

# Alkylalkylidenborane $R-B=C(SiMe_3)_2$ : Isolierbare Moleküle mit zweifach koordiniertem Sextett-Boratom

R. Boese<sup>a</sup>, Peter Paetzold<sup>a,b</sup>, Alexander Tapper<sup>b</sup> und Ralf Ziembinski<sup>b</sup>

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen, Gesamthochschule<sup>a</sup>,  
Universitätsstraße 5–7, D-4300 Essen

Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule Aachen<sup>b</sup>,  
Templergraben 55, D-5100 Aachen

Eingegangen am 13. Januar 1989

**Key Words:** Alkylideneboranes / Boron, two-coordinated / 1,2-Oxaboretane derivatives / 1,2,4-Azadiboretidine derivatives

Die farblosen, flüssigen, pyrophoren Alkylalkylidenborane  $R-B=CA_2$  (**2c**, **d**;  $R = Me, tBu$ ;  $A = SiMe_3$ ), bilden sich aus  $Me(MeO)B-CA_3$  bzw.  $tBu(F)B-CA_3$  durch Abspaltung von AOMe bei 560°C bzw. von AF bei 490°C. Bei 25°C ist **2d** lagerfähig, während sich **2c** zu **5** cyclodimerisiert. In **2d**, das bei 225 K kristallisiert, findet man bei 120 K ein lineares C–B=C-Gerüst mit BC-Bindungslängen von 154.7 und 136.1 pm. Mit 2,6-Dimethylpyridin bildet **2c** das Addukt **6** und mit Benzophenon bzw. dem Iminoboran  $tBuB \equiv NtBu$  die [2 + 2]-Cycloaddukte **7a** und **8**; **2d** reagiert mit Benzophenon zu **7b**.

## Alkylalkylidenboranes $R-B=C(SiMe_3)_2$ : Isolable Molecules with a Two-Coordinated Sextet Boron Atom

The colourless, liquid, pyrophoric alkylalkylideneboranes  $R-B=CA_2$  (**2c**, **d**;  $R = Me, tBu$ ;  $A = SiMe_3$ ) are formed from  $Me(MeO)B-CA_3$  and  $tBu(F)B-CA_3$  by elimination of AOMe at 560°C and AF at 490°C, respectively. At ambient temperature **2d** can be stored, whereas **2c** cyclodimerizes to form **5**. **2d** crystallizes at 225 K; a structure determination at 120 K reveals the C–B=C skeleton to be linear with BC bond lengths of 154.7 and 136.1 pm. The adduct **6** and the [2 + 2] cycloadducts **7a**, **8** are formed from **2c** and 2,6-dimethylpyridine, benzophenone, and the iminoborane  $tBuB \equiv NtBu$ , respectively. **2d** gives the cycloadduct **7b** with benzophenone.

Aminoalkylidenborane  $R_2N=B=CR'_2$  (**1**) mit genügend sperrigen Gruppen R und R' lassen sich bei Raumtemperatur isolieren und charakterisieren<sup>1–5</sup>: In einer Struktur vom Allen-Typ ist die BN-Bindung mit 135.3 (**1a**<sup>2</sup>) bzw. 136.3 pm (**1b**<sup>3</sup>) kürzer als die BC-Bindung mit 142.4 bzw. 139.1 pm. Weniger klar sind die Verhältnisse bei den Alkylidenorganoboranen  $R-B=CR'_2$  (**2**). Für die erste isolierte Verbindung, für die eine Konstitution vom Typ **2** möglich ist, wurde zunächst der Strukturvorschlag **2a** gemacht<sup>6</sup>, später wurden aufgrund theoretischer Überlegungen andere Strukturvorschläge entwickelt<sup>7–9</sup>, und um gewisse Reaktionen derselben Verbindung zu verstehen, wurden noch weitere Strukturmöglichkeiten diskutiert<sup>10,11</sup>, so daß der

