



Tab. 1.  $W(tBuPF_2)_6$  (4). Atomlagen und isotrope Temperaturkoeffizienten (Standardabweichung). Die äquivalenten isotropen thermischen Parameter  $U [\text{\AA}^{-2}]$  wurden über  $U = 1/3 \sum_{i,j} U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$  berechnet

Atom	x	y	z	U
W(1)	0,33273 (4)	0,14786 (4)	0,12573 (1)	0,02671 (12)
W(2)	0,03035 (4)	0,71951 (4)	0,37424 (1)	0,02749 (12)
P(11)	0,1082 (3)	0,2740 (3)	0,15760 (9)	0,0357 (11)
P(12)	0,2615 (3)	0,3865 (3)	0,09556 (9)	0,0367 (11)
P(13)	0,5458 (3)	0,0264 (4)	0,08951 (10)	0,0482 (13)
P(14)	0,2070 (3)	0,0988 (3)	0,08337 (9)	0,0380 (11)
P(15)	0,3867 (3)	-0,0608 (3)	0,16719 (9)	0,0378 (11)
P(16)	0,4802 (3)	0,2057 (3)	0,16016 (8)	0,0352 (11)
P(21)	0,2530 (3)	0,5871 (3)	0,34109 (9)	0,0369 (11)
P(22)	-0,1635 (3)	0,8287 (3)	0,41574 (9)	0,0372 (11)
P(23)	-0,1084 (3)	0,6855 (3)	0,33146 (9)	0,0369 (11)
P(24)	-0,0535 (3)	0,9558 (3)	0,34205 (9)	0,0346 (11)
P(25)	0,1854 (3)	0,7775 (3)	0,40558 (9)	0,0383 (11)
P(26)	0,1052 (4)	0,4924 (4)	0,41014 (11)	0,0527 (14)
F(111)	0,0485 (7)	0,1682 (7)	0,1730 (2)	0,052 (2)
F(112)	-0,0300 (7)	0,3794 (7)	0,1333 (2)	0,052 (2)
F(121)	0,0942 (7)	0,4783 (7)	0,0853 (2)	0,055 (2)
F(122)	0,2571 (7)	0,4962 (7)	0,1209 (2)	0,053 (2)
F(131)	0,5183 (8)	0,1049 (8)	0,0500 (2)	0,072 (3)
F(132)	0,6746 (8)	0,0532 (7)	0,0982 (2)	0,060 (2)
F(141)	0,2686 (8)	0,1032 (8)	0,0456 (2)	0,062 (2)
F(142)	0,2499 (8)	-0,0694 (7)	0,0863 (2)	0,060 (2)
F(151)	0,5550 (7)	-0,1574 (7)	0,1780 (2)	0,054 (2)
F(152)	0,3281 (7)	-0,0086 (7)	0,2047 (2)	0,053 (2)
F(161)	0,3853 (7)	0,3388 (7)	0,1834 (2)	0,048 (2)
F(162)	0,5527 (7)	0,2831 (7)	0,1362 (2)	0,047 (2)
F(211)	0,3026 (7)	0,6903 (7)	0,3195 (2)	0,048 (2)
F(212)	0,3914 (7)	0,5038 (7)	0,3657 (2)	0,051 (2)
F(221)	-0,1129 (8)	0,7491 (7)	0,4536 (2)	0,061 (2)
F(222)	-0,2891 (8)	0,7885 (8)	0,4123 (2)	0,061 (2)
F(231)	-0,0327 (7)	0,5231 (7)	0,3205 (2)	0,053 (2)
F(232)	-0,0983 (7)	0,7603 (7)	0,2943 (2)	0,050 (2)
F(241)	-0,2136 (7)	1,0224 (7)	0,3258 (2)	0,049 (2)
F(242)	-0,0984 (7)	1,0838 (7)	0,3661 (2)	0,048 (2)
F(251)	0,1062 (8)	0,9415 (7)	0,4149 (2)	0,060 (2)
F(252)	0,3029 (7)	0,7936 (7)	0,3813 (2)	0,056 (2)
F(261)	0,2646 (8)	0,3667 (8)	0,4025 (2)	0,061 (2)
F(262)	0,1406 (9)	0,5027 (9)	0,4502 (2)	0,076 (3)
C(110)	0,0400 (12)	0,3929 (12)	0,1951 (3)	0,041 (3)
C(111)	0,1355 (13)	0,3014 (13)	0,2281 (3)	0,048 (4)
C(112)	0,0491 (13)	0,5332 (13)	0,1850 (3)	0,050 (4)
