

Zur Hydrolyse von Monoorganylzinn-trihalogeniden

I. Molekül- und Kristallstruktur von *i*-Propyl- und *i*-Butylzinnhydroxid-dihalogenid-hydrat $\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Heinrich Puff * und Hans Reuter

*Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn, Gerhard-Domagk-Str. 1, D-5300 Bonn
 (Bundesrepublik Deutschland)*

(Eingegangen den 29. August 1988)

Abstract

The monoorganotin hydroxide dihalide hydrates $\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ with R = *i*-butyl and *i*-propyl were investigated by an X-ray diffraction study. The crystal structure consists of dimeric units with a rhombic four-membered tin–oxygen ring and octahedrally coordinated tin atoms. These molecules are bonded by $\text{OH} \cdots \text{Cl}$ hydrogen bridges to chains which are linked to layers.

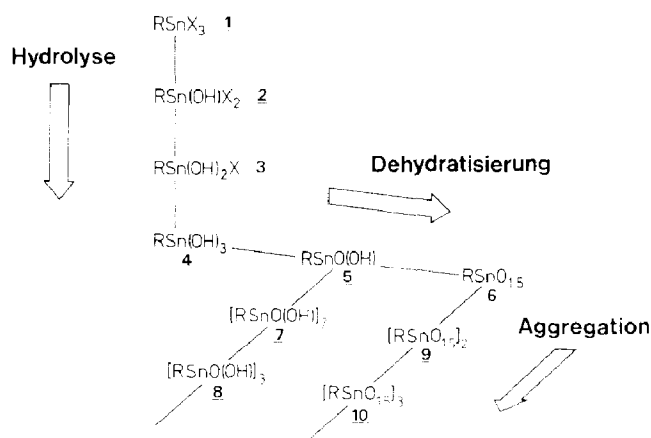
Zusammenfassung

Die Monoorganozinnhydroxid-dihalogenid-hydrate $\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ mit R = *i*-Propyl und *i*-Butyl wurden röntgenographisch untersucht. Im Kristall finden sich dimere Baueinheiten mit einem rautenförmigen Zinn–Sauerstoff-Vierring und oktaedrisch koordinierten Zinnatomen. Die Moleküle sind über $\text{OH} \cdots \text{Cl}$ -Wasserstoffbrücken zu Ketten, diese ihrerseits zu Schichten verknüpft.

Einleitung

Im Gegensatz zu den Tri- und Diorganylzinnhalogeniden, bei denen die im Verlauf der Hydrolyse gebildeten Reaktionsprodukte bis auf einige wenige Sonderfälle chemisch und strukturell weitgehend abgesichert sind, ist über die entsprechende Reaktion der Monoorganylzinn-trihalogenide (RSnX_3 ; X = Cl, Br, I) sowie über die Stöchiometrie und Struktur der dabei gebildeten Primär- und Folgeprodukte nur sehr wenig bekannt.

Man nimmt an, nicht zuletzt aufgrund der präparativen Arbeiten von Luijten [1], dass auch die Monoorganylzinn-trihalogenide, ähnlich wie die Diorganylzinn-dihalogenide, ihre Halogenatome stufenweise abgeben [2]. Dabei sollen bis zum



Schema 1

Erreichen der formalen Endstufe der Monoorganylzinn-trihydroxide (4) die Zwischenstufen der Hydroxid-dihalogenide (2) und Dihydroxid-halogenide (3) durchlaufen werden (Schema 1).

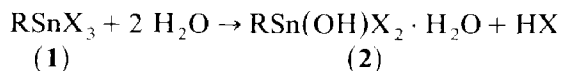
Wegen der geringen sterischen Abschirmung der Zinnatome durch nur einen organischen Rest wird das Reaktionsgeschehen noch weniger als bei der Hydrolyse der Diorganylzinn-dihalogenide auf diesen Stufen mit formal vierbindigem Zinn stehen bleiben. Vielmehr muss man annehmen, dass zur eigentlichen Hydrolyse (1 → 2 → 3 → 4) noch Dehydratations- (4 → 5 → 6) und Aggregations-Reaktionen (5 → 7 → 8; 6 → 9 → 10) hinzukommen, wobei, unter Erhöhung der Koordinationszahl am Zinn, polynukleare Hydroxidoxide 5, 7, 8 ("Stannonsäuren", [3]) und Sesquioxide 6, 9, 10 mit unterschiedlichem Aggregationsgrad gebildet werden können.

