

Abb. 1. Kristallstruktur von $[(2)_{12}(\text{Et}_2\text{O})_6(\text{C}_6\text{H}_{14})]$, wobei aus Gründen der Übersichtlichkeit die 36 Methyl-Gruppen an den 12 Si-Atomen der Me_3Si -Einheiten und die 12 Ethyl-Gruppen an den 6 O-Atomen der Diethylether-Moleküle weggelassen wurden; auch auf die Wiedergabe des Hexan-Moleküls, das außerhalb der Aggregatkugel liegt, wurde verzichtet

Tab. 1. Bindungslängen [pm], -winkel [°] und Torsionswinkel [°] in 3A–C

3A :	N1–Li6	194.6(9)	N1–C2–C1	174.9(5)
	N1–Li8	206.6(7)	C2–C1–Si1	117.9(3)
	N1–Li11	199(1)		
	C1–Li7	214.4(8)	C2–C1–Si1–C4	99.0(4)
	C1–Li10	214(1)		
	N1–C2	122.9(6)		
	C1–C2	131.9(6)	C27–C26–Si6	175.1(5)
	C1–Si1	180.7(5)	C27–C26–Si6	116.0(3)
	Si1–C4	186.1(7)		
			C27–C26–Si6–C30	144.6(4)
3B :	N6–Li5	205.7(7)		
	N6–Li11	197.7(9)		
	N6–Li12	196(1)		
	C26–Li2	212.8(9)		
	C26–Li4	213.8(8)		
	N6–C27	123.7(8)		
	C26–C27	131.9(9)		
	C26–Si6	180.4(5)		
	Si6–C30	186.6(7)		
3C :	N5–Li5	200(1)	N5–C22–C21	173.0(5)
	N5–Li8	200.5(8)	C22–C21–Si5	125.0(4)
	N5–Li9	190.9(7)		
	C21–Li6	213.8(9)		
	C21–Li12	213(1)	C22–C21–Si5–C25	88.9(5)
	N5–C22	123.9(5)		
	C21–C22	131.8(6)		
	C21–Si5	179.6(5)		
	Si5–C25	187.3(7)		

Die Nitril-Achse C–C–N ist mit 174.3° (Mittelwert) nahezu linear; der C–C-Abstand ist mit 131.9 pm (Mittelwert) deutlich kürzer als derjenige im „Monoanion“ $[\text{Li}(\text{tmeda})(\text{PhCHCN})]_2$ [138(2) pm]⁵⁾; hingegen ist der C–N-Abstand mit 123.5 pm (Mittelwert) deutlich länger als in $[\text{Li}(\text{tmeda})$

$(\text{PhCHCN})]_2$ [117.4(7) pm]⁵⁾. Die C–SiMe₃-Achse ist 119.6° (Mittelwert) von der C–C-Achse weggebogen.

Tab. 2. Bindungslängen [pm], -winkel [°] und Torsionswinkel [°] in 4A und B

4A :	N4–Li1	203.3(7)	N4–C17–C16	176.3(4)
	N4–Li4	201(1)	C17–C16–Si4	120.6(3)
	N4–Li5	210.8(8)		
	C16–Li3A	213.4(9)		
	C16–Li9	231(1)	C17–C16–Si4–C18	137.9(5)
	C16–Li10A	228.2(9)		
	N4–C17	123.4(6)		
	C16–C17	133.3(7)		
	C16–Si4	180.2(4)		
	Si4–C18	181.8(6)		
4B :	N3–Li1	203(1)	N3–C12–C11	175.1(6)
	N3–Li7A	197.2(8)	C12–C11–Si3	122.6(4)
	N3–Li8A	214.1(8)		
	C11–Li2	230.8(9)		
	C11–Li3	214(1)	C12–C11–Si3–C15	53.5(5)
	C11–Li9A	231.9(9)		
	N3–C12	122.8(6)		
	C11–C12	133.7(6)		
	C11–Si3	180.7(5)		
	Si3–C15	183.8(7)		

4A und 4B: 3 Li am anionischen C-, 3 Li am Nitril-N-Atom

In Abb. 3 sind die beiden „Dianionen“ 4A und 4B dargestellt, während Bindungslängen, -winkel und Torsionswinkel in Tab. 2 wiedergegeben werden.

