

Komplexe mit einem pentakoordinierten Kohlenstoffatom, IV¹⁾Tricarbonyl(η^5 -2,3-dihydro-1H-1,3-diborol)eisen und Bis[(tricarbonyleisen)- μ -(η^5 -2,3-dihydro-1H-1,3-diborol-2-yl)]eisen-KomplexeWalter Siebert^a, Dieter Büchner^a, Hans Pritzkow^a, Hubert Wadeohl^a
und Friedrich-Wilhelm Grevels^bAnorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg^a,
Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 HeidelbergMax-Planck-Institut für Strahlenchemie^b,
Stiftstraße 34, D-4330 Mülheim a. d. Ruhr

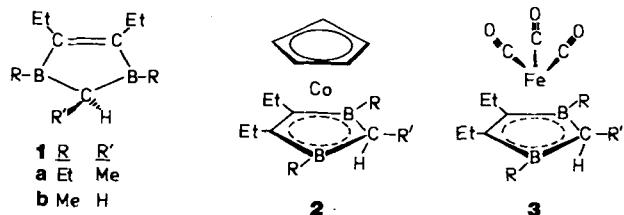
Eingegangen am 9. März 1987

Tricarbonylbis(cis-cycloocten)eisen reagiert mit dem 2,3-Dihydro-1H-1,3-diborol-Derivat **1a** zu dem Komplex **3a**, während mit **1b** der paramagnetische Tetraeder-Komplex **4b** entsteht. **4a** wird aus dem Eisensandwich **5a** und $\text{Fe}(\text{CO})_5$ erhalten. Spektroskopische Daten von **3a** sind in Einklang mit einer Pentakoordination an C-2. Die Röntgenstrukturanalyse von **4b** ergibt eine *trans*-Anordnung der Brückenzugliganden.

Complexes with a Pentacoordinated Carbon Atom, IV¹⁾. — Tricarbonyl(η^5 -2,3-dihydro-1H-1,3-diborole)iron and Bis[(tricarbonyliron)- μ -(η^5 -2,3-dihydro-1H-1,3-diborol-2-yl)]iron Complexes

Tricarbonylbis(cis-cyclooctene)iron reacts with the 2,3-dihydro-1H-1,3-diborole derivative **1a** to yield the complex **3a**, whereas with **1b** the paramagnetic tetraeder complex **4b** is formed. **4a** is obtained from the iron sandwich **5a** and $\text{Fe}(\text{CO})_5$. Spectroscopic data of **3a** are in agreement with a pentacoordination at C-2. The X-ray structure analysis of **4b** reveals a *trans* arrangement of the bridging ligands.

Tetra- und Pentaalkylderivate des 2,3-Dihydro-1H-1,3-diborols **1** wirken in den 18-VE-Cobalt-Komplexen **2** als Vierelektronendonator^{2,3)}, da neben der C=C-Doppelbindung die C—H-Gruppe des C-2-Kohlenstoffatoms über eine Dreizentrenbindung (H—C—Co) als zusätzlicher Zweielektronendonator fungiert. In **2** ist die axiale C—H-Bindung aktiviert, so daß beispielsweise eine Deprotonierung sowie Substitution des Wasserstoffs durch $\text{Au}-\text{PPh}_3$ unter Bildung von Zweikernkomplexen¹⁾ mit Gold in axialer Position gelingt.

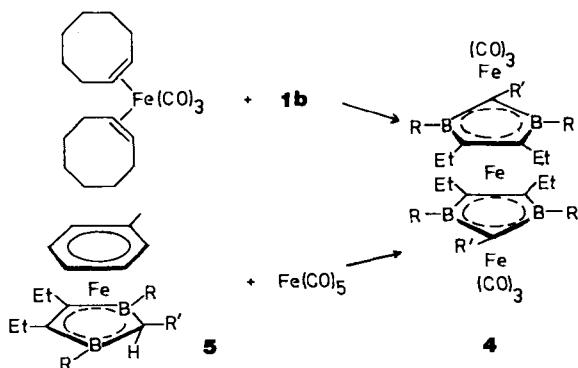


Versuche zur Darstellung von Carbonyleisen-Komplexen⁴⁾ mit **1** als Ligand durch Umsetzung von **1a** mit $\text{Fe}(\text{CO})_5$ und $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$ verliefen infolge von CO-Einschreibungen⁵⁾ in die B—C-Bindungen von **1** negativ. Wir berichten hier über die Synthese von **3a** aus **1a** und Tricarbonylbis(η^5 -cis-cycloocten)eisen⁶⁾, das sich als günstigste Quelle für das mit (η^5 -C₅H₅)Co isolobale (CO)₃Fe-Fragment erwiesen hat. Der reaktive Komplex **3b** lässt sich nicht fassen, er reagiert zum Tetraeder-Komplex **4b** weiter.