C(113)	-0,1200 (14)	0,4334 (14)	0,2023 (4)	0,058 (4)
C(120)	0,3229 (13)	0,4621 (13)	0,0569 (3)	0,049 (4)
C(121)	0,2353 (15)	0,6310 (15)	0,0546 (4)	0,066 (4)
C(122)	0,4869 (14)	0,4144 (14)	0,0595 (4)	0,058 (4)
C(123)	0,2912 (15)	0,4111 (14)	0,0233 (4)	0,062 (4)
C(130)	0,6628 (14)	-0,1580 (14)	0,0748 (4)	0,056 (4)
C(131)	0,7798 (17)	-0,1621 (17)	0,0498 (5)	0,084 (6)
C(132)	0,7475 (17)	-0,2611 (17)	0,1099 (5)	0,082 (5)
C(133)	0,5771 (15)	-0,2193 (15)	0,0597 (4)	0,065 (4)
C(140)	0,0135 (13)	0,1706 (12)	0,0685 (3)	0,044 (3)
C(141)	0,0186 (14)	0,0819 (14)	0,0375 (4)	0,058 (4)
C(142)	-0,0782 (15)	0,1474 (14)	0,0991 (4)	0,060 (4)
C(143)	-0,0557 (15)	0,3339 (15)	0,0545 (4)	0,064 (4)
C(150)	0,3533 (13)	-0,2209 (13)	0,1718 (3)	0,048 (4)
C(151)	0,4085 (15)	-0,3058 (15)	0,2090 (4)	0,064 (4)
C(152)	0,4402 (14)	-0,3265 (13)	0,1447 (4)	0,053 (4)
C(153)	0,1876 (16)	-0,1631 (15)	0,1680 (4)	0,068 (5)
C(160)	0,6364 (13)	0,1040 (13)	0,1920 (3)	0,050 (4)
C(161)	0,6872 (15)	0,2148 (15)	0,2001 (4)	0,065 (4)
C(162)	0,7619 (14)	-0,0251 (13)	0,1773 (4)	0,053 (4)
C(163)	0,5828 (15)	0,0579 (14)	0,2264 (4)	0,062 (4)
C(210)	0,3229 (13)	0,4489 (13)	0,3092 (3)	0,046 (3)
C(211)	0,4871 (15)	0,3981 (15)	0,3023 (4)	0,067 (4)
C(212)	0,3120 (14)	0,3125 (14)	0,3224 (4)	0,057 (4)
C(213)	0,2375 (14)	0,5203 (13)	0,2739 (4)	0,053 (4)
C(220)	-0,2912 (13)	0,1016 (13)	0,4304 (3)	0,048 (4)
C(221)	-0,3852 (14)	0,9948 (14)	0,4612 (4)	0,057 (4)
C(222)	-0,3927 (14)	1,1177 (14)	0,3994 (4)	0,059 (4)
C(223)	-0,2034 (15)	1,0817 (15)	0,4443 (4)	0,065 (4)
C(230)	-0,3013 (13)	0,7251 (12)	0,3260 (3)	0,047 (4)
C(231)	-0,3186 (15)	0,6892 (14)	0,2898 (4)	0,063 (4)
C(232)	-0,3306 (14)	0,6264 (14)	0,3532 (4)	0,059 (4)
C(233)	-0,4100 (15)	0,8850 (15)	0,3305 (4)	0,065 (4)
C(240)	0,0170 (13)	1,0369 (12)	0,3053 (3)	0,045 (3)
C(241)	0,0437 (14)	0,9550 (13)	0,2723 (4)	0,052 (4)
C(242)	0,1572 (14)	1,0296 (13)	0,3168 (4)	0,052 (4)
C(243)	-0,1005 (14)	1,1981 (14)	0,2971 (4)	0,055 (4)
C(250)	0,3074 (13)	0,6985 (13)	0,4451 (3)	0,047 (4)
C(251)	0,2111 (16)	0,7154 (15)	0,4772 (4)	0,070 (5)
C(252)	0,3853 (16)	0,7872 (16)	0,4471 (4)	0,073 (5)
C(253)	0,4204 (16)	0,5409 (15)	0,4424 (4)	0,070 (5)
C(260)	0,0291 (14)	0,3704 (14)	0,4240 (4)	0,056 (4)
C(261)	0,1373 (19)	0,2427 (19)	0,4490 (5)	0,095 (6)
C(262)	0,0257 (18)	0,3001 (17)	0,3899 (5)	0,085 (6)
C(263)	-0,1224 (16)	0,4520 (15)	0,4398 (4)	0,070 (5)

