

Synthese und Struktur des ersten Tellur-haltigen Borazin-Derivats und einer Tellur-haltigen Bor – Stickstoff-Spiro-Verbindung

Hans-Joachim Koch, Herbert W. Roesky*, Susanne Besser und Regine Herbst-Irmer

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen,
Tammannstraße 4, W-3400 Göttingen

Eingegangen am 13. August 1992

Key Words: Borazine derivatives, Te-containing / Boron – nitrogen compounds, spirocyclic, Te-containing

Synthesis and Structure of the First Tellurium-Containing Borazine Derivative and a Tellurium-Containing Boron – Nitrogen Spirocyclic Compound

We describe the synthesis of the first tellurium-containing borazine derivative $\text{MeN}[\text{PhBN}(\text{Me})]_2\text{TeCl}_2$ (**2**). Compound **2** has been prepared by the reaction of $\text{MeN}[\text{PhBN}(\text{Me})\text{SiMe}_3]_2$ and TeCl_4 . The spirocyclic compound $[\text{PhB}(\text{tBuN})_2]_2\text{Te}$ (**4**) has been

synthesized by the reaction of $\text{PhB}(\text{tBuN})_2$ (**3**) with TeCl_4 in a molar ratio of 2:1. The single-crystal X-ray structures of **2** and **4** are reported.

In jüngster Zeit ist die Chemie der Tellur – Stickstoff-Bindungen intensiv untersucht worden^[1–8]. Dabei wurden eine Reihe von Tellur – Stickstoff-Verbindungen isoliert und strukturell charakterisiert. Insgesamt kann man feststellen, daß nur wenige Tellur – Stickstoff-Heterocyklen bekannt sind^[2–4,8,9] und Bor-haltige Tellur – Stickstoff-Verbindungen bisher nicht existieren.

Deshalb haben wir unsere Arbeiten darauf konzentriert, diese Lücke zu schließen. Unser Interesse lag speziell darin, im substituierten Borazin-Gerüst formal ein Bor- gegen ein Tellur-Atom auszutauschen. Erst in jüngster Zeit ist uns der Austausch von zwei Bor- gegen zwei Titan-Atome im substituierten Borazin gelungen^[10]. Für diese Reaktion konnte der Mechanismus weitgehend geklärt werden.

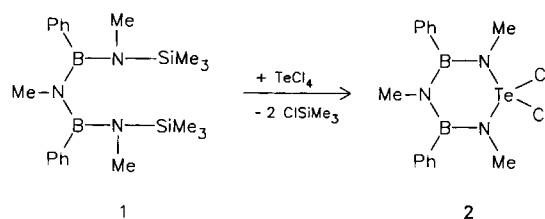
Generell erhoffen wir uns von den dargestellten metallhaltigen Borazin-Derivaten, daß man sie als Vorstufen in der Thermolyse bzw. im CVD-Verfahren einsetzen kann^[11]. Bei Verbindungen unseres Typs kann man annehmen, daß durch den Einbau von Metallatomen eine gewisse Leitfähigkeit im abgeschiedenen Substrat zu erwarten ist.

Im weiteren sollte untersucht werden, inwieweit eine vollständige Substitution der Chlor-Atome in Tellurtetrachlorid durch einen Bor – Stickstoff-haltigen Liganden möglich ist. Für diese Synthese bot sich das leicht zugängliche Lithiumsalz eines Bisaminoborans^[12] an. Bei Umsetzungen von lithiierten Aminen mit Tellurtetrachlorid beobachtet man^[7,8], daß Te^{IV} zu Te^{II} reduziert wird, wobei ein Teil des eingesetzten Amins zurückgewonnen werden kann.

Ergebnisse und Diskussion

Durch stöchiometrische Umsetzungen von Tellurtetrachlorid mit von Nöth et al.^[13] synthetisiertem Methyl(bis-{methyl(trimethylsilyl)amino}phenylboryl)amin (**1**) bei Raumtemperatur fiel ein weißgrauer Feststoff aus, der nach Extraktion mit Acetonitril als das Tellur-haltige Borazin-Derivat **2** identifiziert wurde.

