

[5] Röntgenstrukturanalyse von **2**: Ein Kristall ($0.20 \times 0.20 \times 0.60 \text{ mm}^3$) in einer Glaskapillare wurde bei 296 K in einem Rigaku-AfC7R-Diffraktometer mit Graphit-monochromatisierter $\text{Mo}_{\text{K}\alpha}$ -Strahlung ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$) und Drehanoden-Generator vermessen. Kristalldaten: $\text{C}_{24}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{MoCoS}_4$, $M_r = 680.45$, triklin, Raumgruppe $\bar{P}\bar{1}$, $a = 12.040(3)$, $b = 15.858(4)$, $c = 6.587(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 101.89(2)$, $\beta = 98.86(2)$, $\gamma = 92.78(2)^\circ$, $V = 1211.8(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.865 \text{ g cm}^{-3}$; 7381 gemessene Reflexe ($6 < 2\theta < 60^\circ$), davon 7068 unabhängig; $\mu(\text{Mo}_{\text{K}\alpha}) = 22.3 \text{ cm}^{-1}$. Eine empirische Absorptionskorrektur basierend auf azimuthalen Scans von mehreren Reflexen wurde angewendet und ergab Transmissionsfaktoren im Bereich von 0.88 bis 1.00. Lorentz- und Polarisationskorrekturen wurden durchgeführt. Die Struktur wurde durch Direkte Methoden und erweiterte Fourier-Transformations-Techniken gelöst. H-Atome wurden einbezogen, aber nicht verfeinert. Der letzte Zyklus der Volle-Matrix-kleinste-Fehlerquadrate-Verfeinerung basierte auf 4707 gemessenen Reflexen ($I > 3\sigma(I)$); $R = 0.041$ und $R_w = 0.040$. Alle Berechnungen wurden mit dem teXsan-Programmpaket der Molecular Structure Corporation durchgeführt. Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-108 002“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ (Fax: (+44) 1223-336-033; E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).

[6] Y. Journaux, O. Kahn, J. Zarembowitch, J. Galy, J. Jaud, *J. Am. Chem. Soc.* **1983**, *105*, 7585–7591.

[7] M. D. Curtis, Scott. H. Druker, L. Goosen, J. W. Kampf, *Organomet. Chem.* **1997**, *16*, 231–235.

[8] a) M. J. Baker-Hawkes, E. Billif, H. B. Gray, *J. Am. Chem. Soc.* **1966**, *88*, 4870–4875; b) S. I. Shupack, E. Billif, R. J. H. Clark, R. Williams, H. B. Gray, *J. Am. Chem. Soc.* **1964**, *86*, 4594–4602; c) G. N. Schrauzer, V. P. Mayweg, *J. Am. Chem. Soc.* **1965**, *87*, 3585–3592.

[9] N. S. Hush, *Prog. Inorg. Chem.* **1967**, *8*, 391–444.

[10] R. F. Heck, *Inorg. Chem.* **1968**, *7*, 1513–1516.

[11] W. Hieber, F. Muhlbauer, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1935**, *221*, 337–348.

Hexasupersilyl-triprismo-hexastannan (*t*Bu₃Si)₆Sn₆ – die erste molekulare Zinnverbindung mit einem Sn₆-Prisma**

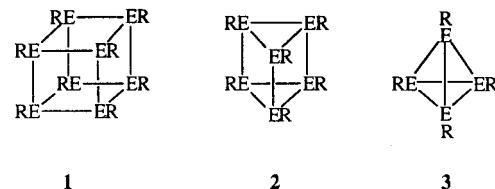
Nils Wiberg,* Hans-Wolfram Lerner, Heinrich Nöth
und Werner Ponikwar

Verbindungen R_nE_n mit kubischen (**1**), trigonal-prismatischen (**2**) oder tetraedrischen Polyedern E_n (**3**) aus Kohlenstoffhomologen E sind erst in jüngerer Zeit (seit 1988) nach Verwendung sperriger Reste R zugänglich geworden.^[1, 2] Offensichtlich schützen weniger raumerfüllende Substituen-