Beim Vergleich von 4A und 4B mit 3A–C fällt insbesondere der größere C–Li-Abstand bei den 3fach Li-kordinierten 4A und 4B [Mittelwerte: 4A (224.2 pm), 4B

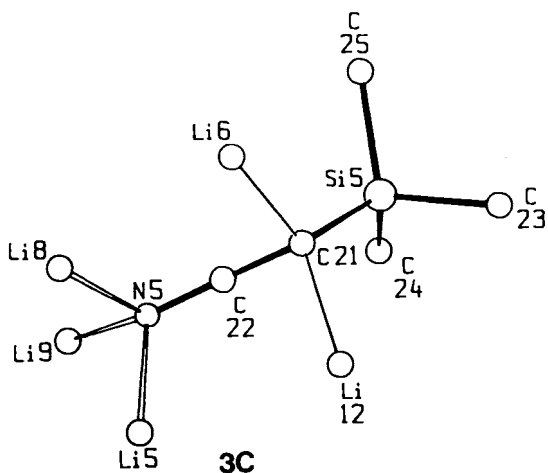
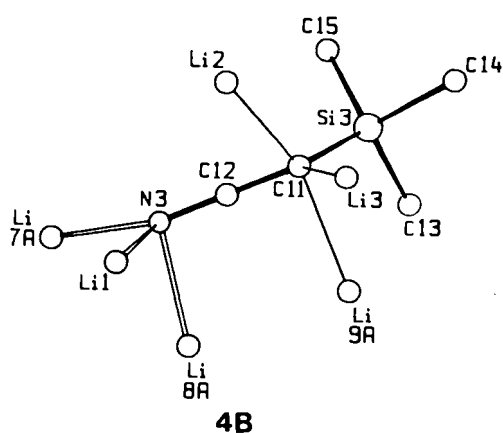
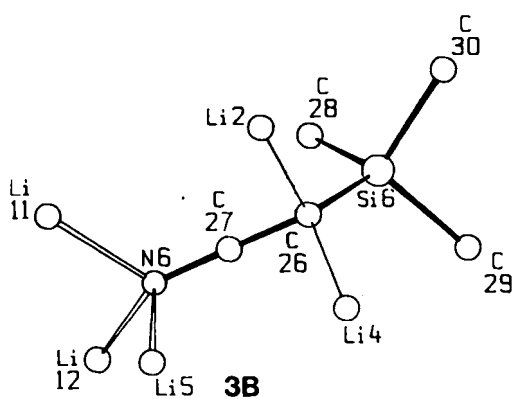
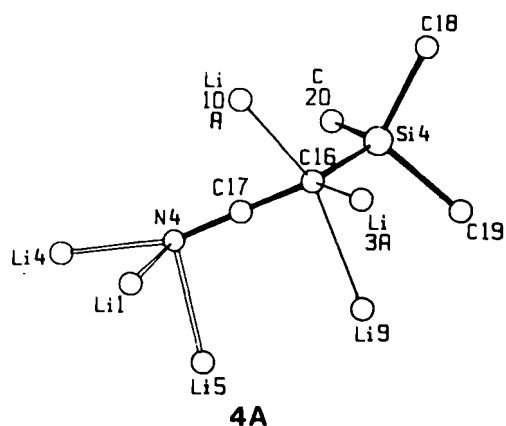
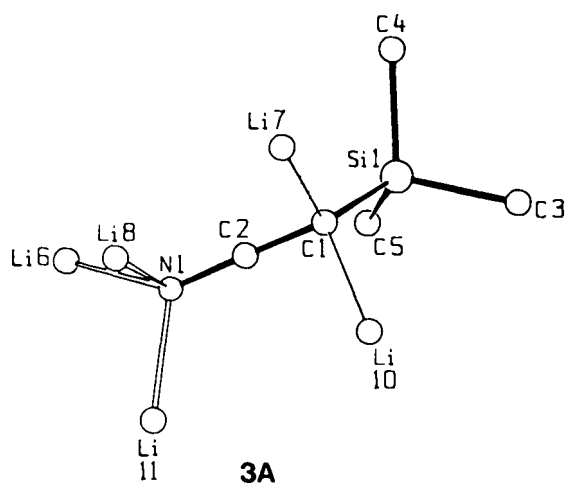