Verbindung **2** ist ein farbloser kristalliner Feststoff, der in unpolaren Lösungsmitteln nur schlecht löslich ist. An der Luft ist **2** über längere Zeit stabil. Einkristalle, die zur Röntgenstrukturanalyse geeignet waren, erhielten wir aus der sich abkühlenden Extraktionslösung.



Mit Verbindung **2** ist uns die Synthese eines weiteren metallhaltigen Borazin-Derivats gelungen, bei dem im substituierten Borazin-Gerüst ein Bor- gegen ein Tellur-Atom ausgetauscht ist^[10]. Der sechsgliedrige Tellur – Stickstoff – Bor – Heterocyclus liegt in einer flachen Wannenform vor. In **2** ragen N(2) [18.7 pm] und Te(1) [53.1 pm] aus der Ebene, die durch die Atome N(1), B(1), N(3) und B(2) (mittlere Abweichung 2.4 pm) aufgespannt wird, heraus.

In Abb. 2 kann man erkennen, daß koordinative Tellur – Chlor-Wechselwirkungen [Te(1)··Cl(1a) 374.1 pm; Te(1)··Cl(2b) 354.0 pm] vorliegen, die eine gewinkelte Kettenstruktur der Moleküle im Kristall zur Folge haben. Überraschend ist, daß das Tellur-Atom durch die Tellur – Chlor-Koordination eine oktaedrische Umgebung annimmt, wobei für das freie Elektronenpaar am Tellur-Atom nur noch wenig Raum zur Verfügung steht.

Aufgrund der Tatsache, daß die Tellur – Stickstoff-Bindungslängen im Mittel nur 196.4 pm betragen und damit deutlich unter dem von Pauling^[14] berechneten Wert für Tellur – Stickstoff-Einfachbindungen (205 pm) liegen, ist ein Doppelbindungsanteil anzunehmen. Nennenswerte Unterschiede der Bor – Stickstoff-Bindungslängen von **1**^[10] im Vergleich zu **2** liegen nicht vor.

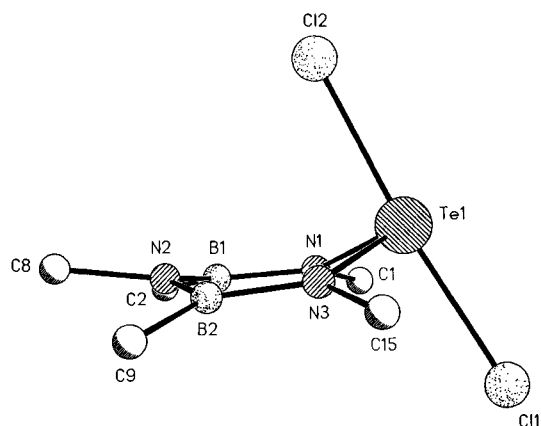


Abb. 1. Molekülstruktur von $\text{MeN}[\text{PhBN}(\text{Me})_2]\text{TeCl}_2$ (**2**) im Kristall; Seitenansicht mit jeweils nur dem ersten C-Atom; ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel [°]: $\text{Te}(1) - \text{N}(1)$ 195.7(3), $\text{N}(1) - \text{B}(1)$ 143.3(3), $\text{B}(1) - \text{N}(2)$ 143.2(4), $\text{N}(2) - \text{B}(2)$ 143.0(4), $\text{B}(2) - \text{N}(3)$ 143.0(3), $\text{N}(3) - \text{Te}(1)$ 197.1(2), $\text{Te}(1) - \text{Cl}(1)$ 253.1(1), $\text{Te}(1) - \text{Cl}(2)$ 251.6(1); $\text{Cl}(1) - \text{Te}(1) - \text{Cl}(2)$ 175.3(1), $\text{Cl}(2) - \text{Te}(1) - \text{N}(1)$ 90.6(1), $\text{Cl}(2) - \text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 91.7(1), $\text{Cl}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(1)$ 92.6(1), $\text{Cl}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 91.5(1), $\text{N}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 94.4(1), $\text{Te}(1) - \text{N}(1) - \text{B}(1)$ 122.1(2), $\text{Te}(1) - \text{N}(3) - \text{B}(2)$ 122.6(2), $\text{N}(1) - \text{B}(1) - \text{N}(2)$ 121.9(3), $\text{B}(1) - \text{N}(2) - \text{B}(2)$ 126.6(2), $\text{N}(2) - \text{B}(2) - \text{N}(3)$ 121.8(2)

