

abhängigen ^1H -NMR-Spektren geht eine Rotationsbarriere von $15.3 \text{ kcal mol}^{-1}$ hervor. Diese Orientierung ist nach einem Vergleich mit den analogen Komplexen $[(\text{RO})_2(\text{R}'\text{N})\text{W}=\text{CHR}']$ zu erwarten^[12]. Man kann daher auch für das 2-Butin von einer ähnlichen Koordinationsweise ausgehen. Gegenwärtig untersuchen wir die weitere Reaktivität von **3**.

Experimentelles

Sämtliche Arbeiten wurden unter N_2 im Handschuhkasten oder unter Ar in Schlenk-Gefäßen durchgeführt. Die verwendeten Lösungsmittel wurden über Na-Benzophenon getrocknet und zweimal destilliert. Alle isolierten Verbindungen ergaben zufriedenstellende CH-Analysen.

1: In ein gläsernes Druckgefäß, das 8.53 g (18.1 mmol) $[(\text{rBuNH})_2\text{W}(=\text{rBu})_2]$ und 7.85 g (36.3 mmol) (silox)H enthält, wurden bei -78°C 50 mL Benzol kondensiert. Das Gemisch wurde 3 d bei 90°C gerührt und anschließend ^1H -NMR-spektroskopisch untersucht. Gelegentlich mußte weiteres (silox)H ($\approx 2 \text{ g}$) zugegeben und länger erhitzt ($\approx 1 \text{ d}$) werden. Das Benzol wurde abdestilliert, Hexan zugesetzt, filtriert und die Lösung auf -78°C gekühlt. Auf diese Weise wurden 11.04 g (81%) farbloses, mikrokristallines **1** erhalten. ^1H -NMR (C_6D_6): $\delta = 1.26$ (s, 54 H , silox), 1.42 (s, 18 H , tBu); $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR: $\delta = 23.94$ (SiC), 30.21 ($\text{SiC}(\text{CH}_3)_3$), 33.79 ($\text{NC}(\text{CH}_3)_3$), 66.50 (NC). IR (Nujol): $\nu(\text{W}=\text{N}) = 1215, 1245 \text{ cm}^{-1}$.

2: In ein gläsernes Druckgefäß, das 6.87 g (9.08 mmol) **1** enthält, wurden bei -196°C 30 mL Benzol und anschließend 27.24 mmol HCl-Gas kondensiert. Das Gemisch wurde 3.5 d bei 110°C gerührt; Benzol und überschüssiges HCl wurden abdestilliert, 50 mL Hexan hinzugegeben, filtriert, und die Lösung auf -78°C gekühlt; es wurden 5.47 g (88%) blaßgelbes, kristallines **2** erhalten. ^1H -NMR (C_6D_6): $\delta = 1.28$ (s, 9 H , tBu), 1.34 (s, 54 H , silox); $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR: $\delta = 24.82$ (SiC), 30.28 ($\text{NC}(\text{CH}_3)_3$), 30.48 ($\text{SiC}(\text{CH}_3)_3$), 75.23 (NC). IR (Nujol): $\nu(\text{W}=\text{N}) = 1280 \text{ cm}^{-1}$.

3: In einen Kolben mit 3.10 g (4.10 mmol) **2** und 440 mg (19.1 mmol) Mg-Staub wurden bei -78°C 25 mL Diethylether kondensiert. Die Lösung wurde 7 h bei 25°C gerührt und der Ether abdestilliert. Der Rückstand, ein krustiger grüner Feststoff, wurde mit 25 mL Hexan versetzt; nach Filtration und Kühlen der Lösung auf -78°C wurden 2.57 g (91%) smaragdgrünes **3** erhalten. ^1H -NMR (C_6D_6): $\delta = 1.15$ (s, 54 H , silox), 1.74 (s, 9 H , tBu). IR (Nujol): $\nu(\text{W}=\text{N}) = 1295 \text{ cm}^{-1}$.