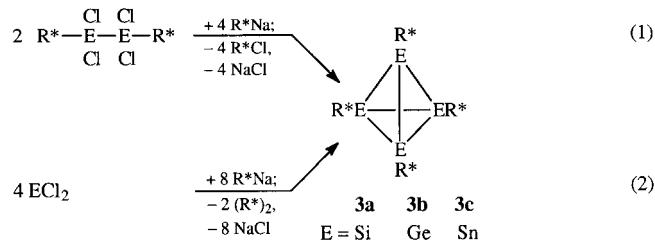
[*] Prof. Dr. N. Wiberg, Dr. H.-W. Lerner, Prof. Dr. H. Nöth,
Dipl.-Chem. W. Ponikwar
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Butenandstraße 5-13 (Haus D), D-81377 München
E-mail: Niw@cup.uni-muenchen.de

[**] Verbindungen des Siliciums und seiner Gruppenhomologen, 126. Mitteilung. Sterisch überladene Verbindungen des Siliciums und seiner Gruppenhomologen, 18. Mitteilung. Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft gefördert. – 125. Mitteilung: N. Wiberg, T. Blank, H. Nöth, W. Ponikwar, *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 887; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1999**, *38*, 839; 17. Mitteilung: N. Wiberg, H. Auer, H. Nöth, J. Knizek, K. Polborn, *Angew. Chem.* **1998**, *110*, 3030; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1998**, *37*, 2869.

ten die betreffenden polyedrischen Verbindungen nur unzureichend vor ihrer erstrebten Umwandlung in spannungsunbelasteter Verbindungen.^[3, 4] Im einzelnen ließen sich für $\text{E} = \text{Si}$ und Ge sowohl Verbindungen mit Polyedergerüsten des Typs **1** als auch **2** und **3** synthetisieren,^[1, 2] während für $\text{E} = \text{Sn}$ nur solche des Typs **1**, aber nicht des Typs **2** und **3** bekannt sind. Für $\text{E} = \text{Sn}$ existieren aber zusätzlich solche mit einem pentagonalen Sn_{10} -Prisman- und einem Sn_5 -Propellangerüst,^[5] während für $\text{E} = \text{Pb}$ polyedrische Verbindungen R_nE_n noch unbekannt sind.



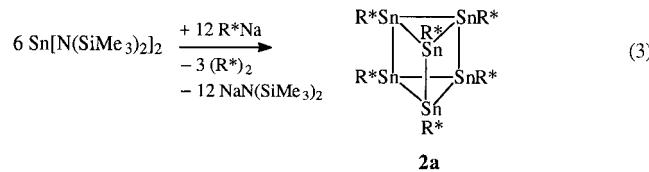
Nachdem wir in den vergangenen Jahren zunächst auf dem Weg (1) erstmals ein Tetrasilatetrahedran **3a**^[6] und dann auf den Wegen (1) und (2) ein Tetragermatetrahedran **3b**^[7] herstellen konnten (R in **3** jeweils Tri-*tert*-butylsilyl R* = *t*Bu₃ (Supersilyl)), gedachten wir in Fortführung unserer Arbeiten ein Tetrastannatetrahedran **3c** auf dem Weg (2) zu gewinnen. Demgemäß wurde eine Lösung von Zinndichlorid



SnCl_2 in Tetrahydrofuran (THF) zu einer auf -78°C gekühlten Lösung der doppeltmolaren Menge an Supersilylnatrium *t*Bu₃SiNa in THF getropft. Beim langsamen Erwärmen auf Raumtemperatur nimmt das Reaktionsgemisch ein dunkelbraune Farbe an. Es bilden sich eine braunschwarze, unlösliche Zinnverbindung sowie – laut NMR-Spektren der Reaktionslösung – Superdisilan *t*Bu₃SiSi*t*Bu₃^[8] und eine lösliche Zinnverbindung, Tetrasupersilyltristannacyclopopen (*t*Bu₃Si)₄Sn₃.^[9, 10] Das erwünschte Tetrahedran **3c**, das in THF gut löslich sein sollte, erhält man somit nicht auf diese Weise.^[10] Übrigens entsteht das erwähnte Tristannacyclopopen auch bei Umsetzungen von Zinndi-*tert*-butoxid $\text{Sn}(\text{OtBu})_2$ sowie von Zinnbis{bis(trimethylsilyl)amid} $\text{Sn}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ mit *t*Bu₃SiNa in Pentan – auf dem Wege über isomeres Tetrasupersilyltristannaallen (*t*Bu₃Si)₄Sn₃^[9] – oder durch Enthalogenierung von $\text{R}_2^*\text{SnCl}_2$ mit Natrium in Benzol.^[11]