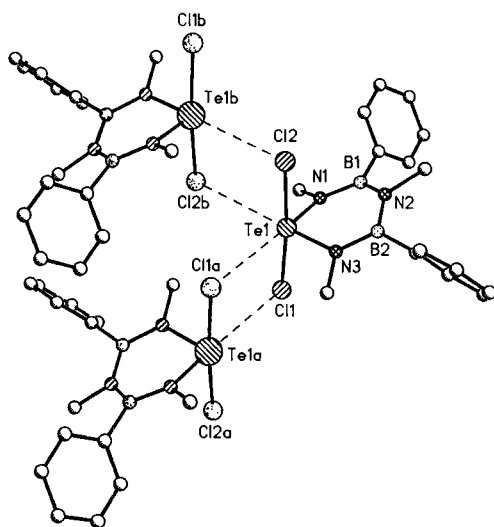
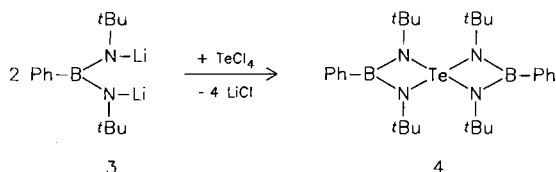


Abb. 2. Packungsplot von $\text{MeN}[\text{PhBN}(\text{Me})_2]\text{TeCl}_2$ (**2**) im Kristall

Verbindung **4** erhält man durch Umsetzung von Tellurtetrachlorid mit Bis[*tert*-butyl(lithio)amino]phenylboran (**3**)^[15] im Molverhältnis 1:2.



Verbindung **4** ist ein beigefarbener Feststoff, der bei 160°C schmilzt und sich bei 195°C unter Bildung von elementarem Tellur zersetzt. Aus einer gesättigten Hexan-Lö-

sung erhielten wir Kristalle, die für eine Röntgenstrukturanalyse geeignet waren.

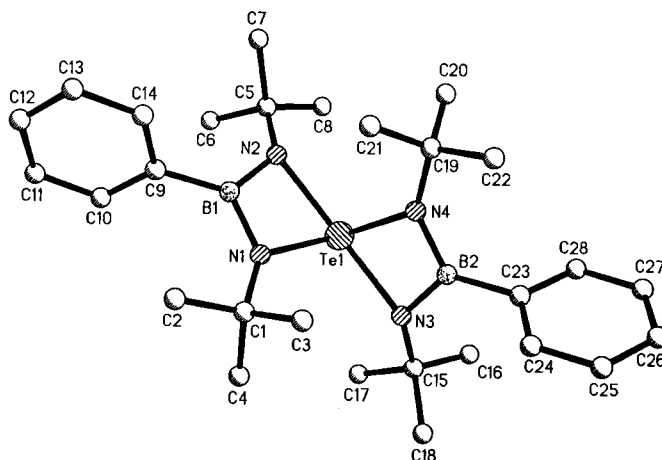


Abb. 3. Struktur von $[\text{PhB}(\text{tBuN})_2]\text{Te}$ (**4**) im Kristall; ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [°]: $\text{Te}(1) - \text{N}(1)$ 203.5(4), $\text{Te}(1) - \text{N}(2)$ 214.7(3), $\text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 214.7(3), $\text{Te}(1) - \text{N}(4)$ 203.7(4), $\text{N}(1) - \text{B}(1)$ 144.8(5), $\text{N}(2) - \text{B}(1)$ 141.1(7), $\text{N}(3) - \text{B}(2)$ 141.4(8), $\text{N}(4) - \text{B}(2)$ 144.8(5); $\text{N}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(2)$ 66.5(1), $\text{N}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 101.1(1), $\text{N}(2) - \text{Te}(1) - \text{N}(3)$ 161.2(1), $\text{N}(2) - \text{Te}(1) - \text{N}(4)$ 102.1(1), $\text{N}(1) - \text{Te}(1) - \text{N}(4)$ 105.8(2), $\text{N}(3) - \text{Te}(1) - \text{N}(4)$ 66.6(1), $\text{Te}(1) - \text{N}(1) - \text{B}(1)$ 94.7(3), $\text{Te}(1) - \text{N}(3) - \text{B}(2)$ 91.0(2), $\text{N}(1) - \text{B}(1) - \text{N}(2)$ 106.8(4), $\text{N}(3) - \text{B}(2) - \text{N}(4)$ 106.9(4), $\text{Te}(1) - \text{N}(2) - \text{B}(1)$ 91.1(2), $\text{Te}(1) - \text{N}(4) - \text{B}(2)$ 94.5(3)