Ergebnisse

Darstellung und Eigenschaften

Tricarbonylbis(cis-cycloocten)eisen reagiert ab -35°C im 1:1-Gemisch von Petrolether (40–60°C) und *cis*-Cycloocten mit **1a** zu **3a**, das durch Chromatographie als gelbbraune Substanz (Sdp. 40°C/0.01 Torr, Schmp. 32°C) in 65% Ausbeute isoliert wird. Bei Abwesenheit von *cis*-Cycloocten gelingt die Synthese nicht, da sich das Edukt selbst bei -35°C langsam zersetzt, wobei u.a. Tetracarbonyl(η^5 -*cis*-cycloocten)eisen gebildet wird⁶⁾. Das oxidationsempfindliche, thermisch bis 200°C stabile **3a** entsteht auch aus **1a** und (Butadien)tricarbonyleisen bei 130°C ohne Lösungsmittel; Edukt und Produkt lassen sich jedoch nicht trennen.



Das Tetraalkylderivat **1b** setzt sich mit $(\text{C}_8\text{H}_{14})_2\text{Fe}(\text{CO})_3$ nicht zum erwarteten **3b**, sondern zum Dreikernkomplex **4b** um. Die rotbraune, paramagnetische Verbindung wird nach

chromatographischer Reinigung (24% Ausbeute) aus *n*-Heptan umkristallisiert (Schmp. 140°C). Ebenso unerwartet entsteht **4a** bei der Reaktion des Eisensandwich-komplexes^{2,7} **5a** mit Fe(CO)₅ in 57% Ausbeute.

Spektren

Im ¹H-NMR-Spektrum von **3a** ergeben die *C*- und *B*-Ethylgruppen jeweils eine ABX₃-Multiplettstruktur; die anisochronen Methylenprotonen zeigen eine monofaciale Koordination des Rings **1a** an. Für die Methylgruppe an C-2 tritt ein Dublett infolge Kopplung mit dem axialen Wasserstoff an C-2 auf, der wiederum als Hochfeldquartett bei $\delta = -6.59$ erscheint. Im ¹³C-NMR-Spektrum von **3a** wird das Signal von C-2 als Dublett (${}^1J_{CH} = 80$ Hz) bei $\delta = 41.9$ beobachtet. Es werden hier analoge Verhältnisse wie bei dem Cobalsandwich **2a**³ und dem Toluoleisenkomplex⁷ **5a** gefunden, deren Konstitution durch Röntgenstrukturanalysen gesichert sind. Da auch $\delta^{11}B = 26.6$ mit den δ -Werten für **2a** und **5a** gut übereinstimmt, ist in **3a** der Wasserstoff ebenfalls auf der dem Metall abgewandten Seite des Heterocyclus und die Methylgruppe an C-2 in äquatorialer Position zu erwarten.

Das Massenspektrum von **3a** (M^+ , 22% rel. Int.) ist gekennzeichnet durch die sukzessive Abspaltung von CO, Ethyl-, Methyl- und Ethylengruppen. Im IR-Spektrum zeigt die (CO)₃Fe-Gruppe lokale C_{3v} -Symmetrie durch $\nu_{CO} = 2059$ cm⁻¹(s) und 1997(s) an.