Anders verläuft die Reaktion von $\text{Sn}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ mit *t*Bu₃SiNa (R*Na), wenn das Pentan bei -78°C durch *tert*-Butylmethylether ersetzt wird. Aus dem nach 4 h von -78°C auf -25°C erwärmten dunkelblauen Reaktionsgemisch fallen im Laufe von 2 d dunkelviolette Kristalle aus, die laut Röntgenstrukturanalyse^[12] Hexasupersilyl-triprismo-hexastannan **2a** neben Superdisilan^[8] und *tert*-Butylmethylether

enthalten. Wiederum bildet sich also kein Tetrahedran **3c**, sondern statt dessen auf dem Weg (3) eine Polyederverbindung des Zinns mit geringerer Spannungsenergie.^[3] Die



erhaltenen Kristalle sind bei Raumtemperatur in Abwesenheit von Luft, Wasser sowie Solventien haltbar und zersetzen sich in Anwesenheit organischer Lösungsmittel ab ca. -5°C (Bildung dunkelbrauner Lösungen). Auffallenderweise geben Lösungen der Kristalle in Toluol oder THF bei -25°C nur ein sehr schwaches ^1H - bzw. ^{29}Si -NMR-Signal und kein ^{119}Sn -NMR-Signal, was für die Schwerlöslichkeit des Produkts bei der Meßtemperatur spricht.

Abbildung 1 gibt die Molekülstruktur von **2a** im Kristall wieder. Hier nach liegt der Verbindung **2a** ein fast gleichseitiges Sn_6 -Prismagerüst mit parallel zueinander angeordneten, nur geringfügig gegeneinander verdrillten Sn_3 -Flächen zugrunde (siehe Abbildung 2; Winkel zwischen Winkelhalbierenden der oberen und unteren Sn_3 -Fläche 5.1°). **2a** ist somit sowohl hinsichtlich der Sn_6 -Struktur als auch hinsichtlich der $6 \times 3(\text{Sn}) = 18$ Gerüstelektronen (pro Bindung zwei