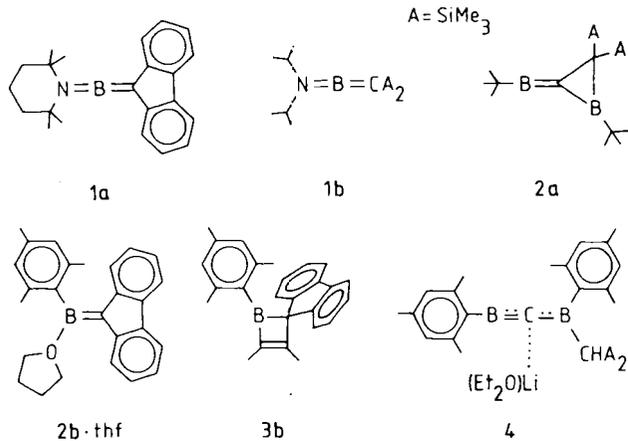
Strukturvorschlag **2a** zur Zeit zumindest unsicher ist. Gut charakterisiert sind die Addukte von Basen an Alkylidenarylborene  $Ar-B=CR'_2$ , z. B. **2b**(thf)<sup>12</sup>, sowie das Abfangprodukt **3b** von **2b** mit 2-Butin<sup>13</sup>. Interessanterweise ist auch ein Alkylidinarylborat **4** isoliert und charakterisiert worden<sup>14</sup>.

Wir beschreiben im folgenden die Darstellung und Charakterisierung der Alkylalkylidenborane  $R-B=CA_2$  (**2c**, **d**;  $R = Me, tBu$ ), die Molekül- und Kristallstruktur von **2d** und einige Reaktionen von **2c**, **d**.

## Darstellung von $R-B=CA_2$

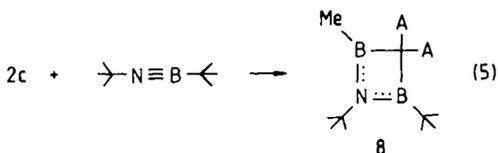
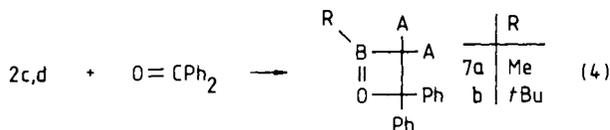
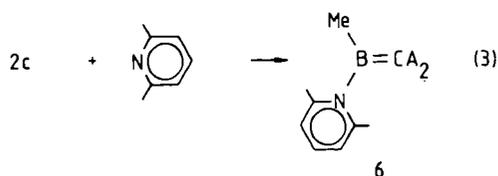
Zur Darstellung von **2c** gingen wir vom bekannten Boran  $(MeO)_2BCA_3$  aus<sup>15</sup>, das wir allerdings auf anderem Wege herstellten (s. u.). Mit Hilfe der Grignard-Reaktion gewannen wir das feste, farblose  $Me(MeO)BCA_3$  [Gl. (1a)], aus dem sich bei 560°C Methoxytrimethylsilan abspalten ließ [Gl. (1b)]. Aus der gekühlten Vorlage konnten wir eine flüssige Mischung isolieren, die zu 80% aus **2c** und zu 20% aus  $HCA_3$  neben sehr wenig  $Me(MeO)BCA_3$  bestand. Die Konstitution von **2c** läßt sich auch in der Mischung aus <sup>1</sup>H-, <sup>11</sup>B- und <sup>13</sup>C-NMR-Daten eindeutig herleiten. Die an der Luft pyrophore Verbindung **2c** cyclodimerisiert in Toluol nach Gl. (1c) zum Diboretan **5**; dabei beträgt die Halbwertszeit bei Raumtemperatur ca. 6 Stunden.

Um **2d** herzustellen, alkylierten wir das Boran  $tBuBF_2$  mit Hilfe von  $[Li(tmeda)_2][Li(CA_3)_2]$ <sup>3,16</sup> nach Gl. (2a). Das entstandene  $tBu(F)BCA_3$  wurde dann bei 490°C in AF und





Alkylalkylidenborane  $R-B=C(SiMe_3)_2$



### Experimenteller Teil

NMR-Spektren: In  $\text{CDCl}_3$ , Bruker WP 80 ( $^1\text{H}$ ), Jeol JNM PS 100 ( $^{11}\text{B}$ ), Bruker WH 270 ( $^{13}\text{C}$ ).