Danach sind alle vier Chlor-Atome von Tellurtetrachlorid substituiert worden. Die mögliche Reduktion von Tellur(IV) zu Tellur(II) ist nicht eingetreten. Zu **4** analoge Spirocyclen mit anderen Metall-Atomen wie Germanium, Zinn und Titan, sind erst in jüngster Zeit veröffentlicht worden^[15]. Ein Vergleich der Bor–Stickstoff-Bindungslängen von **4** mit denen des Titanspirocyclus^[15] zeigt keine gravierenden Unterschiede. In **4** sind die Tellur–Stickstoff-Bindungen $\text{N}(1) - \text{Te}(1)$ [203.5(4) pm] und $\text{N}(4) - \text{Te}(1)$ [203.7(4) pm] im Durchschnitt um 3.2 pm kürzer als in $\text{Te}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ ^[7]. Jedoch sind die verbleibenden Tellur–Stickstoff-Bindungen länger [$\text{N}(2) - \text{Te}(1)$ 214.7(3) und $\text{N}(3) - \text{Te}(1)$ 214.7(3) pm] als die nach Pauling berechnete Einfachbindung (205 pm)^[14].

Die zwei Flächen, die durch die viergliedrigen Ringe aufgespannt werden, schließen einen Winkel von 71° ein. Die Winkelgröße <90° läßt sich damit erklären, daß das freie Elektronenpaar in **4** sterisch aktiv ist, wodurch eine verzerrt-pseudo-trigonal-bipyramidale Umgebung am Tellur-Atom entsteht. $\text{N}(2)$ und $\text{N}(3)$ stehen dabei in axialer und $\text{N}(1)$ und $\text{N}(4)$ in äquatorialer Position.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, dem Fonds der Chemischen Industrie und der Volkswagen-Stiftung für die Förderung dieser Arbeit.

Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen wurden unter N_2 als Schutzgas durchgeführt (Schlenk-Technik). Die verwendeten Lösungsmittel wurden sorgfältig getrocknet und unter N_2 destilliert. – IR: Bio-Rad Digilab FTS7, es werden nur die stärksten Banden angegeben. – ^1H -NMR: Bruker AM 250 (250.1 MHz). – ^{11}B -NMR: Bruker WP 80 SY (80.3 MHz). – MS: Varian MAT CH5 und Finnigan MAT 8230. –

Elementaranalysen: Mikroanalytisches Laboratorium des Instituts für Anorganische Chemie.

1,1-Dichlor-2,4,6-trimethyl-3,5-diphenyl-1 λ^4 -tellura-2,4,6-triaza-3,5-diboracyclohexan (2): Zu einer Lösung von 2.05 g (5.00 mmol) **1** in 30 ml Toluol tropft man bei Raumtemp. 1.35 g (5.00 mmol) Tellurtetrachlorid in 30 ml Toluol. Den dabei entstehenden Niederschlag filtriert man ab und extrahiert ihn mit Acetonitril (50 ml). Man erhält, nachdem man das Acetonitril i. Vak. entfernt hat, 1.70 g (72%) **2** vom Schmp. 180°C. – IR (KBr/Nujol): $\tilde{\nu}$ = 1598 cm⁻¹ st, 1494 st, 1463 sst, 1404 st, 1353 sst, 1337 sst, 1252 sst, 1171 st, 1123 st, 1065 st, 1030 st, 975 sst, 862 st, 840 st, 760 st, 701 sst, 675 st. – ¹H-NMR (CDCl₃/TMS): δ = 7.20 (m, 10H, Ph), 2.79 (s, 6H, Me), 2.47 (s, 3H, Me). – ¹¹B-NMR (CDCl₃/Et₂O · BF₃): δ = 31.0. – MS (EI): *m/z* (%) = 462 (1) [M⁺], 428 (100) [M⁺ – Cl].

