

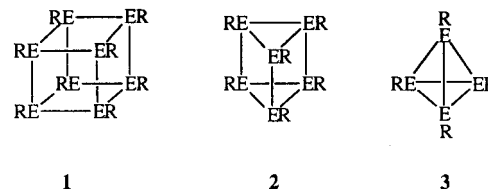
- [5] Röntgenstrukturanalyse von **2**: Ein Kristall ($0.20 \times 0.20 \times 0.60 \text{ mm}^3$) in einer Glaskapillare wurde bei 296 K in einem Rigaku-AFC7R-Diffraktometer mit Graphit-monochromatisierter MoK_α -Strahlung ($\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$) und Drehanoden-Generator vermessen. Kristalldaten: $\text{C}_{24}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{MoCoS}_4$, $M_r = 680.45$, triklin, Raumgruppe $P\bar{1}$, $a = 12.040(3)$, $b = 15.858(4)$, $c = 6.587(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 101.89(2)$, $\beta = 98.86(2)$, $\gamma = 92.78(2)^\circ$, $V = 1211.8(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber}} = 1.865 \text{ g cm}^{-3}$; 7381 gemessene Reflexe ($6 < 2\theta < 60^\circ$), davon 7068 unabhängig; $\mu(\text{MoK}_\alpha) = 22.3 \text{ cm}^{-1}$. 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 Strukturaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-108002“ 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).
- [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 ($t\text{Bu}_3\text{Si}$)₆Sn₆ – die erste molekulare Zinnverbindung mit einem Sn₆-Prisma**

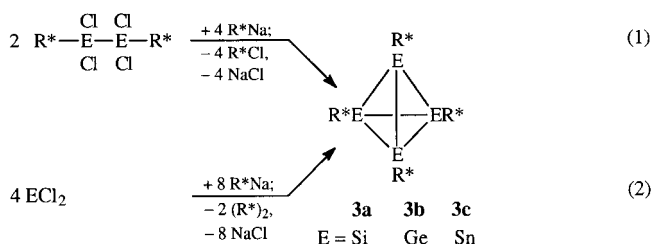
Nils Wiberg,* Hans-Wolfram Lerner, Heinrich Nöth und Werner Ponikwar

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-

ten die betreffenden polyedrischen Verbindungen nur unzureichend vor ihrer erstrebten Umwandlung in spannungsunbelastetere 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 $\text{R}^* = \text{Si}t\text{Bu}_3$ (Supersilyl)), gedachten wir in Fortführung unserer Arbeiten ein Tetrastannatetrahedran **3c** auf dem Weg (2) zu gewinnen. Demgemäß wurde eine Lösung von Zinnchlorid



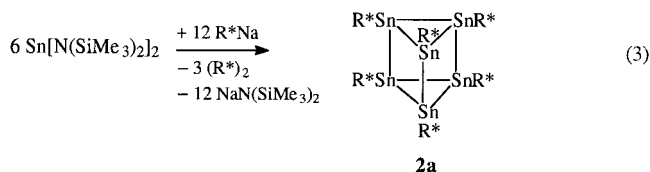
SnCl_2 in Tetrahydrofuran (THF) zu einer auf -78°C gekühlten Lösung der doppelten Menge an Supersilylnatrium $t\text{Bu}_3\text{SiNa}$ in THF getropft. Beim langsamen Erwärmen auf Raumtemperatur nimmt das Reaktionsgemisch eine dunkelbraune Farbe an. Es bilden sich eine braunschwarze, unlösliche Zinnverbindung sowie – laut NMR-Spektren der Reaktionslösung – Superdisilan $t\text{Bu}_3\text{SiSi}t\text{Bu}_3$ ^[8] und eine lösliche Zinnverbindung, Tetrasupersilyl-tristannacyclopropen ($t\text{Bu}_3\text{Si}$)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 Tristannacyclopropen auch bei Umsetzungen von Zinn-di-*tert*-butoxid $\text{Sn}(\text{O}t\text{Bu})_2$ sowie von Zinnbis[bis(trimethylsilyl)amid] $\text{Sn}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ mit $t\text{Bu}_3\text{SiNa}$ in Pentan – auf dem Wege über isomeres Tetrasupersilyl-tristannaallen ($t\text{Bu}_3\text{Si}$)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 $t\text{Bu}_3\text{SiNa}$ (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

[*] Prof. Dr. N. Wiberg, Dr. H.-W. Lerner, Prof. Dr. H. Nöth, Dipl.-Chem. W. Ponikwar
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Butenandtstraße 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.

enthalten. Wiederum bildet sich also kein Tetraeder **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. Hiernach liegt der Verbindung **2a** ein fast gleichseitiges Sn_6 -Prismengerüst mit parallel zueinander angeordneten, nur geringfügig gegeneinander verdrehten 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 $6 \times 3(\text{Sn}) = 18$ Gerüstelektron (pro Bindung zwei

