Synthese und Kristallstruktur von 2-Trimethylsilyl-1,3-bis-trimethylsilylimino-1,3-dihydro-isoindol sowie die Kristallstruktur von Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzdiamidin

Synthesis and Crystal Structure of 2-Trimethylsilyl-1,3-bis-trimethylsilylimino-1,3-dihydro-isoindole and the Crystal Structure of Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzdiamidine

Frank Weller, Fritjof Schmock und Kurt Dehnicke*

Fachbereich Chemie der Universität Marburg, Hans-Meerwein-Straße, D-3550 Marburg/Lahn

Z. Naturforsch. **44b**, 548–552 (1989); eingegangen am 18. Januar 1989

2-Trimethylsilyl-1,3-bis-trimethylsilylimino-1,3-dihydro-isoindole,
Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzdiamidine, Synthesis, Crystal Structure

2-Trimethylsilyl-1,3-bis-trimethylsilylimino-1,3-dihydro-isoindole, $C_8H_4N_3(SiMe_3)_3$ (**2**), has been prepared by the reaction of 1,2-benzodinitrile with $LiN(SiMe_3)_2$, followed by treatment with $ClSiMe_3$. **2** forms yellow crystals, which were characterized by a crystal structure determination, as was the known hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzdiamidine, $\{[(SiMe_3)_2N](SiMe_3N)C-C_6H_4-C(NSiMe_3)[N(SiMe_3)_2]\}$ (**1**).

1: space group $P\bar{1}$, $Z = 1$, 2520 observed independent reflexions, $R = 0.052$. Lattice dimensions (19 °C): $a = 662.7(1)$; $b = 1088.3(1)$; $c = 1417.4(2)$ pm; $\alpha = 76.60(1)^\circ$; $\beta = 87.33(1)^\circ$; $\gamma = 73.90(1)^\circ$. **1** forms monomeric centrosymmetric molecules with the amidino groups in 1,4-position of the C_6H_4 ring. The CN distances are 127.1(3) and 141.3(3) pm, respectively, corresponding to $C=N-SiMe_3$ and $C=N(SiMe_3)_2$ moieties.

2: space group $P2_12_12_1$, $Z = 4$, 1960 observed independent reflexions, $R = 0.058$. Lattice dimensions (20 °C): $a = 643.0(1)$; $b = 1477.4(1)$; $c = 2414.4(2)$ pm. **2** forms monomeric molecules with a planar isoindole skeleton with different Si–N-bond lengths of the $SiMe_3$ groups in 2-position (180.2(5) pm) and in 1,3-positions (171.4(5); 170.9(9) pm).

1. Einleitung

Im Zusammenhang mit unseren Untersuchungen von Reaktionen des N,N,N'-Tris(trimethylsilyl)benzamidins [1, 2] mit Metallhalogeniden, die zu vielfältigen Folgereaktionen geführt haben [3], interessieren wir uns auch für das entsprechende 1,4-disubstituierte Derivat, da sich mit seiner Hilfe polymere Amidinatokomplexe aufbauen lassen sollten:

1

Seine Synthese gelingt durch Umsetzung von 1,4-Benzodinitril mit Lithium-bis(trimethylsilyl)amid und nachfolgender Behandlung des zunächst gebildeten Lithium-Amidinats

$Li(SiMe_3)_2N_2C-C_6H_4-CN_2(SiMe_3)_2Li$ mit Trimethylchlorsilan [1]. In der Absicht, das zu **1** isomere 1,2-disubstituierte Amidin herzustellen, erhielten

wir unter Verlust von Tris(trimethylsilyl)amin das Dihydro-Isoindol-Derivat (**2**),

2

über das wir im folgenden berichten. Die Verbindung könnte als Vorläufer für die Herstellung von Metallderivaten des Phthalocyanins Interesse finden.

2. Synthese und IR-Spektrum von 2

Die Verbindung entsteht bei der Einwirkung von Lithium-bis(trimethylsilyl)amid auf 1,2-Benzodinitril in Toluol/Ether und anschließender Umsetzung des zunächst gebildeten Lithium-Amidinats mit Trimethylchlorsilan unter Rückflußbedingungen gemäß der Reaktionssequenz:

* Sonderdruckerfordernungen an Prof. Dr. K. Dehnicke.