Abb. 3. Me₃SiCCN-„Dianionen“ 4A und B, Ausschnitt aus der Kristallstruktur von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)]

5: 4 Li am anionischen C-, 1 Li am Nitril-C- und 4 Li am Nitril-N-Atom

Das am höchsten Li-koordinierte „Dianion“ aus der Struktur von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)] ist 5, wie Abb. 4 zeigt; die wichtigsten Bindungsparameter enthält Tab. 3.

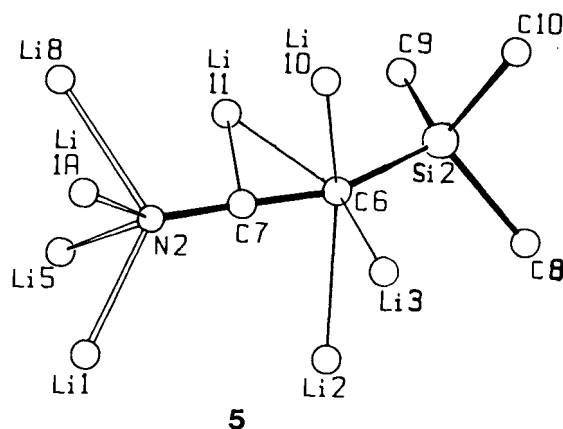


Abb. 4. Das Me₃SiCCN-„Dianion“ 5, Ausschnitt aus der Kristallstruktur von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)]

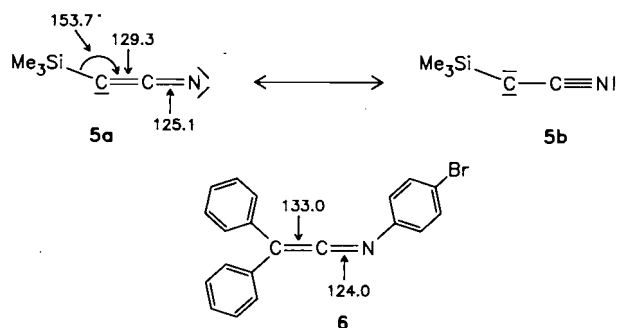
Abb. 2. Me₃SiCCN-„Dianionen“ 3A–C, Ausschnitt aus der Kristallstruktur von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)]

(225.6 pm)] gegenüber dem C–Li-Abstand bei den 2fach koordinierten 3A–C [Mittelwerte 3A (214.2 pm), 3B (213.3 pm), 3C (213.4 pm)] auf. Dies entspricht der allgemeinen Beobachtung, wonach höhere Koordination zu längeren Abständen führt¹⁶⁾. Ansonsten sind die Bindungsverhältnisse in den beiden „Dianion“-Gruppen vergleichbar. Der wesentliche Unterschied zwischen 4A und 4B liegt wieder in der Konformation um die Me₃Si–C-Bindung.

Tab. 3. Bindungslängen [pm], -winkel [°] und Torsionswinkel [°] in **5**

5 :	N2-Li1	203.9(8)	N2-C7-C6	178.3(6)
	N2-Li1A	202.7(8)	C7-C6-Si2	153.7(4)
	N2-Li5	226.8(8)		
	N2-Li8	225(1)		
	C6-Li2	231(1)	C7-C6-Si2-C10	114.4(9)
	C6-Li3	212.2(9)		
	C6-Li10	234(1)		
	C6-Li11	243(1)		
	C7-Li11	227.0(9)		
	N2-C7	125.1(5)		
	C6-C7	129.3(6)		
	C6-Si2	179.7(4)		
	Si2-C10	186.0(6)		

