



können wir in den  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren kein Signal finden. Das hat seine Parallele in den  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren von  $\text{TiC}_5\text{H}_2(\text{SiMe}_3)_3$ <sup>[13]</sup>,  $\text{TiC}_5\text{Me}_4(\text{SiMe}_2\text{Ph})$ <sup>[8]</sup> und  $\text{TiC}_5\text{Me}_4(\text{SiMe}_2\text{CH}_2\text{Ph})$ <sup>[8]</sup>, wo das Signal für die direkt mit dem Si-Atom verbundenen Cyclopentadienyl-Kohlenstoffatome fehlt. In den NMR-Spektren von **2** sind auch keine Signalaufspaltungen von HTI- oder CTI-Kopplungen zu beobachten, wofür wir keine Erklärung geben können.

### Röntgenstrukturanalyse

Die Struktur von **2** im Festkörper wurde durch eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse ermittelt. Abb. 1 zeigt das Molekül zusammen mit der Numerierung der Atome als ORTEP-Zeichnung<sup>[15]</sup>, Abb. 2 vier Moleküle einer Elementarzelle. Zwei Thalliumatome stehen sich, durch ein Inversionszentrum verknüpft, unmittelbar gegenüber. Strukturell verwandt mit **2** ist die Parallelepiped-Modifikation des (Pentabenzylcyclopentadienyl)thalliums(I)<sup>[10]</sup>, in der ebenfalls zwei Thalliumatome über ein Inversionszentrum miteinander verknüpft sind. Liegt in letzterer jedoch eine  $\text{Tl(I)}-\text{Tl(I)}$ -Bindung<sup>[11]</sup> vor [ $d(\text{Tl}-\text{Tl}) = 363.2 \text{ pm}$ ], so ist in **2** eine Wechselwirkung der Thalliumatome aufgrund des großen Abstandes [ $d(\text{Tl}\cdots\text{Tl}) = 576.8 \text{ pm}$ ] ausgeschlossen. Weitere signifikante Wechselwirkungen, wie die sich anbietende Koordination des Phosphors aus dem gleichen oder einem Nachbarmolekül, die zu einer Stabilisierung des  $\text{Tl}^+$ -Ions führen könnten, sind nicht festzustellen. Der kürzeste  $\text{Tl}\cdots\text{P}$ -Abstand innerhalb einer Elementarzelle beträgt  $361.9 \text{ pm}$  und ist damit nur  $14 \text{ pm}$  kleiner als der van-der-

Waals-Abstand [ $r_w(\text{Tl}-\text{P}) = 376 \text{ pm}$ ]<sup>[16]</sup>. Die kürzesten, bisher in phenylierten Cyclopentadienylthallium-Derivaten gefundenen Kontakte  $\text{Tl}\cdots\text{C}(\text{Phenyl})$  betragen  $349.5$  und  $341.0 \text{ pm}$  in  $\text{TiC}_5(\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5)_5$  (Parallelepiped),  $342.6$ ,  $338.2$ ,  $389.3$  und  $370.2 \text{ pm}$  in  $\text{TiC}_5(\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5)_5$  (Nadel),  $390.3$  und  $414.6 \text{ pm}$  in  $\text{TiC}_5\text{Me}_4(\text{SiMe}_2\text{Ph})$  sowie  $341.4$ ,  $356.0$  und  $371.0 \text{ pm}$  in **2**. Sie liegen damit im Bereich des  $\text{Tl}\cdots\text{C}$ -van-der-Waals-Abstandes [ $r_w(\text{Tl}-\text{C}) = 366 \text{ pm}$ ] und können keinen bedeutenden Beitrag zur Absättigung des  $\text{Tl}^+$ -Ions leisten. Der Abstand des Metall-Ions zum Cyclopentadienylring ist mit  $250.7 \text{ pm}$  ungewöhnlich kurz und wird nur von dem in beiden Modifikationen des (Pentabenzylcyclopentadienyl)thalliums ( $249.0$  bzw.  $249.4 \text{ pm}$ ) unterboten. **2** ist somit unter die Cyclopentadienylthallium(I)-Verbindungen mit großem kovalenten Anteil an der Thallium-Kohlenstoffbindung einzuordnen.

