{RTe}(\text{O})(\text{OH})_2$ ^[2] ($\text{R} = \text{Aryl, Alkyl}$) wurden bereits vor über 90 Jahren im Zusammenhang mit pharmakologischen Studien zu Arsonsäuren $\text{RAs}(\text{O})(\text{OH})_2$ und den verwandten Heilmitteln Atoxyl und Salvarsan intensiv untersucht, welche den Beginn der modernen Chemotherapie einleiteten.^[3] Im Unterschied zu ihren leichteren Homologen der Gruppen 15 und 16 sind alle bisher beschriebenen Stibon- und Tellurinsäuren schlecht definierte, amorphe, hochschmelzende Substanzen, die nur eine geringe Löslichkeit in den meisten organischen Lösungsmitteln aufweisen. Molmassenbestimmungen^[4] und ^{121}Sb -Mößbauer-Spektroskopiestudien^[5] zeigten, dass $\text{PhSb}(\text{O})(\text{OH})_2$ einen hohen Aggregationsgrad und eine trigonal-bipyramidal Struktur ausweist. Dagegen sind Phosphon- und Arsonsäuren, $\text{RE}(\text{O})(\text{OH})_2$ ($\text{E} = \text{P, As}$), ebenso wie Sulfins- und Seleninsäuren, $\text{RE}(\text{O})(\text{OH})$ ($\text{E} = \text{S, Se}$), wohldefinierte Molekülverbindungen mit tetraedrisch koordinierten Zentralatomen E, polaren (formalen) $\text{E}=\text{O}$ -Doppelbindungen und $\text{E}-\text{OH}$ -Gruppen, die in Festkörperstrukturen üblicherweise intermolekulare Wasserstoffbrücken ausbilden.

Für die verwandten Triarylantimonoxide und Diaryltelluroxide wurden zwei grundsätzlich verschiedene Strukturtypen beobachtet, nämlich asymmetrische Dimere, z.B. $(\text{Ph}_3\text{SbO})_2$ ^[6] und $(\text{Ph}_2\text{TeO})_2$,^[7] sowie eindimensionale Polymere, z.B. $(\text{Ph}_3\text{SbO})_n$ ^[8] und $(p\text{-Ans}_2\text{TeO})_n$ ($\text{Ans} = \text{MeOC}_6\text{H}_4$).^[9]



Diese Beobachtungen veranlassten uns, die Strukturen von kinetisch stabilisierten Stibon- und Tellurinsäuren mit

einem sperrigen *m*-Terphenylliganden genauer zu untersuchen. Die kinetisch kontrollierte basische Hydrolyse von 2,6-Mes₂C₆H₃SbCl₄ (**1**) in einem Zweiphasensystem aus Toluol und 0.1 M wässriger Natriumhydroxid-Lösung lieferte die μ_2 -oxo-verbrückten zweikernigen Produkte $[\text{2,6-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Sb}(\text{O})(\text{OH})\text{Cl}]_2$ (**2**) und $[\text{2,6-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Sb}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ (**3**) in guten Ausbeuten (Schema 1). Frühere Versuche, die Verbin-



Schema 1. Synthese von **2**, **3**, **5** und **6**. $\text{R} = 2,6\text{-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3$.

dung **3** durch die basische Hydrolyse von 2,6-Mes₂C₆H₃SbCl₂ an der Luft herzustellen, führten sowohl zur kinetisch kontrollierten Bildung von $(2,6\text{-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Sb}^{\text{III}}\text{Cl})_2\text{O}$ als auch zu den gemischtvalenten Antimon-Sauerstoff-Clustern $(2,6\text{-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Sb}^{\text{V}})_2(\text{ClSb}^{\text{III}})_4\text{O}_8$ und $(2,6\text{-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Sb}^{\text{V}})_4(\text{ClSb}^{\text{III}})_4\text{-(HOSb}^{\text{III}}\text{)}_2\text{O}_{14}$, die durch Spaltung einiger Sb-C-Bindungen entstanden.^[10] In Anbetracht dessen, dass die Reaktionsbedingungen in beiden Versuchen ähnlich waren, scheint es, dass Sb^V-C-Bindungen des gleichen *m*-Terphenylliganden hydrolysebeständiger sind als Sb^{III}-C-Bindungen.