Im Kristall liegen zwei Komplexe  $W(tBuPF_2)_6$  (4) nebeneinander vor (Abb. 1), die sich insgesamt, im besonderen aber innerhalb von Doppelschichten, in einer an eine etwas gescherte dichte Kugelpackung erinnernden Stapelung anordnen ( $a \approx b$ ,  $c/a \approx 2 \cdot \sqrt{3}$ ,  $\alpha \approx \beta \approx 90^\circ$ ,  $\gamma \approx 60^\circ$ ; Stapelfolge ABA'B'; Abb. 2).

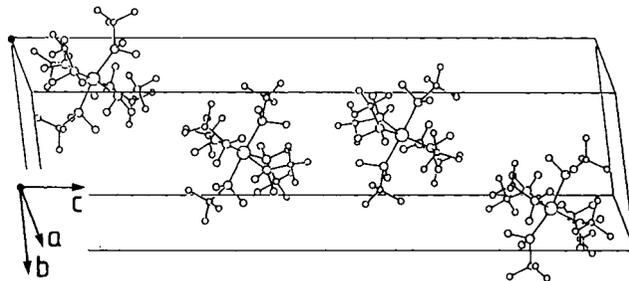


Abb. 2.  $W(tBuPF_2)_6$  (4). Packung der Moleküle in der Elementarzelle

Die beiden kristallographisch unabhängigen neutralen Moleküle 4 sind strukturell kaum verschieden. Die Koordination der Zentralatome ist jeweils in Näherung oktaedrisch [ $\bar{d}(W-P) = 241,7(8)$ ,  $241,9(9)$  pm]. Allerdings zeigen die Bindungswinkel am Zentralatom deutliche Abweichungen von den Erwartungswerten  $90^\circ$  und  $180^\circ$  [ $82,5^\circ \leq \phi(P-W-P) \leq 97,6^\circ$ ,  $167,0 \leq \phi(P-W-P)$ ], wobei der Gang der Werte für beide Moleküle gleich ist. Folglich sind die Verzerrungen weniger durch die Packung der Komplexe im Kristall als durch die intramolekularen Wechselwirkungen der sperrigen Liganden an den einzelnen  $W(tBuPF_2)_6$ -Molekülen bedingt. Deren Geometrie wird durch die trigonale pyramidale Anordnung der Substituenten an den Phosphoratomen bestimmt, die durch die Koordination tetraedrisch ergänzt wird. Die Bindungswinkel innerhalb des Liganden am Phosphor zeigen eine starke Verengung [ $\bar{\phi}(F-P-F) = 96,1(2)$ ,  $95,4(8)$ ,  $\bar{\phi}(F-P-C) = 95,0(10)$ ,  $95,1(8)^\circ$ ]. Die Größe des Winkels  $\phi(F-P-F)$  liegt somit sogar noch unter der entsprechenden des freien  $PF_3$  [ $\phi(F-P-F) = 97,8^\circ$ ]<sup>9</sup>. Während die sonstigen Bindungswinkel dem Tetraederwinkel entsprechen [ $\bar{\phi}(P-C-C) = 109,5(20)$ ,  $109,4(17)$ ,  $\bar{\phi}(C-C-C) = 109,4(15)$ ,  $109,5(15)^\circ$ ], ist der Winkel  $\bar{\phi}(W \cdots P-C) = 137,6(4)$ ,  $137,5(5)^\circ$  infolge der Raumbesetzung der sperrigen *tert*-Butylgruppe erheblich aufgeweitet. Im Gegensatz dazu bleiben die Werte  $\bar{\phi}(W \cdots P-F) = 112,5(11)$ ,  $112,6(11)^\circ$  in der Nähe des idealen Tetraederwinkels. Auch sonst unterscheiden sich die geometrischen Daten für die Liganden nur wenig [ $\bar{d}(P-F) = 159,0(13)$ ,  $158,8(16)$ ,  $\bar{d}(P-C) = 187,4(16)$ ,  $187,3(14)$ ,  $\bar{d}(C-C) = 155(3)$ ,  $154(2)$  pm] und entsprechen der Erwartung<sup>10</sup>.