4: In ein gläsernes Druckgefäß, das 448 mg (0.653 mmol) **3** enthält, wurden bei -196°C 10 mL Hexan und anschließend 0.656 mmol Ethylen einkondensiert. Die Lösung wurde 1 h bei 25°C gerührt und auf -78°C abgekühlt. Es wurden 208 mg (45%) orangefarbenes, mikrokristallines **4** erhalten. ^1H -NMR (C_6D_6): $\delta = 1.14$ (s, 54 H , silox), 1.32 (s, 18 H , tBu), 1.64 (br m, 2 H , $\text{HHC}=\text{CHH}$), 2.83 (br m, 2 H , $\text{HHC}=\text{CHH}$); $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR (C_6D_6): $\delta = 23.36$ (SiC), 30.31 ($\text{SiC}(\text{CH}_3)_3$), 31.09 ($\text{NC}(\text{CH}_3)_3$), 52.51 (C_2H_4). IR (Nujol): $\nu(\text{W}=\text{N}) = 1295 \text{ cm}^{-1}$.

5: In ein gläsernes Druckgefäß mit 598 mg (0.872 mmol) **3** wurden bei -78°C 8 mL Hexan und anschließend $\approx 3 \text{ mL}$ (60 mmol) 2-Butin kondensiert. Die braune Lösung wurde 1.5 h bei 25°C gerührt, filtriert und auf 0°C gekühlt. Man erhielt 215 mg (33%) farbloses **5**. ^1H -NMR (C_6D_6): $\delta = 1.17$ (s, 18 H , tBu), 1.29 (s, 54 H , silox), 2.59 (t, $J(\text{WH}) = 5 \text{ Hz}$, 6 H , Me_2); $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR: $\delta = 20.83$ (Me_2), 23.77 (SiC), 30.50 ($\text{SiC}(\text{CH}_3)_3$), 32.99 ($\text{NC}(\text{CH}_3)_3$), 68.34 (NC), 199.73 ($\text{C}\equiv\text{C}$). IR (Nujol): $\nu(\text{W}=\text{N}) = 1281 \text{ cm}^{-1}$.

Eingegangen am 27. November 1990 [Z 4295]

CAS-Registry-Nummern:

1, 132912-03-9; **2**, 132912-04-0; **3**, 132912-05-1; **4**, 132912-01-7; **5**, 132912-02-8; $[(\text{rBuNH})_2\text{W}(=\text{rBu})_2]$, 132912-06-2.

- [1] D. R. Neithamer, R. E. LaPointe, R. A. Wheeler, D. S. Richeson, G. D. Van Duyne, P. T. Wolczanski, *J. Am. Chem. Soc.* **111** (1989) 9056.
- [2] J. T. Anhaus, T. P. Kee, M. H. Schofield, R. R. Schrock, *J. Am. Chem. Soc.* **112** (1990) 1642.
- [3] Komplexe mit vierfach koordiniertem Wolfram: a) D. S. Williams, M. H. Schofield, J. T. Anhaus, R. R. Schrock, *J. Am. Chem. Soc.* **112** (1990) 6728; b) R. H. Cayton, M. H. Chisholm, D. L. Clark, C. E. Hammond, *ibid.* **111** (1989) 2751.
- [4] W. A. Nugent, R. L. Harlow, *Inorg. Chem.* **19** (1980) 777.
- [5] a) M. Weidenbruch, H. Pesel, W. Peter, R. Steichen, *J. Organomet. Chem.* **141** (1977) 9; b) W. M. Dexheimer, L. Spialter, L. D. Smithson, *ibid.* **102** (1975) 21.
- [6] W. A. Nugent, J. M. Mayer: *Metal-Ligand Multiple Bonds*, Wiley, New York 1988.
- [7] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55093, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [8] a) D. R. Neithamer, L. Párkányi, J. F. Mitchell, P. T. Wolczanski, *J. Am. Chem. Soc.* **110** (1988) 4421; b) D. R. Neithamer, *Dissertation*, Cornell

University 1989; c) Katharine J. Covert, *Dissertation*, Cornell University 1990.

