

Verbindungen des Germaniums und Zinns

II*. Bildung und Strukturen isomerer "Dichlordisupermesitylstannane" **

Manfred Weidenbruch *, Karen Schäfers, Siegfried Pohl, Wolfgang Saak,

*Fachbereich Chemie der Universität Oldenburg, Carl-von-Ossietzky-Strasse 9-11,
D-2900 Oldenburg (Bundesrepublik Deutschland)*

Karl Peters und Hans Georg von Schnering

*Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstrasse 1, D-7000 Stuttgart 80
(Bundesrepublik Deutschland)*

(Eingegangen den 3. Februar 1988)

Abstract

Treatment of tin tetrachloride with 2,4,6-tri-*t*-butylphenyllithium (supermesityllithium, **1**) in a 1/2 molar ratio, by rearrangement of one supermesityl group leads to dichloro[2-methyl-2(3,5-di-*t*-butylphenyl)propyl]supermesitylstannane (**2**). However, addition of **1** to an excess of tin tetrachloride yields dichlorodisupermesitylstannane (**3**) as the expected transarylation product. The structures of **2** and **3** were confirmed by X-ray crystallography.

Zusammenfassung

Umsetzung von Zinntetrachlorid mit 2,4,6-Tri-*t*-butylphenyllithium (Supermesityllithium, **1**) im molaren Verhältnis von 1/2 führt unter Umlagerung einer Supermesitylgruppe zum Dichlor[2-methyl-2(3,5-di-*t*-butylphenyl)-propyl]supermesitylstannan (**2**). Dagegen liefert die Zugabe von **1** zu überschüssigem Zinntetrachlorid das erwartete Transarylierungsprodukt Dichlordisupermesitylstannan (**3**). Der Aufbau von **2** und **3** ist durch Röntgenstrukturanalysen gesichert.

Einführung

Die 2,4,6-Tri-*t*-butylphenyl-(Supermesityl-)gruppe hat sich bei den schwereren Elementen der 5. Hauptgruppe als ausserordentlich nützlich zur Stabilisierung

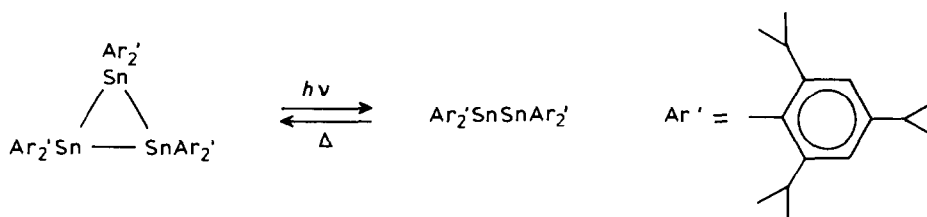
* Mitteilung I, siehe Ref. 1.

** Herrn Professor Dr. Dr. h.c. Ulrich Wannagat zum 65. Geburtstag am 31.05.1988 gewidmet.

niederer Koordinationszahlen erwiesen [2]. Kürzlich konnten wir [3] und später Sakurai et al. [4] zeigen, dass die Synthese supermesitylsubstituierter Silane nur ausgehend von Siliciumtetrafluorid und Supermesityllithium (**1**) möglich ist, wohingegen analoge Reaktionen zwischen Chlor- oder Bromsilanen und **1** ausschliesslich zum Spaltprodukt 1,3,5-Tri-*t*-butylbenzol führen. Das ist insofern verwunderlich, als das nur geringfügig anders aufgebaute Dichlorbis(2,4,6-triisopropylphenyl)silan gut zugänglich ist und erfolgreich zur Bildung entsprechend substituierter Disilene [5] und Phosphasilaalkene [6] eingesetzt wurde.

Von den schwereren Elementen der 4. Hauptgruppe konnte bisher lediglich das nur bei tiefen Temperaturen beständige Disupermesitylgermylen in reiner Form isoliert werden [7], das bei Raumtemperatur einer spontanen Isomerisierung durch Insertion des zweibindigen Germaniums in eine der *ortho*-CH-Bindungen unterliegt.

