

# 1,3-Diaza-2 $\lambda^2$ -phosponia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutane

Richard Oberdörfer, Martin Nieger und Edgar Niecke\*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn,  
Gerhard-Domagk-Straße 1, D-53121 Bonn, Germany

Eingegangen am 20. Juni 1994

**Key Words:** [Amino(imino)phosphane]gallium trichloride adduct / 1,3-Diaza-2 $\lambda^2$ -phosponia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutanes / Nickel tricarbonyl complexes

## 1,3-Diaza-2 $\lambda^2$ -phosponia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutanes

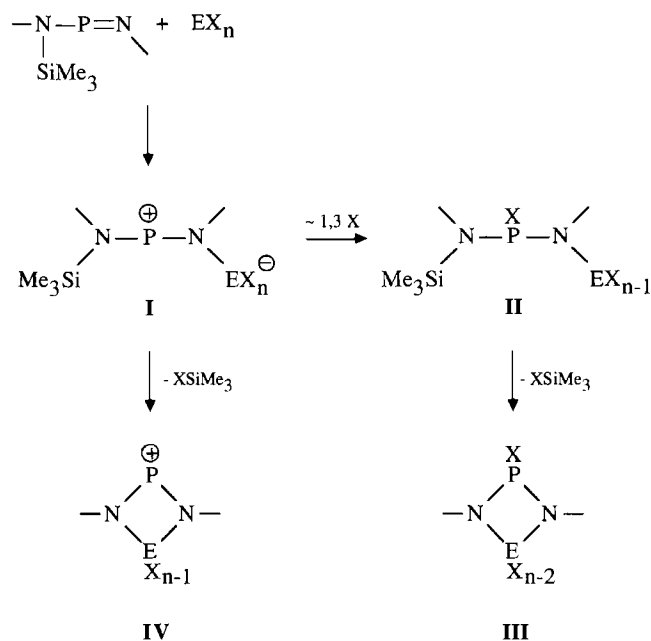
Reaction of amino(imino)phosphanes **1a–c** with gallium trichloride results in the formation of 1,3-diaza-2 $\lambda^2$ -phosponia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutanes **3a, b** with elimination of chlorotrimethylsilane (**1a**) or *tert*-butyl chloride (**1b, c**). The intermediately formed amino(imino)phosphane/Lewis acid adducts R(Me<sub>3</sub>Si)NPN(GaCl<sub>3</sub>)R' (**2**, R, R' = *t*Bu, Me<sub>3</sub>Si) can be

isolated in the case of compound **2a** (R = R' = SiMe<sub>3</sub>). A diazaphosphasilacyclobutane–gallium trichloride adduct **4** is formed in a side reaction by isomerization of **2a**. Reaction of compound **3b** with Ni(CO)<sub>4</sub> gives the corresponding transition metal complex **5**. The NMR data and X-ray structures of compounds **2a, 4**, and **5** are reported.

Die Reaktion von *N*-silylierten Amino(imino)phosphanen mit redox-stabilen Halogeniden elektropositiver Elemente ist eine bekannte Route zu viergliedrigen Phosphor-Stickstoff-Element-Heterocyclen<sup>[1]</sup>. Primärprodukt der Reaktion ist ein Lewis-Säure/Iminophosphan-Addukt **I**, das aufgrund seiner hohen Reaktivität schwer faßbar ist und sich in der Regel über eine 1,2-Halogenverschiebung<sup>[2]</sup> zum Aminohalogenphosphan **II** und durch nachfolgende 1,3-Eliminierung von Halogensilan unter Bildung des Heterocyclus **III** stabilisiert. Ein davon abweichender Reaktionsverlauf ist im Fall der Reaktion mit Aluminium-trihalogeniden dokumentiert<sup>[3]</sup>, bei der das Lewis-Säure-Iminophosphan-Addukt **I** auf direktem Weg und unter Erhalt der Koordinationszahl am Phosphor den Heterocyclus **IV** bildet. Die Möglichkeit, gemäß der Reaktionssequenz **I** → **IV** zu weiteren Heterocyclen mit koordinativ ungesättigten Phosphorzentren zu gelangen, war der Anlaß zu den Untersuchungen am System Amino(imino)phosphan/Galliumtrichlorid.