Die kinetisch kontrollierte basische Hydrolyse von 2,6-Mes₂C₆H₃TeCl₃ (**4**) in einem Zweiphasensystem aus Toluol und 0.5 M wässriger Natriumhydroxid-Lösung lieferte die μ_2 -oxo-verbrückten zweikernigen Produkte $[\text{2,6-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Te}(\text{O})(\text{OH})\text{Cl}]_2$ (**5**) und $[\text{2,6-Mes}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Te}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ (**6**) in guten Ausbeuten (Schema 1).

Die Molekülstrukturen von **3** und **6** enthalten asymmetrische viergliedrige Sb₂O₂- und Te₂O₂-Ringe mit einer bzw. zwei exocyclischen OH-Gruppen (Abbildung 1 bzw. 2).^[11] Unter Einbezug des freien Elektronenpaares am Te-Atom können die Sb- und Te-Atome als verzerrt trigonal-bipyramidal koordiniert mit der erwarteten Anordnung der Liganden beschrieben werden. Der anorganische Kern von **3** und **6** wird durch die sperrigen *m*-Terphenylsubstituenten wirksam gegen weitere Aggregation abgeschirmt. Weiterhin sind in **6** zwei der Mesitylgruppen in *ortho*-Position an Menshutkin-Wechselwirkungen mit den freien Elektronenpaaren der Te-Atome beteiligt (Abstand: Zentrum(C20–C25)…Te1 3.399(1) Å).^[12] In **3** variieren die äquatorialen und axialen endocyclischen Sb-O-Bindungslängen (1.913(2) und

[*] Prof. Dr. J. Beckmann, Dipl.-Chem. P. Finke, Dipl.-Chem. M. Hesse, B.Sc. B. Wettig

Institut für Chemie und Biochemie, Anorganische und Analytische Chemie, Freie Universität Berlin
Fabeckstraße 34–36, 14195 Berlin (Deutschland)
E-Mail: beckmann@chemie.fu-berlin.de

[**] Wir danken Irene Brüdgam (Freie Universität Berlin) für die Bestimmung der Einkristallbeugungsdaten und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung.

Hintergrundinformationen zu diesem Beitrag sind im WWW unter <http://dx.doi.org/10.1002/ange.200803997> zu finden.

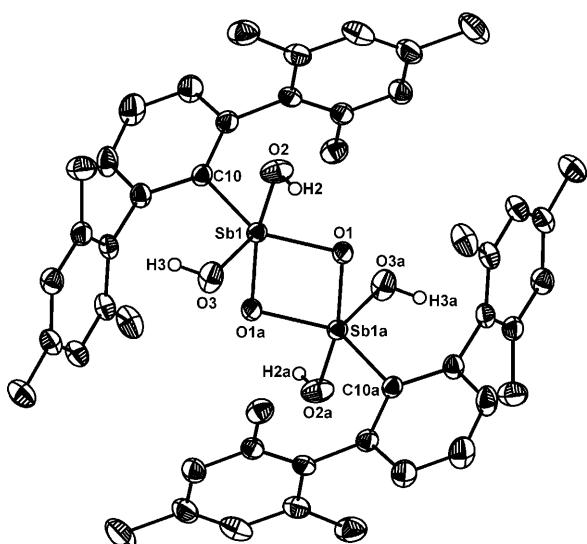


Abbildung 1. Molekülstruktur von **3** mit Schwingungsellipsoiden bei 30% Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Ausgewählte Bindungsparameter [\AA]: Sb1–O1 1.913(2), Sb1–O1a 2.035(2), Sb1–O2 1.940(3), Sb1–O3 1.917(3), Sb1–C10 2.136(3); O1–Sb1–O3 118.4(1), O1–Sb1–O2 91.9(1), O3–Sb1–O2 87.8(1), O1–Sb1–O1a 78.1(1), O2–Sb1–O1a 165.7(1), O3–Sb1–O1a 88.1(1), O1–Sb1–C10 125.6(1), O1a–Sb1–C10 94.9(1), O2–Sb1–C10 99.2(1), O3–Sb1–C10 115.1(1), Sb1–O1–Sb1a 102.0(1).