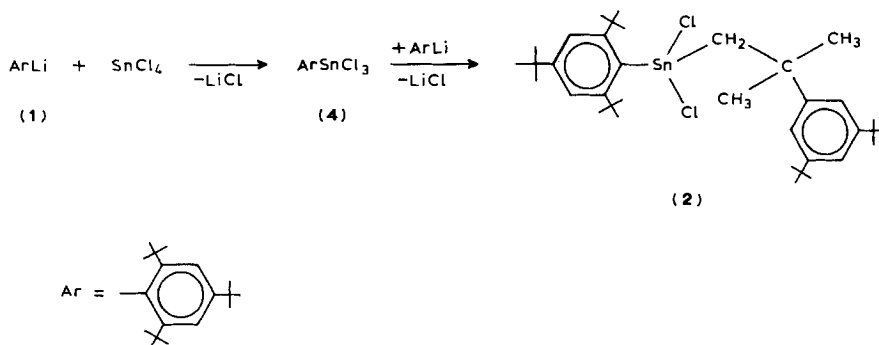
Masamune und Sita [8] berichteten 1985 über den photolytischen Abbau von Hexakis(2,4,6-triisopropylphenyl)cyclotristannan (aus Dichlorbis(2,4,6-triisopropylphenyl)stannan und Naphthalin/Lithium) zum Tetrakis(2,4,6-triisopropylphenyl)distannen, das zwar bei tiefen Temperaturen quantitativ entsteht, jedoch oberhalb 0°C wieder in das Cyclotristannan übergeht.



Da offensichtlich die Raumerfüllung der Ar'-Gruppen noch nicht ausreicht, das Distannen hinreichend inert gegen Folgereaktionen zu machen, lag es nahe, die noch sperrigeren Dihalogendisupermesitylstannane in die obige Reaktionssequenz einzusetzen. Im Folgenden berichten wir über Synthese und Strukturen zweier konstitutionsisomerer "Dichlordisupermesitylstannane".

Ergebnisse und Diskussion

Der Unterschied im Reaktionsverhalten der Ar'- und der Supermesitylgruppe (Ar) manifestiert sich auch bei den versuchten Transarylierungen zwischen Zinnhalogeniden und den entsprechenden Grignard- bzw. Lithiumverbindungen. Während zwei Ar'-Gruppen unproblematisch an ein Zinnatom gebunden werden können [8], resultiert bei der Umsetzung von **1** mit Zinntetrachlorid im molaren Verhältnis von 2/1 eine Verbindung, der nach der Elementaranalyse und dem Massenspektrum die summarische Zusammensetzung des Dichlordisupermesitylstannans (**3**) zukommt, deren ¹H- und ¹³C-NMR-Daten mit diesem Konstitutionsvorschlag jedoch nicht im Einklang sind. Da im postulierten **3** Rotationshinderungen um die vergleichsweise langen Sn-C-Bindungen wohl auszuschliessen sind, sollten im Protonenspektrum nur zwei Signale für die *t*-Butylprotonen und ein weiteres Singulett für die aromatischen CH-Protonen auftreten. Tatsächlich ist das ¹H- ebenso wie das ¹³C-NMR-Spektrum sehr viel linienreicher (s. Experimenteller Teil) und gestattet keine eindeutige Konstitutionszuordnung.



Schema 1

Gesichert wird der Aufbau dieses Stannans durch die Röntgenstrukturanalyse (Fig. 1, Tab. 1, 2), die es als Dichlor[2-methyl-2(3,5-di-*t*-butylphenyl)-propyl]supermesitylstannan (**2**) ausweist (Schema 1).

Unklar ist bisher der Weg, auf dem die Isomerisierung einer der Ar-Gruppen erfolgt. Denkbar ist beispielsweise eine HCl-Abspaltung unter Ausbildung eines Stannaindan-Derivats, gefolgt von einer HCl-Addition an die Sn-C_{aryl}-Bindung des Fünfrings unter Bildung von **2**. Auch könnte die im unsolvatisierten **1** vorliegende Wechselwirkung des Lithiums mit den CH-Bindungen einer *ortho-t*-Butylmethylgruppe [9] unter Hyperkoordination des Kohlenstoffs [10] eine Rolle spielen, durch die eine mögliche Isomerisierung schon vorgezeichnet wäre.