In Übereinstimmung mit den Ergebnissen am System Amino(imino)phosphan/Aluminiumtrihalogenid<sup>[3]</sup> führt die Umsetzung von Galliumtrichlorid mit dem Amino(imino)phosphan **1a** zu einem Lewis-Säure/Base Addukt **2a**, das als kristalliner Feststoff isoliert wird. In Lösung zerfällt **2a** bei erhöhter Temperatur (>50°) unter Eliminierung von Chlorsilan in das 1,3-Diaza-2 $\lambda^2$ -phosponia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutan **3a** als Hauptprodukt der Reaktion. Mit dieser Ringschlußreaktion konkurriert jedoch merklich ein Isomerisierungsprozeß von **2a**, der zum Diazaphosphasilacyclobutan–Galliumtrichlorid Addukt **4** führt. Dieses geht möglicherweise aus einer durch die Lewis-Säure (GaCl<sub>3</sub>) katalysierten Methylgruppenübertragung hervor. Die Mediatorfunktion von Galliumtrichlorid ist im Fall von Methylsiloxanen wohl dokumentiert<sup>[4]</sup>. Im Gegensatz zu **2a** sind die aus der Umsetzung von Galliumtrichlorid mit den

Amino(imino)phosphanen **1b, c** hervorgehenden Primärprodukte der Reaktion (**2b, c**) lediglich in Form ihrer Zerfallsprodukte **3a, b** faßbar, wobei in beiden Fällen die Abspaltung von *tert*-Butylchlorid zugunsten einer Eliminierung von Chlortrimethylsilan dominiert.



## Struktur und Eigenschaften

Die Konstitutionen der Verbindungen **2a, 3a, b** und **4** folgen aus dem hochaufgelösten Massenspektrum (Molekülpeak) und den Ergebnissen multinuklearer NMR-Messungen. Die Anwesenheit eines koordinativ ungesättigten Phosphorzentrums in den Verbindungen **2a, 3a, b** äußert sich in einer starken Entschirmung des <sup>31</sup>P-Kerns, die typisch für Diaminophosphonium-Ionen ist<sup>[5]</sup>. Hierbei zeigt



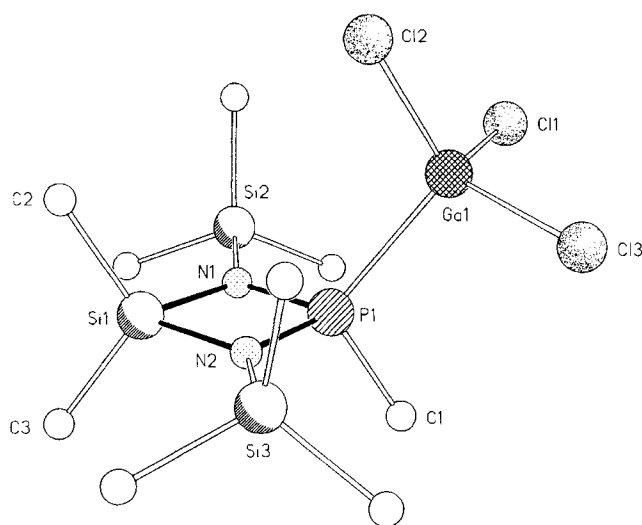
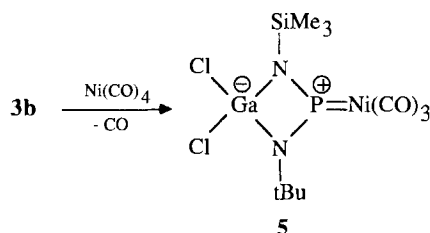


Abb. 2. Molekülstruktur von **4** im Kristall ohne H-Atome. Ausgewählte Atomabstände [pm]: Ga–Cl(1) 216.7(2), P–N(1) 165.6(4), P–N(2) 165.9(4), P–C(1) 178.6(5), P–Ga 235.9(1), Si(1)–N(1) 175.7(4), Si(1)–N(2) 175.4(4). – Ausgewählte Bindungswinkel [°]: N(1)–P–N(2) 91.4(2), N(1)–Si(1)–N(2) 85.0(2), P–N(1)–Si(1) 91.8(2), P–N(2)–Si(1) 91.8(2), Ga–P–C(1) 108.9(2), C(2)–Si(1)–C(3) 111.8(3), Si(3)–N(2)–Si(1) 134.8(2)

plexe beschrieben worden, von denen erst einer strukturell untersucht worden ist<sup>[8]</sup>. Ein weiterer Vertreter, dessen Struktur aufgeklärt werden konnte, ist der durch Umsetzung von **3b** mit Tetracarbonylnickel zugängliche Komplex **5**.