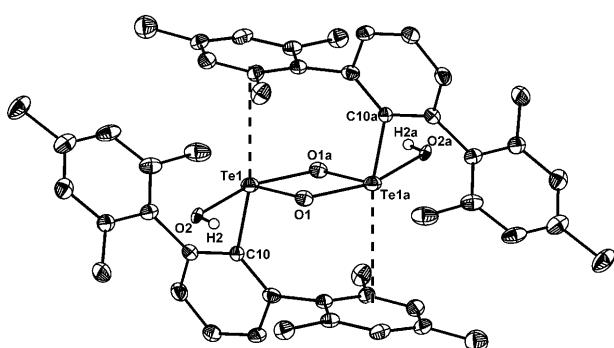


Abbildung 2. Molekülstruktur von **6** mit Schwingungsellipsoiden bei 30% Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Ausgewählte Bindungsparameter [\AA]: Te1–O1 1.897(5), Te1–O1a 2.143(5), Te1–O2 2.232(4), Te1–C10 2.151(6); O1–Te1–O1a 76.5(2), O1–Te1–C10 108.4(2), O1a–Te1–C10 89.3(2), O1–Te1–O2 86.0(2), O1a–Te1–O2 161.2(2), C10–Te1–O2 89.68(2), Te1–O1–Te1a 103.5(2).

2.035(2) \AA) nur geringfügig um 0.122(2) \AA und sind gut mit denen von $(\text{Ph}_3\text{SbO})_2$ (1.928(3) und 2.071(4) \AA) vergleichbar.^[6] Dagegen unterscheiden sich die äquatorialen und axialen endocyclischen Te-O-Bindungslängen in **6** (1.897(5) und 2.143(5) \AA) um 0.246(5) \AA .

Im verwandten $(\text{Ph}_2\text{TeO})_2$ unterscheiden sich die äquatorialen und axialen Te-O-Bindungslängen (Mittelwerte: 1.89(1) und 2.55(1) \AA) noch ausgeprägter, nämlich um 0.66(1) \AA . In diesem Fall sind zwei „ Ph_2TeO -Monomere“ nur schwach über sekundäre Wechselwirkungen gebunden.^[7] Aus der relativen Abweichung der endocyclischen E-O-Bindungslängen lässt sich ein zunehmender Assoziationsgrad der viergliedrigen Ringe in der Reihenfolge $(\text{Ph}_2\text{TeO})_2 \ll \mathbf{6} \ll (\text{Ph}_3\text{SbO})_2$ ableiten.

Im Unterschied zu bisher beschriebenen Stibon-^[1] und Tellurinsäuren^[2] lösen sich die Verbindungen **3** und **6** gut in organischen Lösungsmitteln wie Toluol, CH_2Cl_2 und Ethanol, jedoch nicht in Hexan oder wässriger NaOH-Lösung. Os-mometrische Molekulargewichtsbestimmungen für **3** und **6** ($2.5\text{--}5.0 \text{ g kg}^{-1}$ in Toluol) bei 60°C ergaben Aggregationsgrade von 2.0 und 1.6. Diese Messungen sind im Einklang mit den berechneten Dissoziationsenergien E_D .