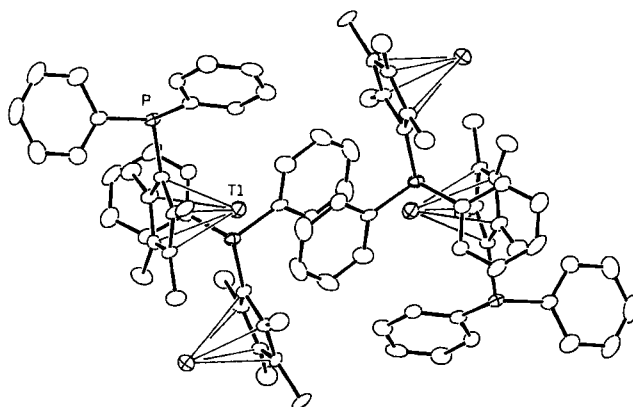


Abb. 2. Anordnung von vier Molekülen von **2** in einer Elementarzelle

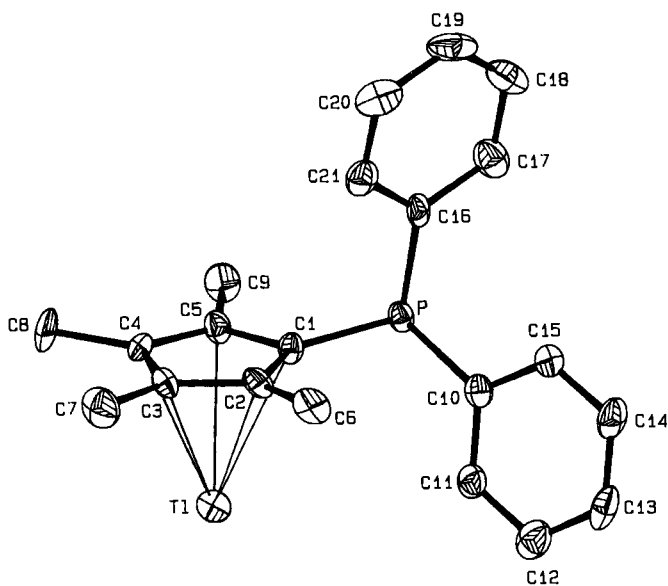


Abb. 1. ORTEP-Projektion von **2**. Ellipsoide repräsentieren 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [°] mit Standardabweichungen in Klammern:  $\text{Tl}-\text{C}1$   $278.1(7)$ ,  $\text{P}-\text{C}16$   $183.1(8)$ ,  $\text{Tl}-\text{C}2$   $285.8(7)$ ,  $\text{Tl}\cdots\text{C}19$ <sup>[a]</sup>  $341.4$ ,  $\text{Tl}-\text{C}3$   $280.9(7)$ ,  $\text{Tl}\cdots\text{C}20$ <sup>[a]</sup>  $356.0$ ,  $\text{Tl}-\text{C}4$   $274.2(7)$ ,  $\text{Tl}\cdots\text{C}18$ <sup>[a]</sup>  $371.5$ ,  $\text{Tl}-\text{C}5$   $270.9(7)$ ,  $\text{Tl}\cdots\text{P}$ <sup>[b]</sup>  $316.9$ ,  $\text{P}-\text{C}1$   $179.6(6)$ ,  $\text{Tl}\cdots\text{Ti}$ <sup>[c]</sup>  $576.8$ ,  $\text{P}-\text{C}10$   $183.6(7)$ ,  $\text{Tl}-\text{Cp}$ <sup>[d]</sup>  $250.7(4)$ ;  $\text{C}1-\text{P}-\text{C}10$   $107.3(3)$ ,  $\text{C}2-\text{C}1-\text{P}-\text{C}16$   $-94.9(6)$ <sup>[e]</sup>,  $\text{C}1-\text{P}-\text{C}16$   $103.5(3)$ ,  $\text{C}10-\text{P}-\text{C}16$   $102.5(3)$ . Symmetrieeoperationen: <sup>[a]</sup>  $x, -0.5 - y, 0.5 + z$ , <sup>[b]</sup>  $-x, 0.5 + y, -0.5 - z$ , <sup>[c]</sup>  $-x, -y, -z$ , <sup>[d]</sup> Schwerpunkt des Fünfringes:  $\text{C}1-\text{C}2-\text{C}3-\text{C}4-\text{C}5$ . <sup>[e]</sup> Torsionswinkel