Der Ligand *t*BuPF<sub>2</sub> ist bisher als freies Molekül noch nicht und als Bestandteil von Komplexen nur in (*tert*-Butyldifluorphosphan)dicyarbonyl(cyclopentadienyl)mangan(I) (5) strukturell charakterisiert worden<sup>11</sup>.

#### CpMn(CO)<sub>2</sub>(*t*BuPF<sub>2</sub>) 5

Da 5 jedoch nur über einen *t*BuPF<sub>2</sub>-Liganden verfügt und eine dem CpMn(CO)<sub>3</sub><sup>12</sup> ähnliche Molekülgeometrie aufweist, kann es zum Vergleich mit 4 nicht herangezogen werden. Ein weiterer neutraler, sechsfacher durch Phosphoratome koordinierter Wolframkomplex liegt mit der Verbindung  $W[P(CH_3)_2C_2H_4P(CH_3)_2]_3$  vor. Die Struktur<sup>13</sup> ist wegen der Chelatliganden und der ausschließlichen *C*-Substitution am Phosphor mit der hier beschriebenen ebenfalls nicht vergleichbar.

Tab. 2. W(*t*BuPF<sub>2</sub>)<sub>6</sub> (4). Bindungslängen (Standardabweichung) in pm

W(1) - P(11)	240,6 (3)	W(1) - P(14)	240,8 (4)	W(1) - P(13)	241,4 (3)
W(1) - P(15)	241,9 (3)	W(1) - P(12)	242,3 (3)	W(1) - P(16)	242,9 (4)
P(11) - F(112)	159,1 (7)	P(11) - F(111)	159,2 (9)	P(12) - F(121)	157,4 (7)
P(12) - F(122)	157,9 (9)	P(13) - F(132)	157,8(10)	P(13) - F(131)	162,5 (9)
P(14) - F(141)	157,5 (9)	P(14) - F(142)	159,6 (9)	P(15) - F(151)	159,0 (7)
P(15) - F(152)	159,1 (8)	P(16) - F(162)	158,6 (9)	P(16) - F(161)	160,0 (7)
P(11) - C(110)	189,2(13)	P(12) - C(120)	186,0(15)	P(13) - C(130)	184,7(13)
P(14) - C(140)	188,0(13)	P(15) - C(150)	188,7(16)	P(16) - C(160)	187,7(13)
C(110) - C(113)	153 (2)	C(110) - C(112)	154 (2)	C(110) - C(111)	157 (2)
C(120) - C(121)	154 (2)	C(120) - C(122)	154 (2)	C(120) - C(123)	157 (2)
C(130) - C(131)	151 (2)	C(130) - C(133)	152 (3)	C(130) - C(132)	163 (2)
C(140) - C(143)	155 (2)	C(140) - C(142)	157 (2)	C(140) - C(141)	158 (2)
C(150) - C(152)	152 (2)	C(150) - C(153)	154 (2)	C(150) - C(151)	158 (2)
C(160) - C(162)	149 (2)	C(160) - C(163)	155 (2)	C(160) - C(161)	158 (3)
W(2) - P(22)	240,5 (3)	W(2) - P(24)	241,2 (3)	W(2) - P(26)	241,4 (4)
W(2) - P(25)	242,6 (4)	W(2) - P(21)	242,8 (3)	W(2) - P(23)	243,0 (4)
P(21) - F(212)	157,4 (7)	P(21) - F(211)	158,0 (9)	P(22) - F(221)	158,2 (8)
P(22) - F(222)	159,6(10)	P(23) - F(231)	158,8 (8)	P(23) - F(232)	158,9 (8)
P(24) - F(242)	158,3 (8)	P(24) - F(241)	159,8 (8)	P(25) - F(251)	157,9 (8)
P(25) - F(252)	158,2 (9)	P(26) - F(261)	157,2 (7)	P(26) - F(262)	163,7(10)
P(21) - C(210)	185,1(14)	P(22) - C(220)	187,5(12)	P(23) - C(230)	187,7(14)
P(24) - C(240)	189,5(14)	P(25) - C(250)	188,0(13)	P(26) - C(260)	185,8(18)
C(210) - C(212)	154 (2)	C(210) - C(211)	155 (2)	C(210) - C(213)	157 (2)
C(220) - C(223)	156 (3)	C(220) - C(222)	157 (2)	C(220) - C(221)	157 (2)
C(230) - C(233)	152 (2)	C(230) - C(231)	153 (2)	C(230) - C(232)	153 (2)
C(240) - C(242)	153 (2)	C(240) - C(243)	153 (1)	C(240) - C(241)	155 (2)
C(250) - C(253)	150 (2)	C(250) - C(251)	153 (2)	C(250) - C(252)	154 (3)
C(260) - C(263)	152 (2)	C(260) - C(261)	153 (2)	C(260) - C(262)	159 (3)