Die Struktur der Verbindung (Abb. 4) zeigt einen ebenen Vierring mit trigonal-planar koordinierten Phosphor- und Stickstoffzentren. Auffällig ist der im Vergleich zu Phosphan-Komplexen (218–224 pm<sup>[9]</sup>) stark verkürzte Ni–P-Abstand [212.3(3) pm], der eine starke  $\sigma$ -Donor/ $\pi$ -Akzeptor Wechselwirkung des Phosphoratoms mit dem Übergangsmetall anzeigt. Damit verbunden sind eine Schwächung der Ni–C- [181.1(7) bzw. 182.5(7) pm] und eine Stärkung der C–O-Bindungen [110.6(10)–112.4(9) pm]<sup>[10]</sup>. Die PN-Abstände [P–N(1) 160.4(8), P–N(2) 161.1(5) pm] wie auch die innercyclischen Winkel [N(1)–P–N(2) 96.5(3), N(1)–Ga–N(2) 76.1(3), P–N(1)–Ga 93.7(3), P–N(2)–Ga 93.6(3)°], entsprechen denen in 1,3-Diaza-2 $\lambda^2$ -phosphonia-4 $\lambda^4$ -aluminatacyclobutan<sup>[11]</sup>, wobei der formale Ersatz einer Cl<sub>2</sub>Al-Einheit durch den Cl<sub>2</sub>Ga-Rest erwartungsgemäß zu einem kleineren endocyclischen Winkel führt.

Im <sup>31</sup>P-NMR-Spektrum von **5** beobachtet man einen gegenüber der Ausgangsverbindung nur unwesentlich entschirmten Phosphorkern ( $\delta = 324$ ). Die <sup>13</sup>C-chemische Ver-

schiebung  $\delta = 191.6$  ( $J_{PC} = 5.0$  Hz) liegt im Erwartungsbereich für terminale Carbonylgruppen in Metallkomplexen.

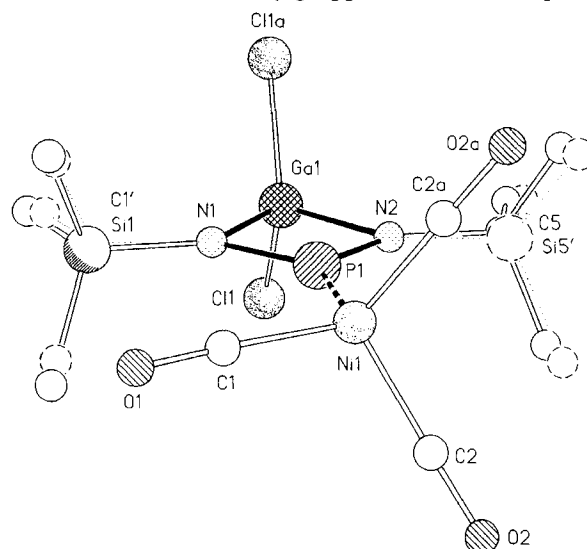


Abb. 3. Molekülstruktur von **5** im Kristall ohne H-Atome. Ausgewählte Atomabstände [pm]: Ni–C(1) 182.5(7), Ni–C(2) 181.1(7), Ni–P(1) 212.3(3), C(1)–O(1) 112.4(9), C(2)–O(2) 110.6(10), P–N(1) 160.4(8), P–N(2) 161.1(5), Ga–Cl(1) 214.6(2), Ga–N(1) 194.7(5), Ga–N(2) 194.4(8). – Ausgewählte Bindungswinkel [°]: Ni–P–N(1) 132.8(2), Ni–P–N(2) 130.7(3), N(1)–P–N(2) 96.5(3), Cl(1)–Ga–Cl(1a) 111.9(1), N(1)–Ga–N(2) 76.1(3), P–N(1)–Ga 93.7(3), P–N(1)–Si(1) 132.4(4), Ga–N(1)–Si(1) 133.9(5), P–N(2)–Ga 93.6(3), P–N(2)–C(5) 144.0(10), Ga–N(2)–C(5) 122.3(9)

Die Arbeit wurde vom *Fonds der Chemischen Industrie* unterstützt.