2 läßt sich nach Filtration von LiCl und Abdampfen aller flüchtigen Stoffe bei 60 °C/10⁻⁴ Torr in Form gelber Kristalle sublimieren.

In dem sehr bandenreichen IR-Spektrum (Bandenmaxima siehe Experimentellen Teil) lassen sich die für die angenähert erfüllte C_{2v}-Symmetrie (s. u.) zu erwartenden C=N-Valenzschwingungen bei 1701 cm⁻¹ als mittelstarke Bande (Rasse A₁) und bei 1670 cm⁻¹ als sehr starke Bande (Rasse B₁) festlegen. Beide Schwingungen liegen damit deutlich kürzerwellig als ν C=N im N,N,N'-Tris(trimethylsilyl)benzamidin, Ph-C(NSiMe₃)[N(SiMe₃)₂], wo sie bei 1628 cm⁻¹ beobachtet wird [2]. Auch im Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzdiamidin (**1**) liegt ν C=N mit 1639 cm⁻¹ merklich längerwellig als im Spektrum von **2**. Wegen der Zentrosymmetrie von **1** wird nur eine C=N-Valenzschwingung beobachtet.

3. Die Kristallstrukturen von **1** und **2**

Tab. I enthält die kristallographischen Daten und Angaben zu den Strukturösungen, die Tab. II und III die Bindungsabstände und -winkel, die Tab. IV und V die Atomkoordinaten*.

Die Verbindung **1** bildet zentrosymmetrische Moleküle der in Abb. 1 gezeigten Gestalt. Nahezu alle Bindungsabstände und -winkel sind ganz ähnlich wie in dem monofunktionellen Amidinoderivat Ph-C(NSiMe₃)[N(SiMe₃)₂] [2], so daß sie keiner Diskussion bedürfen. Ein geringer Unterschied ist in dem Bindungswinkel Si(1)–N(1)–C(7) zu sehen, der bei **1** mit 138,9(2)° gegenüber 136,6(2)° im Phenylderivat [2] um etwa 2° aufgeweitet ist. Merklich ist auch der Unterschied in den Diederwinkeln des Phenylringes mit der Ebene der Amidinogruppen. Während er im Ph-C(NSiMe₃)[N(SiMe₃)₂] 56,1° beträgt

* Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 53629, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Tab. I. Kristalldaten und Angaben zu den Kristallstrukturbestimmungen.

	C ₆ H ₄ {N(SiMe ₃)[N(SiMe ₃) ₂]} ₂ (1)	C ₈ H ₄ N ₃ (SiMe ₃) ₃ (2)
Bitterkonstanten	$a = 662,7(1)$ pm; $b = 1088,3(1)$ pm; $c = 1417,4(2)$ pm $\alpha = 76,60(1)^\circ$; $\beta = 87,33(1)^\circ$; $\gamma = 73,90(1)^\circ$	$a = 643,0(1)$ pm; $b = 1477,4(1)$ pm; $c = 2414,4(2)$ pm
Zellvolumen	955,3 Å ³	2294 Å ³
Zahl der Formeleinheiten pro Zelle	1	4
Dichte (berechnet)	1,035 g/cm ³	1,047 g/cm ³
Kristallsystem, Raumgruppe	triklin, P1	orthorhombisch, P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁
Ausgelöschte Reflexe	–	$h00: h=2n+1; 0k0: k=2n+1; 00l: l=2n+1$
Meßgerät	Vierkreisdiffraktometer, Enraf-Nonius CAD4	Vierkreisdiffraktometer, Enraf-Nonius CAD4
Strahlung	CuK α (Graphit-Monochromator)	CuK α (Graphit-Monochromator)
Meßtemperatur	19 °C	20 °C
Zahl der Reflexe zur Gitterkonstantenberechnung	16	21
Meßbereich, Abtastungsmodus	$2^\circ < \theta < 65^\circ$	$2^\circ < \theta < 67^\circ$
Zahl der gemessenen Reflexe	3899	2392
Zahl der unabhängigen Reflexe	3589	2366
Zahl der unbeobachteten Reflexe	1069 ($F_o < 3\sigma(F_o)$)	406 ($F_o < 3\sigma(F_o)$)
Korrekturen	Lorentz- und Polarisationsfaktor emp. Absorptionskorrektur ($\mu = 20,8$ cm ⁻¹)	Lorentz- und Polarisationsfaktor
Strukturaufklärung	direkte Methoden (SHELXS-86 [7])	direkte Methoden (SHELXS-86 [7])
Verfeinerung	kleinste Fehlerquadratsumme	kleinste Fehlerquadratsumme
Restriktionen	keine	Methylgruppen wurden tetraedrisch berechnet mit r_{C-H} 108 pm
Verwendete Rechenprogramme	SHELXS-86 [7], SHELX-76 [9], CADLP [8], ORTEP [10]	SHELXS-86 [7], CADLP [8], SHELX-76 [9], ORTEP [10]
Atomformfaktoren, $\Delta f'$, $\Delta f''$	[11, 12]	[11, 12]
$R = \sum F_o - F_c / \sum F_o $	5,2%	5,8%