- [9] R. E. LaPointe, P. T. Wolczanski, G. D. Van Duyne, *Organometallics* **4** (1985) 1810.
- [10] Alternative Betrachtungsweise: B. D. Steffey, P. E. Fanwick, I. P. Rothwell, *Polyhedron* **9** (1990) 963.
- [11] A. J. Nielson, P. C. Ware, *Polyhedron* **9** (1990) 603.
- [12] R. R. Schrock, R. T. DePue, J. Feldman, K. B. Yap, D. C. Yang, W. M. Davis, L. Park, M. DiMare, M. Schofield, J. Anhaus, E. Walborsky, E. Evitt, C. Krüger, P. Betz, *Organometallics* **9** (1990) 2262.

Ein stabiler Os^0 -16-Elektronen-Komplex: Synthese und Struktur von $[\text{OsCl}(\text{NO})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ **

Von Helmut Werner*, Annette Michenfelder und Michael Schulz

Professor Siegfried Hünig zum 70. Geburtstag gewidmet

Bei verschiedenen homogen-katalytischen Prozessen spielen d^8 -Metallkomplexe mit 16-Elektronen-Konfiguration, z. B. der Wilkinson-Katalysator $[\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3]$ oder die bei der Oxo-Synthese aktive Zwischenstufe $[\text{HCo}(\text{CO})_3]$, eine entscheidende Rolle^[1]. Während von den d^8 -Systemen Rh^I , Ir^I , Ni^{II} , Pd^{II} , Pt^{II} und Au^{III} zahlreiche Verbindungen der Zusammensetzung $[\text{ML}_4]$ (L = einzähliger Ligand) bekannt sind^[2], konnte ein entsprechender, bei Normalbedingungen stabiler Osmium(0)-Komplex bisher nicht isoliert werden. Wir berichten hier über Synthese und Reaktivität von $[\text{OsCl}(\text{NO})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ **1** als erstem, strukturell gesicherten $[\text{OsL}_4]$ -Komplex^[3].

Die 18-Elektronen-Verbindung $[\text{OsCl}(\text{NO})(\text{PPh}_3)_3]$, die von Roper et al. synthetisiert^[5] und unter anderem für die Herstellung von Carben-, Schwefeldioxid und Dischwefeloxid-Komplexen verwendet wurde^[5,6], reagiert bei Raumtemperatur mit Überschuß Triisopropylphosphan unter vollständiger Verdrängung der PPh_3 -Liganden nahezu quantitativ zu **1**^[7]. Die ^1H -NMR-Daten (ein Dublett von virtuellen Triplets für die PCHCH_3 -Protonen) weisen auf eine quadratisch-planare Konfiguration mit *trans*-ständigen $\text{P}i\text{Pr}_3$ -Liganden hin. Diese Aussage wird durch die Röntgenstrukturanalyse^[8] bestätigt [Winkel $^\circ$: $\text{P}-\text{Os}-\text{N}$ $89.8(2)$, $\text{P}-\text{Os}-\text{Cl}$ $90.53(5)$, $\text{N}-\text{Os}-\text{Cl}$ $178.7(3)$, $\text{Os}-\text{N}-\text{O}$ $179.5(6)$]. Wie sich bereits aus Raumgruppe und Zellinhalt ergibt, liegt das Os-Atom auf dem kristallographischen Symmetriezentrum, woraus eine 1:1-Fehlordnung der Cl- und NO-Liganden resultiert. Durch die Fehlordnung sind die Abstände Os-Cl, Os-N und N-O mit einer relativ hohen Unsicherheit behaftet, die in den Standardabweichungen nicht zum Ausdruck kommt. Fehlordnungsphänomene dieses Typs sind offenbar charakteristisch für quadratisch-planare Komplexe der Zusammensetzung *trans*- $[\text{MCl}(\text{L})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$, wie die Strukturanalysen von $[\text{RhCl}(\text{O}_2)(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ ^[9], $[\text{RhCl}(\text{N}_2)(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ ^[9,10], $[\text{IrCl}(\text{CO})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ ^[11] und $[\text{IrCl}(\text{SO})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ ^[12] zeigen.

Im Gegensatz zur isoelektronischen Verbindung *trans*- $[\text{IrCl}(\text{CO})(\text{P}i\text{Pr}_3)_2]$ ^[13] reagiert **1** nicht nur mit Lewis-Säuren, sondern auch mit Lewis-Basen. Die bisher durchgeführten Reaktionen, die den elektronisch und koordinativ ungesättigten Charakter des Osmiumkomplexes sehr gut dokumentieren, sind in Schema 1 zusammengefaßt. Der Übergang

[*] Prof. Dr. H. Werner, Dipl.-Chem. A. Michenfelder, Dipl.-Chem. M. Schulz, Institut für Anorganische Chemie der Universität Am Hubland, W-8700 Würzburg

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (Sonderforschungsbereich 347), dem Fonds der Chemischen Industrie und der Degussa AG gefördert.

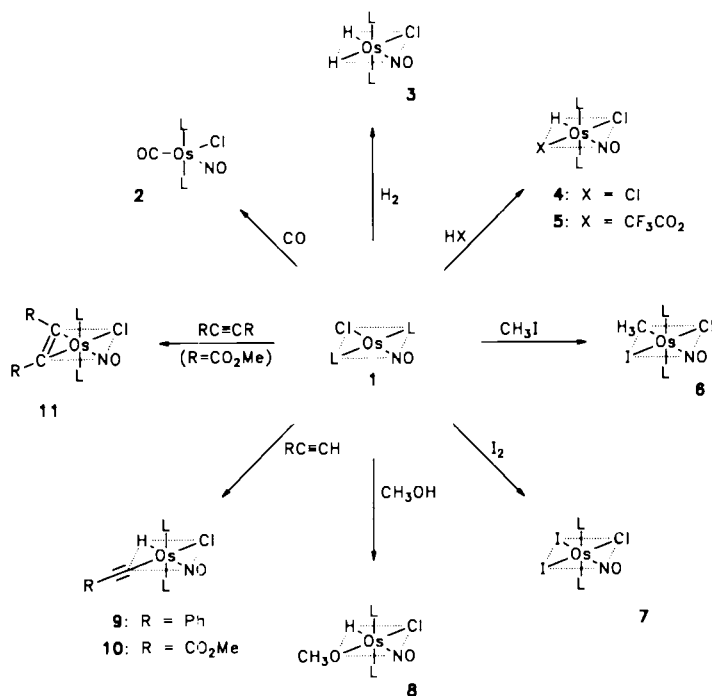
von der 16-Elektronen-Konfiguration in **1** zur 18-Elektronen-Konfiguration in **2–11** ist mit einem charakteristischen Farbwechsel von dunkelgrün (**1**) nach gelb (**2–8**) bzw. rot (**9–11**) verbunden. In den ^1H -NMR-Spektren von **5**, **6** und **8–11** beobachtet man jeweils zwei Signale für die diastereotopen PCH_2H_3 -Protonen der Triisopropylphosphanliganden, eine Bestätigung für den Strukturvorschlag mit vier verschiedenen Bindungspartnern in der Basisfläche des Oktaeders. Bemerkenswert ist die nahezu quantitativ verlaufende Reaktion von **1** mit Methanol zu **8**^[7], da Alkoxo(hydrido)-

methylester in Toluol; Reaktionszeit 3 h bei 25 °C. Nach Abziehen des Solvens, Extraktion mit Ether und Entfernen des Lösungsmittels erhält man einen roten Feststoff; Fp = 131 °C (Zers.); Ausbeute 74%. **11**: Aus **1** und $\text{C}_2(\text{CO}_2\text{Me})_2$ in Toluol; roter Feststoff; Fp = 51 °C; Ausbeute 75%.

Eingegangen am 23. November 1990 [Z. 4291]

CAS-Registry-Nummern:

1, 132621-17-1; **2**, 132621-18-2; **3**, 132621-19-3; **4**, 132621-20-6; **5**, 132621-21-7; **6**, 132621-22-8; **7**, 132621-23-9; **8**, 132621-24-0; **9**, 132621-25-1; **10**, 132621-26-2; **11**, 132621-27-3; $\text{OsCl}(\text{NO})(\text{PPh}_3)_3$, 86645-90-1; $\text{C}_2(\text{CO}_2\text{Me})_2$, 762-42-5; $\text{P}(\text{Pr}_i)_3$, 6476-36-4; PhC_2H_5 , 536-74-3; $\text{HC}_2(\text{CO}_2\text{Me})_2$, 922-67-8.



Schema 1. Reaktionen von **1**; L = $\text{P}(\text{Pr}_i)_3$.

osmium(II)-Komplexe unseres Wissens bisher nicht bekannt sind. Eine Umlagerung von **9** und **10** in die isomeren Vinyliden-Verbindungen $[\text{OsCl}(\text{NO})(=\text{C}=\text{CHR})(\text{P}(\text{Pr}_i)_3)_2]$ ist thermisch (bis ca. 60 °C) nicht nachweisbar; die strukturell vergleichbaren Iridiumkomplexe $[\text{IrHCl}(\text{C}\equiv\text{CR})(\text{CO})(\text{P}(\text{Pr}_i)_3)_2]$ sind ähnlich inert^[13b].

Arbeitsvorschriften

1: Zu einer Suspension von 847 mg (0.81 mmol) $[\text{OsCl}(\text{NO})(\text{PPh}_3)_3]$ in 15 mL Toluol gibt man 0.4 mL (2.0 mmol) $\text{P}(\text{Pr}_i)_3$ und rührt 10 min bei 25 °C. Die Lösung wird im Vakuum auf ca. 3 mL eingedunstet und mit 5 mL Hexan versetzt. Es bildet sich ein dunkelgrüner, mikrokristalliner Feststoff; Ausbeute 384 mg (82%). **2**: Durch Einleiten von CO-Gas (ca. 1 min) in eine Lösung von **1** in Toluol; gelber Feststoff; Fp = 101 °C (Zers.); Ausbeute 85%. **3**: Durch Einleiten von H_2 (ca. 2 min) in eine Lösung von **1** in Toluol; hellgelber Feststoff; Fp = 102 °C; Ausbeute 92%. **4**: Eine Lösung von 91 mg (0.16 mmol) **1** in 7 mL Toluol wird tropfenweise solange mit einer etherischen HCl-Lösung versetzt, bis ein Farbumschlag von grün nach gelb eintritt. Nach Entfernen des Solvens und mehrmaligem Waschen des Rückstands mit kaltem Ether bleibt ein gelber Feststoff; Fp = 126 °C (Zers.); Ausbeute 87 mg (89%). **5**: Eine Lösung von 89 mg (0.15 mmol) **1** in 7 mL Toluol wird mit 12 μL (0.16 mmol) $\text{CF}_3\text{CO}_2\text{H}$ versetzt. Das Solvens wird im Vakuum entfernt, der Rückstand mit Ether extrahiert, der Extrakt zur Trockne gebracht und der gelbe Feststoff mit Hexan gewaschen; Fp = 82 °C (Zers.); Ausbeute 81 mg (78%). **6**: Aus **1** und CH_3I in Toluol, nach Extraktion mit Hexan und Entfernen des Solvens wird ein orangefarbener Feststoff erhalten; Fp = 125 °C (Zers.); Ausbeute 76%. **7**: Aus **1** und I_2 in Toluol; gelber Feststoff; Fp = 186 °C (Zers.); Ausbeute 97%. **8**: Eine Suspension von 127 mg (0.22 mmol) **1** in 15 mL Methanol wird 3 h auf 60 °C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Lösung auf ca. 5 mL eingedunstet und auf –40 °C gekühlt; gelbe Kristalle; Fp = 110 °C (Zers.); Ausbeute 121 mg (90%). **9**: Aus **1** und PhC_2H_5 in Toluol; Reaktionszeit 4 h bei 25 °C; hellroter Feststoff; Fp = 162 °C (Zers.); Ausbeute 94%. **10**: Aus **1** und Propiolsäure-

- [1] a) J. P. Collman, L. S. Hegedus, J. R. Norton, R. G. Finke: *Principles and Applications of Organotransition Metal Chemistry*, 2. Aufl., University Science Books, Mill Valley, CA, USA 1987; b) G. W. Parshall: *Homogeneous Catalysis*, Wiley, New York 1980; c) C. Elschenbroich, A. Salzer: *Organometallchemie*, Teubner, Stuttgart 1988, Kap. 17.
- [2] a) F. A. Cotton, G. Wilkinson: *Anorganische Chemie*, 4. Aufl., Verlag Chemie, Weinheim 1982, Kap. 4; b) F. Kober: *Grundlagen der Komplexchemie*, Salle, Frankfurt und Sauerländer AG, Aarau 1979, Kap. 13.
- [3] Stiddard und Townsend [4a] haben durch Reduktion von $[\text{RuCl}(\text{NO})(\text{PPh}_3)_2]$ mit Zn bzw. Zn/Cu eine mit **1** vergleichbare Verbindung $[\text{RuCl}(\text{NO})(\text{PPh}_3)_2]$ synthetisiert, die extrem reaktiv ist. Bei später durchgeführten Folgereaktionen wurde sie nicht isoliert, sondern nur in situ hergestellt [4b, c]; ihre Struktur ist nicht bekannt.
- [4] a) M. H. B. Stiddard, R. E. Townsend, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1969, 1372; b) J. Reed, C. G. Pierpont, R. Eisenberg, *Inorg. Synth.* 16 (1976) 21; c) C. J. Jones, J. A. McCleverty, A. S. Rothin, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1985, 401.
- [5] a) A. F. Hill, W. R. Roper, J. M. Waters, A. H. Wright, *J. Am. Chem. Soc.* 105 (1983) 5939; b) W. R. Roper, *J. Organomet. Chem.* 300 (1986) 167; c) M. A. Gallop, W. R. Roper, *Adv. Organomet. Chem.* 25 (1986) 121.
- [6] M. Herberhold, A. F. Hill, *J. Organomet. Chem.* 387 (1990) 323.
- [7] Spektroskopische Daten [ohne ^1H -NMR für $\text{P}(\text{Pr}_i)_3$ -Liganden; ^{31}P -NMR (36.2 MHz, C_6D_6): **1**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1700 cm^{-1} (NO); ^{31}P -NMR: δ = 37.82(s). **2**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1895 (CO), 1755 cm^{-1} (NO); ^{31}P -NMR: δ = 23.65(s). **3**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2130, 2050 (OsH), 1713 cm^{-1} (NO); ^1H -NMR (90 MHz, C_6D_6): δ = –2.16 (dt, $J(\text{PH})$ = 14.3, $J(\text{HH})$ = 7.3 Hz, 1H, OsH), –10.03 (dt, $J(\text{PH})$ = 23.4, $J(\text{HH})$ = 7.3 Hz, 1H, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 30.68 (s; dd in off-resonance). **4**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2160 (OsH), 1780 cm^{-1} (NO); ^1H -NMR (60 MHz, C_6D_6): δ = –5.40 (t, $J(\text{PH})$ = 14.5 Hz, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 13.56 (s; d in off-resonance). **5**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2205 (OsH), 1805 (NO), 1688 cm^{-1} (OCO); ^1H -NMR (60 MHz, C_6D_6): δ = –7.83 (t, $J(\text{PH})$ = 15.0 Hz, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 21.12 (s; d in off-resonance). **6**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1775 cm^{-1} (NO); ^1H -NMR (60 MHz, C_6D_6): δ = 2.68 (t, $J(\text{PH})$ = 4.3 Hz, OsCH_3); ^{31}P -NMR: δ = –15.73(s). **7**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1792 cm^{-1} (NO); ^{31}P -NMR: δ = –19.81(s). **8**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2098 (OsH), 1750 cm^{-1} (NO); ^1H -NMR (90 MHz, C_6D_6): δ = 3.92 (t, $J(\text{PH})$ = 1.8 Hz, OCH_3), –6.04 (t, $J(\text{PH})$ = 14.5 Hz, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 18.50 (s; d in off-resonance). **9**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2205 (OsH), 2115 ($\text{C}\equiv\text{C}$), 1795 cm^{-1} (NO); ^1H -NMR (90 MHz, C_6D_6): δ = 7.11 (m, C_6H_5), –0.72 (t, $J(\text{PH})$ = 23.5 Hz, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 18.21 (s; d in off-resonance). **10**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2095 (OsH), 2075 ($\text{C}\equiv\text{C}$), 1748 (NO), 1680 cm^{-1} (OCO); ^1H -NMR (60 MHz, C_6D_6): δ = 3.41 (s, CO_2CH_3), –0.73 (t, $J(\text{PH})$ = 22.7 Hz, OsH); ^{31}P -NMR: δ = 19.41 (s; d in off-resonance). **11**: IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1730 (NO), 1692, 1671 cm^{-1} (OCO), $\nu(\text{C}\equiv\text{C})$ von $\nu(\text{NO})$ überlagert; ^{31}P -NMR: δ = –4.53(s).