## Experimenteller Teil

Alle Versuche wurden unter Feuchtigkeits- und Sauerstoff-Ausschluss unter Argon durchgeführt. Die Amino(imino)phosphane **1a**<sup>[12]</sup>, **1b**<sup>[13]</sup> und **1c**<sup>[14]</sup> wurden nach Literaturangaben erhalten.

NMR: Bruker AMX 300 (<sup>31</sup>P 121.5 MHz, externer Standard 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>; <sup>1</sup>H 300.1 MHz, externer Standard TMS; <sup>13</sup>C 75.5 MHz, externer Standard TMS. – MS: Kratos Instruments Concept 1 H, Kratos Instruments, MS 50, VG Instruments VG 12-250 (EI Direktinlaß). Die angegebenen Massenzahlen beziehen sich auf das jeweils häufigste Isotop eines Elements. – Schmelzpunkte: Bestimmung in abgeschmolzenen Kapillaren mit einem Gerät der Firma Büchi, Flawil, Schweiz. Die Werte sind unkorrigiert.

[*Bis(trimethylsilyl)amino*](*trimethylsilyl*)imino]phosphan–Galliumtrichlorid (**2a**): Zu einer Lösung von 3.78 g (21.5 mmol) GaCl<sub>3</sub> in 15 ml Toluol werden bei 0°C unter Rühren langsam 5.46 g (21.5 mmol) **1a** getropft. Der aus der Reaktionslösung nach 2 d bei –30°C ausfallende Feststoff wird aus wenig Toluol umkristallisiert. Ausb. 6.1 g (58%) hellgelbe Kristalle, Schmp. 63–64°C. – <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (Hexan/C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>):  $\delta = 444$  (s). – <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 5.12$  (NSiC<sub>3</sub>, 3 C), 2.85 [N(SiC<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 6 C]. – <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 0.572$  (d, <sup>4</sup>J<sub>PH</sub> = 1.61 Hz, NSiMe<sub>3</sub>, 9H), 0.513 [d, <sup>4</sup>J<sub>PH</sub> = 1.06 Hz, N(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 18H]. – C<sub>9</sub>H<sub>27</sub>Cl<sub>3</sub>GaN<sub>2</sub>PSi<sub>3</sub> (454.6): ber. C 23.78, H 5.99, N 6.16; gef. C 22.93, H 5.87, N 5.98.

4,4-Dichlor-1,3-bis(trimethylsilyl)-1,3-diaza-2 $\lambda^2$ -phosphonia-4 $\lambda^4$ -gallatacyclobutan (**3a**): 4.9 g (28 mmol) GaCl<sub>3</sub>, gelöst in 15 ml Toluol, werden bei 0°C mit einer Lösung von 7.7 g (28 mmol) **1a** in 10 ml Toluol versetzt. Nach Erwärmen auf 25°C wird die Lösung 0.5 h unter Rückfluß erhitzt. Die flüchtigen Bestandteile werden

Tab. 1. Kristalldaten, Datensammlung und Verfeinerung für die Verbindungen **2a**, **4** und **5**