Von den paramagnetischen Dreikernkomplexen **4a**, **b** wurden keine NMR-Spektren erhalten. Im EI-Massenspektrum treten die Molpeaks M^+ für **4a** bzw. **4b** mit 29 bzw. 26% rel. Intensität auf. Die Basispeaks werden jeweils durch das Ion $[M - 3CO]^+$ hervorgerufen; man beobachtet die sukzessive Abspaltung von sechs CO-Liganden. Im IR-Spektrum erscheinen nur zwei Banden für die beiden (CO)₃Fe-Gruppen der Komplexe **4a** bzw. **4b** bei $\nu_{CO} = 2049$ cm⁻¹, 1990 bzw. 2051, 1995, was die Äquivalenz der beiden Tricarbonyleisen-Fragmente beweist.

Kristallstruktur von **4b**

Der Dreikernkomplex kristallisiert in der Raumgruppe $P2_1/n$ mit den Zellparametern $a = 11.60(1)$, $b = 10.78(1)$, $c = 12.60(1)$ Å, $\beta = 115.01(5)$ °, $V = 1427.9$ Å³, $Z = 2$. Die Strukturparameter sind in Tab. 1, Abstände und Winkel in Tab. 2 aufgeführt.

Das zentrale Eisenatom liegt auf einem Inversionszentrum, so daß das Molekül zentrosymmetrisch ist. Der Dihydrodiborolyl-Ring ist eben (Abweichung ± 0.003 Å) und parallel zu der Ebene durch die drei Carbonylkohlenstoffatome. Der Abstand der Heterocyclenebene zum mittleren Eisenatom beträgt 1.92 Å, zum äußeren Eisenatom 1.68 Å. Das mittlere Eisenatom Fe1 liegt nicht über dem Ringmittelpunkt, sondern ist um 0.28 Å in Richtung auf C2 verschoben. Die Carbonylgruppe C12 – O1 steht *trans* zum C2-Atom; die Konformation der (CO)₃Fe-Gruppe relativ zum Ring ist analog der in Tricarbonyl(2,5-dihydro-1,2,5-thiaborol)eisen-Komplexen^{8,9}.

Tab. 1. Atomparameter für $[(CO)_3FeB_2C_3H(CH_3)_2(C_2H_5)_2]_2Fe$ (**4b**)

Atom	x	y	z	\bar{u}
Fe1	0.500	0.0	0.0	0.032
Fe2	0.35016(3)	0.15523(3)	0.16326(3)	0.035
B1	0.4019(2)	0.1810(2)	0.0184(2)	0.036
C2	0.51675(19)	0.13546(19)	0.13384(17)	0.033
B3	0.4852(2)	0.0092(2)	0.1782(2)	0.036
C4	0.3465(2)	-0.01879(19)	0.08569(18)	0.037
C5	0.29979(19)	0.07701(19)	-0.00409(17)	0.034
C6	0.3855(3)	0.3007(2)	-0.0603(2)	0.059
C7	0.5687(3)	-0.0727(3)	0.2883(2)	0.054
C8	0.2672(3)	-0.1298(2)	0.0897(3)	0.056
C9	0.2956(4)	-0.2460(3)	0.0413(4)	0.091
C10	0.1677(2)	0.0779(3)	-0.1036(2)	0.048
C11	0.1577(3)	0.0037(4)	-0.2076(3)	0.080
C12	0.1935(3)	0.1328(2)	0.1542(2)	0.049
C13	0.4291(3)	0.1490(3)	0.3205(2)	0.054
C14	0.3288(3)	0.3194(3)	0.1490(2)	0.056
O1	0.09344(19)	0.1195(2)	0.1463(2)	0.079
O2	0.4795(2)	0.1482(2)	0.42003(17)	0.080
O3	0.3115(3)	0.42364(19)	0.1414(2)	0.092
H1	0.445(3)	0.363(3)	-0.019(3)	0.071
H2	0.403(3)	0.286(3)	-0.119(3)	0.075
H3	0.289(4)	0.351(4)	-0.089(4)	0.130
H4	0.601(2)	0.186(2)	0.178(2)	0.044
H5	0.529(4)	-0.119(4)	0.310(3)	0.107
H6	0.643(3)	-0.015(3)	0.359(3)	0.080
H7	0.626(3)	-0.141(3)	0.271(3)	0.080
H8	0.283(3)	-0.139(3)	0.173(3)	0.068
H9	0.176(3)	-0.112(3)	0.053(3)	0.078
H10	0.306(4)	-0.246(3)	-0.022(3)	0.097
H11	0.246(3)	-0.319(3)	0.052(3)	0.072
H12	0.400(5)	-0.259(4)	0.087(5)	0.159
H13	0.117(3)	0.045(3)	-0.074(3)	0.071
H14	0.145(3)	0.180(3)	-0.132(3)	0.082
H15	0.222(3)	0.037(3)	-0.231(3)	0.071
H16	0.091(4)	-0.001(3)	-0.255(3)	0.096
H17	0.209(5)	-0.077(5)	-0.179(5)	0.176