Daß **2** nicht in polymeren Ketten, sondern in Form klar getrennter Monomerer kristallisiert, liegt demnach weniger an elektronischen als an sterischen Effekten. Abb. 1 zeigt, daß eine der beiden Phenylgruppen (hier die aus  $\text{C}16-\text{C}17-\text{C}18-\text{C}19-\text{C}20-\text{C}21$ ) fast senkrecht aus der Ebene des Cyclopentadienylrings nach oben herausragt. Der Interplanarwinkel  $\text{C}5-\text{C}1-\text{P}-\text{C}16$  beträgt  $94.9(6)^\circ$ . Durch die Spacer-Wirkung dieser Phenylgruppe wird die Polymerisation über die Rückseite des Cyclopentadienyl-Ringes verhindert. Die Röntgenstrukturanalyse des isomorphen Indium-Derivates **3**<sup>[17]</sup> bestätigt das. Wie die in Tab. 1 einander gegenüber gestellten entscheidenden Bindungsparameter zeigen, sind alle  $\text{In}-\text{C}$ -Bindungen und auch der  $\text{In}\cdots\text{P}$ -Abstand um  $8$  bis  $10 \text{ pm}$  kürzer als die entsprechenden Werte in **2**, was exakt der Differenz der Kovalenzradien von Indium ( $132 \text{ pm}$ ) und Thallium ( $140 \text{ pm}$ ) von  $8 \text{ pm}$  entspricht. Konsequenterweise nimmt dann auch der Metall-Metall-Abstand beim Übergang von **2** nach **3** um  $17.4 \text{ pm}$  zu. Die Kristallstrukturen von **2** und **3** sind demnach als dichteste van-der-Waals-Packungen des (Diphenylphosphanyl)tetramethylcyclopentadienyl-Anions aufzufassen, in die dann das jeweilige Metallkation eingebaut wird, ohne seinerseits die Anordnung des Ligandensystems wesentlich zu beeinflussen.

Tab. 1. Abstände [pm] in **2** und **3**

Tl - Cp <sub>M</sub> <sup>[a]</sup>	278.0	In - Cp <sub>M</sub>	269.4
Tl - Cp <sub>B</sub> <sup>[b]</sup>	250.7	In - Cp <sub>B</sub>	240.7
Tl...Tl <sup>[c]</sup>	576.8	In...In	594.2
Tl...P <sup>[d]</sup>	361.9	In...P	370.8

<sup>[a]</sup> Mittlerer Metall-Kohlenstoff-Abstand. — <sup>[b]</sup> Abstand zum Schwerpunkt. — <sup>[c]</sup> Symmetrieoperation — x, — y, — z. — <sup>[d]</sup> Symmetrieoperation — x, 0.5 + y, — 0.5 — z.

Wir danken dem *Fonds der Chemischen Industrie*, der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* (Sonderforschungsbereich 335, „Anisotrope Fluide“, Teilprojekt C1) und dem *Bundesministerium für Bildung und Wissenschaft* (Graduiertenkolleg „Synthese und Strukturklärung niedermolekularer Verbindungen“) für finanzielle Unterstützung dieser Arbeit.

### Experimenteller Teil

Sämtliche Arbeiten wurden unter striktem Luftausschluß unter Argon mittels Schlenk-Techniken durchgeführt. Die Lösemittel wurden mit Na/K-Benzophenon getrocknet und vor dem Gebrauch frisch destilliert. — NMR: Abgeschmolzene 5-mm-Röhrchen. <sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C- und <sup>31</sup>P-NMR: Bruker WP80 SY (80 bzw. 36.43 MHz) und Bruker WH270 (270 bzw. 67.9 MHz). Die Kalibrierung der H-Spektren erfolgte durch die Lage der Restprotonen im deuterierten Lösemittel: (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, δ = 7.15) bzw. (C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O, δ = 3.58 und 1.73). — MS: Varian MAT 311A (Elektronenstoßionisation, 70 eV). — C,H-Analysen: Perkin-Elmer-240C-CHN-Elemental-Analyser. — Tetramethylcyclopentadienyl<sup>[18]</sup> und Indium(I)-chlorid<sup>[19]</sup> wurden nach bekannten Verfahren dargestellt.