## NMR- und IR-Spektren

Die elektronischen und sterischen Eigenschaften von **3** bestimmen die NMR- und IR-Spektren von **4** (Tab. 3).

Tab. 3. NMR-Daten von **4** ([D<sub>8</sub>]THF, 297 K, chem. Verschiebung  $\delta$  in ppm. Beträge der Kopplungskonstanten  $|J|$  in Hz)

Kern	$\delta$	Kopplung $ J $
<sup>1</sup> H (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C	1.23 (d)	<sup>3</sup> J <sub>HP</sub> = 13
<sup>19</sup> F <i>t</i> BuPF <sub>2</sub>	-31.0 (d)	<sup>1</sup> J <sub>FP</sub> = 1044
<sup>31</sup> P <i>t</i> BuPF <sub>2</sub>	243.1 (t)	<sup>1</sup> J <sub>PF</sub> = 1043
		<sup>1</sup> J <sub>PW</sub> = 344
<sup>13</sup> C (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C	25.5 (q)	<sup>1</sup> J <sub>CH</sub> = 128
(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C	47.1 (s) <sup>a)</sup>	

<sup>a)</sup> Signal tritt nicht als Dublett (<sup>1</sup>J<sub>CP</sub>), sondern als breites Singulett auf.

Die <sup>31</sup>P- und die <sup>19</sup>F-Koordinationsverschiebungen ( $\delta_{\text{frei}} - \delta_{\text{komplexiert}}$ ) von **3** in **4** liegen bei -16.8 bzw. -78.6 ppm. Die Spektren weisen die erwarteten Multiplikationen auf. Bemerkenswert ist die Signalverbreiterung des Resonanzsignals des tertiären Kohlenstoffs im <sup>13</sup>C-NMR-Spektrum, die bei den meisten von uns untersuchten Komplexen auftritt. Das <sup>31</sup>P-NMR-Spektrum enthält <sup>183</sup>W-Satellitensignale.