Abb. 1. Ansicht eines Moleküls Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzodiamidin (**1**) (ohne H-Atome). Ellipsoide der thermischen Schwingung mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

[2], weist er bei **1** nur noch $49,3^\circ$ auf. Dieses ist der kleinste von uns bei Verbindungen dieses Typs gefundene Diederwinkel. Dennoch reicht auch die Wechselwirkung zweier Amidinogruppen noch nicht aus, um eine merkliche Konjugation mit dem π -System des C_6H_4 -Ringes zu erreichen, welche bei Coplanarität maximal wäre.

Die Verbindung **2** hat die in Abb. 2 wiedergegebene Molekülstruktur. Auffällig ist die lange Bindung Si(1)–N(1), die mit $180,2(5)$ pm um 9 pm länger ist

als die beiden übrigen Si–N-Abstände. Dies läßt vermuten, daß diese $SiMe_3$ -Gruppe bei Reaktionen mit Metallhalogeniden bevorzugt abgespalten werden sollte. Die Bindungslängen C(2)–N(2) und C(1)–N(3) entsprechen mit etwa 125 pm dem Erwartungswert von C=N-Doppelbindungen, so daß die Beschreibung als Dihydroindol- (bzw. Phthalimid-)Derivat zutreffend ist. Die Bindungswinkel an den Stickstoffatomen N(2) und N(3) sind mit $140,2(5)^\circ$ etwas größer als die entsprechenden

Si(1)–N(1)	172,3(2)	C(11)–Si(1)–C(12)	109,5(2)
Si(2)–N(2)	176,6(2)	C(12)–Si(1)–C(13)	109,0(2)
Si(3)–N(3)	177,6(2)	C(13)–Si(1)–C(11)	107,5(2)
Si(1)–C(11)	185,6(4)	N(1)–Si(1)–C(11)	115,7(1)
Si(1)–C(12)	183,9(5)	N(1)–Si(1)–C(12)	108,7(2)
Si(1)–C(13)	185,8(4)	N(1)–Si(1)–C(13)	106,2(1)
Si(2)–C(21)	185,5(5)	C(21)–Si(2)–C(22)	109,7(2)
Si(2)–C(22)	186,2(4)	C(22)–Si(2)–C(23)	106,5(2)
Si(2)–C(23)	185,5(4)	C(23)–Si(2)–C(21)	108,6(2)
Si(3)–C(31)	184,5(4)	N(2)–Si(2)–C(21)	111,4(2)
Si(3)–C(32)	187,5(4)	N(2)–Si(2)–C(22)	109,0(1)
Si(3)–C(33)	184,2(5)	N(2)–Si(2)–C(23)	111,5(1)
		C(31)–Si(3)–C(32)	109,2(2)
		C(32)–Si(3)–C(33)	105,6(2)
		C(33)–Si(3)–C(31)	111,7(2)
		N(2)–Si(3)–C(31)	113,2(2)
		N(2)–Si(3)–C(32)	107,7(1)
		N(2)–Si(3)–C(33)	109,1(1)
C(7)–N(1)	127,1(3)	Si(1)–N(1)–C(7)	138,9(2)
C(7)–N(2)	141,3(3)	Si(2)–N(2)–C(7)	121,4(2)
C(7)–C(1)	150,5(3)	Si(3)–N(2)–C(7)	113,3(2)
C(1)–C(2)	139,0(5)	Si(2)–N(2)–Si(3)	124,2(1)
C(1)–C(6)	138,5(4)	C(7)–C(1)–C(2)	120,1(2)
C(2)–C(6')	138,9(4)	C(7)–C(1)–C(6)	121,3(3)
		C(2)–C(1)–C(6)	118,6(2)
		C(1)–C(2)–C(6')	120,6(2)
		C(1)–C(6)–C(2')	120,9(2)
Diederwinkel			
Phenylring/N(1)–C(7)–N(2)	$49,26^\circ$		

Tab. II. Bindungsabstände [pm] und -winkel [Grad] im $C_6H_4\{C(NSiMe_3)[N(SiMe_3)_2]\}_2$ (**1**).