*Dimethoxy[tris(trimethylsilyl)methyl]boran*: Anders als Eaborn et al.<sup>15)</sup> haben wir zu einer Lösung von 20.0 g (86 mmol) Tris(trimethylsilyl)methan<sup>17)</sup> in 100 ml Tetrahydrofuran (THF) bei 0°C 54 ml einer 1.6 M Lösung von Lithiummethanid in Ether gegeben. Nach 15 h Erhitzen unter Rückfluß gibt man die Reaktionslösung zu 26.8 g (258 mmol) Trimethoxyboran in 100 ml THF von -78°C. Man erhitzt die Mischung 2 h unter Rückfluß, entfernt alles Flüchtige i. Vak. und extrahiert den Rückstand mit 200 ml Hexan. Nach Filtrieren und Entfernen von Hexan i. Vak. sublimiert man bei 50–70°C/0.005 Torr 19.1 g (73%) farbloses Produkt, Schmp. 143°C. –  $^1\text{H-NMR}$ :  $\delta = 0.14$  (s, 27H,  $\text{SiMe}_3$ ), 3.76 (s, 6H, OMe). –  $^{11}\text{B-NMR}$ :  $\delta = 30.7$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  (-50°C):  $\delta = 4.3$  (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 6.3 (s,  $\text{BCSi}_3$ ), 52.1 (q, OMe).

*Methoxymethyl[tris(trimethylsilyl)methyl]boran*: Zu einer aus 15.9 g (112 mmol) Iodmethan und 2.7 g (111 mmol) Magnesium in 50 ml Ether bereiteten Grignard-Lösung gibt man 15.6 g (51.2 mmol) Dimethoxy[tris(trimethylsilyl)methyl]boran in 50 ml Ether. Nach 2 d Erhitzen unter Rückfluß zersetzt man überschüssiges Grignard-Reagenz mit 20 ml Methanol, filtriert, engt ein und sublimiert bei 35–50°C/0.005 Torr 8.8 g (60%) farbloses Produkt. –  $^1\text{H-NMR}$ :  $\delta = 0.13$  (s, 27H,  $\text{SiMe}_3$ ), 0.45 (s, 3H, BMe), 3.58 (s, 3H, OMe). –  $^{11}\text{B-NMR}$ :  $\delta = 52.8$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  (-30°C):  $\delta = 4.5$  (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 6.8 (q, BMe), 15.4 (s,  $\text{BCSi}_3$ ), 52.3 (q, OMe).

$\text{C}_{12}\text{H}_{33}\text{BOSi}_3$  (288.5) Ber. C 49.97 H 11.53  
Gef. C 50.40 H 11.69

*[Bis(trimethylsilyl)methylen]methylboran (2c)*: 2.12 g (7.35 mmol)  $\text{MeO}(\text{Me})\text{BC}(\text{SiMe}_3)_2$  werden im Verlauf von 2 h in ein auf 560°C geheiztes Thermolyserohr bekannter Bauart<sup>18)</sup> sublimiert. Die Thermolyseprodukte kondensieren bei -198°C an einem Kühlfinger, an dem vorab 5 ml Pentan kondensiert worden waren. Nach Entfernen des Kühlmittels tropfen die kondensierten Stoffe in einen Kolben, aus dem man bei -40°C Methoxytrimethylsilan und Pentan i. Vak. entfernt. Die zurückbleibende Mischung läßt sich bei 25°C/0.001 Torr umkondensieren, aber nicht auftrennen. Die NMR-Spektren zeigen, daß die erhaltenen 1.23 g zu 80% aus 2c (Ausb. 73%) und zu 20% aus Tris(trimethylsilyl)methan bestehen. Im folgenden werden nur die NMR-Signale von 2c ohne die

uns bekannten Signale des Nebenprodukts genannt. –  $^1\text{H-NMR}$  ( $[\text{D}_8]$ Toluol):  $\delta = 0.09$  (s, 18H,  $\text{SiMe}_3$ ), 0.41 (s, 3H, BMe). –  $^{11}\text{B-NMR}$ :  $\delta = 69.5$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  (-60°C):  $\delta = -2.6$  (q, BMe), 3.7 (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 52.7 (s,  $\text{B}=\text{C}$ ).