*1-(Diphenylphosphanyl)-2,3,4,5-tetramethylcyclopentadien* (**1**): In einem 250-ml-Schlenkkolben wird eine Lösung von 5.19 g (42.4 mmol) Tetramethylcyclopentadien in 80 ml THF auf 0°C abgekühlt. Dann werden 26.5 ml (42.4 mmol) *n*-Butyllithium (1.6 M in Hexan, Merck) zugetropft, und es wird ca. 12 h bei Raumtemp. gerührt. Die dicke, weiße Suspension von Tetramethylcyclopentadienyllithium wird dann auf -78°C abgekühlt und tropfenweise mit 7.8 ml (42.1 mmol) frisch destilliertem Chlordiphenylphosphan (Aldrich) versetzt. Nach Aufwärmen auf Raumtemp. versieht man den Kolben mit einem Rückflußkühler und erwärmt 5 h auf 40°C. Man entfernt das Lösemittel i. Vak., nimmt den Rückstand in Pentan auf und dekantiert vom ausgefallenen LiCl. Nach anschließendem Abdampfen des Lösemittels bleibt **1** als gelbliches Öl zurück. Dessen Massen- und <sup>1</sup>H-NMR-Spektren zeigen, daß die Substanz für weitere Umsetzungen hinreichend sauber ist. Reinigungsoperationen, wie Kristallisieren aus Pentan bei tiefen Temperaturen oder Destillation des Rohproduktes i. Vak. blieben erfolglos. Ausb. 10.0 g (77%). — <sup>1</sup>H-NMR (80 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 1.54 (s, 6H, CH<sub>3</sub>), 1.79 (s, 6H, CH<sub>3</sub>), 3.67 (br, 1H, CHP), 7.02–7.14 (m, 10H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). — <sup>31</sup>P-NMR (36.43 MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = -18.2. — MS (70 eV, 60°C), *m/z* (%): 306 (48.6) [M]<sup>+</sup>, 291 (7.7) [M - CH<sub>3</sub>]<sup>+</sup>, 229 (9.6) [M - C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>]<sup>+</sup>, 201 (19.2), 185 (25.3) [P(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 183 (43.0), 120 (100) [C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>]<sup>+</sup>.

*(Diphenylphosphanyl)(tetramethylcyclopentadienyl)thallium(I)* (**2**): Zu einer Lösung von 2.36 g (7.7 mmol) **1** in 30 ml Diethylether tropft man unter Rühren 1.91 g (0.64 ml, 7.7 mmol) Thalliummethylat. Nach 12stdg. Rühren bei Raumtemp. entfernt man das Lösemittel i. Vak. und nimmt den Rückstand in THF auf. Beim Abkühlen einer gesättigten Lösung von **2** in THF fallen bei -18°C gelbe Kristalle aus. Ausb. 3.2 g (82%). — <sup>1</sup>H-NMR (270 MHz, C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O): δ = 2.06

[s, 6H, C<sub>5</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 2.09 [s, 6H, C<sub>5</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 7.15–7.25 (m, 6H, *m/p*-Phenyl-H), 7.39–7.45 (m, 4H, *o*-Phenyl-H). — <sup>13</sup>C-NMR (67.9 MHz, C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O): δ = 10.81 (CH<sub>3</sub>), 12.20 (CH<sub>3</sub>), 119.40 (d, <sup>2</sup>J = 10.93 Hz, C<sub>5</sub>Me<sub>4</sub>P), 124.48 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, C<sub>5</sub>Me<sub>4</sub>P), 127.44 (s, *p*-Phenyl-C), 128.43 (d, <sup>3</sup>J = 6.11 Hz, *m*-Phenyl-C), 133.63 (d, <sup>2</sup>J = 19.1 Hz, *o*-Phenyl-C), 142.28 (d, <sup>1</sup>J = 11.68 Hz, Ph-C-P). — <sup>31</sup>P-NMR (36.43 MHz, C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O): δ = -21.4. — MS (70 eV, 150°C), *m/z* (%): 510 (33.2) [M]<sup>+</sup>, 305 (100) [M - Tl]<sup>+</sup>, 229 (7.3) [M - Tl - C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>]<sup>+</sup>, 205 (69.0) [<sup>205</sup>Tl]<sup>+</sup>, 203 (29.4) [<sup>203</sup>Tl]<sup>+</sup>.