	<b>2a</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
Empirische Formel	C <sub>9</sub> H <sub>27</sub> Cl <sub>3</sub> GaN <sub>2</sub> PSi <sub>3</sub>	C <sub>9</sub> H <sub>27</sub> Cl <sub>3</sub> GaN <sub>2</sub> PSi <sub>3</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> GaN <sub>2</sub> NiO <sub>3</sub> PSi
M <sub>r</sub>	454.6	454.6	472.7
Kristallfarbe	farblos	farblos	orange
Kristalldimensionen [mm]	0.70 x 0.70 x 0.80	0.65 x 0.85 x 0.85	0.40 x 0.50 x 0.75
Kristallsystem	orthorhombisch	monoklin	monoklin
Raumgruppe	Iba2 (Nr. 45)	P2 <sub>1</sub> /n (Nr. 14)	P2 <sub>1</sub> /m (Nr. 11)
Elementarzelle			
a [Å]	18.379(3)	9.024(2)	9.980(3)
b [Å]	18.776(3)	14.634(3)	11.161(3)
c [Å]	12.434(2)	17.415(5)	10.157(3)
β [°]		99.22(2)	116.57(2)
V [nm <sup>3</sup> ]	4.289(1)	2.270(1)	1.012(1)
Z	8	4	2
d <sub>ber.</sub> [g cm <sup>-3</sup> ]	1.41	1.33	1.55
Diffraktometer	Enraf-Nonius CAD4	Nicolet R3m	Nicolet R3m
Strahlung	MoKα	MoKα	MoKα
λ [Å]	0.71073	0.71073	0.71073
μ [mm <sup>-1</sup> ]	1.89	1.79	2.67
Temperatur [K]	193	293	293
F (000)	1872	936	476
2Θ <sub>max.</sub> [°]	50	50	50
	0 ≤ h ≤ 21	-10 ≤ h ≤ 10	-11 ≤ h ≤ 10
	0 ≤ k ≤ 22	0 ≤ k ≤ 17	-13 ≤ k ≤ 13
	-14 ≤ l ≤ 14	0 ≤ l ≤ 20	0 ≤ l ≤ 12
gemessene Reflexe	3758	4119	3778
unabhängige Reflexe	3758	3810	1886
beobachtete Reflexe			
mit F > 4σ(F)	3429	2793	1488
verfeinerte Parameter	172	172	105
R	0.045	0.047	0.048
R <sub>w</sub> (w <sup>-1</sup> = σ <sup>2</sup> (F) + gF <sup>2</sup> )	0.045	0.051	0.053
g	0.0004	0.0008	0.0007
Restelektronen-			
dichte <sub>max./min.</sub> [e Å <sup>-3</sup> ]	1.49/-1.51	0.31/-0.41	0.90/-0.93

i. Vak. entfernt, und der Rückstand wird bei 50°C/0.01 Torr sublimiert. Ausb. 4.2 g (43%), Schmp. 53–54°C. – <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (Hexan/C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 370 (quint, <sup>1</sup>J<sub>PN</sub> = 49 Hz). – <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.47 (d, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 3.8 Hz). – <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 0.21. – MS (180°C, 70 eV), m/z (%): 344 (6) [M<sup>+</sup>], 329 (100), und weitere Fragmente. – C<sub>6</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>GaN<sub>2</sub>PSi<sub>2</sub> (346.0): ber. C 20.83, H 5.24, N 8.10; gef. C 20.15, H 5.19, N 7.98.

*1-tert-Butyl-4,4-dichlor-3-(trimethylsilyl)-1,3-diaza-2λ<sup>2</sup>-phosphonia-4λ<sup>4</sup>-gallatacyclobutan (3b)*: Zu einer Lösung von 5.8 g (33 mmol) GaCl<sub>3</sub> in 20 ml Toluol werden bei 0°C 8.6 g (33 mmol) [*tert*-Butyl(trimethylsilyl)amino][(trimethylsilyl)imino]phosphan (**1b**) getropft. Nach Erwärmen der Lösung auf 25°C werden Toluol und entstandenes Chlortrimethylsilan i. Vak. entfernt. Aus dem Rückstand werden durch Sublimation bei 50°C/0.01 Torr 6.9 g Produkt **3b** erhalten. Ausb. 63%, Schmp. 51–52°C. – <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (Hexan/C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 356. – <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 56.68 (d, <sup>2</sup>J<sub>PC</sub> = 3.5 Hz, CC<sub>3</sub>, 1 C), 33.13 (d, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 8.4 Hz, CC<sub>3</sub>, 3 C), 1.76 (d, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 3.5 Hz, SiC<sub>3</sub>, 3 C). – <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.169 (CMe<sub>3</sub>, 9H), 0.241 (SiMe<sub>3</sub>, 9H). – MS (180°C, 70 eV), m/z (%): 328 (4) [M<sup>+</sup>], 313 (100) [M<sup>+</sup> – Me], und weitere Fragmente. – C<sub>7</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>GaN<sub>2</sub>PSi (329.9): ber. C 25.48, H 5.50, N 8.49; gef. C 25.14, H 5.28, N 8.13.