5 unterscheidet sich in mehreren Punkten von den beiden anderen „Dianion“-Gruppen. So sind die vier N2-Li-Abstände im Mittel länger (Mittelwert: 214.5 pm) als die entsprechenden in **3A-C** (Mittelwert: 199.0 pm) und **4A,B** (Mittelwert: 204.9 pm), wo jeweils nur Dreierkoordination vorliegt. Der Mittelwert der vier C-Li-Bindungen ist mit 230.1 pm auch länger als die entsprechenden Abstände in den 3fach koordinierten **4A,B** (Mittelwert 224.9 pm) und in den 2fach koordinierten **3A-C** (Mittelwert 213.6 pm). Außergewöhnlich ist die Position von Li11, das den „Nitril“-Kohlenstoff C7 und den „anionischen“ Kohlenstoff C6 überbrückt, wobei der Abstand C7-Li11 [227.0(9) pm] deutlich kürzer ist als der C6-Li11-Abstand [243(1) pm]. Während der N2-C7-Abstand mit 125.1(5) pm nur unwesentlich um ca. 1–2 ppm verlängert ist, fällt die Verkürzung bei C7-C6 [129.3(6) pm] gegenüber den entsprechenden Bindungen in **3A-C** (Mittelwert 131.9 pm) und **4A,B** (Mittelwert 133.5 pm) deutlicher (ca. 3–4 pm) aus. Eine Erklärung hierfür könnte die relative Anhäufung von Li bei **5** im Bereich von N2 und C7 sein, so daß eine Keteniminat-ähnliche Struktur **5a** gegenüber **5b** begünstigter ist. Zum Vergleich sind die Abstände im Ketenimin **6**⁽⁹⁾ angegeben.

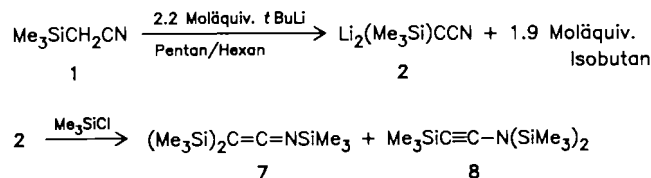


Bemerkenswerterweise ist der Winkel C7-C6-Si2 in **5** mit 153.7(4)° deutlich größer als die entsprechenden Winkel in **3A-C** (Mittelwert: 119.6°) und **4A,B** (121.6°).

Die Kristallstruktur von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)] bestätigt frühere Untersuchungen von Gornowicz und West. Diese Autoren hatten die Herstellung des „Dianions“ Li₂(SiMe₃-CCN) (**2**) aus Trimethylsilylacetonitril (**1**) und *tert*-Butyllithium beschrieben⁽¹⁴⁾.

Die Entstehung von **2** wurde über die Bildung von 1.9 Moläquivalenten Isobutan und über die Umsetzung von **2** mit Chlortrimethylsilan zum Tris(trimethylsilyl)ketenimin

(**7**) und zum Tris(trimethylsilyl)inamin (**8**) nachgewiesen. Auf ähnliche Weise wurde von Gornowicz und West Dilithiumcyanmethandiid Li₂(CHCN) hergestellt und seine Entstehung nachgewiesen, so daß an der Existenz auch dieses α,α-dilithiierten Nitrils wohl kein Zweifel besteht. Eine Kristallstruktur steht allerdings noch aus.



NMR-spektroskopische Untersuchungen an [D₈]THF-Lösungen von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)] führten bislang zu keiner eindeutigen Aussage. So läßt sich zwar das „Monoanion“ Li(Me₃SiCHCN) NMR-spektroskopisch eindeutig charakterisieren⁽²⁰⁾. Das ¹³C-NMR-Spektrum des „Dianions“ zeigt jedoch lediglich ein breites Signal im Bereich der Trimethylsilyl-Gruppen. Die ⁶Li- und ²⁹Si-NMR-Spektren sind sehr komplex, so daß wir aus ihnen auch keine strukturellen Informationen erhalten konnten. Die ⁶Li-⁶Li-Austauschspektroskopie weist auf einen Austausch von ⁶Li-Kernen hin, so daß die NMR-spektroskopischen Befunde in Lösung insgesamt auf Austauschphänomene innerhalb eines Aggregats zurückzuführen sein könnten.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Schwerpunktprogramm „Reaktionssteuerung durch nichtkovalente Wechselwirkungen: Quantifizierung des Einflusses auf Struktur, Reaktivität und Selektivität“, sowie dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung dieser Arbeiten. W. Z. bedankt sich für ein Graduierten-Stipendium.