C₁₅H₁₉B₂Cl₂N₃Te (461.5) Ber. C 39.0 H 4.2 N 9.1
Gef. C 39.2 H 4.3 N 9.0

2,2',4,4'-Tetra-tert-butyl-3,3'-diphenyl-1,1'-spirobi[1 λ^4 -tellura-2,4-diaza-3-boracyclobutan] (4): Man tropft zu einer Suspension aus 1.35 g (5.00 mmol) Tellurtetrachlorid in 30 ml *n*-Hexan eine Suspension aus 2.44 g (10.0 mmol) Bis[*tert*-butyl(lithio)amino]phenylboran^[13] in 30 ml *n*-Hexan bei Raumtemp. Die Lösung rührt man 6 h bei Raumtemp. und erhitzt dann 1 h unter Rückfluß. Anschließend dekantiert man die Lösung von entstandenem Lithiumchlorid und entfernt das Lösungsmittel i. Vak. Man erhält 1.28 g (43%) eines gelben Feststoffs vom Schmp. 160°C. – IR (KBr/Nujol): $\tilde{\nu}$ = 2900 cm⁻¹ st, 2850 sst, 1435 st, 1359 st, 1250 st, 1211 st, 706 st. – ¹H-NMR (CDCl₃/TMS): δ = 7.30 (m, 10H, Ph), 1.28 (s, 36H, *t*Bu). – ¹¹B-NMR (CDCl₃/Et₂O · BF₃): δ = 30.0. – MS (EI): *m/z* (%) = 588 (10) [M⁺], 345 (100) [PhB(*t*BuN)₂Te – Me].

C₂₈H₄₆B₂N₄Te (587.9) Ber. C 57.2 H 7.9 N 9.5
Gef. C 56.2 H 8.1 N 8.6

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **2**; $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	U(eq)
Te(1)	2681(1)	3952(1)	788(1)	46(1)
B(1)	1405(4)	1742(3)	2094(2)	48(1)
B(2)	2744(4)	3051(3)	3041(2)	46(1)
Cl(1)	6157(1)	2810(1)	-87(1)	82(1)
Cl(2)	-792(1)	5232(1)	1532(1)	58(1)
N(1)	2083(3)	2252(2)	1061(2)	54(1)
N(2)	1539(3)	2266(2)	2999(1)	50(1)
N(3)	3456(3)	3802(2)	2138(1)	50(1)
C(1)	2180(5)	1616(3)	113(2)	73(1)
C(2)	499(4)	574(3)	2204(2)	53(1)
C(3)	-1309(5)	839(3)	1975(3)	76(1)
C(4)	-2206(7)	-132(6)	2103(4)	113(3)
C(5)	-1274(10)	-1413(5)	2451(3)	117(3)
C(6)	555(10)	-1723(4)	2665(3)	116(3)
C(7)	1449(6)	-745(3)	2547(3)	81(2)
C(8)	449(4)	1850(3)	4019(2)	63(1)
C(9)	3356(3)	3108(2)	4088(2)	46(1)
C(10)	4696(4)	2003(3)	4489(2)	64(1)
C(11)	5274(5)	2022(3)	5407(2)	74(1)
C(12)	4482(5)	3147(3)	5950(2)	70(1)
C(13)	3141(5)	4272(3)	5568(2)	70(1)
C(14)	2627(4)	4244(3)	4642(2)	60(1)
C(15)	4848(4)	4519(3)	2124(2)	63(1)

Kristallstrukturanalyse von 2: Datensammlung erfolgte auf einem Stoe-Siemens-Huber-AED-Vierkreisdiffraktometer mit Graphit-monochromatisierter Mo-K α -Strahlung (λ = 71.073 pm). C₁₅H₁₉B₂Cl₂N₃Te (461.5); Raumgruppe $P\bar{1}$; a = 745.8(3), b =