Unsicher bleibt auch, in welchem Substitutionsschritt sich die Isomerisierung vollzieht. Versuche, Trichlorsupermesitylstannan (**4**) zu isolieren und in einem zweiten Schritt erneut mit **1** umzusetzen, scheiterten daran, dass selbst bei einem grossen Überschuss an Zinntetrachlorid ausschliesslich ein disubstituiertes Produkt zu isolieren war. Offensichtlich bedingt die Einführung einer Ar-Gruppe eine Aktivierung der verbliebenen Chloratome, so dass spontan eine zweite Organylgruppe übertragen wird.

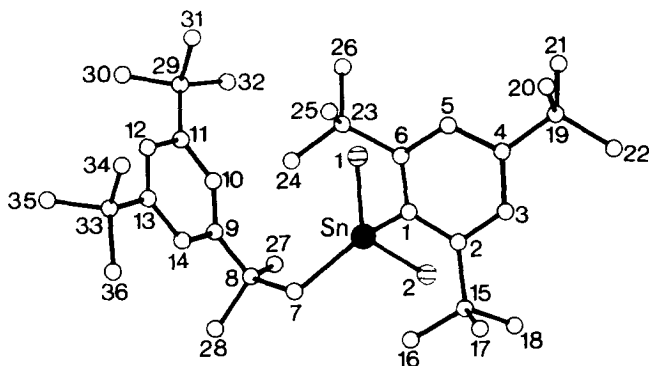


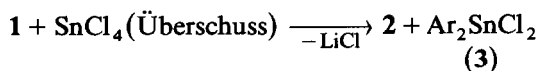
Fig. 1. Molekül von **2** mit der Benennung der Atome wie in Tab. 1 und Tab. 2 (ohne Wasserstoffatome).

Tabelle 1

Ortsparameter ($\times 10^4$); isotrope Temperaturkoeffizienten U_{equiv} ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) (Standardabweichungen) von **2**

Atom	x	y	z	U
Sn	2067(1)	6184(1)	9263(1)	48(1)
Cl(1)	1998(1)	3780(1)	9053(1)	68(1)
Cl(2)	1489(1)	6653(2)	8030(1)	75(1)
C(1)	1591(2)	6584(4)	10329(3)	45(1)
C(2)	1169(2)	7569(5)	10258(3)	50(2)
C(3)	686(2)	7303(5)	10671(3)	56(2)
C(4)	627(2)	6167(5)	11170(3)	50(1)
C(5)	1094(2)	5361(5)	11344(3)	52(2)
C(6)	1581(2)	5561(5)	10957(3)	48(1)
C(7)	2827(2)	7091(4)	8937(3)	50(1)
C(8)	3283(2)	6203(5)	8571(3)	50(1)
C(9)	3551(2)	5287(4)	9274(3)	46(1)
C(10)	3511(2)	3863(5)	9259(3)	49(1)
C(11)	3741(2)	3056(4)	9916(3)	51(2)
C(12)	4028(2)	3697(5)	10588(3)	54(2)
C(13)	4084(2)	5122(4)	10631(3)	49(1)
C(14)	3838(2)	5881(4)	9973(3)	48(1)
C(15)	1203(2)	9010(5)	9849(3)	64(2)
C(16)	1764(2)	9326(5)	9533(4)	72(2)
C(17)	1115(3)	10065(6)	10558(4)	92(3)
C(18)	753(3)	9215(6)	9138(4)	87(2)
C(19)	88(2)	5800(5)	11554(3)	59(2)
C(20)	161(3)	5869(9)	12512(4)	113(3)
C(21)	-51(3)	4313(8)	11349(5)	108(3)
C(22)	-379(3)	6670(9)	11228(6)	140(4)
C(23)	2087(2)	4751(5)	11337(3)	58(2)
C(24)	2628(2)	5099(6)	10961(3)	65(2)
C(25)	2168(2)	5155(7)	12277(4)	89(3)
C(26)	1999(2)	3195(6)	11287(4)	79(2)
C(27)	3046(2)	5403(5)	7799(3)	65(2)
C(28)	3719(2)	7197(5)	8262(3)	64(2)
C(29)	3679(2)	1477(5)	9908(3)	65(2)
C(30)	4209(4)	825(7)	9794(9)	198(7)
C(31)	3467(4)	997(7)	10733(5)	122(4)
C(32)	3259(4)	987(6)	9234(5)	122(4)
C(33)	4403(2)	5810(5)	11384(3)	62(2)
C(34)	4332(8)	5221(16)	12151(5)	307(10)
C(35)	4938(4)	5913(25)	11269(8)	398(13)
C(36)	4203(8)	7095(12)	11572(10)	362(11)