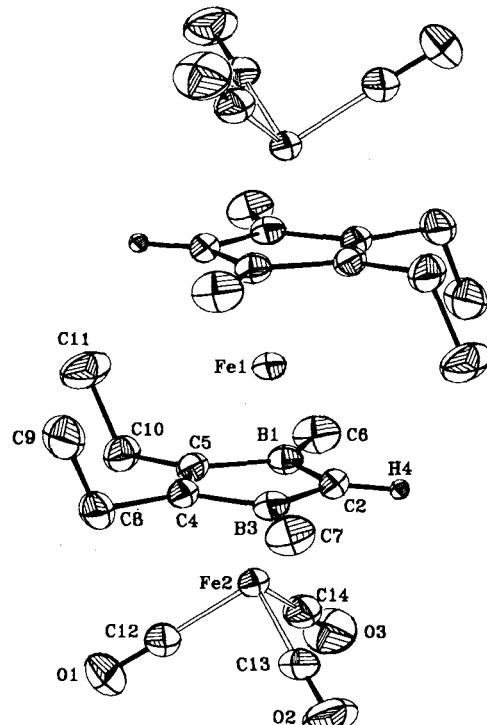


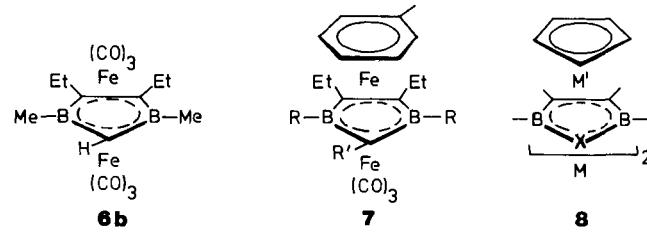
Abb. 1. Molekülstruktur von **4b** (ORTEP-Plot, Ellipsoide mit 40% Wahrscheinlichkeit)

Tab. 2. Abstände (Å) und Winkel (°) für $[(CO)_3FeB_2C_3H(CH_3)_2(C_2H_5)_2]_2Fe$ (4b)

Fe1 – Fe2	3.616(1)	B1 – C2	1.579(3)
Fe1 – B1	2.319(3)	B1 – C5	1.567(3)
Fe1 – C2	2.177(2)	C2 – B3	1.572(3)
Fe1 – B3	2.325(3)	B3 – C4	1.566(3)
Fe1 – C4	2.449(3)	C4 – C5	1.457(3)
Fe1 – C5	2.446(2)	Fe2 – C12	1.788(3)
Fe2 – B1	2.167(3)	Fe2 – C13	1.799(3)
Fe2 – C2	2.127(3)	Fe2 – C14	1.785(3)
Fe2 – B3	2.172(3)	C12 – O1	1.131(4)
Fe2 – C4	2.108(2)	C13 – O2	1.138(3)
Fe2 – C5	2.111(2)	C14 – O3	1.139(3)
C13 – Fe2 – C12	95.5(1)	C5 – C4 – B3	111.7(1)
C14 – Fe2 – C12	91.9(1)	C4 – C5 – B1	111.2(1)
C14 – Fe2 – C13	97.6(1)	O1 – C12 – Fe2	178.6(2)
C5 – B1 – C2	102.9(1)	O2 – C13 – Fe2	178.3(2)
B3 – C2 – B1	111.4(1)	O3 – C14 – Fe2	177.3(3)
C4 – B3 – C2	102.9(1)		