Tab. III. Bindungsabstände [pm] und -winkel [Grad] im $C_8H_4N_3(SiMe_3)_3$ (**2**).

Si(1)–N(1)	180,2(5)	N(1)–Si(1)–C(11)	107,5(3)
Si(1)–C(11)	185,0(8)	N(1)–Si(1)–C(12)	109,6(3)
Si(1)–C(12)	186,8(8)	N(1)–Si(1)–C(13)	109,8(3)
Si(1)–C(13)	183,5(8)	C(11)–Si(1)–C(12)	110,5(4)
Si(2)–N(2)	171,4(5)	C(11)–Si(1)–C(13)	110,5(5)
Si(2)–C(21)	184,8(8)	C(12)–Si(1)–C(13)	108,8(5)
Si(2)–C(22)	187,4(8)	N(2)–Si(2)–C(21)	106,6(3)
Si(2)–C(23)	187,3(8)	N(2)–Si(2)–C(22)	110,1(3)
Si(3)–N(3)	170,9(9)	N(2)–Si(2)–C(23)	111,4(3)
Si(3)–C(31)	187,2(9)	C(21)–Si(2)–C(22)	108,2(5)
Si(3)–C(32)	185,4(8)	C(21)–Si(2)–C(23)	108,5(5)
Si(3)–C(33)	187,0(9)	C(22)–Si(2)–C(23)	111,8(4)
		N(3)–Si(3)–C(31)	105,1(3)
		N(3)–Si(3)–C(32)	110,4(3)
		N(3)–Si(3)–C(33)	112,6(4)
		C(31)–Si(3)–C(32)	108,1(4)
		C(31)–Si(3)–C(33)	109,3(5)
		C(32)–Si(3)–C(33)	111,0(5)
N(1)–C(1)	139,3(7)	Si(1)–N(1)–C(1)	119,1(4)
N(1)–C(2)	141,4(7)	Si(1)–N(1)–C(2)	128,7(4)
C(1)–N(3)	126,4(7)	C(1)–N(1)–C(2)	112,3(4)
C(2)–N(2)	124,4(7)	Si(2)–N(2)–C(2)	140,1(5)
C(1)–C(4)	149,2(8)	Si(3)–N(3)–C(1)	140,3(5)
C(2)–C(3)	147,6(8)	N(1)–C(1)–C(4)	105,7(5)
C(3)–C(4)	136,4(8)	N(1)–C(2)–C(3)	103,9(4)
C(4)–C(5)	139,3(8)	N(1)–C(1)–N(3)	123,1(5)
C(5)–C(6)	137,2(9)	N(1)–C(2)–N(2)	124,2(5)
C(6)–C(7)	136,3(10)	N(2)–C(2)–C(3)	131,9(5)
C(7)–C(8)	137,3(9)	N(3)–C(1)–C(4)	131,2(5)
C(3)–C(8)	140,3(8)	C(1)–C(4)–C(5)	130,9(6)
		C(1)–C(4)–C(3)	107,3(5)
		C(2)–C(3)–C(8)	129,7(5)
		C(2)–C(3)–C(4)	110,7(5)
		C(3)–C(4)–C(5)	121,7(6)
		C(4)–C(5)–C(6)	117,8(6)
		C(5)–C(6)–C(7)	121,1(7)
		C(6)–C(7)–C(8)	121,5(7)
		C(7)–C(8)–C(3)	118,3(6)
		C(8)–C(3)–C(4)	119,6(5)

Tab. IV. Atomkoordinaten und Parameter U für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor $\exp[-8\pi^2 U \sin^2 \theta / \lambda^2]$ [13] für **1**. U-Werte als 10^{-4} fache in pm^2 .