Experimenteller Teil

Trimethylsilylacetonitril (1): Zu 36.0 g (0.33 mol) Chlortrimethylsilan und 38.0 g (0.58 mol) Zink-Staub in 400 ml trockenem THF tropfte man unter kräftigem Rühren und leichtem Erwärmen 21.9 g (0.29 mol) Chloracetonitril (gelöst in 20 ml THF). Nach beendeter Zugabe erhitzte man noch 12 h zum Rückfluß und filtrierte dann die Reaktionsmischung auf 300 ml ges. NH₄Cl-Lösung. Man extrahierte mit Diethylether, wusch die vereinigten organischen Extrakte mehrfach mit NH₄Cl-Lösung und Wasser und trocknete mit MgSO₄. Destillation nach Entfernung des Lösungsmittels ergab 22.3 g (70%) **1** vom Sdp. 50–55°/17 Torr (Schmp. 11°C). – ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 1.43 (s, 2H, CH₂), 0.06 (s, 9H, SiMe₃). – ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = 128.81 (s, C≡N), 4.73 (t, CH₂), 1.98 (q, SiMe₃).

Alle folgenden Operationen wurden in geschlossenen Apparaturen unter Argon und gereinigten Lösungsmitteln durchgeführt.

Dilithium-trimethylsilylacetonitril (2): Bei –78°C tropfte man zu 2.2 Moläquiv. einer in situ hergestellten Lösung von Lithium-diisopropylamid in Ether 1.0 Moläquiv. **1**, oder man legte **1** in Ether vor und versetzte mit 2.2 Moläquiv. *n*-Butyllithium in *n*-Hexan (–78°C). Danach ließ man die Reaktionsmischung langsam auf Raumtemp. erwärmen.

[(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)]: 200 mg (1.75 mmol) **1** wurden in 2 ml *n*-Hexan/1 ml Et₂O vorgelegt und bei –78°C langsam mit 2.2 ml einer 1.7 M Lösung von *n*-Butyllithium in *n*-Hexan versetzt. Einkristalle erhielt man nach mehrtägigem Stehenlassen der Lösung bei –15°C.

[Li₂(Me₃SiCCN)]₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄), Kristallstruktur mit dem Trimethylsilylacetonitril-Dianion

Tab. 4. Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren U_{eq} [Å²] für **2**, $U_{eq} = 1/3 \sum_{i,j} (U_{i,j} \cdot a_i^* \cdot a_j^* \cdot a_i \cdot a_j)$