Diskussion

Die bei dem Cobaltsandwich **2a**³⁾ erstmals gefundene und inzwischen auch für den Eisenkomplex **5a**^{2,7)} durch Röntgen- und Neutronenbeugung bewiesene Pentakoordination am C-2-Atom des intakten Liganden **1a** trifft aufgrund der ¹H-, ¹¹B- und ¹³C-NMR-Daten auch für den Komplex **3a** zu. Es werden bei **2a**, **3a** und **5a** für den aciden Wasserstoff am C-2-Atom jeweils ein Hochfeldquartett ($\delta = -8.37$, -6.59 und -8.55) gefunden, dessen Multiplizität von der durch Doppelresonanz gesicherten Kopplung mit den Methylprotonen herröhrt. Die Ursache für die ungewöhnlichen Hochfeldverschiebungen in den drei Komplexen **2a**, **3a** und **5a** ist nicht geklärt. Wegen ungünstiger Kristallisationsseigenschaften konnte kein struktureller Beweis für die postulierte Konstitution von **3a** erbracht werden.



Versuche zur Darstellung des analogen Komplexes **3b** zeigten ein überraschendes Ergebnis: Die Umsetzung führt zum Tetradeccker-Komplex **4b**, dessen Bildung nicht geklärt werden konnte. Wir vermuten eine Aufstockung von intermediärem **3b** mit dem $Fe(CO)_3$ -Fragment zum paramagnetischen Tripeldecker **6b** und dessen Reaktion mit **3b** unter CO-Eliminierung zum Produkt **4b**. Ebenfalls erfolglos verlief die Suche nach der postulierten Zwischenstufe **7a** bei der Bildung von **4a** aus dem Sandwich **5a** und $Fe(CO)_5$.

Der paramagnetische Tetradeccker-Komplex **4** besitzt nach $12n+6$ VE [n = Zahl der Stockwerke (Heterocyclus + Metall) in Oligodecker-Komplexen¹⁰⁾] die günstige Zahl von 42 Valenzelektronen, die vergleichbar mit 18 VE für Sandwich- und 30 VE für Tripeldecker-Komplexe¹¹⁾ ist. Im Unterschied zu den 18-VE-Einkern- und 30-VE-Zweikernkomplexen können 42-VE-Dreikernkomplexe vom Typ

8 dia- oder paramagnetisch sein, was von den Metallen M und M' sowie den Brückenliganden in **8** abhängt. Mit X = S und M = M' = Fe liegen diamagnetische Verbindungen vor¹²⁾. Bei den 2,3-Dihydro-1H-1,3-diborol-2-yl-Liganden (X = C – R') und den Metallen M' = Fe, M = Pt¹³⁾ wird für **8** Diamagnetismus, für M' = Co, M = Fe jedoch Paramagnetismus^{2,14)} (vier ungepaarte Elektronen) gefunden. Orientierende magnetische Untersuchungen in dem Temperaturbereich 125 – 160 K haben ergeben, daß es sich bei **4a** um ein High-spin-Komplex ($\mu_{eff} = 5.78$ BM) handelt.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, dem Fonds der Chemischen Industrie und der BASF Aktiengesellschaft für die Förderung dieser Arbeit.

Experimenteller Teil

Alle Versuche wurden unter nachgereinigtem Stickstoff durchgeführt. – NMR-Spektren: Bruker WH 300 und AC 200, Jeol FX-90. – Massenspektren: Varian MAT CH 7.

Tricarbonyl(η^5 -1,3,4,5-tetraethyl-2,3-dihydro-2-methyl-1H-1,3-diborol)eisen (3a): Tricarbonylbis(cis-cycloocten)eisen⁶⁾ (860 mg, 2.0 mmol) wird bei $-40^{\circ}C$ in 20 ml einer Mischung aus Petrolether (40 – 60°C) und Cycloocten (1:1) gelöst und mit **1a** versetzt (453 mg, 2.0 mmol). Man läßt auf Raumtemp. erwärmen, engt die Reaktionslösung etwas ein und filtriert über Silicagel (10-cm-Säule, $d \approx 1$ cm). **3a** läuft als gelbbraune Verbindung, die bei $40^{\circ}C/0.01$ Torr destilliert. Ausb. 515 mg (65%), Schmp. $32^{\circ}C$. – ¹H-NMR (C_6D_6): $\delta = 2.0, 1.7$ (m, 4H, C – CH_2CH_3), 1.16 (t, $J_{HH} = 7.5$ Hz, 6H, C – CH_2CH_3), 1.4 (m, 4H, B – CH_2CH_3), 1.03 (t, 6H, B – CH_2CH_3), 0.72 (d, 3H, $CHCH_3$), -6.59 (q, $^3J_{HH} = 3.3$ Hz, 1H, $CHCH_3$). – ¹¹B-NMR (C_6D_6) $\delta = 26.6$. – ¹³C-NMR ([D_8]Toluol, $-73^{\circ}C$): $\delta = 211.5$ (CO), 106.3 (C = C), 41.9 (C-2, $J_{CH} = 80$ Hz), 21.5, 17.3, 13.2, 11.3, 6.0 (B – CH_2). – IR [Petrolether (40 – 60°C)]: $\nu_{CO} = 2059$ cm⁻¹ (s), 1997 (s). – MS (EI): m/z (%) = 330 (M⁺, 22), 190 (**1a**⁺, 31), 56 (Fe⁺, 100).