Überraschenderweise wird aus der Umsetzung von **1** mit überschüssigem Zinn-tetrachlorid neben **2** eine Verbindung erhalten, bei der alle Daten auf das Vorliegen von Dichloridisupermesitylstannan (**3**) hindeuten. So weist das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum

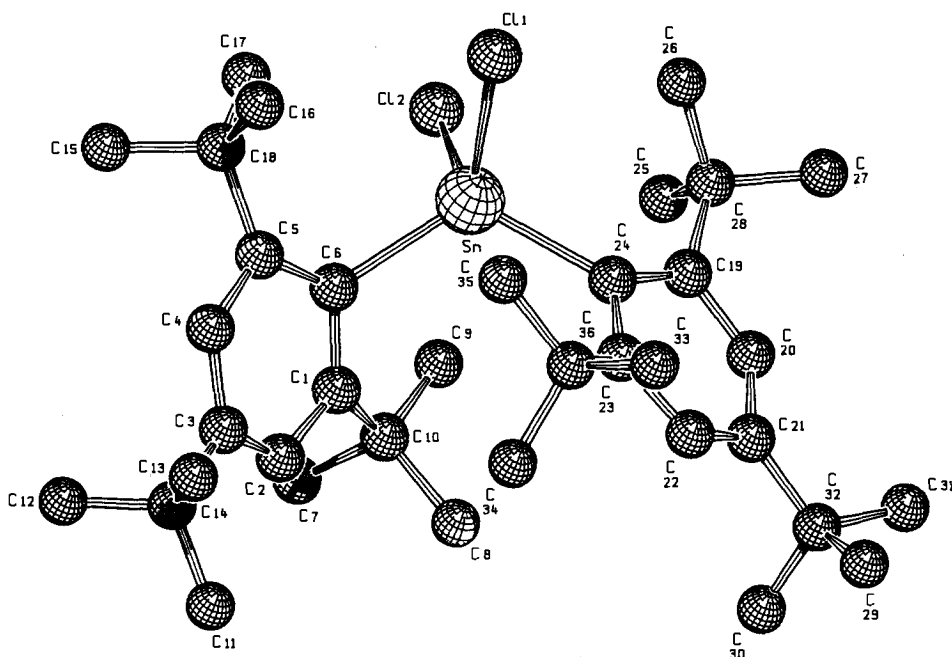


von **3** erwartungsgemäss drei Singulets für die *ortho*- bzw. *para*-*t*-Butylprotonen und für die aromatischen CH-Bindungen auf. Die Röntgenstrukturanalyse (Fig. 2, Tab. 3, 4) sichert den Konstitutionsvorschlag für **3**. Interessant ist ein Vergleich der

Tabelle 2

Ausgewählte Bindungsabstände (pm) und Bindungswinkel ($^{\circ}$) (mit Standardabweichungen) von **2**

Sn–Cl(1)	237.0(1)	Sn–Cl(2)	236.7(1)
Sn–C(1)	215.7(4)	Sn–C(7)	214.6(4)
C(7)–C(8)	155.3(6)	C(8)–C(9)	153.5(6)
C(8)–C(27)	152.7(6)	C(8)–C(28)	154.1(7)
Cl(1)–Sn–Cl(2)	92.4(1)	Cl(1)–Sn–C(1)	104.6(1)
Cl(2)–Sn–C(1)	107.1(1)	Cl(1)–Sn–C(7)	115.2(1)
Cl(2)–Sn–C(7)	100.9(1)	C(1)–Sn–C(7)	129.6(2)
Sn–C(1)–C(2)	119.5(3)	Sn–C(1)–C(6)	117.8(3)
C(1)–C(2)–C(15)	126.2(4)	C(3)–C(2)–C(15)	115.6(4)
C(1)–C(6)–C(23)	125.5(4)	C(5)–C(6)–C(23)	115.9(4)
Sn–C(7)–C(8)	120.9(3)	C(7)–C(8)–C(9)	109.1(3)

Fig. 2. Molekül von **3** mit der Benennung der Atome wie in Tab. 3 und Tab. 4 (ohne Wasserstoffatome).