Im IR-Spektrum sind die Bandenlagen und der Habitus der  $\tilde{\nu}_{\text{PF}}$ -Schwingungen von Interesse. **4** zeigt vier  $\tilde{\nu}_{\text{PF}}$ -Banden: 812 (m), 805 (s), 774 (m) und 762 (m) cm<sup>-1</sup>. Dies ist erstaunlich, da **3** normalerweise nur über jeweils eine symmetrische und antisymmetrische PF-Streckschwingung verfügt. In **4** ist offensichtlich die Symmetrie am Koordinationspolyeder soweit erniedrigt, daß zwei sich im Habitus spiegelbildlich zueinander verhaltende Paare von Streckschwingungsbanden auftreten. Die von der Oktaedersymmetrie abweichende räumliche Anordnung der Liganden im Koordinationspo-

lyeder wird durch die Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse bestätigt. Durch die Komplexierung werden die Banden von 820 bzw. 814 cm<sup>-1</sup> im freien Liganden<sup>14)</sup> deutlich langwellig verschoben. Dies muß auf die im Komplex verringerte p <sub>$\pi$</sub> (F)-d <sub>$\pi$</sub> (P)-Wechselwirkung zurückgeführt werden.

Weitere homogene Komplexe von Wolfram, Molybdän, Eisen, Ruthenium und Palladium mit **3** sowie gemischte Carbonyl-*t*BuPF<sub>2</sub>-Komplexe werden demnächst vorgestellt.

Wir danken dem *Fonds der Chemischen Industrie* für die Förderung dieser Arbeit.

## Experimenteller Teil

IR: Perkin-Elmer-IR-Spektrophotometer 577. - NMR: Bruker Physik WM 300; <sup>1</sup>H: 300.1, <sup>19</sup>F: 282.4, <sup>31</sup>P: 121.5 MHz, [D<sub>8</sub>]THF, TMS ext.; <sup>13</sup>C: 75.5 MHz, CHCl<sub>3</sub>, TMS ext., D<sub>2</sub>O ext. - MS: Finnigan MAT CH-5 mit Datensystem SS 200, DEC PDP 11/34. - Schmelzpunkte: Büchi-Schmelzpunktbestimmungsapparat nach Dr. Tottoli. - AAS: Varian Techtron AA 6.

*Hexakis(tert-butylidifluorphosphan)wolfram(0)* (**4**): Alle Arbeiten erfolgen unter N<sub>2</sub>. 3.50 g (9.95 mmol) sublimiertes W(CO)<sub>6</sub> werden in einem Quarzrohr mit Rückflußkühler mit 15 ml (120.1 mmol) *t*BuPF<sub>2</sub> (**3**) versetzt. Unter Rühren wird dieses Gemisch 72-120 h (je nach Leistung der Bestrahlungslampe) mit einer Quecksilberhochdrucklampe Q 600 (Fa. Quarzlampengesellschaft Hanau) bestrahlt. Dabei siedet **3** unter Rückfluß. Nach Abkondensieren des überschüssigen **3** wird das Rohprodukt sechsmal mit absol. CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> bei -78°C ausgerührt. Der farblose Rückstand wird i. Vak. bei Raumtemp. getrocknet. Ausb. 2.67 g (29%), Zers.-P. 160°C. - IR (Hexan, cm<sup>-1</sup>):  $\tilde{\nu}$  = 812 (m), 805 (s), 774 (m), 762 (m) ( $\nu_{\text{PF}}$ ); 596 (m) ( $\nu_{\text{PC}}$ ); 478 (s) ( $\delta_{\text{PF}}$ ). - MS (70 eV): *m/z* (bezogen auf <sup>184</sup>W) = 814 (M<sup>+</sup> - 3).

C<sub>24</sub>H<sub>54</sub>F<sub>12</sub>P<sub>6</sub>W (940.5) Ber. C 30.65 H 5.80 W 19.55  
Gef. C 31.45 H 5.97 W 19.90

**Kristallstrukturbestimmung von 4:** Die Kristalle (farblose, stark lichtbrechende, kompakte, einkristalline Säulen) wurden durch langsames Abkühlen einer bei Raumtemp. gesättigten Lösung von  $W(tBuPF_2)_6$  in Pentan erhalten.

Kristalldaten:  $C_{24}H_{54}F_{12}P_6W$ ; triklin, Raumgruppe  $P\bar{1}$ ,  $a = 1054.0(4)$ ,  $b = 1059.5(5)$ ,  $c = 3866.5(10)$  pm,  $\alpha = 83.86(3)$ ,  $\beta = 87.13(2)$ ,  $\gamma = 59.86(3)^\circ$ ;  $V = 3712.7 \cdot 10^6$  pm<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $\rho_{\text{rönt}} = 1.682$  Mg · m<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Mo-K}\alpha) = 3.61$  mm<sup>-1</sup>.