$C_{15}H_{24}B_2FeO_3$ (329.8) Ber. C 54.63 H 7.33
Gef. C 54.44 H 7.42

Bis[(tricarbonyleisen)- μ -(η^5 -4,5-diethyl-2,3-dihydro-1,3-dimethyl-1H-1,3-diborol-2-yl)]eisen (4b): Tricarbonylbis(cis-cycloocten)eisen (1.2 g, 3.2 mmol) wird bei $-40^{\circ}C$ in 20 ml einer Mischung aus Petrolether (40 – 60°C) und Cycloocten (1:1) gelöst und mit **1b** versetzt (490 mg, 3.2 mmol). Man läßt auf $20^{\circ}C$ erwärmen, zieht das Lösungsmittel ab, nimmt mit Petrolether (40 – 60°C) auf und chromatographiert über Kieselgel. Die rotbraune Substanz (Ausb. 250 mg, 24%) wird aus *n*-Heptan bei $-20^{\circ}C$ umkristallisiert, Schmp. $140^{\circ}C$. – MS (EI): m/z (%) = 630 (M⁺, 26), 574 ([M – 2CO]⁺, 18), 546 ([M – 3CO]⁺, 100), 490 ([M – $Fe(CO)_3$]⁺, 31), 462 ([M – 6CO]⁺, 30), 232 ([**1b** – H] $Fe(CO)_3$]⁺, 26), 204 ([**1b** – H] $Fe(CO)$]⁺, 20). – IR [Petrolether (40 – 60°C)]: $\nu_{CO} = 2051$ cm⁻¹ (s), 1995 (s).

$C_{24}H_{34}B_4Fe_3O_6$ (629.3) Ber. C 45.81 H 5.45
Gef. C 46.42 H 5.75

Bis[(tricarbonyleisen)- μ -(η^5 -1,3,4,5-tetraethyl-2,3-dihydro-2-methyl-1H-1,3-diborol-2-yl)]eisen (4a): Das aus Toluol, Eisen und **1a** in einem Metallatomreaktor erhaltene **5a**⁷⁾ (0.26 g, 0.8 mmol) wird in 30 ml Mesitylen mit $Fe(CO)_5$ (75 mg, 0.4 mmol) versetzt und die Reaktionslösung 4 h auf $160^{\circ}C$ erhitzt. Nach Abziehen des Lösungsmittels wird mit Petrolether (40 – 60°C) aufgenommen und über eine Kieselgelsäule chromatographiert. Durch Umkristallisie-

ren aus *n*-Heptan (-20°C) erhält man schwarzrotes **4a** (Ausb. 0.16 g, 57%), Schmp. 135°C . — MS (EI): $m/z = 714$ (M^+ , 29), 658 ($[\text{M} - 2\text{CO}]^+$, 11), 630 ($[\text{M} - 3\text{CO}]^+$, 100), 574 ($[\text{M} - 5\text{CO}]^+$, 13), 546 ($[\text{M} - 6\text{CO}]^+$, 22), 272 ($[(\mathbf{1a} - \text{H})\text{FeCO}]^+$, 34). — IR (Petrolether): $\nu_{\text{CO}} = 2049 \text{ cm}^{-1}$ (s), 1990 (s).