Um die Dissoziationsenergien E_D von **3** und **6** abschätzen zu können, wurden DFT-Rechnungen^[13] der μ_2 -oxo-verbrückten Modellsubstanzen $[\text{PhSb}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ (**3a**) und $[\text{PhTe}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ (**6a**) auf dem B3PW91/TZ-Niveau durchgeführt und mit hypothetischen analogen zweikernigen Strukturen der leichteren Phenylpentelsäuren $[\text{PhE}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ ($\text{E} = \text{As}, \text{P}$) und Phenylchalkogensäuren $[\text{PhE}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ ($\text{E} = \text{Se}, \text{S}$) verglichen (Abbildungen 3 und 4). Erwartungsgemäß steigen die Dissoziationsenergien E_D ausgehend von $\text{E} = \text{S}$ (-0.6 kJ mol^{-1}) über $\text{E} = \text{Se}$ (16.1 kJ mol^{-1}) bis $\text{E} = \text{Te}$ ($106.2 \text{ kJ mol}^{-1}$). Während für die μ_2 -oxo-verbrückten Phenylphosphonsäuren $[\text{PhP}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ kein Energieminimum gefunden werden konnte, steigen die Dissoziationsenergien E_D ebenso für die schwereren Phenylpentelsäuren $[\text{PhE}(\text{O})(\text{OH})_2]_2$ beim Übergang von $\text{E} = \text{As}$ (47.0 kJ mol^{-1})

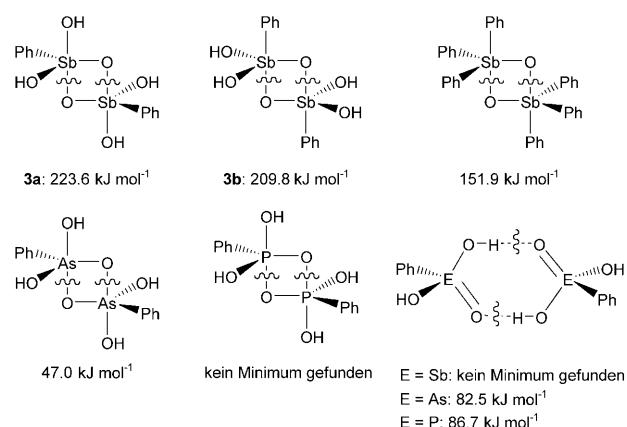


Abbildung 3. Dissoziationsenergien E_D der dimeren Phenylpentelsäuren und Triphenylantimonoxid.

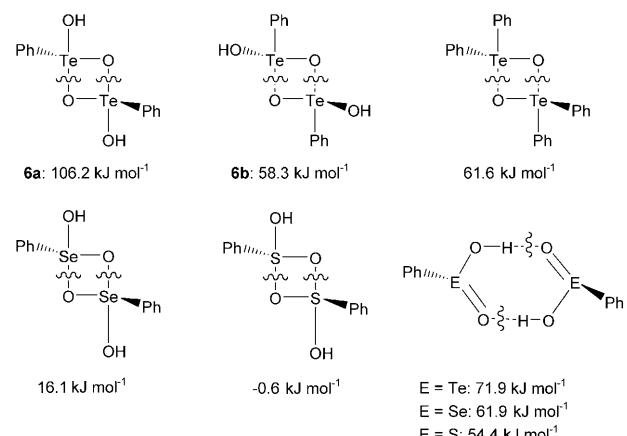


Abbildung 4. Dissoziationsenergien E_D der dimeren Phenylchalkogensäuren und Diphenyltelluroxid.