*1,3-Dimethyl-2,2,4,4-tetrakis(trimethylsilyl)-1,3-diboretan (5)*: Eine Lösung von 1.50 g der Mischung von 2c und  $\text{HC}(\text{SiMe}_3)_3$  (6.5 mmol 2c) in 5 ml siedendem Pentan wird 15 h erhitzt. Bei -80°C erhält man aus Pentan 1.13 g (94%) farbloses 5, Schmp. 169°C. –  $^1\text{H-NMR}$ :  $\delta = 0.13$  (s, 36H,  $\text{SiMe}_3$ ), 1.00 (s, 6H, BMe). –  $^{11}\text{B-NMR}$ :  $\delta = 84.4$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $[\text{D}_8]$ Toluol, -30°C):  $\delta = 4.2$  (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 15.8 (q, BMe), 46.8 (s,  $\text{BCSi}_2$ ).

$\text{C}_{16}\text{H}_{42}\text{B}_2\text{Si}_4$  (368.5) Ber. C 52.15 H 11.49  
Gef. C 52.13 H 11.53

*tert-Butylfluor[tris(trimethylsilyl)methyl]boran*: Eine Lösung von 21.9 g (158 mmol) *tert*-Butyldichlorboran<sup>19)</sup> gibt man bei 0°C zu einer Suspension von 49.0 g (474 mmol)  $\text{ZnF}_2$  in 150 ml Toluol. Nach kurzem Rühren bei Raumtemp. kondensiert man 8.8 g (53%) *tert*-Butyldifluorboran i. Vak. ab. –  $^1\text{H-NMR}$ :  $\delta = 1.01$  (s, *t*Bu). –  $^{11}\text{B-NMR}$ :  $\delta = 29.0$ . – Diese 8.8 g (83.1 mmol) des Zwischenprodukts *t*Bu $\text{BF}_2$  erhitzt man zusammen mit 14.5 g (20.4 mmol)  $[\text{Li}(\text{tmeda})_2][\text{Li}(\text{CA}_3)_2]$ <sup>3,16)</sup> in 100 ml Hexan 3 d unter Rückfluß, filtriert, entfernt das Lösungsmittel i. Vak. und sublimiert bei 50–60°C/0.005 Torr 10.2 g (78%) farbloses Produkt, Schmp. 194°C. –  $^1\text{H-NMR}$ :  $\delta = 0.24$  (d,  $J_{\text{HF}} = 1.3$  Hz, 27H,  $\text{SiMe}_3$ ), 0.98 (d,  $J_{\text{HF}} = 1.9$  Hz, 9H, *t*Bu). –  $^{11}\text{B-NMR}$  (60°C):  $\delta = 56.8$  (d,  $J_{\text{BF}} = 121$  Hz). –  $^{13}\text{C-NMR}$  (-30°C):  $\delta = 5.4$  (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 16.9, 25.4 (2 s,  $\text{BCSi}_3$  bzw.  $\text{Me}_3\text{CB}$ ), 27.0 (dq,  $J_{\text{CF}} = 5.0$  Hz, Me von *t*Bu).

$\text{C}_{14}\text{H}_{36}\text{BFSi}_3$  (318.5) Ber. C 52.79 H 11.39  
Gef. C 52.77 H 11.68