- [8] Kristalle aus Toluol (–30 °C); Kristallgröße 0.4 × 0.4 × 0.7 mm; monoklin, Raumgruppe $P2_1/c$; Z = 2; a = 8.114(1), b = 8.958(1), c = 16.662(2) Å; β = 93.00(1)°, V = 1209.5 Å³, ρ_{calc} = 1.58 g cm^{–3}; $4 \leq 2\theta \leq 60$ ($M_{\text{O}_K\alpha}$, λ = 0.71069 Å, Graphitmonochromator, ω 2 θ -Scan); 3347 unabhängige Reflexe, Lp- und empirische Absorptionskorrektur (μ = 55.3 cm^{–1}, ψ -scan-Verfahren, min. Transmission 92%), Patterson-Methode (SHELXS-86), Verfeinerung mit Programmpaket SDP (Enraf-Nonius), Wasserstoffatome nach idealer Geometrie berechnet, nach der Riding-Methode variiert; R = 0.016, R_w = 0.019 für 2476 Strukturfaktoren ($I_0 > 3\sigma(I_0)$); Restelektronendichte 0.78 e Å^{–3}. Weitere Einzelheiten zur Röntgenstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-54991, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [9] C. Busetto, A. D'Alfonso, F. Maspero, G. Perego, A. Zazzetta, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1977, 1828.
- [10] D. L. Thorn, T. H. Tulip, J. A. Ibers, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1979, 2022.
- [11] L. Dahlenburg, A. Yardimcioglu, *J. Organomet. Chem.* 291 (1985) 371.
- [12] W. A. Schenk, J. Leibner, C. Burschka, *Angew. Chem.* 96 (1984) 787; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 806.
- [13] Darstellung: a) W. Strohmeier, T. Onoda, *Z. Naturforsch. B* 23 (1968) 1377; b) H. Werner, A. Höhn, *Z. Naturforsch. B* 39 (1984) 1505.