zu $E = \text{Sb}$ ($223.6 \text{ kJ mol}^{-1}$). Obwohl $[\text{PhAs(O)(OH)}_2]_2$ und $[\text{PhSe(O)OH}]_2$ signifikant hohe E_D -Werte aufweisen, zeigen alle bisher beschriebenen Arylarsonsäuren und Arylselein-säuren keinerlei Anzeichen für die Bildung $\mu_2\text{-oxo-verbrückter Dimere}$. Die leichteren Phenylpentelsäuren $[\text{PhE(O)(OH)}_2]$ ($E = \text{As, P}$) und Phenylchalkogensäuren $[\text{PhE(O)OH}]_2$ ($E = \text{Se, S}$) sind sowohl im Festkörper als auch in Lösung im Allgemeinen in Wasserstoffbrückennetzwerken assoziiert. Daher wurden ebenfalls die Dissoziationsenergien E_D für jeweils zwei durch Wasserstoffbrücken verknüpfte Phenylpentelsäuren bzw. Phenylchalkogensäuren berechnet; die Energien variieren in diesen Fällen zwischen 54.4 und 86.7 kJ mol^{-1} . Die zwei verschiedenen Möglichkeiten der Dimerisierung dieser Säuren können als Konkurrenz zwischen $E\cdots\text{O}=\text{E}$ - und $\text{EOH}\cdots\text{O}=\text{E}$ -Donor-Akzeptor-Wechselwirkungen interpretiert werden. Aus dem Vergleich der E_D -Werte kann geschlossen werden, dass die Bildung $\mu_2\text{-oxo-verbrückter Dimere}$ für die schweren Pentelsäuren und Chalkogensäuren der fünften Periode energetisch begünstigt ist, während bei den leichteren Homologen der dritten und vierten Periode die über Wasserstoffbrücken gebundenen Dimere stabiler sind. Der Versuch einer Strukturoptimierung für einen Wasserstoffbrücken-gebundenen Komplex von $[\text{PhSb(O)(OH)}_2]_2$ ergab das zweite $\mu_2\text{-oxo-verbrückte Dimer } \mathbf{3b}$, in dem sich die Phenylsubstituenten axial zum verbrückenden Sauerstoffatom befinden. In Übereinstimmung mit der Regel von Bent ist E_D für $\mathbf{3b}$ ($209.8 \text{ kJ mol}^{-1}$) nur wenig kleiner als für $\mathbf{3a}$ ($223.6 \text{ kJ mol}^{-1}$). Im Vergleich dazu ist die Dissoziationsenergie E_D von $(\text{Ph}_3\text{SbO})_2$ ($151.9 \text{ kJ mol}^{-1}$) um ca. 50 kJ mol^{-1} kleiner als die von $\mathbf{3a}$ und $\mathbf{3b}$. Für $[\text{PhTe(O)(OH)}_2]_2$ wurde neben $\mathbf{6a}$ ebenfalls ein zweites $\mu_2\text{-oxo-verbrücktes Dimer } \mathbf{6b}$ berechnet, in dem sich die Phenylgruppe in der axialen Position befindet. Die Dissoziationsenergien E_D von $\mathbf{6a}$ ($106.2 \text{ kJ mol}^{-1}$) und $\mathbf{6b}$ (58.3 kJ mol^{-1}) unterscheiden sich interessanterweise wesentlich, was eventuell einem unterschiedlichen *trans*-Effekt der axialen endocyclischen Liganden zugeschrieben werden kann. Der Wert für $\mathbf{6b}$ stimmt gut mit der Dissoziationsenergie E_D von $(\text{Ph}_2\text{TeO})_2$ (61.6 kJ mol^{-1}) überein.

Die berechneten Dissoziationsenergien E_D der Modellsubstanzen steigen in der Reihenfolge $(\text{Ph}_2\text{TeO})_2 \ll \mathbf{6a} \ll (\text{Ph}_3\text{SbO})_2 < \mathbf{3a}$, was sich auch im Assoziationsgrad der experimentell charakterisierten viergliedrigen Ringe widerspiegelt.

Experimentelles

Eine Lösung von **1** (577 mg, 1.00 mmol) oder **4** (547 mg, 1.00 mmol) in Toluol (50 mL) wurde durch die Zugabe einer wässrigen NaOH-Lösung (50 mL, 0.1M für **2** und **3**; 10 mL, 0.5M für **5** und **6**) hydrolysiert. Das Gemisch wurde intensiv für 1 h (für **2** und **5**) oder 24 h (für **3** und **6**) gerührt. Die Phasen wurden getrennt und die organische Phase über Na_2SO_4 getrocknet. Nach Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum wurde ein farbloser Feststoff erhalten.

2 (umkristallisiert aus $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{Hexan}$): Ausbeute 482 mg, 0.478 mmol; 96 %. $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): $\delta = 7.57$ (t, $^3J(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, 1H), 7.20 (d, $^3J(\text{H,H}) = 7.4 \text{ Hz}$, 2H), 6.95 (s, 4H), 2.26 (s, 6H), 2.21 ppm (s, 12H). $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): $\delta = 140.3, 140.1, 138.4, 133.7, 132.4, 131.1, 129.0, 21.5, 21.1 \text{ ppm}$. IR (KBr):

$\tilde{\nu}_{\text{OH}} = 3521 \text{ cm}^{-1}$. C,H-Analyse (%) ber. für $\text{C}_{48}\text{H}_{52}\text{Cl}_2\text{O}_4\text{Sb}_2$ (1007.30): C 57.23, H 5.20; gef.: C 58.02, H 5.22.