C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>PTl (509.8) Ber. C 49.48 H 4.35 Gef. C 48.65 H 4.21

*(Diphenylphosphanyl)(tetramethylcyclopentadienyl)indium(I)* (**3**): In einem Schlenkkolben werden 0.7 g (1.37 mmol) **2** in 20 ml Diethylether vorgelegt. Man gibt 0.2 g (1.37 mmol) InCl-Pulver zu und rührt 48 h bei Raumtemp. unter Lichtausschluß. Die hellgelbe Lösung wird vom unlöslichen Rückstand dekantiert und eingengt. Bei -30°C fallen hellgelbe, sehr luftempfindliche Kristalle aus, die sich oberhalb 70°C zersetzen. Ausb. 0.35 g (60%). — <sup>1</sup>H-NMR (270 MHz, C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O): δ = 1.92 [s, 6H, C<sub>5</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 2.04 [s, 6H, C<sub>5</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], 7.14–7.38 (m, 10H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). — <sup>13</sup>C-NMR (67.9 MHz, C<sub>4</sub>D<sub>8</sub>O): δ = 10.98 (CH<sub>3</sub>), 13.98 (CH<sub>3</sub>), 118.97 (d, <sup>3</sup>J = 5.43 Hz, C<sub>5</sub>Me<sub>4</sub>P), 123.30 (d, <sup>2</sup>J = 14.66 Hz, C<sub>5</sub>Me<sub>4</sub>P), 127.83 (s, *p*-Phenyl-C), 128.30 (d, <sup>3</sup>J = 6.18 Hz, *m*-Phenyl-C), 133.81 (d, <sup>2</sup>J = 19.69 Hz, *o*-Phenyl-C), 140.92 (d, <sup>1</sup>J = 11.07 Hz, Ph-C-P). — MS (70 eV, 25°C), *m/z* (%): 420 (10.7) [M]<sup>+</sup>, 306 (74.3) [M - In]<sup>+</sup>, 229 (9.0) [M - In - C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>]<sup>+</sup>, 120 (100) [C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>]<sup>+</sup>.

C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>InP (420.2) Ber. C 60.03 H 5.28 Gef. C 60.53 H 5.70

*Röntgenstrukturanalyse von 2*<sup>[20]</sup>: Die kristallographischen Daten, Angaben zur Strukturbestimmung und Verfeinerung sind in Tab. 2 aufgeführt. Ein gelber Einkristall wurde bei tiefer Temp. mit Hilfe einer Apparatur nach Veith und Bärnighausen<sup>[21]</sup> auf einen Glasfaden geklebt. Die Gittermetrik wurde durch Kleinste-Quadrat-Anpassung aller Winkel von 25 Reflexen im Bereich 18 ≤ 2θ ≤ 20 bestimmt. Intensitätskontrollreflexe wurden alle 7200 s und Orientierungskontrollreflexe nach je 200 Reflexen gemessen. Die Fluktuation der Intensitätskontrollreflexe betrug 0.3%. Die Daten wurden einer Lorentz-, Polarisations- und semiempirischen Absorptionskorrektur (Ψ-Scan-Methode, max. und min. Transmission

Tab. 2. Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung von **2**. Standardabweichungen sind in Klammern angegeben