Molekülstrukturen von **2** und **3** mit denen anderer sterisch überladener Stannane. Während beispielsweise *t*-butyl- und *t*-amylsubstituierte Oligostannane den intramolekularen sterischen Wechselwirkungen durch Dehnung der Sn–Sn- und Sn–C-Abstände (\bar{d} 223–228 pm) entgegenwirken [11,12], sind die Sn–C-Bindungen in **2** (\bar{d} 215 pm) und **3** (\bar{d} 220 pm) nicht oder nur geringfügig gegenüber dem Normalabstand (\bar{d} 214–218 pm) verlängert. Die sterische Spannung äussert sich vielmehr in einer Vergrößerung der CSnC-Winkel auf Werte von 117° (**3**) und 130° (**2**) und in Auslenkungen der *ortho*-*t*-Butylgruppen vom Molekülzentrum hinweg.

(Fortsetzung s. S. 178)

Tabelle 3

'Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren a von **3** ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) (Standardabweichungen)

Atom	x	y	z	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Sn	3747(1)	9587(1)	2934(1)	33(1)	40(1)	49(1)	-6(1)	15(1)	-4(1)
Cl(1)	4039(1)	11102(1)	3044(1)	74(1)	43(1)	85(1)	-12(1)	27(1)	-15(1)
Cl(2)	5869(1)	9346(1)	2729(1)	40(1)	95(1)	79(1)	-8(1)	27(1)	1(1)
C(1)	1764(4)	8294(2)	2200(2)	45(2)	36(2)	41(2)	-2(2)	14(2)	1(2)
C(2)	448(4)	8157(2)	1889(2)	46(2)	38(2)	48(2)	-1(2)	11(2)	-5(2)
C(3)	-297(4)	8784(3)	1554(2)	48(2)	50(2)	43(2)	0(2)	8(2)	-2(2)
C(4)	367(4)	9529(3)	1461(2)	52(3)	46(2)	47(2)	7(2)	7(2)	-1(2)
C(5)	1687(4)	9705(2)	1729(2)	50(2)	36(2)	46(2)	2(2)	16(2)	-1(2)
C(6)	2339(4)	9123(2)	2165(2)	37(2)	34(2)	44(2)	-6(2)	12(2)	-1(2)
C(7)	2466(5)	6800(3)	1998(2)	69(3)	45(2)	61(3)	-12(2)	15(3)	8(2)
C(8)	1691(5)	7066(3)	2913(2)	100(4)	45(3)	61(3)	13(2)	20(3)	12(3)
C(9)	3913(5)	7581(3)	2787(2)	70(3)	42(3)	75(3)	-6(2)	-4(3)	14(2)
C(10)	2460(4)	7464(2)	2489(2)	56(3)	32(2)	49(2)	0(2)	8(2)	5(2)
C(11)	-2390(6)	7937(5)	1509(4)	54(4)	169(7)	247(10)	124(7)	-41(5)	-45(4)
C(12)	-1949(7)	8591(6)	644(3)	74(5)	310(12)	75(5)	46(6)	2(4)	-42(6)
C(13)	-2531(6)	9455(4)	1386(4)	56(4)	126(6)	196(9)	7(6)	15(5)	1(4)
C(14)	-1769(4)	8657(3)	1270(2)	41(2)	70(3)	64(3)	13(2)	1(2)	-4(2)
C(15)	1893(6)	10502(3)	825(2)	93(4)	72(3)	65(3)	14(3)	24(3)	-14(3)