Atom	x/a	y/b	z/c	U_{eq}
Si1	0.1335 (1)	0.1914 (1)	0.75445 (8)	0.0439 (5)
Si2	-0.1124 (1)	0.0457 (1)	0.83361 (8)	0.0410 (5)
Si3	-0.4127 (1)	0.1723 (1)	0.58332 (8)	0.0451 (5)
Si4	0.2421 (1)	-0.3997 (1)	0.4481 (1)	0.0456 (5)
Si5	0.4195 (1)	-0.4354 (1)	0.8133 (1)	0.0531 (5)
Si6	-0.1856 (1)	-0.2359 (1)	0.81110 (8)	0.0549 (6)
O1	0.3755 (3)	-0.1585 (3)	0.8436 (2)	0.061 (2)
O2	0.1578 (3)	-0.4436 (3)	0.8992 (3)	0.086 (2)
O3	-0.1616 (2)	-0.2397 (2)	0.5241 (2)	0.045 (1)
N1	0.1656 (3)	-0.0618 (3)	0.7461 (2)	0.033 (1)
N2	0.0092 (2)	-0.0259 (2)	0.6017 (2)	0.028 (1)
N3	-0.1831 (3)	-0.0189 (2)	0.4914 (2)	0.031 (1)
N4	0.0166 (3)	-0.2066 (2)	0.5368 (2)	0.032 (1)
N5	0.2235 (3)	-0.2263 (2)	0.6340 (2)	0.032 (1)
N6	0.0499 (3)	-0.2227 (3)	0.7652 (2)	0.036 (2)
C1	0.1049 (3)	0.1273 (3)	0.6932 (2)	0.030 (2)
C2	0.1387 (3)	0.0291 (4)	0.7232 (2)	0.030 (2)
C3	0.0282 (4)	0.3182 (3)	0.7514 (4)	0.081 (3)
C4	0.2380 (4)	0.2150 (4)	0.7134 (3)	0.074 (3)
C5	0.1656 (4)	0.1191 (4)	0.8698 (3)	0.076 (3)
C6	-0.0909 (3)	0.0427 (3)	0.7236 (3)	0.031 (2)
C7	-0.0389 (3)	0.0071 (3)	0.6623 (3)	0.026 (2)
C8	-0.2278 (4)	0.0402 (4)	0.8665 (3)	0.069 (2)
C9	-0.0133 (4)	-0.0612 (4)	0.9106 (3)	0.066 (2)
C10	-0.1239 (4)	0.1638 (3)	0.8495 (3)	0.067 (2)
C11	-0.2808 (3)	0.1095 (3)	0.5784 (3)	0.032 (2)
C12	-0.2333 (3)	0.0434 (3)	0.5315 (3)	0.028 (2)
C13	-0.4760 (4)	0.2644 (4)	0.4800 (3)	0.079 (3)
C14	-0.4485 (5)	0.2437 (5)	0.6661 (4)	0.107 (3)
C15	-0.4690 (4)	0.0890 (4)	0.6131 (5)	0.125 (4)
C16	0.1617 (3)	-0.2679 (3)	0.4396 (2)	0.030 (2)
C17	0.0871 (3)	-0.2390 (3)	0.4913 (3)	0.028 (2)
C18	0.2724 (6)	-0.4266 (5)	0.3442 (4)	0.173 (4)
C19	0.3601 (5)	-0.4408 (4)	0.5002 (5)	0.138 (4)
C20	0.1971 (6)	-0.4848 (4)	0.5093 (5)	0.173 (5)
C21	0.3034 (3)	-0.3241 (3)	0.7835 (3)	0.038 (2)
C22	0.2667 (3)	-0.2775 (3)	0.7045 (3)	0.034 (2)
C23	0.4179 (4)	-0.5125 (4)	0.9227 (3)	0.090 (3)
C24	0.4541 (5)	-0.5212 (4)	0.7431 (4)	0.101 (3)
C25	0.5237 (4)	-0.4076 (4)	0.8135 (3)	0.082 (3)
C26	-0.1241 (3)	-0.1823 (3)	0.7306 (3)	0.036 (2)
C27	-0.0343 (4)	-0.2056 (3)	0.7516 (3)	0.034 (2)
C28	-0.1364 (4)	-0.2672 (4)	0.9223 (3)	0.083 (3)
C29	-0.1809 (6)	-0.3526 (4)	0.7971 (4)	0.121 (4)
C30	-0.3193 (4)	-0.1476 (5)	0.8097 (3)	0.108 (3)
C31	0.4315 (5)	-0.1165 (5)	0.7919 (5)	0.107 (4)
C32	0.4081 (5)	-0.0959 (5)	0.7026 (4)	0.100 (3)
C33	0.3954 (5)	-0.1828 (5)	0.9330 (5)	0.097 (3)
C34	0.3273 (5)	-0.2248 (6)	0.9803 (4)	0.115 (4)
C35	0.1530 (6)	-0.5174 (5)	0.8662 (5)	0.127 (4)
C36	0.1581 (6)	-0.4920 (5)	0.7753 (4)	0.134 (4)
C37	0.1566 (6)	-0.4640 (5)	0.9875 (5)	0.125 (4)
C38	0.1561 (6)	-0.3784 (6)	1.0166 (4)	0.137 (4)
C39	-0.2570 (4)	-0.2351 (5)	0.5389 (4)	0.086 (3)
C40	-0.3230 (4)	-0.1422 (5)	0.5487 (4)	0.111 (3)
C41	-0.0910 (4)	-0.3369 (4)	0.5110 (3)	0.070 (3)
C42	-0.0476 (6)	-0.4169 (5)	0.5980 (4)	0.109 (3)
Li1	-0.0408 (5)	-0.0543 (5)	0.5063 (4)	0.031 (3)
Li2	-0.1834 (6)	-0.0229 (5)	0.6896 (5)	0.044 (3)
Li3	-0.2059 (5)	0.1626 (5)	0.6376 (4)	0.037 (3)
Li4	-0.1068 (6)	-0.1867 (6)	0.5995 (5)	0.047 (3)
Li5	0.0831 (5)	-0.1966 (5)	0.6381 (4)	0.036 (3)
Li6	0.2848 (6)	-0.1839 (5)	0.7955 (5)	0.045 (3)
Li7	0.1373 (6)	0.1319 (5)	0.5613 (5)	0.051 (3)
Li8	0.1691 (5)	-0.0790 (5)	0.6241 (4)	0.036 (3)
Li9	0.2490 (6)	-0.2302 (5)	0.5174 (4)	0.042 (3)
Li10	-0.0437 (6)	0.1679 (5)	0.6671 (4)	0.043 (3)
Li11	0.0642 (6)	-0.1072 (5)	0.7750 (4)	0.043 (3)
Li12	0.1735 (6)	-0.3357 (5)	0.8204 (5)	0.049 (3)
C43	0.4664 (7)	0.0582 (5)	0.9890 (5)	0.141 (5)
C44	0.4573 (7)	0.1201 (6)	0.9121 (5)	0.159 (6)
C45	0.4024 (6)	0.2272 (6)	0.8908 (5)	0.192 (6)