*2,4,4-Trimethyl-1,3-bis(trimethylsilyl)-1,3-diaza-2-phospha-4-silacyclobutan-Galliumtrichlorid (4)*: Der aus der Darstellung von **3a** verbleibende Rückstand wird einer erneuten Sublimation bei 100°C/0.01 Torr unterworfen. Hierbei erhält man nach Umkristallisation aus Toluol 4.5 g (9.9 mmol) Produkt. Ausb. 35%, Schmp. 92–94°C. – <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (Hexan/C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 85 (breit, Δ<sub>1/2</sub> = 3500 Hz). – <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 7.03 (d, <sup>1</sup>J<sub>PC</sub> = 3.0 Hz, PC, 1 C), 4.41 (SiC<sub>2</sub>, 1 C), 1.81 (d, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 2.4 Hz, NSiC<sub>3</sub>, 6 C), 1.69 (d, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 4.1 Hz, SiC<sub>2</sub>, 1 C). – <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.96 (d, <sup>2</sup>J<sub>PH</sub> = 8.2 Hz, PMe, 3H), 0.71 (SiMe<sub>2</sub>, 3H), 0.61 (SiMe<sub>2</sub>, 3H), 0.31 (NSiMe<sub>3</sub>, 18H). – MS (180°C, 70 eV), m/z (%): 437 (3) [M<sup>+</sup> – Me], 417 (14) [M<sup>+</sup> – Cl], 278 (18) [M<sup>+</sup> – GaCl<sub>3</sub>], 263 (100), und weitere Fragmente. – C<sub>9</sub>H<sub>27</sub>Cl<sub>3</sub>GaN<sub>2</sub>PSi<sub>3</sub> (454.6): ber. C 23.78, H 5.99, N 6.16; gef. C 23.24, H 5.97, N 6.03.

*[3-tert-Butyl-4,4-dichlor-1-(trimethylsilyl)-1,3-diaza-2λ<sup>2</sup>-phosphonia-4λ<sup>4</sup>-gallatacyclobutan-2-yliden]tricarbornickel (5)*: Eine Lösung von 6.2 g (18.6 mmol) **3b** in 15 ml Toluol wird bei –20°C tropfenweise mit 3.2 g (18.6 mmol) Tetracarbornickel versetzt. Die Reaktionslösung wird unter Rühren auf Raumtemp. erwärmt und 1 h auf dieser Temp. gehalten. Die Reinigung des Produktes erfolgt durch Umkristallisation aus Toluol. Ausb. 6.6 g (75%) **5**, Schmp. 83–84°C. – <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (Hexan/C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>): δ = 324. –

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 191.5$  (d,  $^2J_{\text{PC}} = 5.0$  Hz, CO, 3 C), 56.64 (NCC<sub>3</sub>, 1 C), 32.99 (d,  $^3J_{\text{PC}} = 6.9$  Hz, CMe<sub>3</sub>, 3 C), 2.02 (d,  $^3J_{\text{PC}} = 2.7$  Hz, SiC<sub>3</sub>, 3 C). –  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 1.296$  (CMe<sub>3</sub>, 9H), 0.327 (SiMe<sub>3</sub>, 9H). – MS (180°C, 70 eV), *m/z* (%): 414 (1) [ $\text{M}^+ - 2\text{CO}$ ], 386 (10) [ $\text{M}^+ - 3\text{CO}$ ], 313 (83) [ $\text{M}^+ - \text{Ni}(\text{CO})_3$ ], 118 (78) [ $\text{PNSiMe}_3^+$ ], 73 (100) [ $\text{SiMe}_3^+$ ], und weitere Fragmente. – C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>GaN<sub>2</sub>NiO<sub>3</sub>PSi (472.6): ber. C 25.41, H 3.84, N 5.93; gef. C 25.23, H 3.67, N 5.71.