*[Bis(trimethylsilyl)methylen]-tert-butylboran (2d)* wird in der selben Weise wie 2c gewonnen, indem man hier von 5.41 g (17.0 mmol) *t*Bu(F)B- $\text{CA}_3$  ausgeht und die Pyrolyse bei 490°C vornimmt. Das Produkt Fluortrimethylsilan sowie Pentan werden bei -40°C i. Vak. entfernt, dann wird von Resten unumgesetzten Edukts *t*Bu(F)B- $\text{CA}_3$  abkondensiert, und schließlich destilliert man bei Sdp. 58°C/3 Torr 2.08 g (54%) 2d. –  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 0.23$  (s, 18H,  $\text{SiMe}_3$ ), 0.96 (s, 9H, *t*Bu). –  $^{11}\text{B-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 70.0$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $[\text{D}_8]$ Toluol, -70°C):  $\delta = 4.2$  (q,  $\text{SiMe}_3$ ), 19.2 (s,  $\text{CMe}_3$ ), 26.9 (q, Me von *t*Bu), 49.9 (s,  $\text{BCSi}_2$ ).

*Röntgenstrukturanalyse von 2d*: Ein Einkristall wurde bei 225 K in einer Kapillare von 0.3 mm Durchmesser nach einem Miniatur-Zonenschmelzverfahren mit fokussierter Infrarotstrahlung gewonnen<sup>20)</sup>. Zelldimensionen bei 120 K:  $a = 1137.0(1)$ ,  $b = 1441.3(2)$ ,  $c = 964.8(1)$  pm,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ,  $V = 1.5809(3) \cdot 10^9$  pm<sup>3</sup>, rhombisch, Raumgruppe  $Pnma$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 0.951$  g/cm<sup>3</sup>,  $\mu = 0.19$  mm<sup>-1</sup>,  $Z = 4$ . Nicolet-R3m/V-Röntgenvierkreisdiffraktometer, Mo- $K_\alpha$ -Strahlung, 1621 unabhängige Reflexe, davon 1271 beobachtet [ $F_o \geq 4\sigma(F)$ ],  $3^\circ \leq 2\theta \leq 55^\circ$ ; Strukturlösung mit Direkten Methoden mit SHEXTL-PLUS, die Wasserstoffatome wurden als starre Kugeln in die Verfeinerung einbezogen,  $R = 0.047$ ,  $R_w = 0.056$ ,  $w^{-1} = \sigma^2(F_o) + 0.0025 F_o^2$ , maximale Restelektronendichte 0.36 e/Å<sup>3</sup> 21).

*2,6-Dimethylpyridin-[Bis(trimethylsilyl)methylen]methylboran (6)*: Zu 0.81 g der Mischung von 2c und  $\text{HC}(\text{SiMe}_3)_3$  (3.5 mmol 2c) in 5 ml Pentan gibt man bei -78°C 0.60 g (5.6 mmol) 2,6-Dimethylpyridin. Man entfernt alles Flüchtige i. Vak. nimmt wieder in Pentan auf und erhält bei -80°C 0.98 g (96%) 6. –  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = -0.06$  und 0.53 (2 s, 9H,  $\text{SiMe}_3$  I und II), 0.65 (s, 3H, BMe), 2.43 (s, 6H, *o*-Me), 6.20–6.77 (3H, *m*-H, *p*-H). –  $^{11}\text{B-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 40.1$ . –  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $[\text{D}_8]$ Toluol, -30°C):  $\delta = 4.2$  und

6.0 (2 q, SiMe<sub>3</sub> I und II), 9.0 (q, BMe), 22.1 (q, *o*-Me), 71.0 (breit, BCSi<sub>2</sub>), 124.0 (d, *m*-C), 138.9 (d, *p*-C), 153.9 (s, *o*-C).

C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>BNSi<sub>2</sub> (291.4) Ber. C 61.83 H 10.38 N 4.81  
Gef. C 61.46 H 10.44 N 4.60

**2-Methyl-4,4-diphenyl-3,3-bis(trimethylsilyl)-1,2-oxaboretan (7a):**

1.01 g der Mischung aus **2c** und HC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (4.4 mmol **2c**) sowie 0.93 g (5.1 mmol) Benzophenon in 15 ml Pentan werden 15 h bei Raumtemp. gerührt. Nach Einengen zur Trockne kristallisiert man zweimal bei -80 °C aus Ether und erhält 0.87 g (54%) **7a**, Schmp. 102 °C. - <sup>1</sup>H-NMR: δ = -0.01 (s, 18H, SiMe<sub>3</sub>), 0.83 (s, 3H, BMe), 7.28-7.75 (10H, Ph). - <sup>11</sup>B-NMR: δ = 58.7. - <sup>13</sup>C-NMR (-30 °C): δ = 3.0 (q, SiMe<sub>3</sub>), 5.3 (q, BMe), 45.6 (s, BCSi<sub>2</sub>), 93.3 (s, CO), 125.0, 126.8, 127.8 (3 d, Ph), 145.9 (s, Ph).