unabhängige Reflexe mit $F_o > 3\sigma(F_o)$ wurden für die Verfeinerung benutzt. Strukturlösung mit direkten Methoden (SHELXS-86); 1000 verfeinerte Parameter (SHELX 76); Verfeinerung bis $R = 0.0575$, $R_w = 0.0489$; anisotrope Temperaturfaktoren für die Nichtwasserstoff-Atome; H-Atome auf berechneten Lagen „reitend“ mit festen isotropen Temperaturfaktoren¹⁸⁾; Atomkoordinaten und äquivalente Temperaturfaktoren siehe Tab. 4.

CAS-Registry-Nummern

1: 18293-53-3 / **2**: 119596-38-2 / **(2)**₁₂(Et₂O)₆: 119619-11-3 / **(2)**₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄): 119637-87-5 / Chlortrimethylsilan: 75-77-4 / Chloracetonitril: 107-14-2 / Monoanion: 70980-14-2

¹⁾ NaC(CN)₃: P. Andersen, B. Klewe, E. Thom, *Acta Chem. Scand.* **21** (1969) 1530.

²⁾ KC(CN)₃: J. R. Witt, D. Britton, *Acta Crystallogr., Sect. B*, **27** (1971) 1835.

³⁾ KC(NO₂)₂CN: B. Klewe, *Acta Chem. Scand.* **26** (1972) 1921.

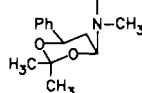
⁴⁾ KCH(CN)₂: B. Klewe, Univ. Oslo; Privatmitteilung, zit. in Lit.⁶⁾

⁵⁾ [Li(tmeda)(PhCHCN)]₂: G. Boche, M. Marsch, K. Harms, *Angew. Chem.* **98** (1986) 373; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **25** (1986) 373.

⁶⁾ [LiCH(CN)₂(hmppt)]_∞: K. Jens, J. Kopf, N. P. Lorenzen, E. Weiss, *Chem. Ber.* **121** (1988) 1201.