3 (umkristallisiert aus THF und im Vakuum getrocknet): Ausbeute 425 mg, 0.438 mmol; 88 %. $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): $\delta = 7.07$ (t, $^3J(\text{H,H}) = 7.6 \text{ Hz}$, 1H), 6.85 (s, 4H), 6.80 (d, $^3J(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, 2H), 2.17 (s, 6H), 2.15 (s, 12H), 0.92 ppm (s, 2H). $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, C_6D_6): $\delta = 146.7, 138.2, 138.0, 137.4, 129.6, 128.4, 128.3, 127.8, 21.5, 21.2 \text{ ppm}$. IR (KBr): $\tilde{\nu}_{\text{OH}} = 3653 \text{ cm}^{-1}$. C,H-Analyse (%) ber. für $\text{C}_{48}\text{H}_{54}\text{O}_6\text{Sb}_2$ (970.46): C 59.41, H 5.61; gef.: C 59.39, H 5.57.

5 (umkristallisiert aus THF): Ausbeute 420 mg, 0.426 mmol; 85 %. $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): $\delta = 7.02$ (t, $^3J(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, 1H), 6.80 (d, $^3J(\text{H,H}) = 7.6 \text{ Hz}$, 2H), 6.77 (s, 4H), 2.27 (s, 6H), 2.04 ppm (s, 12H). $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, C_6D_6): $\delta = 148.0, 140.8, 136.4, 135.9, 128.5, 127.9, 127.6, 127.2, 20.8, 20.7 \text{ ppm}$. $^{125}\text{Te-NMR}$ (126 MHz, C_6D_6): $\delta = 1372 \text{ ppm}$. C,H-Analyse (%) ber. für $\text{C}_{48}\text{H}_{50}\text{Cl}_2\text{O}_2\text{Te}_2$ (985.02): C 58.53, H 5.12; gef.: C 58.24, H 4.75.

6 (umkristallisiert aus EtOH): Ausbeute: 441 mg, 0.465 mmol; 93 %. $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): $\delta = 7.12$ (t, $^3J(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, 1H), 6.98 (d, $^3J(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, 2H), 6.87 (s, 4H), 2.22 (s, 6H), 2.14 ppm (s, 12H). $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, C_6D_6): $\delta = 147.6, 140.4, 136.8, 135.5, 127.9, 127.1, 126.6, 126.2, 20.2, 19.9 \text{ ppm}$. $^{125}\text{Te-NMR}$ (126 MHz, C_6D_6): $\delta = 1403 \text{ ppm}$. IR (KBr): $\tilde{\nu}_{\text{OH}} = 3590 \text{ cm}^{-1}$. C,H-Analyse (%) ber. für $\text{C}_{48}\text{H}_{52}\text{O}_4\text{Te}_2$ (948.10): C 60.81, H 5.53; gef.: C 60.62, H 5.14.