1056.6(4), c = 1323.6(5) pm; α = 81.22(2), β = 76.53(3), γ = 70.00(2)°; V = 0.950 nm³; Z = 2, $D_{\text{ber.}}$ = 1.613 Mgm⁻³; μ = 1.85 mm⁻¹; Kristallgröße 0.5 \times 0.6 \times 0.9 mm; 5603 Reflexe bis $2\Theta_{\text{max}}$ = 65°, davon 5209 unabhängige, 4480 mit $F > 4\sigma(F)$ für die Verfeinerung verwendet^[16]; semiempirische Absorptionskorrektur; Strukturlösung mit Patterson- und Fourier-Methoden^[17]. Alle Nichtwasserstoff-Atome wurden anisotrop, die Wasserstoff-Atome geometrisch ideal positioniert ($C-H$ = 96 pm) und nach dem Reitermodell verfeinert. 208 Parameter wurden zu R = 0.026 und wR = 0.034 verfeinert; Wichtungsschema $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0001 F^2$. Tab. 1 enthält die Atomkoordinaten^[18].

Tab. 2. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **4**; $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	U(eq)
Te(1)	3503(1)	959(1)	5868(1)	46(1)
N(1)	4330(3)	1603(1)	6197(4)	52(2)
N(2)	5158(3)	1027(1)	7772(3)	48(1)
N(3)	1646(3)	1090(1)	4207(3)	52(1)
N(4)	1911(3)	994(1)	6415(3)	50(1)
B(1)	5426(5)	1478(2)	7438(5)	49(2)
B(2)	931(5)	1028(2)	5045(5)	50(2)
C(1)	3830(5)	2051(2)	5511(5)	63(2)
C(2)	4736(6)	2447(2)	6268(7)	94(3)
C(3)	2466(5)	2161(2)	5484(8)	107(4)
C(4)	3804(9)	2044(2)	4118(6)	139(5)
C(5)	6089(5)	656(2)	8535(5)	61(2)
C(6)	7374(5)	668(2)	8314(7)	98(3)
C(7)	6412(7)	716(2)	10028(5)	98(3)
C(8)	5442(5)	186(2)	8098(6)	85(3)
C(9)	6678(4)	1776(2)	8272(5)	55(2)
C(10)	7709(5)	1884(2)	7853(6)	71(2)
C(11)	8809(5)	2140(2)	8665(7)	87(3)
C(12)	8878(7)	2305(2)	9889(8)	96(3)
C(13)	7908(6)	2203(2)	10325(7)	91(3)
C(14)	6818(5)	1943(2)	9523(6)	74(3)
C(15)	1295(5)	944(2)	2794(4)	64(2)
C(16)	574(7)	485(2)	2498(6)	107(4)
C(17)	2549(6)	885(3)	2502(5)	99(3)
C(18)	426(6)	1312(3)	1850(5)	107(3)
C(19)	1828(5)	1023(2)	7752(4)	59(2)
C(20)	2228(9)	569(3)	8460(7)	137(5)
C(21)	2710(7)	1399(3)	8598(6)	116(4)
C(22)	452(7)	1126(3)	7616(7)	154(5)
C(23)	-636(4)	1010(2)	4574(5)	59(2)
C(24)	-1392(6)	1402(2)	4060(6)	86(3)
C(25)	-2777(8)	1395(4)	3644(8)	131(5)
C(26)	-3401(7)	997(4)	3739(10)	148(6)
C(27)	-2683(8)	608(3)	4209(8)	126(5)
C(28)	-1318(6)	610(2)	4632(6)	85(3)

Kristallstrukturanalyse von 4: Datensammlung erfolgte auf einem Stoe-Siemens-AED2-Vierkreisdiffraktometer mit Graphit-monochromatisierter Mo-K α -Strahlung (λ = 71.073 pm). C₂₈H₄₆B₂N₄Te (587.9); Raumgruppe $P2_1/c$; a = 1087.0(3), b = 2888.6(7), c = 1077.8(2); β = 122.93(2)°; V = 3.117 nm³; Z = 4; $D_{\text{ber.}}$ = 1.253 Mgm⁻³; μ = 0.98 mm⁻¹; Kristallgröße 0.5 \times 0.6 \times 0.8 mm; 10053 vermessene Reflexe bis $2\Theta_{\text{max}}$ = 60°, davon 8881 symmetrieunabhängige, 5036 mit $F > 4\sigma(F)$ zur Verfeinerung verwendet^[16]; semiempirische Absorptionskorrektur; Strukturlösung mit Patterson- und Fourier-Methoden^[17]. Alle Nichtwasserstoff-Atome wurden anisotrop, die Wasserstoff-Atome geometrisch ideal positioniert ($C-H$ = 96 pm) und nach dem Reitermodell verfeinert. 316 Parameter wurden zu R = 0.058 und wR = 0.044 verfeinert; Wichtungsschema $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0001 F^2$. Tab. 2 enthält die Atomkoordinaten^[18].