C(16)	1783(5)	11349(3)	1701(2)	87(4)	43(3)	88(4)	11(3)	27(3)	-2(3)
C(17)	3826(5)	10488(3)	1623(2)	67(3)	65(3)	75(3)	8(3)	35(3)	-14(3)
C(18)	2308(5)	10502(3)	1490(2)	66(3)	42(2)	54(3)	7(2)	21(2)	-8(2)
C(19)	4429(4)	8809(3)	4203(2)	37(2)	54(3)	46(2)	-11(2)	6(2)	1(2)
C(20)	4078(5)	8219(3)	4580(2)	52(3)	64(3)	51(3)	1(2)	-5(2)	5(2)
C(21)	2775(5)	8014(3)	4596(2)	70(3)	60(3)	44(3)	3(2)	4(2)	-16(3)
C(22)	1800(4)	8486(3)	4242(2)	46(2)	64(3)	44(2)	-1(2)	7(2)	-10(2)
C(23)	2046(4)	9076(3)	3830(2)	32(2)	48(2)	44(2)	-5(2)	10(2)	-5(2)
C(24)	3393(4)	9176(2)	3772(2)	36(2)	38(2)	45(2)	-6(2)	9(2)	1(2)
C(25)	6697(5)	8332(4)	4059(2)	60(3)	91(4)	91(4)	-4(3)	22(3)	22(3)
C(26)	6234(5)	9944(4)	4132(2)	41(3)	83(3)	87(4)	-29(3)	14(3)	-19(3)
C(27)	6535(5)	9034(5)	4974(2)	56(3)	145(6)	72(4)	-18(4)	-5(3)	-13(4)
C(28)	5944(4)	9027(3)	4322(2)	32(2)	80(3)	57(3)	-14(2)	3(2)	2(2)
C(29)	1341(11)	7599(8)	5252(5)	194(12)	367(19)	276(14)	256(14)	88(11)	13(12)
C(30)	1925(14)	6581(5)	4683(3)	758(31)	126(7)	66(5)	10(5)	56(11)	-211(13)
C(31)	3466(8)	7139(5)	5501(3)	129(7)	189(8)	103(6)	81(6)	-20(5)	-44(6)
C(32)	2453(7)	7324(4)	4995(2)	95(5)	97(4)	68(4)	32(3)	-5(3)	-38(4)
C(33)	265(5)	10065(4)	4015(2)	53(3)	91(4)	63(3)	-18(3)	16(2)	15(3)
C(34)	-315(4)	8997(3)	3218(2)	37(2)	92(4)	64(3)	-9(3)	1(2)	1(3)
C(35)	1014(5)	10305(3)	3129(2)	59(3)	74(4)	88(4)	26(3)	33(3)	30(3)
C(36)	786(4)	9599(3)	3537(2)	32(2)	66(3)	50(2)	-2(2)	15(2)	3(2)

^a In der Form $-2\pi^2(h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 hka^* b^* U_{12})$ als Exponent.

Tabelle 4

Ausgewählte Bindungsabstände (pm) und Bindungswinkel ($^{\circ}$) (mit Standardabweichungen) von **3**

Sn–Cl(1)	237.0(1)	Sn–Cl(2)	237.1(1)
Sn–C(6)	219.5(4)	Sn–C(24)	220.0(4)
C(1)–C(10)	155.6(5)	C(5)–C(18)	155.5(5)
C(19)–C(28)	156.0(5)	C(23)–C(36)	155.9(5)
Cl(2)–Sn–Cl(1)	94.5(1)	Cl(1)–Sn–C(6)	117.4(1)
Cl(2)–Sn–C(6)	104.2(1)	Cl(2)–Sn–C(24)	119.0(1)
Cl(1)–Sn–C(24)	103.2(1)	C(6)–Sn–C(24)	116.9(1)
C(6)–C(1)–C(10)	127.8(4)	C(6)–C(5)–C(18)	127.1(4)
C(2)–C(1)–C(10)	113.9(3)	C(4)–C(5)–C(18)	115.1(4)
C(24)–C(23)–C(36)	129.0(4)	C(24)–C(19)–C(28)	127.1(4)
C(22)–C(23)–C(36)	113.0(3)	C(20)–C(19)–C(28)	114.7(4)

Ähnliche Beobachtungen werden auch bei supermesitylsubstituierten Silanen gemacht [3b].

Experimentelles

Zur Aufnahme der Spektren dienten folgende Geräte. $^1\text{H-NMR}$ und $^{13}\text{C-NMR}$ (in C_6D_6): Bruker AM 300; $^{119}\text{Sn-NMR}$: Bruker WP 80. Massenspektren: Varian MAT 212. Die Elementaranalysen führten die Analytischen Laboratorien, D-5250 Engelskirchen, aus.

*Dichlor(2,4,6-tri-*t*-butylphenyl)[2-methyl(3,5-di-*t*-butylphenyl)propyl]stannan (2)*

Zu einer Suspension von ca. 0.12 mol **1** in *n*-Hexan, das aus 40 g (0.12 mol) 1-Brom-2,4,6-tri-*t*-butylbenzol und 0.14 mol *n*-Butyllithium in Hexan gebildet worden war, wurden bei -78°C langsam 15.6 g (60 mmol) Zinntetrachlorid in 20 ml Petrolether $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$ getropft, das Reaktionsgemisch ca. 1 h bei dieser Temperatur gerührt und langsam auf Raumtemperatur gebracht. Hierbei war ein Farbwechsel von gelb über rot (bei ca. -40°C) nach farblos zu beobachten. Das Gemisch wurde weitere 12 h gerührt, danach die Salze abgetrennt, die Lösungsmittel abdestilliert und der Rückstand in einem Soxhlet mit 300 ml Petrolether $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$ extrahiert. Bei -25°C kristallisierten hieraus 12 g (30% Ausbeute) farblose Kristalle von **2**, Fp. 166°C . $^1\text{H-NMR}$; δ 1.15 (s, 9H); 1.40 (nicht aufgelöst, 36H); 1.75 (s, 6H); 2.6 (s, 2H); 7.5 (nicht aufgelöst, 5H). $^{13}\text{C-NMR}$; δ 31.07, 31.56, 31.77, 31.97, 32.86, 34.59, 35.21, 38.81, 39.72, 50.04, 120.38, 120.76, 124.34 ($^3J(^{119}\text{Sn}^{13}\text{C})$ 75 Hz), 130.96, 147.71, 150.64, 152.09, 158.15. $^{119}\text{Sn-NMR}$; δ -56.79 . MS (CI, Ammoniak): m/z 698 (MNH_4^+ , 100%). Gef.: C, 63.34; H, 8.39; Cl, 10.67. $\text{C}_{36}\text{H}_{58}\text{Cl}_2\text{Sn}$ (680.46) ber.: C, 63.54; H, 8.59; Cl, 10.42%.

*Dichlorbis(2,4,6-tri-*t*-butylphenyl)stannan (3) neben 2*

Zu 15.6 g (60 mmol) Zinntetrachlorid in 20 ml Petrolether $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$ wurden bei -78°C ca. 45 mmol **1** (aus 15 g (45 mmol) 1-Brom-2,4,6-tri-*t*-butylbenzol und 50 mmol *n*-Butyllithium in *n*-Hexan) als Suspension in *n*-Hexan getropft, das Reaktionsgemisch aufgetaut und ca. 12 h bei Raumtemperatur gerührt. Beim Auftauen war der gleiche Farbwechsel wie zuvor angeführt zu beobachten. Nach dem Abtrennen der Salze resultierten bei -25°C 5.4 g (35%) eines Gemisches aus **2** und **3**, aus

Tabelle 5

Kristall- und Messdaten von 2 und 3

	2	3
Kristallfarbe, -form	farblose, kompakte Platten	farblose, flache Prismen
Abmessungen	0.3 × 0.2 × 0.2 mm	0.6 × 0.2 × 0.5 mm
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (14)	$P2_1/c$ (14)
Gitterkonstanten	a 2430.3(12) pm b 973.9(3) pm c 1587.3(7) pm β 94.34(4)°	a 1029.6(1) pm b 1547.4(1) pm c 2384.3(1) pm β 102.65(1)°
Volumen der Zelle	$3746(3) \times 10^6$ pm ³	3706.5×10^6 pm ³
Zahl der Formeleinheiten	4	4
$d_{\text{ber.}}$ (g cm ⁻³)	1.206	1.219
Wellenlänge (Mo- K_α)	71.069 pm	71.069 pm
Zähltechnik	ω -scan	ω - 2θ -scan
$2\theta_{\text{max}}$	50°	50°
Zahl der unabhängigen		
Reflexe	6598	6109
Beobachtete Reflexe	5417 ($F > 3\sigma(F)$)	5236 ($F > 4\sigma(F)$)
R (R_w)	0.048 (0.046)	0.042 (0.043)
Diffraktometer	Syntex R3	Siemens AED 2
Lösungsmethoden		
SHELXTL [13] und		
SHELX 76 [14] ^{a,b}	Direktes Verfahren	Direktes Verfahren

^a Die Ortsparameter der H-Atome wurden an berechneten Positionen mit konstanten B -Werten festgehalten. ^b Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, D-7515 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52943, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

dem ein ca. 0.5 g schwerer Kristall von reinem **3** abgetrennt wurde. Eine Auftrennung der Isomeren ist auch durch präparative HPLC (Säule RP 18, Laufmittel Acetonitril) möglich. **3**, Fp. 176 °C. ¹H-NMR: δ 1.25 (s, 18H), 1.40 (s, 36H), 7.55 (s, 4H). ¹³C-NMR: δ 31.15, 33.98, 34.61, 39.70, 125.77 (³J(¹¹⁹Sn¹³C) 99.6 Hz), 137.50, 151.41; 157.71. MS (CI, Ammoniak): m/z 698 (MNH₄⁺, 62%); 645 ($M^+ - 35$; 100). Gef.: C, 63.40; H, 8.44; Cl, 10.51; Sn, 17.6. C₃₆H₅₈Cl₂Sn (680.46) ber.: C, 63.54; H, 8.59; Cl, 10.42; Sn, 17.5%.

Dank

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Förderung unserer Arbeiten.

Literatur

- 1 Als Mitteilung I soll gelten: M. Weidenbruch, F.-T. Grimm, M. Herrndorf, A. Schäfer, K. Peters und H.G. von Schnering, J. Organomet. Chem., 341 (1988) 335.
- 2 Übersichten: A.H. Cowley, Acc. Chem. Res., 17 (1984) 386; Polyhedron, 3 (1984) 389.
- 3 (a) M. Weidenbruch und K. Kramer, J. Organomet. Chem., 291 (1985) 159; (b) M. Weidenbruch, K. Kramer, S. Pohl und W. Saak, *ibid.*, 316 (1986) C13.
- 4 Y. Nakadeira, K. Oharu und H. Sakurai, J. Organomet. Chem., 309 (1986) 247.

- 5 H. Watanabe, K. Takeuchi, N. Fukowa, M. Kato, M. Goto und Y. Nagai, *Chem. Lett.*, (1987) 341.
- 6 C.N. Smit und F. Bickelhaupt, *Organometallics*, 6 (1987) 1156.
- 7 L. Lange, B. Meyer und W.-W. du Mont, *J. Organomet. Chem.*, 329 (1987) C17.
- 8 S. Masamune und L.R. Sita, *J. Am. Chem. Soc.*, 107 (1985) 6390.
- 9 W. Bauer, W.R. Winchester und P. von R. Schleyer, *Organometallics*, 6 (1987) 2371.
- 10 G.A. Olah, G.K.S. Prakash, R.E. Williams, L.D. Field und K. Wade, *Hypercarbon Chemistry*, John Wiley and Sons, New York, 1987.
- 11 S. Adams und M. Dräger, *J. Organomet. Chem.*, 288 (1985) 295.
- 12 H. Puff, C. Bach, W. Schuh und R. Zimmer, *J. Organomet. Chem.*, 312 (1986) 313.
- 13 G.M. Sheldrick, *SHELXTL*, Universität Göttingen, 1985, unveröffentlicht.
- 14 G.M. Sheldrick, *SHELX 76*, Program for Crystal Structure Determination, University of Cambridge, England 1976.