Summenformel C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>PTl; Molmasse 509.76 g/mol; Gitterkonstanten a = 1162.2(4), b = 1057.7(6), c = 1508.7(16) pm, β = 100.48(6)°; Zellvolumen V = 1825·10<sup>-30</sup> m<sup>3</sup>; Z = 4; d<sub>ber</sub> = 1.86 g/cm<sup>3</sup>; Kristallsystem monoklin, Raumgruppe P2<sub>1</sub>/c (No.14), Meßgerät Vierkreisdiffraktometer, Enraf-Nonius CAD-4; Strahlung MoK<sub>α</sub>, λ=71.069 pm; Graphitmonochromator; Kristallgröße 0.40 x 0.33 x 0.21 mm; Meßtemperatur 140(5) K; Linearer Absorptionskoeffizient 90.2 cm; F(000) = 976; Abtastmodus ω-2θ; Meßbereich 1 ≤ 2θ ≤ 44°; Sphäre 0 ≤ h ≤ 12, 0 ≤ k ≤ 11, -16 ≤ l ≤ 16; max. Abtastzeit 45 s; Abtastwinkel (0.8+0.35tanθ)°; Apertur 2.00 mm; Zahl unabhängiger Reflexe 3203; Zahl der beobachteten Reflexe mit I ≤ 3σ(I) 2420; Fluktuation der Kontrollreflexe max. 0.3%, keine Zerfallskorrektur; Semiempirische Absorptionskorrektur (Ψ-Scans), min. 0.6400, max. 0.9996, empirische Absorptionskorrektur (DIFABS), min. 0.720, max. 1.361, Extinktionskoeffizient (verfeinert) 6.6(15)·10<sup>-8</sup>; B<sub>iso</sub>(H) = 1.3·B<sub>iso</sub>(C); max. shift/error (δ/σ) < 0.001; Restelektronendichte max. 0.97, min. -0.93 eÅ<sup>-3</sup>; Anzahl der verfeinerten Parameter 209; R = Σ||F<sub>o</sub>| - |F<sub>c</sub>||/Σ|F<sub>o</sub>| = 0.031; R<sub>w</sub> = [Σw(|F<sub>o</sub>| - |F<sub>c</sub>||)<sup>2</sup>/Σw(F<sub>o</sub>)<sup>2</sup>]<sup>0.5</sup> = 0.044; Gewichtung w = σ<sup>-2</sup>(F<sub>o</sub>) = 4·F<sub>o</sub><sup>2</sup>·σ<sup>-2</sup>(F<sub>o</sub><sup>2</sup>) mit σ(F<sub>o</sub><sup>2</sup>) = (σ<sup>2</sup>(I) + (pF<sub>o</sub>)<sup>2</sup>)<sup>0.5</sup>, p = 0.07

Tab. 3. Atompositionen und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren [ $\text{\AA}^2$ ] in  $[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{PC}_5\text{Me}_4]\text{Ti}$  (**2**) mit Standardabweichungen in Klammern.  $B_{\text{eq}} = (4/3)\{a^2B_{11} + b^2B_{22} + c^2B_{33} + abB_{12}\cos\gamma + acB_{13}\cos\beta + bcB_{23}\cos\alpha\}$

Atom	x/a	y/b	z/c	$B_{\text{eq}}$
Ti	0.10552(2)	-0.07778(2)	-0.15007(2)	2.12
P	0.1623(2)	-0.4031(2)	-0.2755(1)	1.52
C1	0.1834(5)	-0.2348(6)	-0.2747(4)	1.5
C2	0.2856(6)	-0.1599(6)	-0.2430(5)	1.7
C3	0.2581(6)	-0.0346(6)	-0.2715(5)	1.6
C4	0.1423(6)	-0.0322(6)	-0.3216(5)	1.7
C5	0.0958(6)	-0.1550(6)	-0.3225(5)	1.8
C6	0.4032(6)	-0.2056(7)	-0.1967(5)	2.1
C7	0.3394(8)	0.0772(6)	-0.2595(6)	2.9
C8	0.0842(8)	0.0821(6)	-0.3691(6)	3.0
C9	0.0211(7)	-0.1979(7)	-0.3727(5)	2.5
C10	0.2579(6)	-0.4670(6)	-0.1752(5)	1.7
C11	0.2424(6)	-0.4243(6)	-0.0906(5)	2.0
C12	0.3026(7)	-0.4775(7)	-0.0124(6)	2.7
C13	0.3792(7)	-0.5759(6)	-0.0176(6)	2.5
C14	0.3976(7)	-0.6192(7)	-0.1007(5)	2.5
C15	0.3360(7)	-0.5636(6)	-0.1783(5)	2.2
C16	0.2344(6)	-0.4571(6)	-0.3670(5)	1.6
C17	0.2125(7)	-0.5818(6)	-0.3979(6)	2.6
C18	0.2646(7)	-0.6270(8)	-0.4681(5)	2.8
C19	0.3374(8)	-0.5508(8)	-0.5070(5)	3.2
C20	0.3583(7)	-0.4261(8)	-0.4768(6)	3.1
C21	0.3060(6)	-0.3798(7)	-0.4083(5)	2.2