⁷⁾ [LiC(CN)CH₂C(CH₃)₂(thf)]_∞: G. Boche, K. Harms, M. Marsch, *J. Am. Chem. Soc.* **110** (1988) 6925.

⁸⁾ [LiC(CN)(p-CH₃OC₆H₄)(Et₂O)]_∞



M. Marsch, P. Gerdes, D. Enders, G. Boche, unveröffentlichte Ergebnisse; s. auch G. Boche, *Angew. Chem.* **101** (1989) 286; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **28** (1989) 277.

⁹⁾ P. J. Crowley, M. R. Leach, O. Meth-Cohn, B. J. Wakefield, *Tetrahedron Lett.* **27** (1986) 2909, und dort zit. Literatur.

¹⁰⁾ S. Brenner, M. Bovete, *Tetrahedron* **31** (1975) 153.

¹¹⁾ R. V. Stephens, M. P. Wentland, *J. Am. Chem. Soc.* **90** (1968) 5580.

¹²⁾ S. Brenner, M. Bovete, *Tetrahedron Lett.* **15** (1974) 1377.

¹³⁾ G. A. Gornowicz, R. West, *J. Am. Chem. Soc.* **93** (1971) 1714. In dieser Publikation wird auch die Herstellung von Li₂CHCN aus CH₃CN und zwei Moläquiv. *t*BuLi beschrieben.

¹⁴⁾ H.-H. Vogt, R. Gompper, *Chem. Ber.* **114** (1981) 2884, geben ¹³C-NMR-Signale von LiNaC(CN)₂ an.

¹⁵⁾ [(Li₂(Me₃SiCSO₂C₆H₅)₆(Li₂O)(thf)₁₀)]_∞: H.-J. Gais, J. Vollhardt, H. Günther, D. Moskau, H. J. Lindner, S. Braun, *J. Am. Chem. Soc.* **110** (1988) 978; siehe auch J. Vollhardt, H.-J. Gais, K. L. Lukas, *Angew. Chem.* **97** (1985) 695; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **24** (1985) 696.

¹⁶⁾ Über die Festkörperstruktur von Li₂C(C≡C-*t*Bu)₂ wird in einem Übersichtsartikel berichtet; W. N. Setzer, P. v. R. Schleyer, *Adv. Organomet. Chem.* **24** (1985) 353.

¹⁷⁾ Eine Zusammenfassung über polyolithierte aliphatische Kohlenwasserstoffe verfaßt A. Maercker, M. Theis, *Top. Curr. Chem.* **138** (1987) 1.

¹⁸⁾ Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Egerstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-53653, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

¹⁹⁾ R. R. Naqvi, P. J. Wheatley, *J. Chem. Soc. A*, **1970**, 2053; J. Lambrecht, B. Gambke, J. v. Seyerl, G. Huttner, G. Kollmannsberger von Nell, S. Herzberger, J. C. Jochims, *Chem. Ber.* **114** (1981) 3751.

²⁰⁾ ¹³C-NMR ([D₈]THF, Raumtemp.): δ = 152.8 (s, CN), 2.5 [q, Si(CH₃)₃], ¹J_{CH} = 117 Hz], -1.9 (d, CH, ¹J_{CH} = 147 Hz); W. Zarges, geplante Dissertation, Universität Marburg.

[19/89]

Kristallstrukturanalyse von [(2)₁₂(Et₂O)₆(C₆H₁₄)]: (C₅H₉NSi)₁₂ · (C₄H₁₀O)₆ · (C₆H₁₄); Molmasse 2032.11; Kristallgröße 0.25 × 0.25 × 0.35 mm; triklin; P $\bar{1}$; $a = 1557.4(2)$, $b = 1567.8(1)$, $c = 1625.7(1)$ pm; $\alpha = 74.01(1)$, $\beta = 84.38(1)$, $\gamma = 61.32(1)^\circ$; $Z = 1$ (kristallographisches Inversionszentrum); $d(\text{ber}) = 1.009 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$; Cu-K α -Strahlung; 7156 gemessene Reflexe; (Θ : 2–50°); 5184 symmetrie-