Atom	x	y	z	U
Si(1)	0,3672(2)	0,8276(1)	0,7774(1)	0,0585(7)
Si(2)	0,0039(2)	1,3406(1)	0,7949(1)	0,0652(7)
Si(3)	−0,0499(2)	1,2117(1)	0,6252(1)	0,0649(7)
N(1)	0,2365(4)	0,9925(2)	0,7551(1)	0,061(2)
N(2)	0,0152(4)	1,2026(2)	0,7473(1)	0,053(2)
C(1)	0,0576(5)	1,0380(2)	0,9034(2)	0,046(2)
C(2)	−0,1525(5)	1,0651(2)	0,9288(2)	0,051(2)
C(6)	0,2088(5)	0,9721(2)	0,9754(2)	0,052(2)
C(7)	0,1167(5)	1,0738(2)	0,7987(2)	0,053(2)
C(11)	0,2474(7)	0,7177(3)	0,8686(2)	0,082(3)
C(12)	0,6393(7)	0,8058(3)	0,8146(3)	0,093(4)
C(13)	0,3689(9)	0,7784(3)	0,6602(2)	0,109(4)
C(21)	−0,2654(8)	1,4141(3)	0,8333(3)	0,101(4)
C(22)	0,0909(9)	1,4650(3)	0,7007(3)	0,107(4)
C(23)	0,1861(8)	1,2973(3)	0,9003(3)	0,095(4)
C(31)	0,1744(8)	1,2113(4)	0,5431(2)	0,097(4)
C(32)	−0,2637(8)	1,3674(3)	0,5829(2)	0,099(4)
C(33)	−0,1666(7)	1,0775(3)	0,6219(2)	0,089(4)

Tab. V. Atomkoordinaten und Parameter U für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor für **2**. Definitionen s. Tab. IV.

Atom	x	y	z	U
Si(1)	0,1654(3)	0,8603(1)	0,3989(1)	0,057(1)
C(11)	0,045(2)	0,7926(5)	0,3428(4)	0,088(6)
C(12)	0,455(1)	0,8496(6)	0,3966(3)	0,086(6)
C(13)	0,073(2)	0,8219(5)	0,4669(3)	0,097(6)
Si(2)	−0,2678(3)	1,0496(1)	0,5183(1)	0,059(1)
C(21)	−0,283(2)	0,9595(7)	0,5713(3)	0,120(7)
C(22)	−0,135(1)	1,1500(6)	0,5499(3)	0,090(6)
C(23)	−0,538(1)	1,0776(6)	0,4948(4)	0,093(6)
Si(3)	0,4095(3)	1,0105(1)	0,2455(1)	0,060(1)
C(31)	0,561(2)	0,9061(7)	0,2280(3)	0,099(6)
C(32)	0,221(1)	1,0311(6)	0,1887(3)	0,083(5)
C(33)	0,592(2)	1,1083(7)	0,2533(4)	0,118(7)
N(1)	0,0925(8)	0,9769(3)	0,3881(2)	0,050(3)
N(2)	−0,1209(8)	1,0071(3)	0,4650(2)	0,055(3)
N(3)	0,2818(9)	0,9852(3)	0,3056(2)	0,062(3)
C(1)	0,165(1)	1,0221(4)	0,3413(2)	0,050(4)
C(2)	−0,0383(9)	1,0321(4)	0,4210(2)	0,045(3)
C(3)	−0,044(1)	1,1191(4)	0,3909(2)	0,046(3)
C(4)	0,079(1)	1,1157(4)	0,3449(2)	0,049(4)
C(5)	0,097(1)	1,1891(4)	0,3089(3)	0,059(4)
C(6)	−0,013(1)	1,2661(5)	0,3214(3)	0,065(5)
C(7)	−0,137(1)	1,2705(5)	0,3671(3)	0,070(5)
C(8)	−0,155(1)	1,1985(4)	0,4028(3)	0,061(4)

Abb. 2. Ansicht eines Moleküls 2-Trimethylsilyl-1,3-bis-trimethylsilylimino-1,3-dihydro-isoindol (**2**) (ohne H-Atome). Ellipsoide der thermischen Schwingung mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

Bindungswinkel der funktionellen Gruppen $C=\bar{N}-SiMe_3$ in den Amidinoverbindungen $Ph-C(NSiMe_3)[N(SiMe_3)_2]$ ($136,6(2)^\circ$ [2]) und in **1** ($138,9(2)^\circ$), ohne daß dies Einfluß auf die CC- bzw. CN-Abstände des Fünfringes hätte. Innerhalb der Standardabweichungen sind sie genauso groß wie im Phthalimid [4] oder im N-Aminophthalimid [5], obwohl dort starke intermolekulare Wasserstoffbrückenbindungen $N-H\cdots O=C$ bzw. $NH_2\cdots O=C$ beobachtet werden. Ganz ähnliche Strukturparameter weist auch das N-Trimethylstannyl-Derivat des Phthalimids auf [6].

