

Die Unterschiede der Mo-S-Bindungslängen in 4 und 2 beruhen vermutlich auf der verschieden starken Abweichung der Mo-S-Mo-Einheiten, denn die Mo-Atome haben in beiden Verbindungen die gleiche Oxidationszahl (+4).

Obwohl die Symmetrie des Moleküls nicht von der Raumgruppe diktiert wird, nähert sie sich der Punktgruppe C_2 mit einer zweizähligen Achse durch S(13) und den Mittelpunkt der Linie zwischen S(3) und S(12) (Abb. 1). Die Gesamtgeometrie ist die gleiche wie beim Kation von 1, das jedoch gemischvalentes Mo enthält und dessen Brücke fast linear ist (Mo-O-Mo = 175.7°)^[4].

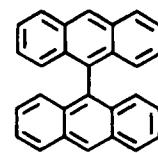
Ein eingegangen am 4. Februar,
ergänzte Fassung am 5. Mai 1986 [Z 1654]

CAS-Registry-Nummern:

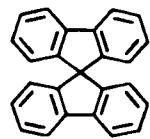
4: 103004-17-7 / [Mo₂(dtc)₆]: 103004-18-8.

- [1] A. Müller, R. Jostes, W. Eltzner, C.-S. Nie, E. Diemann, H. Böge, M. Zimmermann, M. Dartmann, U. Reinsch-Vogell, S. Che, S. J. Cyvin, B. N. Cyvin, *Inorg. Chem.* 24 (1985) 2872; F. A. Cotton, M. P. Diebold, Z. Dori, R. Llusa, W. Schwotzer, *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 6735.
- [2] T. C. W. Mak, K. S. Jasim, C. Chieh, *Angew. Chem.* 96 (1984) 352; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 391; *Inorg. Chem.* 24 (1985) 1587.
- [3] Y. Jian, A. Tang, R. Hoffmann, J. Huang, J. Lu, *Organometallics* 4 (1985) 27.
- [4] J. A. Broomhead, M. Sterns, C. G. Young, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1981, 1262; C. D. Garner, N. C. Howlander, F. E. Mabbs, A. T. McPhail, K. D. Onan, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1979, 962; D. Coucouvanis, *Prog. Inorg. Chem.* 26 (1979) 301.
- [5] A. Müller, P. Christophiemi, *Angew. Chem.* 81 (1969) 752; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 8 (1969) 753; M. G. B. Drew, P. C. H. Mitchell, C. F. Pygall, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1979, 1213.
- [6] D. A. Brown, W. K. Glass, K. S. Jasim, *Inorg. Chim. Acta* 45 (1980) L97.
- [7] K. S. Jasim, C. Chieh, T. C. W. Mak, *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* 15 (1985) 403; T. C. W. Mak, S. P. So, C. Chieh, K. S. Jasim, *J. Mol. Struct.* 127 (1985) 375.
- [8] Zwei Methyl-C-Atome von zwei verschiedenen Liganden zeigen zweifache Fehlordnung. Das Toluolmolekül ist ebenfalls fehlgereordnet; die meisten seiner Reflexe werden dem Benzolring in zwei Lagen zugeschrieben, die jeweils mit halbem Gewicht eingehen. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggeneistein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-51900, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Kennzeichnend für den neuen Wirttyp sind scherenförmige Molekülgestalt und das Fehlen funktioneller Gruppen wie in den Verbindungen 1 und 2^[2]; in den früher von uns beschriebenen Koordinatoclathratbildnern^[3] sind funktionelle Gruppen dagegen unerlässlich. Die Bindung von Gastmolekülen im Kristallgitter von 1 wie von 2 kann daher nur durch „Vergatterung“ (Clathratbildung im ursprünglichen Sinn)^[11] erfolgen. Für mögliche Einschlußselektivitäten dürfte die räumliche Abstimmung zwischen Wirt- und Gastmolekül maßgebend sein.