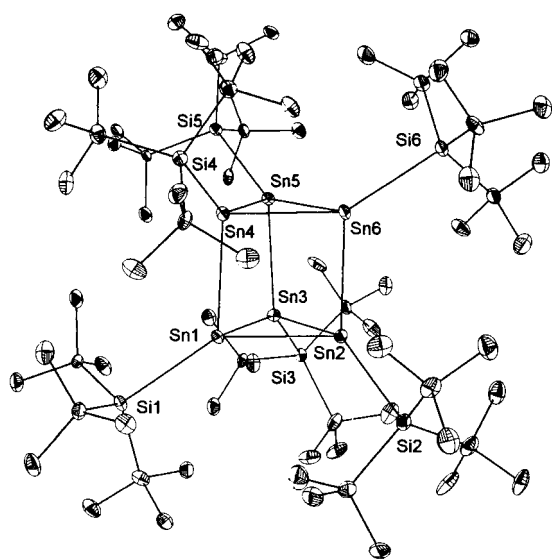


Abbildung 1. Seitenansicht der Molekülstruktur von R^*Sn_6 im Kristall (ORTEP; thermische Schwingungsellipsoide 25 %, Wasserstoffatome übersichtlichkeithalber nicht gezeichnet) und verwendete Atomnumerierung. Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [$^\circ$]: Sn1-Sn2 2.910(1), Sn1-Sn3 2.939(1), Sn1-Sn4 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 (SCHAKAL-Plot; Atome mit willkürlichen Radien, *t*Bu-Gruppen übersichtlichkeithalber 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 $6 \times 2(\text{Sn}) + 2(e^-) = 14 = 2n + 2$ Gerüstelektronen (n = Zahl der Sn-Atome) als *closo*-Verbindung zu klassifizieren^[13]). Die drei Sn-Sn-Abstände betragen zwischen den Sn_3 -Flächen des Sn_6 -Prismas jeweils 2.91 Å und innerhalb der Sn_3 -Flächen zweimal 2.91 und einmal 2.94 Å; sie sind damit – sterisch bedingt – etwas länger, als es der Radiensumme zweier Sn-Atome (2.80 Å^[14]) entspricht. Durch Verdrehung 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 Å und sind damit länger, als es der Summe $r_{\text{Sn}} + r_{\text{Si}} = 2.57$ Å^[14] entspricht, ähneln aber den Si-Sn-Abständen in $(t\text{Bu}_3\text{Si})_2\text{SnCl}_2$ (2.70 Å^[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 -Prismengerüst (R jeweils 2,6-Et₂C₆H₃)^[5] eine weitere molekulare Sn_n -Prismanverbindung des Zinns. Ihr liegt erstmals ein trigonales Sn_6 -Prismengerüst 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 -Prismas 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 *Si*tBu₃-Gruppe pro Sn-Atom.^[16] Allerdings bedecken die *Si*tBu₃-Substituenten die Oberfläche des Sn_4 -Tetraeders von **3c** – anders als die des Ge₄- oder Si₄-Tetraeders von **3b** bzw. **3a**^[6, 7] – wohl noch nicht vollständig. Dieses Polyedergerüst wird demzufolge bei Verwendung von *t*Bu₃Si-Substituenten wegen seiner besonders hohen Spannung^[3] nicht gebildet: Zur Stabilisierung eines Sn_4 -Tetraeders 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 *t*BuOMe (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) $Sn[N(SiMe_3)_2]^{[17]}$ 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 %) dunkelvioletten Kristalle der röntgenstrukturanalytisch geklärten Zusammensetzung $(tBu_3Si)_6Sn_6 \cdot 0.4(tBu_3Si)_2 \cdot 2tBuOMe$ aus. Die Kristalle zersetzen sich in Lösungsmittelabwesenheit 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 Prisma $(tBu_3Si)_6Sn_6$ 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 ($E = \text{konstant}$) in Richtung Tetrahedran-, trigonales Prisma-, 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-Amelungen, *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. Ponikvar, *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 \AA bzw. 156° , im isomeren Cyclotristannen $R_4^*Sn_3$ betragen die Längen der Sn-Sn-Einfach- und Doppelbindungen 2.86 bzw. 2.61 \AA .^[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, $T = 163(2) \text{ K}$, $C_{90.6}H_{204.6}O_2Si_{6.8}Sn_6$, $M_r = 2229.54$, 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 $P\bar{1}$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.287 \text{ Mg m}^{-3}$, $\mu = 1.391 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 2280$. Datensammlung: 2θ von 2.38 bis 58.26° in $-20 \leq h \leq 20$, $-22 \leq k \leq 22$, $-24 \leq l \leq 26$, 32 656 Reflexe, davon 18 048 unabhängige und 11 502 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 $w^{-1} = \sigma^2 F_o + (P)^2 + P$ mit $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$. Die Struktur wurde mit Direkten Methoden gelöst (SHELXL; Sheldrick 1997). Alle Nichtwasserstoffatome des Prismas 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 $(tBu_3Si)_6Sn_6$ mit Sn_8 -Kubangerüst durch Thermolyse des Tristannacyclopropens $(tBu_3Si)_4Sn_3^{[9]}$ 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.