Experimenteller Teil

Die Versuche erfordern Ausschluß von Feuchtigkeit; die verwendeten Lösungsmittel Diethylether und Toluol wurden über Natrium destilliert. Hexakis(trimethylsilyl)-1,4-benzodiamidin (**1**) erhielten wir wie beschrieben [1] aus 1,4-Benzodinitril mit Lithium-Hexamethyldisilazan und anschließender Behandlung mit Trimethylchlorsilan. Für die IR-Spektren stand ein Bruker-Gerät IFS-88 zur Verfügung, KBr-Preßlinge.

$C_8H_4N_3(SiMe_3)_3$ (**2**)

Zu einer Lösung von 2,34 g $LiN(SiMe_3)_2$ (13,98 mmol) in 30 ml Diethylether/Toluol (1:1)

tropft man bei R.T. unter Rühren langsam eine Lösung von 0,89 g 1,2-Benzodinitril (6,98 mmol) in demselben Lösungsmittelgemisch hinzu. Die anfangs farblose Lösung färbt sich langsam dunkelrot. Nach 12 h zieht man den Ether i. Vak. ab, tropft einen Überschuß an Trimethylchlorsilan (1,8 g) hinzu und erhitzt 8 h am Rückfluß. Das ausgeschiedene LiCl wird noch warm abfiltriert und aus dem Filtrat das Toluol durch Evakuieren entfernt. Beim Abkühlen erhält man aus dem öligen Rückstand reichlich orangefarbene Kristalle, die zur Reinigung bei $60^\circ C/10^{-4}$ Torr sublimiert werden. Man erhält 1,81 g gelbe Kristalle (43,6% der Theorie).

$C_{17}H_{31}N_3Si_3$ (361,7)

Gef. C 54,56 H 8,82 N 11,44,

Ber. C 56,44 H 8,65 N 11,62.

IR-Spektrum (Zahlenwerte in cm^{-1} , Intensitäten: sst = sehr stark, st = stark, m = mittel, s = schwach, ss = sehr schwach): 3086 (ss), 3055 (ss), 2955 (m), 2898 (s), 1701 (m), 1670 (sst), 1467 (s), 1346 (s), 1323 (s), 1285 (m-st), 1249 (st), 1175 (m), 1144 (m), 1092 (m), 896 (st), 834 (sst), 765 (m), 752 (s), 692 (m), 665 (m), 625 (s), 600 (ss), 459 (s).

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

- [1] R. T. Boeré, R. T. Oakley und R. W. Reed, *J. Organomet. Chem.* **331**, 161 (1987).
- [2] C. Ergezinger, F. Weller und K. Dehnicke, *Z. Naturforsch.* **43b**, 1119 (1988).
- [3] K. Dehnicke, C. Ergezinger, E. Hartmann, A. Zinn und K. Höslér, *J. Organomet. Chem.* **352**, C1 (1988).
- [4] E. Matzat, *Acta Crystallogr.* **B28**, 415 (1972).
- [5] J. H. Loehlin, *Acta Crystallogr.* **C41**, 210 (1985).
- [6] E. V. Chuprunov, T. N. Tarkhova, T. Yu. Korolova und N. V. Belvo, *Dokl. Akad. Nauk. SSSR* **242**, 606 (1978).
- [7] G. M. Sheldrick, *SHELXS-86*, Program for Crystal Structure Solution, Göttingen (1986).
- [8] U. Müller, *CADLP*, Programm zur Auswertung und Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten, Universität Marburg (1971).
- [9] G. M. Sheldrick, *SHELX-76*, Program for Crystal Structure Determination, Cambridge (1976).
- [10] C. K. Johnson, *ORTEP*, Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee (1965).
- [11] D. T. Cromer und J. B. Mann, *Acta Crystallogr.* **A24**, 321 (1968).
- [12] D. T. Cromer und D. Liberman, *J. Chem. Phys.* **53**, 1891 (1970).
- [13] W. C. Hamilton, *Acta Crystallogr.* **12**, 609 (1959).