**Röntgenstrukturanalyse von 2a, 4 und 5**<sup>[15]</sup>: Eine Zusammenfassung der Kristalldaten, Datensammlung und Verfeinerung findet sich in Tab. 1. Alle Strukturen wurden mit direkten Methoden gelöst. Die Nicht-H-Atome wurden anisotrop, die H-Atome mit einem Reitermodell verfeinert (Full-matrix-least-squares-Verfeinerung). Bei Verbindung 5 sind die Trimethylsilyl- und tert-Butylgruppen fehlgeordnet [s.o.f. = 0.54(1)]. Bei 2a wurde die absolute Struktur bestimmt [ $\eta = 1.00(4)$ ]. Es wurden empirische Absorptionskorrekturen mit den Programmen XABS<sup>[16]</sup> (2a) und DIFABS<sup>[17]</sup> (4 und 5) durchgeführt. Strukturlösung und -verfeinerung erfolgten mit dem Programmsystem SHELXTL-Plus<sup>[18]</sup>.

<sup>[1]</sup> Übersicht: E. Niecke, D. Gudat, *Angew. Chem.* **1991**, *103*, 251–270; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1991**, *30*, 217–237.

<sup>[2]</sup> Thermostabile 1,2-Additionsprodukte sind bekannt: O. J. Scherer, H. Conrad, *Z. Naturforsch., Teil B*, **1978**, *33*, 467–468.

<sup>[3]</sup> E. Niecke, R. Kröher, *Angew. Chem.* **1976**, *88*, 758–759; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1976**, *15*, 692–693.

<sup>[4]</sup> H. Schmidbaur, W. Findeiss, *Chem. Ber.* **1966**, *99*, 2187–2196.

<sup>[5]</sup> Übersicht: M. Sacher, M.-R. Mazières, L. Lamandé, *Phosphonium Cations in Multiple Bonds and Low Coordination in Phos-*

*phorus Chemistry* (Ed.: M. Regitz, O. J. Scherer), Thieme Verlag, Stuttgart-New York, **1990**, S. 129–148.

<sup>[6]</sup> H. Nöth, B. Ederer, H. Ederle, *Chem. Ber.* **1992**, *125*, 2213–2222; E. Niecke, D. Gudat in *31P NMR Spectroscopic Investigations of Low-Coordinated Multiple Bonded PN Systems* (Eds.: L. Quin, J. Verkade), Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, **1994**, S. 159–176. Vgl. hierzu: D. Gonbeau, G. Pfister-Guillouzo, J. Barrans, *Can. J. Chem.* **1983**, *61*, 1371–1378.

<sup>[7]</sup> R. W. G. Wyckhoff, *Crystal Structures*, 2. Aufl., Wiley, New York, **1963**, Bd. 1, S. 108–111.

<sup>[8]</sup> A. H. Cowley, R. A. Kemp, J. C. Wilburn, *Inorg. Chem.* **1981**, *20*, 4289–4293.

<sup>[9]</sup> A. G. Orpen, L. Brammer, F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, R. Taylor in *Structure Correlation* (Eds.: H.-B. Bürgi, J. D. Dunitz), VCH Weinheim, **1994**, S. 751–858.

<sup>[10]</sup> Vgl. hierzu ebenfalls Lit.<sup>[9]</sup>.

<sup>[11]</sup> S. Pohl, *Z. Naturforsch., Teil B*, **1977**, *32*, 1342–1343.

<sup>[12]</sup> O. J. Scherer, N. Kuhn, *Chem. Ber.* **1974**, *107*, 2123–2125.

<sup>[13]</sup> O. J. Scherer, N. Kuhn, *J. Organomet. Chem.* **1974**, *82*, C3–C6.

<sup>[14]</sup> O. J. Scherer, N. Kuhn, *Angew. Chem.* **1974**, *86*, 899–900; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1974**, *13*, 811.

<sup>[15]</sup> Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturanalysen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-58371, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

<sup>[16]</sup> H. Hope, B. Moezzi, XABS, University of California, Davis, USA; B. Moezzi, Dissertation, University of California, Davis, USA, **1987**.

<sup>[17]</sup> N. Walker, D. Stuart, *Acta Crystallogr. Sect. A*, **1983**, *39*, 158–166.

<sup>[18]</sup> G. M. Sheldrick, SHELXTL-Plus, Siemens Analytical X-ray Instruments, Inc., Madison, Wisconsin, USA, **1989**.

[238/94]