$\text{C}_{30}\text{H}_{46}\text{B}_4\text{Fe}_3\text{O}_6$ (713.5) Ber. C 50.50 H 6.50
Gef. C 50.93 H 6.59

*Röntgenstrukturanalyse von **4b**¹⁵⁾*

Die Intensitäten wurden mit einem Stoe-Zweikreisdiffraktometer ($\text{Mo}-K_{\alpha}$ -Strahlung, ω -scan) gemessen. Es wurden 3197 unabhängige Reflexe im Bereich bis zu $\Theta = 26^{\circ}$ gemessen, von denen 217 als nicht beobachtet eingestuft wurden [$I < \sigma(I)$]. Die Struktur wurde nach der Schweratommethode gelöst. Alle Nicht-Wasserstoffatome wurden anisotrop, die Wasserstoffatome in gefundenen Lagen isotrop verfeinert. Der R -Wert betrug mit 250 Variablen $R = 0.040$ und $R_w = 0.048$ [$w = \sigma(F)^{-2}$].

Alle Rechnungen wurden mit dem Programm SHELX 76¹⁶⁾ durchgeführt. Die Atomformfaktoren wurden der Arbeit von Cromer und Mann¹⁷⁾, die Werte für die anomale Dispersion von Fe den International Tables¹⁸⁾ entnommen.

CAS-Registry-Nummern

1a: 18067-54-4 / **1b:** 81620-71-5 / **3a:** 108343-53-9 / **4a:** 108343-54-0 / **4b:** 108394-52-1 / **5a:** 108365-47-5 / $\text{Fe}(\text{CO})_5$: 13463-40-6 / Tricarbonylbis(*cis*-cycloocten)eisen: 88657-71-0

¹⁵⁾ III. Mitteilung: K. Geilich, K. Stumpf, H. Pritzkow, W. Siebert, *Chem. Ber.* **120** (1987) 911, zugleich 8. Mitteilung über Tetra-decker-Komplexe.

- 2) W. Siebert, *Angew. Chem.* **97** (1985) 924; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **24** (1985) 943.
- 3) J. Edwin, M. C. Böhm, N. Chester, D. M. Hoffman, R. Hoffmann, H. Pritzkow, W. Siebert, K. Stumpf, H. Wadeppohl, *Organometallics* **2** (1983) 1666.
- 4) M. Bochmann, *Diplomarbeit*, Univ. Marburg, 1977.
- 5) J. Edwin, W. Siebert, C. Krüger, *J. Organomet. Chem.* **215** (1981) 255.
- 6) H. Fleckner, F.-W. Grevels, D. Hess, *J. Am. Chem. Soc.* **106** (1984) 2027.
- 7) U. Zenneck, D. Büchner, H. Pritzkow, P. Schweiß, W. Siebert, *Organometallics*, in Vorbereitung.
- 8) W. Siebert, R. Full, J. Edwin, C. Krüger, *J. Organomet. Chem.* **131** (1977) 1.
- 9) T. A. Albright, R. Hoffmann, *Chem. Ber.* **111** (1978) 1578.
- 10) W. Siebert, *Adv. Organomet. Chem.* **18** (1980) 301.
- 11) J. W. Lauher, W. Elian, R. H. Summerville, R. Hoffmann, *J. Am. Chem. Soc.* **98** (1976) 3219.
- 12) W. Siebert, Chr. Böhle, C. Krüger, *Angew. Chem.* **92** (1980) 758; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **19** (1980) 746.
- 13) H. Wadeppohl, H. Pritzkow, W. Siebert, *Chem. Ber.* **118** (1985) 729.
- 14) W. Siebert, J. Edwin, H. Wadeppohl, H. Pritzkow, *Angew. Chem.* **94** (1982) 148; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **21** (1982) 149.
- 15) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 52392, der Autoren und des Zeitschriftenzitals angefordert werden.
- 16) G. M. Sheldrick, SHELX 76, *A Program for Crystal Structure Determination*, Cambridge, 1976.
- 17) D. T. Cromer, J. B. Mann, *Acta Crystallogr., Sect. A*, **24** (1968) 321.
- 18) *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, S. 149, The Kynoch Press, Birmingham, 1974.

[86/87]