99.93 und 40.96%) und einer empirischen Absorptionskorrektur (DIFABS)<sup>[22]</sup> (min./max. Absorptionsfaktor 0.720, 1.361) unterzogen. Die Lösung der Struktur erfolgte mit Patterson- und Differenz-Fourier-Methoden. Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden dem Modell auf idealen Plätzen [ $d(\text{C}-\text{H}) = 95 \text{ pm}$ ]<sup>[23]</sup> hinzugefügt und gingen in die Strukturfaktorberechnung mit einem isotropen Temperaturfaktor ein, der sich aus dem 1.3fachen des isotropen Temperaturfaktors des gebundenen C-Atoms berechnet. Die Verfeinerung der Struktur erfolgte durch Full-Matrix-Least-Squares-Optimierung der berech-

neten Strukturamplituden mit 209 Parametern. Alle Berechnungen wurden auf einem Rechner MicroVax II unter Verwendung des SDP-Programmpaketes<sup>[24]</sup> durchgeführt.

- [1] H. Meister, *Angew. Chem.* **1957**, *69*, 533.  
 [2] E. Frasson, F. Menegus, C. Panattoni, *Nature (London)* **1963**, *199*, 1087–1089.  
 [3] J. F. Berar, G. Calvarin, C. Pommier, D. Weigel, *J. Appl. Crystallogr.* **1975**, *8*, 386–387.  
 [4] S. Harvey, C. L. Raston, B. W. Skelton, A. H. White, M. F. Lappert, G. Srivastava, *J. Organomet. Chem.* **1987**, *328*, C1–C6.  
 [5] M. B. Freeman, L. G. Sneddon, J. C. Huffman, *J. Am. Chem. Soc.* **1977**, *99*, 5194–5196.  
 [6] H. Schumann, A. Kucht, H. Kucht, F. H. Görlitz, A. Dietrich, *Z. Naturforsch., Teil B* **1992**, *47*, 1241–1248.  
 [7] H. Werner, H. Otto, H. J. Kraus, *J. Organomet. Chem.* **1986**, *315*, C57–C60.  
 [8] H. Schumann, H. Kucht, A. Dietrich, L. Esser, *Chem. Ber.* **1990**, *123*, 1811–1816.  
 [9] H. Schumann, C. Janiak, M. A. Khan, J. J. Zuckerman, *J. Organomet. Chem.* **1988**, *354*, 7–13.  
 [10] H. Schumann, C. Janiak, J. Pickardt, U. Börner, *Angew. Chem.* **1987**, *99*, 788–789; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1987**, *26*, 789–790.  
 [11] C. Janiak, R. Hoffmann, *Angew. Chem.* **1989**, *101*, 1706–1708; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1989**, *28*, 1688–1700.  
 [12] C. Janiak, H. Schumann, *Adv. Organomet. Chem.* **1991**, *33*, 291–393.  
 [13] P. Jutzi, W. Leffers, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1985**, 1735–1736.  
 [14] J. Szymoniak, J. Besançon, A. Dormond, C. Moise, *J. Org. Chem.* **1990**, *55*, 1429–1432.  
 [15] C. K. Johnson, *ORTEP II*, Report ORNL-5138, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA, **1976**.  
 [16] A. Bondi, *J. Phys. Chem.* **1964**, *68*, 441–451.  
 [17] H. Schumann, T. Ghodsi, L. Esser, *Acta Crystallogr., Sect. C*, **1992**, *48*, 618–620.  
 [18] D. Feitler, G. M. Whiteside, *Inorg. Chem.* **1976**, *15*, 466–469.  
 [19] C.eppe, D. G. Tuck, L. Victoria, *Organomet. Synth.* **1986**, *3*, 477–478.  
 [20] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56803, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.  
 [21] M. Veith, H. Bärnighausen, *Acta Crystallogr. Sect. B*, **1974**, *30*, 1806–1813.  
 [22] N. Walker, D. Stuart, *Acta Crystallogr. Sect. A*, **1983**, *39*, 158 bis 166.  
 [23] M. R. Churchill, *Inorg. Chem.* **1973**, *12*, 1213–1214.  
 [24] B. A. Frenz, *Enraf-Nonius, SDP-Plus Structure Determination Package*, Version 3.0, Enraf-Nonius, Delft, **1985**.

[327/92]