1



2

Offenbar verfügen 9,9'-Bianthryl 1 und 9,9'-Spirobifluorene 2 über einen so günstigen Molekülbau, daß sie im Kristallgitter isomere und homologe Kohlenwasserstoffe, aber auch andere ungeladene organische Moleküle, mit hoher Selektivität einschließen. Durch einfaches Umkristallisieren von 1 oder 2 aus den Gastverbindungen können selektiv die in Tabelle 1 aufgelisteten Einschlußverbindungen erhalten werden. Den Polaritätsverhältnissen der Wirtverbindungen 1 und 2 entsprechend ist der Einschluß von aprotischen und relativ unpolaren Gastmolekülen die Regel, darunter alicyclischen Kohlenwasserstoffen, einfachen Arenen und Heterocyclen.

Die unerwartete thermische Stabilität einiger der Einschlußverbindungen aus Kohlenwasserstoffen als Wirt- und als Gastkomponente^[11] (z. B. 1 · C₆H₆, Zers. > 85°C bei

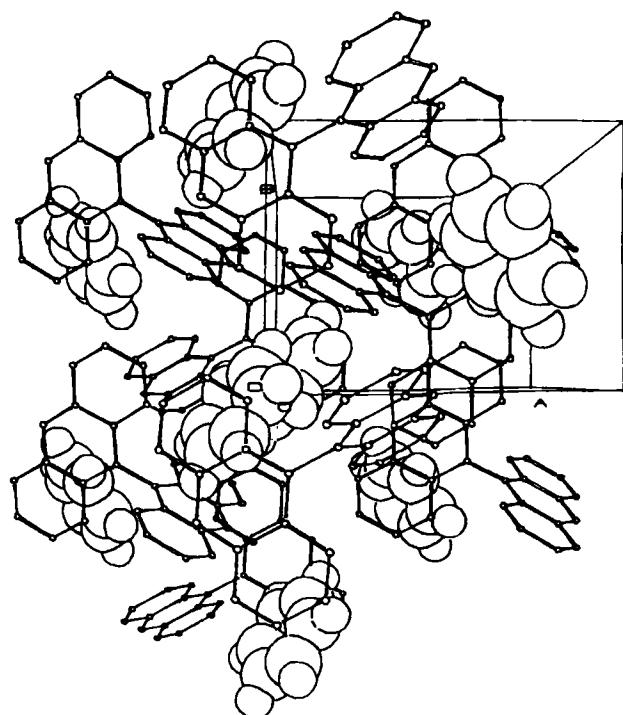


Abb. 1. Kristallpackung von 1 · C₆H₆. Projektion entlang der *c*-Achse. Wirtverbindung 1 in Kugelstab-, Gastverbindung Benzol in Kalotten-Darstellung. Der Übersichtlichkeit halber sind die H-Atome des Wirtmoleküls weggelassen. Wichtige Bindungslängen [Å] in 1: Anthryl-C—C 1.340–1.434, Mittel 1.395(32); Bianthryl-C—C 1.480. Winkel zwischen den besten Ebenen [°] in 1 · C₆H₆: Anthracen-A/-B 85.5, Anthracen-A/Benzol 48.2, Anthracen-B/Benzol 49.2.

Selektiver Einschluß und Trennung von isomeren und homologen Kohlenwasserstoffen durch Kohlenwasserstoff-Wirtgitter**

Von **Edwin Weber***, **Jochen Ahrendt**, **Mátyás Czugler** und **Ingeborg Csöregi**

Professor **Heinz A. Staab** zum 60. Geburtstag gewidmet

Kristalline Einschlußverbindungen, die nur aus Kohlenwasserstoffen bestehen, sind kaum bekannt^[1]. Wir fanden jetzt einen neuen Typ von Wirtverbindungen, die solche „Kristalleinschlüsse“ in vielen Fällen und mit hohen Selektivitäten ermöglichen.