Im Zusammenhang mit früheren Arbeiten über Hydrolyse- bzw. Chalkogenolyse-Produkte von Diorganylzinn-dihalogeniden [4–6] und von Monoorganylgermanium-trihalogeniden [7] haben wir einige der oben genannten Zwischen- und Endprodukte näher untersucht und berichten im folgenden über die Strukturbestimmung der beiden Verbindungen *i*-Propylzinn-hydroxid-dichlorid-hydrat $i\text{-PrSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ und *i*-Butylzinn-hydroxid-dichlorid-hydrat $i\text{-BuSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, die zur Stufe 2 (Schema 1) gehören.

Zum Vergleich werden die Ergebnisse der in der Literatur beschriebenen Strukturbestimmungen an der analogen Ethyl- [8] und *n*-Butylverbindung [9] herangezogen.

Darstellung

Monoorganylzinn-hydroxid-dihalogenid-hydrate entstehen bei der Reaktion der entsprechenden Organylzinn-trihalogenide mit der in der Luft enthaltenen Feuchtigkeit:



Geeignete Einkristalle konnten erhalten werden, wenn eine Lösung der Trihalogenverbindung in Chloroform an feuchter Luft bei Raumtemperatur sehr langsam

eindunstete. Als Nebenprodukte entstanden hierbei in mehreren Ansätzen auch Kristalle der organylfreien Verbindungen $[(\text{Sn}(\text{OH})\text{Cl}_3(\text{H}_2\text{O})) \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ und $[\text{SnCl}_4(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, die isoliert und anhand ihrer kristallographischen Daten [10] identifiziert werden konnten. Das Auftreten dieser vollständig hydrolysierten Produkte im Gemisch mit der metallorganischen Verbindung verfälscht naturgemäss deren Elementaranalyse und macht eine sichere Zuordnung von IR-Banden unmöglich.

Strukturbestimmung

Die Lagen der Zinnatome wurden mit Direkten Methoden (SHELXS-86 [11]) bestimmt, die restlichen Atome wurden mit Ausnahme der Wasserstoffatome

Tabelle 1

Kristallographische Daten

	i-PrSn(OH)Cl ₂ ·H ₂ O	i-BuSn(OH)Cl ₂ ·H ₂ O
Kristallabmessungen (mm)	0.3 × 0.2 × 0.2	0.25 × 0.35 × 0.3
Kristallsystem	monoklin	triklin
Raumgruppe (Nr.)	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> (14)	<i>P</i> $\bar{1}$ (2)
Elementarzelle		
<i>a</i> (pm)	1062.1(3)	601.8(5)
<i>b</i> (pm)	657.1(1)	651.3(2)
<i>c</i> (pm)	1165.1(8)	1249.5(4)
α (°)		86.53(2)
β (°)	100.77(5)	84.79(5)
γ (°)		73.70(5)
<i>V</i> (nm ³)	0.799	0.467
Formeleinheiten je Zelle	4	2
Dichte _{rob.} (g cm ⁻³)	2.23	2.00
Absorption μ (cm ⁻¹)	35.22	30.07
Bereich θ	< 26°	< 24°
Reflexe gemessen	4229	1436
davon verwendet		
mit $\sigma(I)/I < 0.5$	2190	1396
verfeinerte Parameter	58	62
<i>R</i> -Wert	0.038 ^a	0.079 ^b

^a Ungewichtet. ^b Gewichtet mit $1/(\sigma^2(F) + 0.01252F^2)$.