C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>BOSi<sub>2</sub> (366.5) Ber. C 68.83 H 8.53  
Gef. C 68.53 H 8.86

**2-tert-Butyl-4,4-diphenyl-3,3-bis(trimethylsilyl)-1,2-oxaboretan (7b):**

Nachdem man 1.10 g (4.9 mmol) **2d** und 0.89 g (4.9 mmol) Benzophenon in 15 ml Pentan 15 h bei Raumtemp. gerührt hat, entfernt man Pentan i. Vak., kristallisiert zweimal bei -80 °C aus Ether und erhält 1.13 g (57%) **7b**, Schmp. 172 °C. - <sup>1</sup>H-NMR: δ = -0.06 (s, 18H, SiMe<sub>3</sub>), 1.21 (s, 9H, *t*Bu), 7.22-7.70 (10H, Ph). - <sup>11</sup>B-NMR: δ = 60.0. - <sup>13</sup>C-NMR (-30 °C): δ = 3.8 (q, SiMe<sub>3</sub>), 22.3 (s, CMe<sub>3</sub>), 27.4 (q, Me von *t*Bu), 45.7 (s, BCSi<sub>2</sub>), 91.2 (s, CO), 125.3, 126.8, 127.6 (3 d, Ph), 145.6 (s, Ph).

C<sub>24</sub>H<sub>37</sub>BOSi<sub>2</sub> (408.5) Ber. C 70.56 H 9.13  
Gef. C 70.63 H 9.49

**1,2-Di-tert-butyl-4-methyl-3,3-bis(trimethylsilyl)-1,2,4-azadiboretidin (8):**

1.27 g der Mischung aus **2c** und HC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (5.5 mmol **2c**) sowie 0.77 g (5.5 mmol) *tert*-Butyl(*tert*-butylimino)boran<sup>22)</sup> in 5 ml Pentan werden bei -78 °C 15 h gerührt. Man entfernt das Lösungsmittel bei Raumtemp. i. Vak. und sublimiert 1.44 (81%) **8**, Schmp. 161 °C. - <sup>1</sup>H-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 0.19 (s, 18H, SiMe<sub>3</sub>), 0.76 (s, 3H, BMe), 1.13 (s, 9H, *t*Bu), 1.22 (s, 9H, *Nt*Bu). - <sup>11</sup>B-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 53.6. - <sup>13</sup>C-NMR ([D<sub>8</sub>]Toluol, -30 °C): δ = 3.5 (q, SiMe<sub>3</sub>), 7.6 (q, BMe), 22.4 (s, BCSi<sub>2</sub>), 23.1 (s, B<sub>2</sub>CSi<sub>2</sub>), 29.5 (q, Me von *t*Bu), 32.3 (q, Me von *Nt*Bu), 52.6 (NCMe<sub>3</sub>).

C<sub>16</sub>H<sub>39</sub>B<sub>2</sub>NSi<sub>2</sub> (323.3) Ber. C 59.44 H 12.16 N 4.33  
Gef. C 58.91 H 12.17 N 4.11

CAS-Registry-Nummern

**2c**: 119366-57-3 / **2d**: 119366-61-9 / **5**: 119366-58-4 / **6**: 119366-65-3 / **7a**: 119366-62-0 / **7b**: 119366-63-1 / **8**: 119366-64-2 / *t*BuBF<sub>2</sub>:

119366-59-5 / [Li(tmeda)<sub>2</sub>]{Li[C(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]<sub>2</sub>}: 107743-82-8 / *t*Bu(F)BC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>: 119366-60-8 / (MeO)<sub>2</sub>BC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>: 87122-54-1 / Me(MeO)BC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>: 119366-56-2 / *t*BuB≡N*t*Bu: 89786-99-2 / HC(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>: 1068-69-5 / *tert*-Butyldichlorboran: 76873-78-4 / 2,6-Dimethylpyridin: 108-48-5 / Benzophenon: 119-61-9 / Trimethoxyboran: 121-43-7

- <sup>1)</sup> B. Glaser, H. Nöth, *Angew. Chem.* **97** (1985) 424; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **24** (1985) 416.
- <sup>2)</sup> B. Glaser, E. Hanecker, H. Nöth, H. Wagner, *Chem. Ber.* **120** (1987) 659.
- <sup>3)</sup> R. Boese, P. Paetzold, A. Tapper, *Chem. Ber.* **120** (1987) 1069.
- <sup>4)</sup> B. Glaser, E. P. Mayer, H. Nöth, W. Rattay, U. Wietelmann, *Z. Naturforsch., Teil B*, **43** (1988) 449.
- <sup>5)</sup> A. Tapper, T. Schmitz, P. Paetzold, *Chem. Ber.* **122** (1989) 595.
- <sup>6)</sup> H. Klusik, A. Berndt, *Angew. Chem.* **95** (1983) 895; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **22** (1983) 877.
- <sup>7)</sup> P. H. M. Budzelaar, P. von R. Schleyer, W. Krogh-Jespersen, *Angew. Chem.* **96** (1984) 809; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **23** (1984) 825.
- <sup>8)</sup> G. Frenking, H. F. Schaefer III, *Chem. Phys. Lett.* **109** (1984) 521.
- <sup>9)</sup> P. H. M. Budzelaar, K. Krogh-Jespersen, T. Clark, P. von R. Schleyer, *J. Am. Chem. Soc.* **107** (1985) 2773.
- <sup>10)</sup> H. Meyer, G. Baum, W. Massa, S. Berger, A. Berndt, *Angew. Chem.* **99** (1987) 559; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **26** (1987) 546.
- <sup>11)</sup> H. Meyer, G. Baum, W. Massa, A. Berndt, *Angew. Chem.* **99** (1987) 790; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **26** (1987) 789.
- <sup>12)</sup> H. Lukasch, G. Schmidt-Lukasch, U. Lippold, A. Berndt, *Angew. Chem.* **100** (1988) 959; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **27** (1988) 960.
- <sup>13)</sup> C. Pues, G. Baum, W. Massa, A. Berndt, *Z. Naturforsch., Teil B*, **43** (1988) 275.
- <sup>14)</sup> R. Hunold, J. Allwohn, G. Baum, W. Massa, A. Berndt, *Angew. Chem.* **100** (1988) 961; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **27** (1988) 961.
- <sup>15)</sup> C. Eaborn, M. N. El-Kheli, N. Retta, J. D. Smith, *J. Organomet. Chem.* **249** (1983) 23.
- <sup>16)</sup> C. Eaborn, P. B. Hitchcock, J. D. Smith, A. C. Sullivan, *J. Organomet. Chem.* **263** (1984) C23.
- <sup>17)</sup> R. L. Merker, M. J. Scott, *J. Organomet. Chem.* **4** (1965) 98.
- <sup>18)</sup> P. Paetzold, A. Richter, T. Thijssen, S. Würtenberg, *Chem. Ber.* **112** (1979) 3811.
- <sup>19)</sup> P. A. McCusker, E. C. Ashby, H. S. Makowski, *J. Am. Chem. Soc.* **79** (1957) 5182.
- <sup>20)</sup> D. Brodalla, D. Mootz, R. Boese, W. Obwald, *J. Appl. Crystallogr.* **18** (1985) 316.
- <sup>21)</sup> Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-53625, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- <sup>22)</sup> P. Paetzold, C. von Plotho, G. Schmid, R. Boese, B. Schrader, D. Bougeard, R. Pfeiffer, R. Gleiter, W. Schäfer, *Chem. Ber.* **147** (1984) 1954.

[7/89]