[*] Priv.-Doz. Dr. E. Weber, Dr. J. Ahrendt
Institut für Organische Chemie und Biochemie der Universität
Gerhard-Domagk-Straße 1, D-5300 Bonn 1

Dr. M. Czugler
Central Research Institute for Chemistry
Hungarian Academy of Sciences
P.O. Box 17, H-1525 Budapest 114 (Ungarn)

Dr. I. Csöregi
Arrhenius Laboratory, Department of Structural Chemistry
University of Stockholm
S-10691 Stockholm (Schweden)

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert.

760 Torr) und das ausgeprägte Selektierungsverhalten der Wirtverbindungen (siehe unten) hat uns zu Strukturuntersuchungen angeregt. Die Röntgen-Strukturanalyse^[5] von **1**·C₆H₆ (Abb. 1) zeigt, daß die Benzolmoleküle paarweise und paßgenau in fast vollständig geschlossenen Käfigen (Kantenlänge ≈ 6.5 × 7 × 12 Å) eingelagert sind, die durch die flächigen Teilstücke von insgesamt acht Wirtmolekülen abgegrenzt werden. Für die Benzolmoleküle wird daher keine Unordnung gefunden, wie man hätte erwarten können^[6]. Der generelle Aufbau des heteromolekularen Gitters ist dem von reinen aromatischen Kohlenwasserstoffen sehr ähnlich^[7].

Tabelle 1. Bildung kristalliner Einschlußverbindungen der Wirtsubstanzen **1** und **2** mit Gastmolekülen (zugleich Solventien).

Gast (=Solvens)	Größte Länge [Å] [a]	Einschlußverbindung [b]	
		1 : Gast	2 : Gast
<i>n</i> -Pentan bis <i>n</i> -Octan	8.7-11.2	—	—
2,3-Dimethylbutan	7.6	—	—
2,3-Dimethyl-2-butene	7.3	1 : 1	—
Cyclopentan	6.0	2 : 1	1 : 1
Cyclohexan	7.0	2 : 1	1 : 1
Cycloheptan	7.2	[c]	[d]
Cyclooctan	7.8	[d]	—
Cyclopenten	6.0	[d]	1 : 1
Cyclohexen	6.9	2 : 1	1 : 1
Cyclohepten	7.2	[c]	2 : 1
Cycloocten	7.7	[c]	—
1,3-Cyclohexadien	6.9	1 : 1	1 : 1
1,4-Cyclohexadien	6.9	1 : 1	1 : 1
Benzol	6.9	1 : 1	1 : 1
Cycloheptatrien	7.2	1 : 1	1 : 1
Methylcyclopentan	7.3	—	—
Methylcyclohexan	7.9	—	—
1-Methylcyclohexen	7.9	—	—
3-Methylcyclohexen	8.1	—	—
Toluol	7.8	1 : 1	—
<i>o</i> -Xylool	8.2	1 : 1	—
<i>m</i> -Xylool	8.7	[c]	—
<i>p</i> -Xylool	8.8	1 : 1	2 : 1
Mesitylen	8.7	—	—
Brombenzol	8.7	—	—
Cyclopentanon	6.6	[c]	1 : 1
Cyclohexanon	7.8	1 : 1	1 : 1
2-Methylcyclohexanon	7.9	—	—
Cyclohexenoxid	7.1 [e]	1 : 1	1 : 1
Tetrahydrofuran (THF)	6.0	1 : 1	1 : 1
1,3-Dioxolan	5.9	—	—
Dioxan	6.8	1 : 1	1 : 1
Morpholin	6.8	1 : 1	1 : 1
Piperidin	6.9	1 : 1	1 : 1
Pyridin	6.9	1 : 1	1 : 1

[a] Gastmoleküle; van-der-Waals-Radien nach CPK-Modellen und unter Berücksichtigung der wahrscheinlichsten Konformation [4]. [b] Stöchiometrie durch ¹H-NMR-Integration bestimmt; die Substanzen wurden einheitlich getrocknet (12 h, Raumtemperatur, 15 Torr). [c] Unstöchiometrisch; Einschluß unter Normalbedingungen wenig stabil. [d] Solvensspuren. [e] Abgeschätzter Wert.

Diese Käfiggeometrie scheint für das Wirtgitter von **1** typisch und nur innerhalb bestimmter Grenzen veränderlich, wie aus den Einschlußselektivitäten und den van-der-Waals-Dimensionen der Gastmoleküle hervorgeht (Tabelle 1). Bei Einschlußverbindungen mit **2** dürfen ähnliche Hohlraumdimensionen vorliegen (vgl. Tabelle 1). So werden mit Ausnahme von 2,3-Dimethyl-2-butene (im Falle von **1**) nur cyclische Gastmoleküle bestimmter Ringgröße (fünf- bis achtgliedrig) und Längenausdehnung im Gitter der Wirtverbindungen **1** und **2** aufgenommen. Bei Cycloheptan scheint die zulässige Größe für ein Gastmolekül, je nach Wirt, gerade erreicht bzw. gerade überschritten zu sein. Durch Einführung von Doppelbindungen und die da-

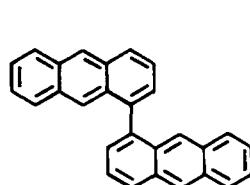
mit verbundene Einebnung des Ringes (vgl. Cyclohepten, Cycloheptatrien) werden die sterischen Verhältnisse (Moleküldicke) graduell verbessert, und es gelingen wieder Einschlüsse (2 : 1- bzw. 1 : 1-Stöchiometrie). Somit ist auch bei ringförmigen Gastverbindungen eine Unterscheidung zwischen gesättigten und ungesättigten oder gegebenenfalls aromatischen Verbindungen (vgl. Methylcyclohexan/Toluol) möglich.

Differenziert wird ebenfalls zwischen substituierten und unsubstituierten Alicyclen (vgl. Cyclohexan/Methylcyclohexan und Cyclopantan/Methylcyclopantan), wobei jeweils nur die unsubstituierten Kohlenwasserstoffe im Kristallgitter von **1** und **2** aufgenommen werden. Dies trifft auch noch für Cycloalkene (vgl. Cyclohexen/Methylcyclohexen), aber nicht mehr für Benzol zu, doch werden auch hier nicht uneingeschränkt viele und beliebig angeordnete Methylgruppen toleriert (Tabelle 1). Auf diesem Wege ergeben sich analytisch interessante Trennmöglichkeiten, z. B. zwischen Benzol und Toluol oder innerhalb der isomeren Xyole.

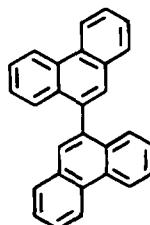
Wesentlich ist außerdem der Befund, daß bei passenden van-der-Waals-Dimensionen cyclische Ketone sowie Cyclohexenoxid Einschlußverbindungen mit **1** und **2** bilden, nicht jedoch die entsprechenden Alkohole oder Amine. Auch für die heterocyclischen Gastverbindungen dürfte die Paßgenauigkeit im Wirtkäfig der entscheidende Faktor sein.

1 und **2** sind als Wirtverbindungen ähnlich, aber nicht gleichwertig. So vermag **2** offenbar räumlich besser zu selektieren (vgl. Benzolderivate) und bildet in der Regel auch thermisch stabilere Einschlußverbindungen (einige Einschlußverbindungen mit **1** sind bereits unter Normalbedingungen labil, vgl. Tabelle 1). Dies führen wir auf die starre Molekülgeometrie von **2** zurück; **1** kann sich dagegen noch zu einem gewissen Grad über das flexible Schenergelenk sterisch anpassen^[8].

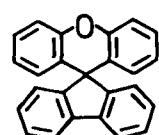
Das Einschlußverhalten der neuen Wirtverbindungen läßt praktischen Nutzen erkennen, z. B. den Kristall-Einlagerungen von Harnstoff vergleichbar^[9]. Während Harnstoff zur Abtrennung unverzweigter von verzweigten und cyclischen Kohlenwasserstoffen eingesetzt wird^[10], liegt der Vorteil der neuen Einschlußbildner **1** und **2** in der Abtrennung von cyclischen Kohlenwasserstoffen aus Gemischen mit kettenförmigen oder von unsubstituierten cyclischen Kohlenwasserstoffen aus Gemischen mit substituierten cyclischen (z. B. Cyclohexan aus *n*-Hexan oder *n*-Hexen bzw. aus Methylcyclopentan oder Methylcyclohexan;



3



4



5



6

vgl. auch Tabelle 1)^[11]. Insofern könnten sie eine willkommene Ergänzung sein. Wichtig für künftige Anwendungen (z. B. Verkapselung von labilen Substanzen, Topochemie) erscheint auch, daß bei einfacher Zugänglichkeit der neuen Wirtverbindungen zahlreiche Strukturvariationen möglich sind (vgl. 3-6)^[12].

Eingegangen am 26. Februar,
veränderte Fassung am 9. Mai 1986 [Z 1682]

CAS-Registry-Nummern:

1- $\frac{1}{2}$ Cyclopentan: 103149-12-8 / 1- $\frac{1}{2}$ Cyclohexan: 103149-14-0 / 1-x Cycloheptan: 103149-16-2 / 1- $\frac{1}{2}$ Cyclohexen: 103149-18-4 / 1-x Cyclohepten: 103149-49-1 / 1-x Cycloocten: 103149-50-4 / 1-Benzol: 103149-25-3 / 1-Cycloheptatrien: 103149-27-5 / 1-Toluol: 103149-29-7 / 1- α -Xylof: 103149-30-0 / 1-x m-Xylof: 103149-48-0 / 1- ρ Xylof: 103149-31-1 / 1-x Cyclopentanon: 103149-33-3 / 1-Cyclohexanon: 103149-35-5 / 1-Cyclohexen-oxid: 103149-37-7 / 1-Tetrahydrofuran: 103191-45-3 / 1-Dioxan: 103149-40-2 / 1-Morpholin: 103149-42-4 / 1-Piperidin: 103149-44-6 / 1-Pyridin: 103149-46-8.

- [1] J. L. Atwood, J. E. D. Davies, D. D. MacNicol (Hrsg.): *Inclusion Compounds*, Vol. I-III, Academic Press, London 1984; H. Hart, L. T. W. Lin, D. L. Ward, *J. Am. Chem. Soc.* 106 (1984) 4043.
 - [2] Darstellung von 1: F. Bell, D. H. Waring, *J. Chem. Soc.* 1949, 267, 1579; Darstellung von 2: R. G. Clarkson, M. Gomberg, *ibid.* 52 (1930) 2881; G. Haas, V. Prelog, *Helv. Chim. Acta* 52 (1969) 1202.
 - [3] E. Weber, I. Csöregi, B. Stensland, M. Czugler, *J. Am. Chem. Soc.* 106 (1984) 3297; M. Czugler, E. Weber, J. Ahrendt, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1984, 1632.
 - [4] J. Dale (Hrsg.): *Stereochemie und Konformationsanalyse*, Verlag Chemie, Weinheim 1978.
 - [5] 1 · C₈H₆: Monoklin, $P2_1/n$, $a = 11.704(3)$, $b = 8.790(5)$, $c = 22.658 \text{ \AA}$, $\beta = 95.80^\circ$, $Z = 4$, $D_{\text{theor.}} = 1.239 \text{ g cm}^{-3}$. Enraf-Nonius-CAD4-Diffraktometer, Mo_{K (Graphitmonochromator) für $\lambda = 0.71069 \text{ \AA}$; 1179 unabhangige Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$. Direkte Methoden; $R = 0.045$. - Detaillierte Angaben: M. Czugler, I. Csöregi, E. Weber, noch unveröffentlicht.}
 - [6] I. Csöregi, A. Sjögren, M. Czugler, M. Cserzö, E. Weber, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2* 1986, 507.
 - [7] S. Okikawa, M. Tsuda, H. Kato, T. Urabe, *Acta Crystallogr. B41* (1985) 437.
 - [8] Aufbau von Kronenethern mit 1,1'-Binaphthyl: D. J. Cram, K. N. Trueblood, *Top. Curr. Chem.* 98 (1981) 43; mit 9,9'-Spirobifluoren: M. Dobler, M. Dumić, M. Egli, V. Prelog, *Angew. Chem.* 97 (1985) 793; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 792.
 - [9] W. Schlenk, Jr., *Chem. Unserer Zeit* 3 (1969) 120.
 - [10] L. C. Fetterly in L. Mandelcorn (Hrsg.): *Non-Stoichiometric Compounds*, Academic Press, New York 1964, S. 491.
 - [11] Weitere wichtige Trennergebnisse (Zweikomponenten-Solvengemische, eingeschlossene Komponente kursiv) mit 1: *Cyclohexan/Toluol*, *Cyclohexan/Yxol*, *Cyclohexan/Pyridin*, *Pyridin/Toluol*, *Pyridin/THF*, *Dioxan/Toluol*; mit 2: *Cyclohexan-p-Yxol*, *p-Yxol/Benzol*. Zwischen Cyclohexan und Benzol sowie Cyclohexan und Cyclohexen differenzieren 1 und 2 nur partiell.
 - [12] Beispiele: 4: Selektive Einschlußbildung mit Benzol, THF; 5: mit Cyclohexan, Benzol, Pyridin, THF, Dioxan, Morpholin, Piperidin (kein Einschluß von Toluol oder Methylcyclohexan).

Synthese und Struktur von $[(Ph_3P)_2Ir(\mu_3-H)(\mu-H)_2Ag_2(OSO_2CF_3)(H_2O)]-(CF_3SO_3)$, einem Komplex mit einer gewinkelten Ag-Ir-Ag-Einheit**

**Von Pierre Braunstein*, Tania Mara Gomes Carneiro,
Dominique Matt, Antonio Tiripicchio und
Marisa Tiripicchio Camellini**

Das Ag^+ -Ion wird oft zur Einelektronen-Oxidation von Übergangsmetallkomplexen eingesetzt, kann darüber hin-

- [*] Dr. P. Braunstein, T. M. Gomes Carneiro, Dr. D. Matt
 Laboratoire de Chimie de Coordination, UA 416 CNRS
 Université Louis Pasteur
 4 rue Blaise Pascal, F-67070 Strasbourg Cedex (Frankreich)
 Prof. A. Tiripicchio, Prof. M. Tiripicchio Camellini
 Istituto di Chimica Generale ed Inorganica, Università di Parma,
 Centro di Studio per la Strutturistica Diffrattometrica del CNR
 Via M. D'Azeglio 85, I-43100 Parma (Italien)

[**] Diese Arbeit wurde vom CNRS (Paris) und CNR (Rom) sowie von
 NATO (P. B. und A. T.) gefördert. T. M. G. C. dankt dem CNPq
 (Brasilien) für ein Stipendium.

aus aber auch stabile Addukte mit Fragmenten von Übergangsmetallkomplexen bilden^[1], wobei bisher nur Verbindungen mit $\text{Ag} : M \leq 1$ beschrieben wurden. Dieses Verhältnis sollte durch die Stabilität des als Lewis-Base fungierenden Übergangsmetall-Ions gegen Oxidation bestimmt sein. Wir berichten nun über eine Reaktion, in der ein Ir-Komplex *zwei* Ag^+ -Ionen unter Bildung von Metall-Metall-Bindungen addiert.

Bei der Reaktion von *mer*-[IrH₃(PPh₃)₃] 1 mit zwei Äquivalenten CF₃SO₃Ag in Aceton entsteht quantitativ ein neuer Komplex^[2], der nach Umkristallisation aus CH₂Cl₂ als der Aqua-Komplex [(Ph₃P)₃IrH₃Ag₂(OH₂)](CF₃SO₃)₂ 2 identifiziert wurde. Kristalle aus einem völlig wasserfreien Medium zu erhalten gelang nicht.

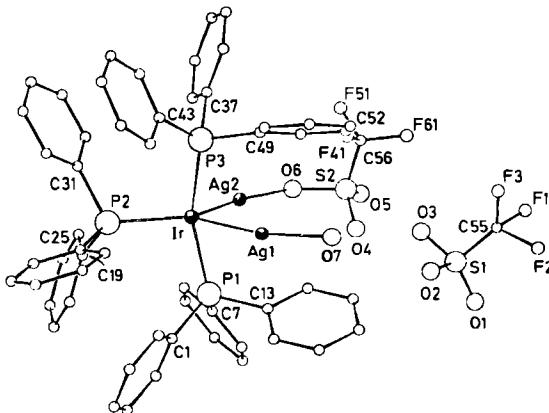


Abb. 1. Struktur von **2** im Kristall (ohne Hydrido-Liganden). Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: Ir-Ag1 2.808(4), Ir-Ag2 2.764(4), Ag1...Ag2 4.424(4), Ir-P1 2.357(10), Ir-P2 2.387(10), Ir-P3 2.329(9), Ag1-O7 2.23(3), Ag2-O6 2.14(4), Ag1-Ir-Ag2 105.1(1), P1-Ir-P2 99.2(3), P1-Ir-P3 161.0(4), P2-Ir-P3 99.0(3), P1-Ir-Ag1 80.8(3), P1-Ir-Ag2 82.6(3), P2-Ir-Ag1 130.9(2), P2-Ir-Ag2 123.7(3), P3-Ir-Ag1 83.3(2), P3-Ir-Ag2 91.7(3), Ir-Ag1-O7 162.6(9), Ir-Ag2-O6 164.7(9).

Die Struktur von **2** (Abb. 1)^[3] zeichnet sich durch eine gewinkelte Ag1-Ir-Ag2-Kette aus; das Ir-Atom ist von drei PPh_3 -Liganden koordiniert, und die Ag1-Ir-Ag2-Ebene steht fast senkrecht auf der durch Ir, P1, P2 und P3 definierten. Aus Struktur- und NMR-Daten (siehe unten) folgt, daß das Ir-Atom achtfach koordiniert ist, wobei die beiden Ag-Atome in der $\text{H}_3\text{IrP2}$ -Ebene zwischen die Hydrido-Liganden eingeschoben sind. Dies führt dazu, daß die Ir-P-Abstände in **2** größer sind als in **1**^[4]. Auffällig an der Struktur von **2** sind auch das als einzähniger Ligand an Ag2 koordinierte CF_3SO_3^- -Ion und das an Ag1 koordinierte H_2O -Molekül (nach $^1\text{H-NMR}$ - und röntgenographischen^[5] Befunden vermutlich über Wasserstoffbrücken an O3 und O6 gebunden)^[6].

Die in Abbildung 2 dargestellten idealisierten Positionen der Hydrido-Liganden wurden aus ^1H - und ^{31}P -NMR-Befunden gefolgt: Bei 25°C sind im ^1H -NMR-Spektrum von **2** in CD_2Cl_2 zwei für Hydrido-Liganden typische Signale bei $\delta = -9.11$ (br. s, H1 und H3) und -10.28 (br. d, $^2J_{\text{PH}} = 88$ Hz, H2) zu sehen; das $^{31}\text{P}[^1\text{H}]$ -NMR-Spektrum von **2** in $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CD}_2\text{Cl}_2$ enthält zwei breite Signale bei $\delta = 4.6$ (kompliziertes m, $\Delta\nu_{1/2} = 60$ Hz, P2) und 2.6 (s, $\Delta\nu_{1/2} = 45$ Hz, P1 und P3)^[2]. Diese Befunde sind in Einklang mit einer *mer*-[IrH₃(PPh₃)₃]-Einheit in **2** als Überrest von **1**^[4]. Beim Abkühlen der Probe werden die Spektren immer komplizierter, und bei -50°C spalten die Signale für H1,3 bzw. P1,3 auf. Daher resultiert die Äquivalenz von H1 und H3 bzw. P1 und P3 bei 25°C aus dynamischen Prozessen in Lösung, während derer H2 *trans* zu P2 gebunden wird.