Tabelle 2

Atomkoordinaten und Koeffizienten (10^{-2} nm²) *U* der isotropen bzw. *U*_{eq} der äquivalenten isotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome mit Standardabweichungen von i-PrSn(OH)Cl₂·H₂O

Atom	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{eq}	<i>U</i>
Sn(1)	0.65365(3)	-0.05171(5)	0.47893(3)	0.012(1)	
Cl(1)	0.7510(1)	0.0780(2)	0.3225(1)	0.024(1)	
Cl(2)	0.5809(1)	-0.3773(2)	0.3752(1)	0.020(1)	
O(1)	0.4823(4)	0.0756(6)	0.4038(3)	0.016(2)	
O(2)	0.6917(4)	0.2661(6)	0.5513(4)	0.021(2)	
C(110)	0.8078(5)	-0.1931(9)	0.5993(5)		0.018(1)
C(111)	0.8710(7)	-0.0500(11)	0.6944(6)		0.031(1)
C(112)	0.9038(7)	-0.2890(11)	0.5319(6)		0.031(1)

Tabelle 3

Atomkoordinaten und Koeffizienten (10^{-2} nm^2) U der isotropen bzw. U_{eq} der äquivalenten isotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome mit Standardabweichungen von $i\text{-BuSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Atom	x	y	z	U_{eq}	U
Sn(1)	0.93792(7)	0.97311(7)	0.87012(4)	0.021(1)	
Cl(1)	0.6081(4)	1.1915(4)	0.7775(2)	0.034(2)	
Cl(2)	0.7409(4)	0.6931(3)	0.9308(2)	0.029(1)	
O(1)	0.8058(10)	1.1272(9)	1.0087(4)	0.024(4)	
O(2)	1.0703(11)	1.2653(10)	0.8339(5)	0.025(4)	
C(110)	1.1823(17)	0.8119(16)	0.7520(7)		0.032(2)
C(111)	1.1099(17)	0.8263(15)	0.6345(7)		0.034(2)
C(112)	0.9483(20)	0.6968(19)	0.6256(10)		0.055(3)
C(113)	1.3298(23)	0.7578(22)	0.5593(11)		0.065(3)

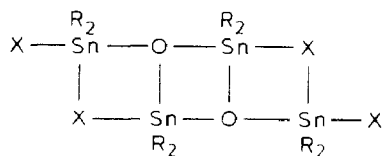
aus nachfolgenden least-squares-Verfeinerungen und Differenzfouriersynthesen (SHELX-76 [12]) lokalisiert. Die Kohlenstoffatome wurden mit isotropen, die anderen Atome mit anisotropen Temperaturfaktoren verfeinert.

Die kristallographischen Daten sind in Tab. 1, die Atomkoordinaten in Tab. 2 und 3 zusammengestellt [13*].

Molekülstruktur

Wie im Ethyl- und im *n*-Butylzinn-hydroxid-dichlorid-hydrat liegen auch in den von uns untersuchten Verbindungen zentrosymmetrische dimere Baueinheiten vor (Fig. 1). Die Basis dieser Gruppierung bildet ein planarer, von den Sauerstoffatomen der Hydroxylgruppen und den Zinnatomen gebildeter Sn–O-Vierring; in der gleichen Ebene liegen auch die Organylreste und zwei der vier Halogenatome. Die beiden restlichen Halogenatome sowie die Sauerstoffatome der an die Zinnatome koordinierten Wassermoleküle stehen senkrecht von dieser Ebene ab.

Ähnliche Zinn–Sauerstoff-Vierringe finden sich auch bei anderen Verbindungsklassen, z.B. in den Hydrolyseprodukten von Diorganylzinn-dihalogeniden mit sog. Leiterstrukturen [4]



(X = Halogen oder OH)

Sie sind hier wie dort durch spitze Winkel am Zinn (etwa 70°) und stumpfe am Sauerstoff (ca. 110°) gekennzeichnet. Bei den Monoorganylzinn-hydroxid-dihalogenid-hydraten sind, wie aus der Gegenüberstellung in Tab. 4 hervorgeht, die Bindungswinkel und -abstände innerhalb des für diese Verbindungsreihe charakteristischen Grundgerüsts sehr ähnlich. Demgegenüber ergeben sich beim

* Die Literaturnummer mit einem Sternchen deutet eine Bemerkung in der Literaturliste an.