Eingegangen am 13. August 2008
Online veröffentlicht am 12. November 2008

Stichwörter: Antimon · Hypervalente Verbindungen · Oxide · Tellur

- [1] a) J. Hasenbäumer, *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **1898**, 31, 2910; b) G. T. Morgan, F. M. G. Micklenthwait, *J. Chem. Soc. Trans. 1911*, 99, 286; c) H. Schmidt, *Justus Liebigs Ann. Chem.* **1920**, 421, 174; d) G. T. Morgan, R. E. Kellett, *J. Chem. Soc.* **1926**, 1080; e) G. T. Morgan, J. W. Cook, *J. Chem. Soc.* **1930**, 129, 737; f) G. O. Doak, H. G. Steinman, *J. Am. Chem. Soc.* **1946**, 68, 1987; g) M. Wieber, U. Simonis, D. Kraft, *Z. Naturforsch. B* **1991**, 46, 139.
- [2] a) K. Lederer, *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **1915**, 48, 1345; b) P. Thavorniyutikarn, W. R. McWhinnie, *J. Organomet. Chem.* **1973**, 50, 135; c) J. Bergman, J. Siden, K. Maartmann-Moe, *Tetrahedron* **1984**, 40, 1607; d) Y. Nakashima, T. Shimizu, K. Hirabayashi, N. Kamigata, *Org. Lett.* **2004**, 6, 2575; e) Y. Nakashima, T. Shimizu, K. Hirabayashi, M. Yasui, M. Nakazato, F. Iwasaki, N. Kamigata, *Tetrahedron: Asymmetry* **2004**, 15, 3791.
- [3] S. Riethmiller, *Cancer Chemotherapy* **2005**, 51, 234.
- [4] G. O. Doak, *J. Am. Chem. Soc.* **1946**, 68, 1991.
- [5] L. H. Bowen, G. G. Long, *Inorg. Chem.* **1978**, 17, 551.
- [6] J. Bordner, G. O. Doak, T. S. Everett, *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, 108, 4206.
- [7] N. W. Alcock, W. D. Harrison, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1982**, 709.
- [8] C. J. Carmalt, J. G. Crossley, N. C. Norman, A. G. Orpen, *Chem. Commun.* **1996**, 1675.
- [9] J. Beckmann, D. Dakternieks, A. Duthie, F. Ribot, M. Schürmann, N. A. Lewcenko, *Organometallics* **2003**, 22, 3257.
- [10] J. Beckmann, T. Heek, M. Takahashi, *Organometallics* **2007**, 26, 3633.
- [11] a) Kristalldaten für **3** ($\text{C}_{48}\text{H}_{54}\text{O}_6\text{Sb}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}$): $M_c = 1042.52$, monokline Raumgruppe $P2_1/n$, $a = 11.005(2)$, $b = 9.6807(17)$, $c = 20.432(4) \text{ \AA}$, $\beta = 95.673(4)^\circ$, $V = 2166.1(7) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.544 \text{ g cm}^{-3}$, Kristalldimensionen $0.38 \times 0.25 \times 0.17 \text{ mm}^3$. 19846 gemessene und 6520 unabhängige Reflexe. Nach einer Absorptionskorrektur wurden die folgenden Strukturen nach Direkten Methoden gelöst und anisotrop gegen F^2 verfeinert. $R_1 = 0.0325$, $wR_2 = 0.0802$ ($I > 2\sigma(I)$); $R_1 = 0.0454$, $wR_2 = 0.0869$ (alle Daten).

GooF = 1.093, 257 Parameter; b) Kristalldaten für **6** ($C_{48}H_{52}O_4Te_2$): $M_c = 948.12$, monokline Raumgruppe $P2_1/n$, $a = 8.1999(14)$ Å, $b = 16.639(3)$ Å, $c = 15.696(3)$ Å, $\beta = 101.132(4)^\circ$, $V = 2101.1(6)$ Å³, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.499$ g cm⁻³, Kristalldimensionen $0.36 \times 0.10 \times 0.09$ mm³. 11491 gemessene und 4098 unabhängige Reflexe. $R_1 = 0.0602$, $wR_2 = 0.1432$ ($I > 2\sigma(I)$); $R_1 = 0.0661$, $wR_2 = 0.1450$ (alle Daten). GooF = 1.424, 239 Parameter. CCDC-702787 (**3**) und -702790 (**6**) enthalten die ausführlichen kristallographischen Daten zu dieser Veröffentlichung. Die

Daten sind kostenlos beim Cambridge Crystallographic Data Centre über www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif erhältlich.

- [12] H. Schmidbaur, A. Schier, *Organometallics* **2008**, *27*, 2361.
[13] Die DFT/B3PW91-Rechnungen wurden mit dem SDB-cc-pVTZ-Basisatz und dem dazugehörigen relativistischen Kernpotential für die schweren Elemente Te und Sb und den Basisätzen 6-311 + G(2df,p) für alle anderen Atome durchgeführt. Einzelheiten können den Hintergrundinformationen entnommen werden.