- [1] G. Kirsch, L. Christiaens in *Chemistry of Selenium and Tellurium Compounds* (Hrsg.: S. Patai), Bd. 2, Wiley, New York, 1987, Kap. 11, S. 421–461.
- [2] K. V. Katti, U. Seseke, H. W. Roesky, *Inorg. Chem.* **1987**, *26*, 814–816.
- [3] H. W. Roesky, J. Münzenberg, M. Noltemeyer, *Angew. Chem.* **1990**, *102*, 73–74; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1990**, *29*, 61–62.
- [4] J. Münzenberg, M. Noltemeyer, H. W. Roesky, *Chem. Ber.* **1989**, *122*, 1915–1916.
- [5] H. Hartl, P. Huppmann, D. Lentz, K. Seppelt, *Inorg. Chem.* **1983**, 2183–2187.
- [6] M. Björgvinsson, T. Heinze, H. W. Roesky, F. Pauer, D. Stalke, G. M. Sheldrick, *Angew. Chem.* **1991**, *103*, 1671–1672; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1991**, *30*, 1677–1678.
- [7] M. Björgvinsson, H. W. Roesky, F. Pauer, D. Stalke, G. M. Sheldrick, *Inorg. Chem.* **1990**, *29*, 5140–5143.
- [8] M. Björgvinsson, H. W. Roesky, *Polyhedron* **1991**, *10*, 2253–2270.
- [9] V. Bertini, F. Lucchesini, *Synthesis* **1982**, 681–683; R. Neidlein, D. Knecht, *Z. Naturforsch., B.: Chem. Sci.* **1987**, *42*, 84–90; A. V. Zibarar, G. G. Gurin, G. G. Yakobson, *Bull. Acad. Sci. USSR, Div. Chem. Sci. (Engl. Transl.)* **1985**, *34*, 2571–2576.
- [10] H.-J. Koch, H. W. Roesky, R. Bohra, M. Noltemeyer, H.-G. Schmidt, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 612–613; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, *31*, 598–599.
- [11] K. J. L. Paciorek, S. R. Masuda, R. H. Kratzer, W. R. Schmidt, *Chem. Mater.* **1991**, *3*, 88–91; R. R. Rye, D. R. Tallant, T. T. Borek, D. A. Lindquist, R. T. Paine, *Chem. Mater.* **1991**, *3*, 286–293; S. Hirano, A. Fujii, T. Yogo, S. Naka, *J. Am. Ceram. Soc.* **1990**, *73*, 2238–2241; C. K. Narula, D. A. Lindquist, M. M. Fan, T. T. Borek, E. N. Duesler, A. K. Datye, R. Schaeffer, R. T. Paine, *Chem. Mater.* **1990**, *2*, 377–384.
- [12] J. E. Bruch, W. Gerrard, E. F. Mooney, *J. Chem. Soc.* **1962**, 2200–2203.
- [13] H. Nöth, M. J. Sprangue, *J. Organomet. Chem.* **1970**, *22*, 11–22.
- [14] L. Pauling, *Die Natur der chemischen Bindung*, 3. Aufl., Verlag Chemie GmbH, Weinheim, **1969**.
- [15] D. Fest, C. D. Habben, A. Meller, G. M. Sheldrick, *Chem. Ber.* **1990**, *123*, 703–706.
- [16] G. M. Sheldrick, *XLS, erweiterte Version des Strukturverfeinerungsprogramms SHELX-76*, Universität Cambridge, **1976**.
- [17] G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A: Found. Crystallogr.* **1990**, *46*, 467.
- [18] Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturanalysen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56567, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[321/92]