Ein würfelförmiger Kristall (0.25 × 0.28 × 0.30 mm) wurde auf einem rechnergesteuerten Vierkreis-Diffraktometer vermessen (CAD4 der Firma Nonius, Delft; Mo-K $\alpha$ ,  $\lambda = 71.069$  pm;  $T = 297$  K). Nach der Lorentz- und Polarisationskorrektur, einer anisotropen Zerfallskorrektur ( $1.000 \leq K \leq 1.209$ ) und einer empirischen Korrektur der Absorptionseffekte ( $\Psi$ -Scan,  $0.815 \leq A^* \leq 1.000$ ) standen 9704 unabhängige Reflexe ( $2\theta \leq 45^\circ$ ) für die Strukturlösung mit direkten Methoden zur Verfügung, von denen 6971 mit  $|I| \geq 3 \cdot \sigma(I)$  bei den Verfeinerungen berücksichtigt wurden (W, P anisotrop; F, C isotrop; H nicht gesucht). Das Strukturmodell konvergiert gegen  $R = 0.048$  und  $R_w = 0.065$  (Methode der kleinsten Quadrate, vollständige Matrix). Die Differenzelektronendichte ist weitgehend konturlos ( $|\Delta\rho| \leq 1.27 e \cdot \text{\AA}^{-3}$ ). Die Berechnungen wurden mit dem Programmsystem SDP durchgeführt<sup>15)</sup>.

- <sup>1)</sup> Th. Kruck, *Angew. Chem.* **79** (1967) 27; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **6** (1967) 53.
- <sup>2)</sup> J. F. Nixon, *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **13** (1970) 363.
- <sup>3)</sup> J. F. Nixon, *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **29** (1985) 41.
- <sup>4)</sup> M. Fild, R. Schmutzler, *J. Chem. Soc. A* **1970**, 2359.
- <sup>5)</sup> O. Stelzer, R. Schmutzler, *J. Chem. Soc. A* **1971**, 2867.
- <sup>6)</sup> O. Stelzer, E. Unger, *Chem. Ber.* **108** (1975) 1246.
- <sup>7)</sup> R. Bartsch, M. Hausard, O. Stelzer, *Chem. Ber.* **111** (1978) 1420.
- <sup>8)</sup> Weitere Daten zur Kristallstruktur und Tabellen mit den beobachteten und berechneten Strukturparametern sind beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter der Nr. CSD-53175 hinterlegt worden. Diese können von dort unter Angabe der Hinterlegungsnummer, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- <sup>9)</sup> R. Steudel, *Chemistry of the Non-Metals*, 1. Aufl., S. 122, W. de Gruyter & Co., Berlin 1976.
- <sup>10)</sup> F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, L. Brammer, A. G. Orpen, R. Taylor, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, **1987**, S1.
- <sup>11)</sup> H. Hansonis, *Dissertation*, Universität Köln, 1984.
- <sup>12)</sup> A. F. Berndt, R. E. Marsh, *Acta Crystallogr.* **16** (1962) 118.
- <sup>13)</sup> F. G. N. Cloke, P. J. Fyne, V. C. Gibson, M. L. H. Green, M. J. Ledoux, R. N. Perutz, A. Dix, A. Gourdon, K. Prout, *J. Organomet. Chem.* **277** (1984) 61.
- <sup>14)</sup> R. R. Holmes, M. Fild, *Spectrochim. Acta, Part A*, **27** (1971) 1525.
- <sup>15)</sup> B. Frenz, *The Enraf-Nonius CAD 4 SDP — a real-time system for concurrent X-ray data collection and crystal structure solution*, in *Computing in Crystallography* (H. Schenk, R. Olthof-Hazelkamp, H. van Koningsveld, G. Bassi, Eds.), S. 64, Delft University Press, Delft 1978.

[166/88]