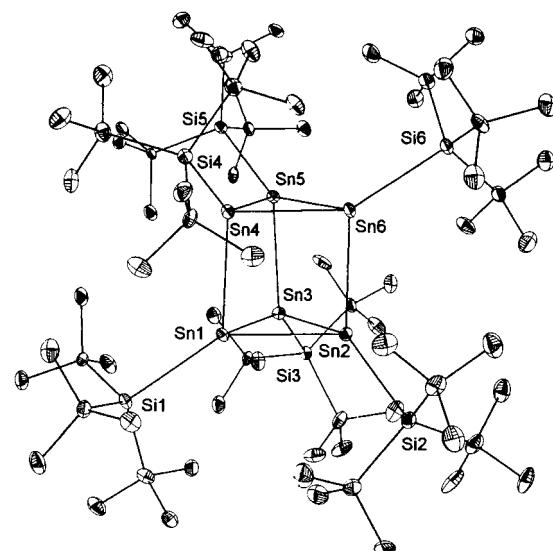


Abbildung 1. Seitenansicht der Molekülstruktur von R^*Sn_6 im Kristall (ORTEP; thermische Schwingungsellipsoide 25 %, Wasserstoffatome übersichtlichkeitshalber nicht gezeichnet) und verwendete Atomnumerierung. Ausgewählte Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$]: Sn1-Sn2 2.910(1), Sn1-Sn3 2.939(1), Sn1-Sn4 2.907(2), Sn2-Sn3 2.907(1), Sn2-Sn5 2.907(1), Sn3-Sn6 2.903(1), Sn4-Sn5 2.907(1), Sn4-Sn6 2.916(1), Sn5-Sn6 2.941(1), Si1-Sn1 2.743(3), Si2-Sn2 2.687(3), Si3-Sn3 2.700(3), Si4-Sn4 2.683(3), Si5-Sn5 2.752(3), Si6-Sn6 2.724(3), Si-C 1.940 (Mittelwert). – Sn_3 -Ringwinkel an Sn1/Sn2/Sn3 und Sn4/Sn5/Sn6 59.59(3)/60.70(3)/59.71(3) bzw. 60.67(3)/59.82(3)/59.51(3), Sn_4 -Ringwinkel an Sn1/Sn2/Sn5/Sn4, Sn2/Sn3/Sn6/Sn5 und Sn1/Sn3/Sn6/Sn4 89.39(5)/90.22(5)/89.44(5)/90.29(5), 92.42(5)/88.01(5)/91.80(5)/87.28(5) bzw. 86.69(5)/92.64(5)/87.18(5)/93.05(5), Si1-Sn1-Sn2 114.74(6), Si1-Sn1-Sn3 145.25(6), Si1-Sn1-Sn4 128.05(6), analog Si-Sn-Sn-Winkel (siehe Abbildung 1 und 2) an Sn2 115.56(6)/146.29(6)/123.32(7), an Sn3 115.74(6)/147.11(7)/124.70(7), an Sn4 119.31(7)/144.81(6)/123.79(6), an Sn5 117.77(6)/146.21(7)/126.23(7) und an Sn6 117.74(6)/144.28(7)/127.91(6), C-Si-C 111.1 (Mittelwert).



Abbildung 2. Aufsicht auf die Struktur von R^*Sn_6 im Kristall (SCHA-KAL-Plot; Atome mit willkürlichen Radien, *t*Bu-Gruppen übersichtlichkeitshalber nicht wiedergegeben).

Elektronen) als elektronenpräzise zu klassifizieren (das bereits länger bekannte Hexastannandiid $[\text{Sn}_6(\text{Cr}(\text{CO})_5)_6]^{2-}$ ist demgegenüber sowohl hinsichtlich der Sn_6 -Struktur (Oktaeder) als auch hinsichtlich der vorhandenen $6 \times 2(\text{Sn}) + 2(\text{e}^-) = 14 = 2n + 2$ Gerüstelektronen ($n = \text{Zahl der Sn-Atome}$) als *closo*-Verbindung zu klassifizieren^[13]). Die drei Sn-Sn-Abstände betragen zwischen den Sn_3 -Flächen des Sn_6 -Prismans jeweils 2.91 \AA und innerhalb der Sn_3 -Flächen zweimal 2.91 und einmal 2.94 \AA ; sie sind damit – sterisch bedingt – etwas länger, als es der Radiensumme zweier Sn-Atome (2.80 \AA ^[14]) entspricht. Durch Verdrillung der von den beiden Sn_3 -Einheiten ausgehenden Sn-Si-Bindungen im Gegensinn erreichen die Supersilylgruppen eine gestaffelte (oktaedrische) Packung (Abbildung 2). Die Si-Sn-Abstände betragen im Mittel 2.71 \AA und sind damit länger, als es der Summe $r_{\text{Sn}} + r_{\text{Si}} = 2.57 \text{\AA}$ ^[14] entspricht, ähneln aber den Si-Sn-Abständen in $(\text{tBu}_3\text{Si})_2\text{SnCl}_2$ (2.70 \AA ^[15]).