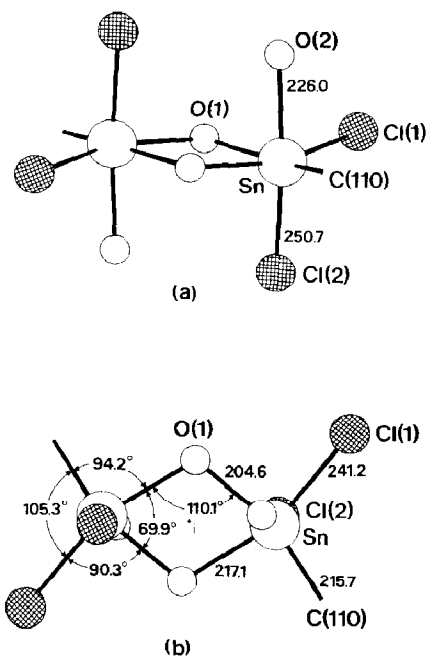


Fig. 1. Seitenansicht (a) und Aufsicht (b) des dimeren Moleküls von $i\text{-PrSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ mit Bindungsabständen (pm) und -winkeln ($^\circ$).

Tabelle 4

Bindungsabstände (pm) und -winkel ($^\circ$) der Verbindungen $\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ und $\text{Sn(OH)X}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \text{L}$ mit $\text{L} = \text{Dioxan (diox), 1,8-Epoxy-}p\text{-menthan (cin) oder Wasser}$. Für alle Verbindungen wurden die Atome in gleicher Weise numeriert

Verbindung	$\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$				$\text{Sn(OH)X}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \text{L}$			
	<i>i</i> -Pr	<i>i</i> -Bu	<i>n</i> -Bu	Et	–	–	–	–
R	<i>i</i> -Pr	<i>i</i> -Bu	<i>n</i> -Bu	Et	–	–	–	–
X	Cl	Cl	Cl	Cl	Cl	Cl	Cl	Br
L	–	–	–	–	3diox	4cin	4H ₂ O	4cin
Lit.	–	–	[9]	[8]	[10]	[10]	[10]	[10]
Sn(1)–O(1)	204.6(4)	205.2(6)	204.7	206.7	208.6	204.4	207.7	207.6
Sn(1)–O(1)′	217.1(4)	219.2(6)	216.9	215.3	205.6	204.2	207.8	202.8
Sn(1)–O(2)	226.0(4)	226.1(7)	224.3	234.7	213.0	210.3	215.8	215.6
Sn(1)–X(1)	241.2(2)	242.4(2)	241.9	246.0	235.6	235.4	237.9	244.8
Sn(1)–X(2)	250.7(1)	247.8(3)	248.4	242.7	237.1	233.5	237.8	249.6
Sn(1)–X(3)	–	–	–	–	236.3	232.2	233.6	255.2
Sn(1)–C(110)	215.7(5)	210.3(9)	211.9	220.4	–	–	–	–
Sn(1)–O(1)–Sn(1)′	110.1(2)	109.3(2)	110.4	109.1	108.3	108.6	108.3	108.3
O(1)–Sn(1)–O(1)′	69.9(2)	70.7(2)	69.6	70.9	71.7	71.4	71.7	71.7
O(1)–Sn(1)–O(2)	82.2(2)	81.7(2)	81.7	80.6	84.2	81.6	87.3	80.7
O(1)′–Sn(1)–O(2)	85.7(1)	86.9(2)	87.2	84.9	86.9	87.0	86.9	87.2
O(1)–Sn(1)–X(1)	90.3(1)	89.2(2)	90.1	87.9	93.6	93.1	89.8	83.6
O(1)–Sn(1)–X(2)	88.5(1)	90.0(2)	89.9	91.9	93.1	89.7	93.9	90.1
O(1)′–Sn(1)–X(2)	93.5(1)	93.9(2)	93.1	92.5	93.0	91.0	91.7	90.5

Vergleich mit den strukturanalogen Verbindungen vom Typ $\text{Sn}(\text{OH})\text{X}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [10], in denen anstelle des Organylrestes R ein weiteres Halogen X an das Zinn gebunden ist, einige Besonderheiten.

So fällt auf, dass bei diesen anorganischen Verbindungen die beiden Zinn–Sauerstoff-Abstände innerhalb des zentralen Vierrings nur wenig (208.6–204.4 bzw. 207.8–202.8 pm) voneinander abweichen, während sie sich in den organyl-substituierten Substanzen deutlich (206.7–204.6 bzw. 219.6–215.3 pm) unterscheiden.

Möglicherweise hängt dies mit der oktaedrischen Koordination der Zinnatome und der Stellung der Hydroxylgruppen relativ zu den Organylresten zusammen. So ist in dem oktaedrischen Komplex $\text{EtSnI}_3 \cdot 2\text{DPSO}$ [14] der Zinn–Sauerstoff-Abstand des DPSO-Liganden in *trans*-Stellung zur Ethylgruppe deutlich verkürzt sowohl gegenüber dem *cis*-ständigen als auch gegenüber den Abständen im rein anorganischen Komplex $\text{SnI}_4 \cdot 2\text{DPSO}$. Die Autoren führen diesen Effekt auf den Einfluss des elektronenliefernden organischen Restes zurück ("trans-Verstärkung").

Bei den hier untersuchten Verbindungen sind allerdings die Zinn–Sauerstoff-Abstände der zum organischen Rest *trans*-ständigen Hydroxylgruppen länger (im Mittel 217.1 pm) als die der *cis*-ständigen; bei letzteren sind sie mit durchschnittlich 204.4 pm ähnlich denen in den angeführten anorganischen Verbindungen (206.1 pm).

Interessanterweise entspricht die Molekülgeometrie der hier untersuchten Verbindungen fast exakt der in den Di-*t*-butylzinnhydroxid-halogeniden [6] gefundenen, jedoch sind dort die Zinnatome fünffach (trigonal-bipyramidal) und nicht wie hier oktaedrisch koordiniert. Die Ursache für die unterschiedliche Koordination dürfte sicherlich darin liegen, dass die Zinnatome in den Diorganylverbindungen sterisch stärker abgeschirmt sind als in den Monoorganylen.

Kristallstrukturen

Sowohl bei der *i*-Propyl- als auch bei der *i*-Butyl-Verbindung sind die Moleküle über $\text{OH} \cdots \text{Cl}$ -Wasserstoffbrückenbindungen zu Ketten verknüpft, die ihrerseits durch analoge Quervernetzungen zu Schichten verbunden sind (Fig. 2). Der prinzipiell gleiche Aufbau findet sich auch beim Ethyl- und beim *n*-Butylzinnhydroxid-dichlorid-hydrat.

Zwar konnten bei den von uns untersuchten Verbindungen die entsprechenden Wasserstoffatome nicht lokalisiert werden, die Ausrichtung der Moleküle im Kristallverband und die dadurch bedingten intermolekularen $\text{O} \cdots \text{Cl}$ -Abstände (Tab. 5) sind jedoch nur zu verstehen, wenn jedes an ein Sauerstoffatom gebundene Wasserstoffatom eine Brückenbindung zu einem Chloratom eines ihm direkt benachbarten Moleküls eingeht. Von den Halogenatomen ist das Atom Cl(1) an einer, das Atom Cl(2) an zwei Wasserstoffbrücken beteiligt (Fig. 3).

Gleiches gilt für die *n*-Butyl-Verbindung. