

This article was downloaded by:

On: 29 January 2011

Access details: Access Details: Free Access

Publisher Taylor & Francis

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements

Publication details, including instructions for authors and subscription information:

<http://www.informaworld.com/smpp/title~content=t713618290>

SYNTHESE VON INSERTIONSVERBINDUNGEN UND TETRAAZA-SILACYCLOPENTENEN

Dorothee Grosskopf^a; Uwe Klingebiel^a; Thomas Belgardt^a; Mathias Noltemeyer^a

^a Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Göttingen, Germany

To cite this Article Grosskopf, Dorothee , Klingebiel, Uwe , Belgardt, Thomas and Noltemeyer, Mathias(1994) 'SYNTHESE VON INSERTIONSVERBINDUNGEN UND TETRAAZA-SILACYCLOPENTENEN', Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 91: 1, 241 — 249

To link to this Article: DOI: 10.1080/10426509408021950

URL: <http://dx.doi.org/10.1080/10426509408021950>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Full terms and conditions of use: <http://www.informaworld.com/terms-and-conditions-of-access.pdf>

This article may be used for research, teaching and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, re-distribution, re-selling, loan or sub-licensing, systematic supply or distribution in any form to anyone is expressly forbidden.

The publisher does not give any warranty express or implied or make any representation that the contents will be complete or accurate or up to date. The accuracy of any instructions, formulae and drug doses should be independently verified with primary sources. The publisher shall not be liable for any loss, actions, claims, proceedings, demand or costs or damages whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with or arising out of the use of this material.

ADDITIONEN AN DIE $\text{Si}=\text{N}$ -DOPPELBINDUNG— SYNTHESE VON INSERTIONSVERBINDUNGEN UND TETRAAZA-SILACYCLOPENTENEN

DOROTHEE GROSSKOPF, UWE KLINGEBIEL,*
THOMAS BELGARDT,† und MATHIAS NOLTEMEYER†

*Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 4,
D-37077 Göttingen, Germany*

(Received July 12, 1994)

Iminosilanes are easily formed by treatment of their LiF-adducts with Me_3SiCl . The iminosilanes are stabilized kinetically by bulky substituents. Nevertheless the unsaturated systems are extremely reactive. They combine with reactants $\text{RO}-\text{H}$ under insertion into the $\text{O}-\text{H}$ bond and form [2 + 3]-cycloadducts with silylazides RN_3 .

Key words: Iminosilanes, insertion, cycloaddition, siloxanes, tetraaza-silacyclopentanes.

EINLEITUNG

Wie wir zeigen konnten, lassen sich Iminosilane leicht aus ihren LiF-Addukten durch Umsetzung mit Me_3SiCl freisetzen.^{1,2} Durch voluminöse Substituenten am Silicium und Stickstoff können Iminosilane stabilisiert werden. Chemisch bleiben sie jedoch extrem reaktiv. Iminosilane reagieren mit Verbindungen des Typs $\text{RO}-\text{H}$ unter Insertion in die $\text{O}-\text{H}$ Bindung,^{1,2,3,4} mit Silylaziden RN_3 bilden sie die [2 + 3] Cycloaddukte **5** und **6**.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

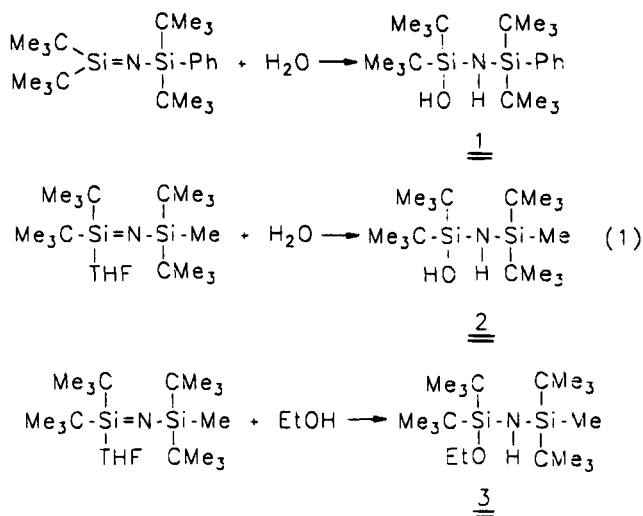
Das Di-*tert*.-butyl(di-*tert*.-butylphenylsilyl)iminosilan¹ und das Di-*tert*.-butyl(di-*tert*.-butylmethylsilyl)iminosilan-THF-Addukt² zeigen trotz ihrer voluminösen Substituenten eine hohe Reaktivität. Das Reaktionsverhalten ist vergleichbar mit den von Wiberg *et al.* beschriebenen Reaktionen des Di-*tert*.-butyl(tri-*tert*.-butylsilyl)iminosilans.³

a) Insertionsreaktionen

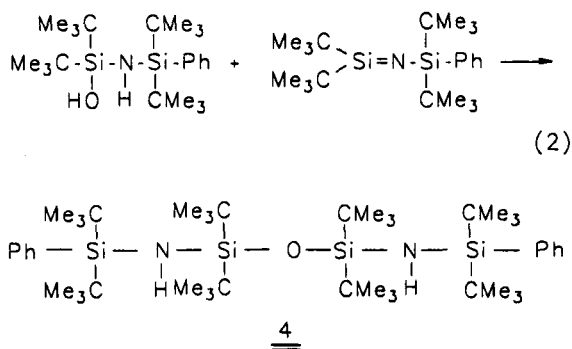
Mit Wasser reagieren die beiden Iminosilane unter Insertion zu den Silanolen **1** und **2**. Eine Insertionsreaktion erfolgt auch mit anderen protonenaktiven Substan-

*Author to whom correspondence should be addressed.

†Kristallstrukturanalyse.



zen, wie z.B. Ethanol (3). Das Aminosilan **1** ist sehr kondensationsstabil. Es ist ohne Amin- oder H₂O-Abspaltung destillierbar. Sterisch überladene Tetra-sila-diazaoxane (**4**,²) (Gleichung 2) entstehen in der Reaktion der Silanole **1** und **2** mit einem weiteren Molekül Iminosilan (vgl. Literatur 3).



b) Kristallstruktur von **4**

4 kristallisiert aus Toluol in farblosen Kristallen. Abbildung 1 zeigt die Struktur von **4** im Kristall.

Die Struktur der Verbindung **4** harmonisiert mit den bei Strukturen ähnlicher Systeme gefundenen Daten.⁴⁻⁷ Die sperrigen Substituenten führen nur geringfügig zu einer Abstandsverlängerung der Si—O-Bindung, sondern vielmehr zu einer extremen Winkelaufweitung. Da sich nur ein geringer Energieunterschied zwischen gewinkelter und linearer Si—O—Si-Brücke berechnet,⁸ bewirkt der sterische Substituentendruck eine Aufweitung des Winkels am Sauerstoffatom.

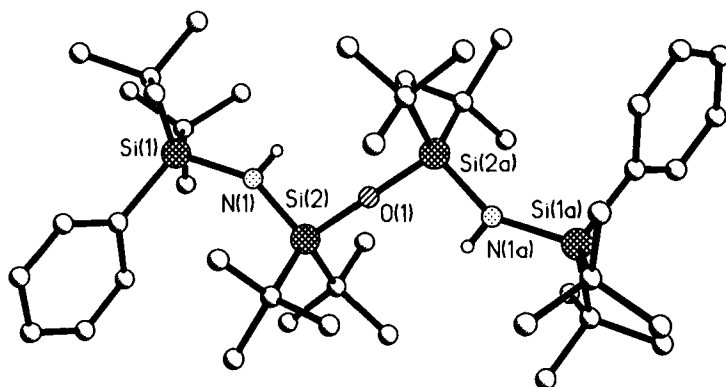


ABBILDUNG 1 Struktur von **4** ohne Wasserstoffatome. Ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel [°]: Si1-N1 174.4(2), Si2-N1 173.6(2), Si2-O1 164.98(10); Si2-O1-Si2a 179.99(1), O1-Si2-N1 104.78(7), Si2-N1-Si1 151.06(9).

TABELLE I
Wichtige kristallographische Daten von **4**

Molekülformel	C ₄₄ H ₈₄ N ₂ OSi ₄
Raumgruppe	P1̄
a [pm]	961.8(6)
b [pm]	1143.6(8)
c [pm]	1171.8(10)
V [nm ³]	1.153(2)
Z	1
ρ_c [Mgm ⁻³]	1.109
μ [mm ⁻¹]	0.162
Kristallgröße [mm]	0.60 x 0.50 x 0.50
Anzahl der Reflexe	
Gesammelte	5802
Unabhängige	4041
Maximales 2 θ [°]	25.06
R [$I > 2\sigma(I)$]	0.0347
$wR2 = \{ [\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2] / [\sum w(F_o^2)^2] \}^{1/2}$	0.0992
Max. Restelektronendichte [e nm ⁻³]	518
Min. Restelektronendichte [e nm ⁻³]	-255

Die Si—O-Bindungen von **4** sind mit 164.9 pm von ähnlicher Größenordnung wie die Bindungslängen von (*t*-Bu₃Si)₂O (166.6–167.1 pm) und (*t*-Bu₃SiNHSit-Bu₂)₂O (166.3 pm).⁶ Das Sauerstoffatom des Siloxans **4** liegt in einem Inversionsszentrum, so daß ein Si—O—Si-Winkel von 180° resultiert.

c) Tetraazasilacyclopentene

Die Reaktion von Iminosilanen mit Silyl- und Alkylaziden führt im allgemeinen zu [2 + 3]-Cycloaddukten.^{9,10} Wir führten die Darstellung von Tetraazasilacyclo-

TABELLE II
Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter für **4**

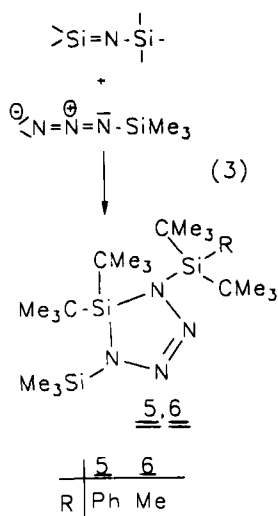
	x	y	z	U(eq)
Si(1)	-112(1)	2310(1)	7846(1)	21(1)
Si(2)	1261(1)	3940(1)	5622(1)	19(1)
N(1)	196(2)	3169(1)	6579(1)	23(1)
O(1)	0	5000	5000	22(1)
C(1)	-211(2)	771(2)	7352(1)	33(1)
C(2)	-1180(2)	1041(2)	6440(2)	46(1)
C(3)	-939(3)	111(2)	8388(2)	52(1)
C(4)	1393(2)	-183(2)	6752(2)	50(1)
C(5)	-2049(2)	3292(2)	8931(1)	29(1)
C(6)	-3400(2)	3515(2)	8372(2)	41(1)
C(7)	-2064(2)	4605(2)	9158(2)	34(1)
C(8)	-2432(2)	2707(2)	10145(2)	41(1)
C(9)	1557(2)	1960(1)	8546(1)	25(1)
C(10)	3075(2)	1221(2)	7953(2)	38(1)
C(11)	4319(2)	979(2)	8429(2)	45(1)
C(12)	4096(2)	1472(2)	9526(2)	40(1)
C(13)	2622(2)	2206(2)	10138(2)	38(1)
C(14)	1383(2)	2441(2)	9661(1)	32(1)
C(15)	2168(2)	4795(1)	6379(1)	27(1)
C(16)	3790(2)	3975(2)	6511(2)	46(1)
C(17)	1164(2)	5285(2)	7626(1)	37(1)
C(18)	2326(2)	5933(2)	5645(2)	34(1)
C(19)	2774(2)	2817(1)	4362(1)	28(1)
C(20)	4005(2)	1691(2)	4751(2)	45(1)
C(21)	1940(2)	2265(2)	3733(2)	41(1)
C(22)	3602(2)	3525(2)	3447(2)	45(1)

pentenen mit dem Ziel einer röntgenstrukturanalytischen Charakterisierung durch. Während die Reaktion des Di-*tert.*-butyl(di-*tert.*-butylphenylsilyl)iminosilans mit Trimethylsilylazid bei 0°C spontan und vollständig zu dem Azen **5** abläuft, reagiert das Di-*tert.*-butyl(di-*tert.*-butylmethylsilyl)iminosilan-THF-Addukt wesentlich langsamer und bei erhöhter Temperatur (Gleichung 3).

d) Kristallstruktur von **5**

Aus der Kristallstrukturanalyse von **5** (Abbildung 2) resultiert, daß die Trimethylsilylgruppe anders gebunden ist, als von den Polaritäten im Iminosilan und im Azid zuerst zu erwarten wäre. Ein aufgrund dieser Polaritäten gebildetes Molekül wäre unsymmetrisch und besäße unterschiedlich polarisierte Stickstoffatome. Es wäre somit thermodynamisch weniger stabil.

Die Kristallstruktur von **5** zeigt, daß die Verbindung ein nahezu planares Silicium-Stickstoff-Fünfringsystem besitzt. Die Sperrigkeit der Substituenten führt zu einer



Streckung der Si—N-Bindungen zwischen Si(1) bzw. Si(3) und N(2), die Einfachbindungsabstände erreichen, und zu einer Winkelaufweitung am N(2)-Atom. Der Winkel am Ringsilicium ist mit 88.54° ungewöhnlich klein.

Die Röntgendaten von **4** und **5** wurden auf einem Stoe-Siemens-Vierkreisdiffraktometer mit graphitmonochromatischer MoK α -Strahlung ($\lambda = 71.073$ pm) bei

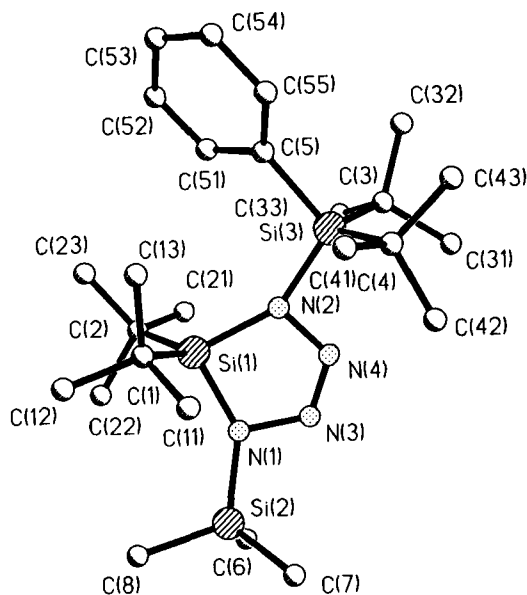


ABBILDUNG 2 Struktur von **5** ohne Wasserstoffatome. Ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel [°]: Si1-N1 176(2); Si1-N2 178.4(2); Si3-N2 179.1(2); Si2-N1 177.3(2); N1-N3 141.2(2); N(3)-N(4) 125.1(2); N4-N2 142.3(2); N1-Si1-N2 88.54(7); Si1-N1-Si2 143.61(10); Si1-N2-Si3 147.66(9).

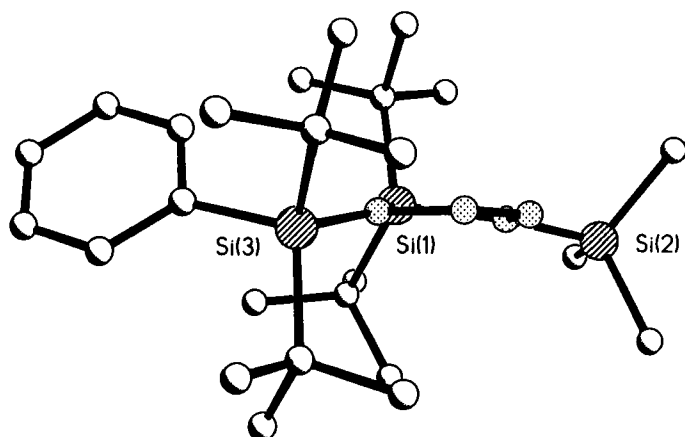


ABBILDUNG 2a Ansicht entlang der Ringebene von 5.

TABELLE III

Wichtige kristallographische Daten von 5

Molekülformel	C ₂₅ H ₅₀ N ₄ Si ₃
Raumgruppe	P2 ₁ /n
a [pm]	1005.8(10)
b [pm]	1401.5(2)
c [pm]	2125.1(4)
V [nm ³]	2.9636(8)
Z	4
ρ_c [Mgm ⁻³]	1.100
μ [mm ⁻¹]	0.179
Kristallgröße [mm]	0.70 x 0.50 x 0.50
Anzahl der Reflexe	
Gesamelte	4238
Unabhängige	3832
Maximales 2 θ [°]	22.45
R [$I > 2\sigma(I)$]	0.0345
$wR2 = \{ [\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2] / [\sum w(F_o^2)^2] \}^{1/2}$	0.0919
Max. Restelektronendichte [e nm ⁻³]	314
Min. Restelektronendichte [e nm ⁻³]	-219

T = -120°C gesammelt (Tabelle I und Tabelle III). Eine semi-empirische Absorptionskorrektur wurde durchgeführt. Die Strukturen wurden mit "Direkten Methoden" gelöst¹¹ und gegen F² für sämtliche Daten verfeinert.¹² Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Die Atomkoordinaten für 4 sind in Tabelle II und für 5 in Tabelle IV ausgegeben. Die vollständigen Strukturdaten sind beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-75344 Eggenstein-Leopoldshafen, im computerlesbaren CIF-Format unter CSD 39035 (4) und 39036 (5) hinterlegt worden.

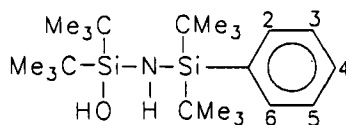
TABELLE IV
Atomkoordinaten und äquivalenten isotrope Auslenkungsparameter für 5

	x	y	z	U(eq)
Si(1)	202(1)	7497(1)	3833(1)	17(1)
Si(2)	-2547(1)	7481(1)	4562(1)	23(1)
Si(3)	-43(1)	7519(1)	2205(1)	17(1)
N(1)	-1474(2)	7621(1)	3977(1)	21(1)
N(2)	-381(2)	7644(1)	3005(1)	18(1)
N(3)	-2310(2)	7906(1)	3416(1)	24(1)
N(4)	-1757(2)	7920(1)	2926(1)	23(1)
C(1)	955(2)	6266(1)	4045(1)	23(1)
C(2)	1204(2)	8548(1)	4249(1)	22(1)
C(3)	-589(2)	8667(1)	1731(1)	24(1)
C(4)	-895(2)	6386(1)	1820(1)	24(1)
C(5)	1842(2)	7442(1)	2256(1)	19(1)
C(6)	-3292(2)	8662(2)	4704(1)	35(1)
C(7)	-3907(2)	6626(2)	4262(1)	38(1)
C(8)	-1623(2)	6993(2)	5314(1)	36(1)
C(11)	-186(2)	5529(1)	3915(1)	30(1)
C(12)	1594(2)	6169(2)	4747(1)	34(1)
C(13)	2050(2)	6038(2)	3635(1)	29(1)
C(21)	717(2)	9473(1)	3900(1)	29(1)
C(22)	856(2)	8632(2)	4930(1)	28(1)
C(23)	2745(2)	8493(2)	4306(1)	30(1)
C(31)	-2101(2)	8721(2)	1477(1)	33(1)
C(32)	195(2)	8744(2)	1163(1)	31(1)
C(33)	-237(2)	9549(2)	2152(1)	32(1)
C(41)	-215(2)	5469(2)	2101(1)	31(1)
C(42)	-2381(2)	6316(2)	1918(1)	35(1)
C(43)	-852(2)	6372(2)	1100(1)	32(1)
C(51)	2619(2)	8063(1)	2671(1)	25(1)
C(52)	4009(2)	8067(2)	2742(1)	31(1)
C(53)	4674(2)	7454(2)	2386(1)	32(1)
C(54)	3936(2)	6841(2)	1964(1)	31(1)
C(55)	2547(2)	6835(1)	1899(1)	25(1)

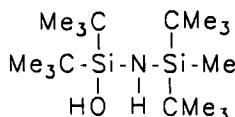
EXPERIMENTELLER TEIL

Die Versuche wurden bis auf die Darstellung von **1** und **2** unter Inertgas durchgeführt. Die Reinheit der Substanzen wurde kernresonanzspektroskopisch überprüft. ^1H -, ^{13}C -, ^{29}Si -NMR-Spektren: 30% Lösungen in CDCl_3 , TMS int., 30% Lösung in C_6D_6 /Toluol, TMS int. (**5**), 10% Lösung in C_6D_6 /Toluol, TMS int. (**6**): Bruker AM-250 oder 400-Kern-resonanzgerät. Die Molmassenbestimmungen wurden massenspektroskopisch mit einem Varian CH-5-Gerät oder einem Finnigan MAT 8200-bzw. 9500-Gerät bei einer Elektronenanregungsenergie von 70 eV vorgenommen.

Silane 1 und 2. 0.01 mol Di-*tert*.-butyl(di-*tert*.-butylphenylsilyl)iminosilan (**1**) bzw. Di-*tert*.-butyl(di-*tert*.-butylmethylsilyl)iminosilan-THF-Addukt werden mehrere Tage der Luftfeuchtigkeit ausgesetzt, wobei **1** bzw. **2** gebildet werden.

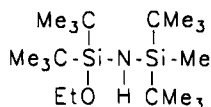


1,1-Di-tert.-butyl-3,3-di-tert.-butyl-1-hydroxy-3-phenyldisilazan (1). $C_{22}H_{43}NOSi_2$ (393.8); Ausbeute: 2 g (50%); Schmp. 108°C; MS (EI-Messung): 336(100) $[M-C_4H_9]^+$; 1H -NMR: δ 1.02 (PhSiC(CH₃)₃, 18H), 1.10 (OSiC(CH₃)₃, 18H), 7.29–7.32 (Ph (H-3, H-4, H-5), 3H), 7.87–7.90 (Ph (H-2, H-6), 2H); ^{13}C -NMR: δ 20.88 (PhSiCC₃), 21.36 (OSiCC₃), 28.51 (PhSiCC₃), 29.04 (OSiCC₃), 126.7 (Ph (C-2, C-6/C-3, C-5)), 126.9 (Ph (C-1/C-4)), 128.5 (Ph (C-1/C-4)), 135.9 (Ph (C-2, C-6/C-3, C-5)); ^{29}Si -NMR: δ –3.27 (OSi), 0.52 (PhSi).



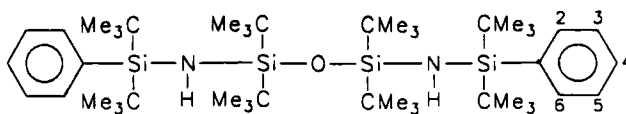
1,1-Di-tert.-butyl-3,3-di-tert.-butyl-1-hydroxy-3-methyldisilazan (2). $C_{17}H_{41}NOSi_2$ (331.7); Ausbeute: 0.6 g (20%); Schmp. 61°C; MS (EI-Messung): 274(100) $[M-C_4H_9]^+$; 1H -NMR: δ 0.13 (SiCH₃, 3H), 0.99 (SiC(CH₃)₃, 18H), 1.05 (OSiC(CH₃)₃, 18H); ^{13}C -NMR: δ 20.79 (SiCC₃), 21.18 (OSiCC₃), 28.40 (SiCC₃), 28.49 (OSiCC₃); ^{29}Si -NMR: δ –2.25 (OSi), 8.86 (MeSi).

Silylamin (3). 0.01 mol Di-tert.-butyl(di-tert.-butylmethylsilyl)iminosilan-THF-Addukt werden bei Raumtemp. mit 0.01 mol Ethanol versetzt. Das Rohprodukt von **3** wird destillativ gereinigt.



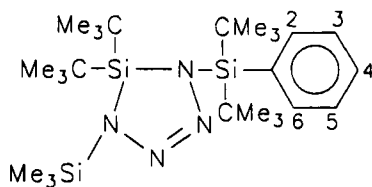
Di-tert.-butylethoxysilyl(di-tert.-butylmethylsilyl)amin (3). $C_{19}H_{45}NOSi_2$ (359.7); Ausbeute: 1.8 g (50%); Sdp. 74°C/0.01 Torr; MS (EI-Messung): 302(100) $[M-C_4H_9]^+$; 1H -NMR: δ 0.17 (SiCH₃, 3H), 1.04 (SiC(CH₃)₃, 18H), 1.08 (OSiC(CH₃)₃, 18H), 1.23 (OCH₂CH₃, 3H), 3.97 (OCH₂CH₃, 2H); ^{13}C -NMR: δ –6.67 (SiMe), 21.19 (SiCC₃), 22.37 (OSiCC₃), 27.11 (OCH₂CH₃), 29.17 (OSiCC₃), 60.03 (OCH₂CH₃); ^{29}Si -NMR: δ –6.89 (OSi), 8.68 (MeSi).

Siloxan (4). Bei der Darstellung des Di-tert.-butyl(di-tert.-butylphenylsilyl)iminosilans führen Spuren von Feuchtigkeit zur Bildung von **4**.

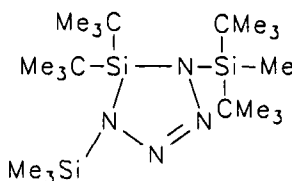


1,1,3,3,5,5,7,7-Octa-tert.-butyl-1,7-diphenyl-1,3,5,7-tetra-sila-2,6-diaza-4-oxan (4). $C_{44}H_{44}N_2OSi_4$ (769.5); Ausbeute: ca. 10%; Schmp. 188°C; MS (EI-Messung): 711(100) $[M-C_4H_9]^+$; 1H -NMR: δ 1.10 (OSiC(CH₃)₃, 36H), 1.15 (PhSiC(CH₃)₃, 36H), 7.29–7.32 (Ph (H-3, H-4, H-5), 6H, m), 7.86–7.88 (Ph (H-2, H-6), 4H, m); ^{13}C -NMR: δ 21.92 (OSiCC₃), 22.24 (PhSiCC₃), 30.21 (OSiCC₃), 30.39 (PhSiCC₃), 126.73 (Ph (C-2, C-6/C-3, C-5)), 126.78 (Ph (C-1/C-4)), 128.91 (Ph (C-1/C-4)), 136.22 (Ph (C-2, C-6/C-3, C-5)); ^{29}Si -NMR: δ –10.10 (OSi), –1.06 (PhSi).

[2 + 3]-Cycloaddukte 5 und 6. 0.01 mol Di-tert.-butyl(di-tert.-butylphenylsilyl)iminosilan (**5**) bzw. Di-tert.-butyl(di-tert.-butylmethylsilyl)iminosilan-THF-Addukt werden bei 0°C mit 0.01 mol Trimethylsilylazid versetzt. **5** wird durch Umkristallisation aus Toluol rein erhalten. **6** fällt aus Toluol als schwerlöslicher Niederschlag aus.



5,5-Di-tert.-butyl-4-(di-tert.-butylphenylsilyl)-1-(dimethylsilyl)-1,2,3,4-tetraaza-5-sila-2-cyclopenten (5). $C_{25}H_{40}N_4Si_3$ (490.9); Ausbeute: 4.9 g (100%); Schmp. 164°C; MS (EI-Messung): 490(5) $[M^+]$; 1H -NMR: δ 0.39 (CH_3 , 9H), 0.98/1.31 ($C(CH_3)_3$, 36H), 7.10–7.90 (Ph. 5H, m); ^{13}C -NMR: δ 1.57 (CH_3), 21.92/23.54 (CC_3), 28.96/30.62 (CC_3), 127.73, 135.89 (Ph (C-2, C-6/C-3, C-5)), 129.82, 136.09 (Ph (C-1/C-4)); ^{29}Si -NMR: δ 2.36 (MeSi), 8.62/11.26 ($(CH_3)_3CSi$).



5,5-Di-tert.-butyl-4-(di-tert.-butylmethylsilyl)-1-(trimethylsilyl)-1,2,3,4-tetraaza-5-sila-2-cyclopenten (6). $C_{30}H_{48}N_4Si_3$ (428.9); Ausbeute: 3.4 g (80%); Zersetzungspunkt 95°C; MS (EI-Messung): 428(20) $[M^+]$; 1H -NMR: δ 0.11 (CH_3 , 3H), 0.36 ($(CH_3)_3$, 9H), 1.01/1.16 ($C(CH_3)_3$, 36H).

DANK

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

LITERATUR

1. D. Großkopf, U. Klingebiel, L. Marcus und M. Noltemeyer, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, in press.
2. S. Walter, U. Klingebiel und D. Schmidt-Bäse, *J. Organomet. Chem.*, **412**, 319 (1991).
3. N. Wiberg, K. Schurz, G. Müller und J. Riede, *Angew. Chem.*, **100**, 979 (1988).
4. M. J. Barrow, E. A. V. Ebsworth und M. M. Harding, *Acta Crystallogr.*, **B35**, 2093 (1979).
5. C. Glidewell und D. C. Liles, *Acta Crystallogr.*, **B34**, 124 (1978).
6. N. Wiberg, E. Kühnel und K. Schurz, *Z. Naturforsch.*, **43b**, 1075 (1988).
7. U. Klingebiel, S. Pohlmann, L. Skoda, C. Lensch und G. M. Sheldrick, *Z. Naturforsch.*, **40b**, 1023 (1985).
8. G. V. Gibbs, *American Mineralogist*, **67**, 421 (1982).
9. N. Wiberg, P. Karampatses und Ch.-K. Kim, *Chem. Ber.*, **120**, 1213 (1987).
10. N. Wiberg, G. Preiner, P. Karampatses, Ch.-K. Kim und K. Schurz, *Chem. Ber.*, **120**, 1357 (1987).
11. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr.*, **A46**, 467 (1990).
12. G. M. Sheldrick, Programme SHELXL-93, Universität Göttingen.