Dunkelviolettes $(\text{R}^*\text{Sn})_6$ ist nach orangefarbenem $(\text{RSn})_{10}$ mit pentagonalem Sn_{10} - und tiefrotem $(\text{RSn})_8$ mit quadratischem Sn_8 -Prismagerüst (R jeweils 2,6-Et₂C₆H₃)^[5] eine weitere molekulare Sn_n -Prismanverbindung des Zinns. Ihr liegt erstmals ein trigonales Sn_6 -Prismagerüst zugrunde. Während somit der 2,6-Diethylphenylsubstituent zur Bildung weniger gespannter^[3] Sn_n -Prismane führt, hat der räumlich anspruchsvollere Supersilylsubstituent die Bildung des gespannteren Sn_6 -Prisman zur Folge. Offensichtlich bietet die Oberfläche im Sn_{10} - und im Sn_8 -Prisman – anders als die im Sn_6 -Prisman – nicht ausreichend Platz für eine $\text{Si}(\text{tBu}_3)$ -Gruppe pro Sn-Atom.^[16] Allerdings bedecken die $\text{Si}(\text{tBu}_3)$ -Substituenten die Oberfläche des Sn_4 -Tetrahedrals von **3c** – anders als die des Ge_4 - oder Si_4 -Tetrahedrals **3b** bzw. **3a**^[6, 7] – wohl noch nicht vollständig. Dieses Polyedergerüst wird demzufolge bei Verwendung von tBu_3Si -Substituenten wegen seiner besonders hohen Spannung^[3] nicht gebildet: Zur Stabilisierung eines Sn_4 -Tetrahedrals werden sperrigere Substituenten als die Supersilylgruppe benötigt.

Über den Mechanismus der Bildung von R^*Sn_6 (oder von R_4^*Sn_3 ^[9]) aus $\text{Sn}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ und R^*Na in tBuOMe (oder Pentan) lässt sich bisher nur wenig sagen. Es erfolgt möglicherweise zunächst eine Substitution der Amidreste durch Supersilylgruppen unter Bildung des Stannylens R_2^*Sn , dessen Dimerisierung zum Distannen $\text{R}_2^*\text{Sn}=\text{SnR}_2^*$ wohl aus

sterischen Gründen unterbleibt. Die Zusammensetzung der erhaltenen Reaktionsprodukte – $R_6^*Sn_6$ sowie $R_4^*Sn_3$ neben R^*R^* – deutet hingegen darauf, daß die Oligomerisierung von R_2^*Sn unter Eliminierung von – anschließend dimerisierenden – Supersilylradikalen R^* abläuft, wobei der Weg dieser Oligomerisierung durch die Art des genutzten Reaktionsmediums bestimmt wird.

Experimentelles

Zu einer auf $-78^\circ C$ gekühlten Lösung von 0.660 g (2.97 mmol) tBu_3SiNa in 10 mL Pentan werden 0.710 g (1.45 mmol) $Sn[N(SiMe_3)_2]_2$ ^[17] in 5 mL Pentan getropft. Man beläßt die Reaktionsmischung 1 d bei $-78^\circ C$ und dann 3 d bei $-90^\circ C$. Hiernach wird die auf $-90^\circ C$ gekühlte Lösung von ungelösten Anteilen ($NaN(SiMe_3)_2$) abdekantiert. Nach Abkondensieren des Pentans bei $-78^\circ C$, Lösen des verbleibenden Rückstands bei $-78^\circ C$ in $tBuOMe$ und Erwärmen der dunkelblauen Lösung auf $-25^\circ C$ fallen aus dieser im Laufe von 2 d 0.107 g (0.045 mmol; 18%) dunkelviolette Kristalle der röntgenstrukturanalytisch geklärten Zusammensetzung $(tBu_3Si)_6Sn_6$ (**2a**) $\cdot 0.4(tBu_3Si)_2 \cdot 2tBuOMe$ aus. Die Kristalle zersetzen sich in Lösungsmittelwesentlichheit ab ca. $80^\circ C$ und in Anwesenheit eines Solvens ab ca. $-5^\circ C$. Auf $-25^\circ C$ gekühltes $[D_8]Toluol$ in Kontakt mit den Kristallen liefert 1H -NMR-Signale bei $\delta = 1.373$ (s; 18/ tBu von **2a**?), 1.383 (s; 6/ tBu von $(tBu_3Si)_2$) und 1.057/3.017 (s/s; tBu/Me von $tBuOMe$). Das ermittelte Flächenverhältnis der tBu -Signale beträgt 3.56:1.00:5.79. Auf $-25^\circ C$ gekühltes THF oder $[D_8]Toluol$ in Kontakt mit den Kristallen liefert ^{29}Si -NMR-Signale bei $\delta = 35.4$ ($tBu_3SiSi(tBu_3)$) und 61.0 (**2a**?). Da vom letztgenannten ^{29}Si -NMR-Signal wegen seiner geringen Intensität keine $^{119/117}Sn$ -Satelliten beobachtet werden konnten, kann dieses nicht zweifelsfrei dem Prismen $(tBu_3Si)_6Sn_6$ zugeordnet werden. Bei Raumtemperatur verschwinden die erwähnten, der Verbindung **2a** zugeordneten 1H - und ^{29}Si -NMR-Signale. Auf $-20^\circ C$ gekühltes THF oder $[D_8]Toluol$ in Kontakt mit **2a** liefert ein ESR-Signal ohne Feinstruktur, das bisher nicht zugeordnet werden konnte.

Eingegangen am 28. Dezember 1998 [Z12829]
International Edition: *Angew. Chem. Int. Ed.* **1999**, 38, 1103–1105

Stichwörter: Clusterverbindungen • Silicium • Zinn

- [1] A. Sekiguchi, H. Sakurai, *Adv. Organomet. Chem.* **1995**, 37, 1, zit. Lit.
- [2] A. Sekiguchi, S. Nagase in *The Chemistry of Organic Silicon Compounds*, Vol. 2 (Hrsg.: Z. Rappoport, Y. Apeloig), Wiley, New York, **1998**, S. 119–152, zit. Lit.
- [3] Nach Ab-initio-Rechnungen^[1, 2, 4] sinkt die Spannungsenergie von E_nH_n -Polyedern der Kohlenstoffhomologen bei vorgegebenem Element (E = konstant) in Richtung Tetrahedran-, trigonales Prismen-, Kubangerüst ($R = H$ in **3**, **2**, **1**; noch spannungsärmer ist das pentagonale Prismangerüst) und bei vorgegebenem Polyedertyp ($n = \text{konstant}$) in Richtung $(SiH)_n$, $(GeH)_n$, $(SnH)_n$, $(PbH)_n$; sie beträgt aber selbst für $(PbH)_8$ noch ca. 250 kJ mol^{-1} .
- [4] S. Nagase, *Angew. Chem.* **1989**, *101*, 340; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1989**, *28*, 329; *Polyhedron* **1991**, *10*, 1299.
- [5] L. R. Sita, *Acc. Chem. Res.* **1994**, *27*, 191, zit. Lit.
- [6] N. Wiberg, C. M. M. Finger, K. Polborn, *Angew. Chem.* **1993**, *105*, 1140; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1993**, *32*, 1054; N. Wiberg, C. M. M. Finger, H. Auer, K. Polborn, *J. Organomet. Chem.* **1996**, *521*, 377.
- [7] N. Wiberg, W. Hochmuth, H. Nöth, A. Appel, M. Schmidt-Amelunxen, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 1437; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 1333.
- [8] N. Wiberg, H. Schuster, A. Simon, K. Peters, *Angew. Chem.* **1986**, *98*, 100; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1986**, *25*, 79.
- [9] N. Wiberg, H.-W. Lerner, S.-K. Vasisht, S. Wagner, K. Karaghiosoff, H. Nöth, W. Ponikwar, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1999**, in press.
- [10] Im Falle der unlöslichen Zinnverbindung handelt es sich nach unseren eingehenden Studien nicht um das Tetrahedran **3c** und im Falle der löslichen Zinnverbindung nicht um ein zwitterionisches Distannen $R_2^*Sn \rightarrow SnR_2^*$, wie von anderer Seite (M. Weidenbruch, A. Stilter, H.

Marsmann, K. Peters, H. G. von Schnering, *Eur. J. Inorg. Chem.* **1998**, 1333) vorgeschlagen wurde.

- [11] In Tristannaallen $R_4^*Sn_3$ betragen die Sn-Sn-Bindungslänge und der Sn-Sn-Sn-Bindungswinkel laut Röntgenstrukturanalyse^[9] 2.68 Å bzw. 156° , im isomeren Cyclotristannen $R_4^*Sn_3$ betragen die Längen der Sn-Sn-Einfach- und Doppelbindungen 2.86 bzw. 2.61 Å.^[9]
- [12] Kristallstrukturanalyse von $(tBu_3Si)_6Sn_6 \cdot 0.4(tBu_3Si)_2 \cdot 2tBuOMe$: Siemens-P4-Diffraktometer, $Mo_K\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator, CCD-Flächendetektor, Kristallabmessungen $0.03 \times 0.15 \times 0.14 \text{ mm}^3$. Der Kristall wurde in Perfluoretheröl montiert, $T = 163(2) \text{ K}$, $C_{90.1}H_{204.6}O_2Si_{6.8}Sn_6$, $M_r = 2229.54$, schwarze Prismen, triklin, $a = 16.86(1)$, $b = 17.229(9)$, $c = 21.64(1) \text{ \AA}$, $\alpha = 89.17(1)$, $\beta = 67.15(2)$, $\gamma = 84.25(2)^\circ$, $V = 5764(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$; Raumgruppe $\bar{P}1$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.287 \text{ Mg m}^{-3}$, $\mu = 1.391 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 2280$. Datensammlung: 2θ von 2.38 bis 58.26° in $-20 \leq h \leq 20$, $-22 \leq k \leq 22$, $-24 \leq l \leq 26$, 32656 Reflexe, davon 18048 unabhängige und 11502 beobachtete ($F > 4\sigma(F)$), semiempirische Absorptionskorrektur mit SADABS (max./min. Transmission 1.000/0.928), $R_1 = 0.0618$, $wR_2 = 0.1185$ ($F > 4\sigma(F)$), $GOF(F^2) = 1.042$; max. Restelektronendichte 1.287 e \AA^{-3} . Der Wichtungsfaktor ist $w^{-1} = \sigma^2 F_o^2 + (P)^2 + P$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$. Die Struktur wurde mit Direkten Methoden gelöst (SHELXL; Sheldrick 1997). Alle Nichtwasserstoffatome des Prismans wurden anisotrop verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden auf berechneten Positionen eingeführt und nach einem Reitermodell und fixierten isotropen U_i -Werten in die Verfeinerung mit einbezogen. Die Elementarzelle enthält zusätzlich zu den nicht fehlgeordneten Molekülen $(tBu_3Si)_6Sn_6$ stark fehlgeordnete Moleküle $(tBu_3Si)_2$ mit Besetzungsfaktor 0.8 und vier Moleküle *tert*-Butylmethylether. Die Fehlordnung konnte bisher nur annähernd aufgelöst werden. Die tBu -Gruppen des Disilans und die Atome der Ethermoleküle wurden mit isotropen Thermalparametern verfeinert. Die kristallographischen Daten (ohne Struktur faktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-113897“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB21EZ (Fax: (+44) 1223-336-033; E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).
- [13] B. Schiemenz, G. Huttner, *Angew. Chem.* **1993**, *105*, 295; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1993**, *32*, 297.
- [14] Holleman-Wiberg, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 101. Aufl., deGruyter, Berlin **1995**, S. 136.
- [15] N. Wiberg in *Progress in Organosilicon Chemistry* (Hrsg.: B. Marciniec, J. Chojnowski), Gordon and Breach, Amsterdam **1995**, S. 19–39.
- [16] Tatsächlich konnten wir anstelle von $(tBu_3Si)_8Sn_8$ nur supersilylärmeres $(tBu_3Si)_6Sn_8$ mit Sn_8 -Kubangerüst durch Thermolyse des Tristannacycloprops $(tBu_3Si)_4Sn_3$ ^[9] synthetisieren. N. Wiberg, H.-W. Lerner, S. Wagner, H. Nöth, T. Seifert, noch unveröffentlichte Ergebnisse.
- [17] D. H. Harris, M. F. Lappert, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1974**, 895; T. Fjeldberg, H. Hope, M. F. Lappert, P. P. Power, A. J. Thorne, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1983**, 636.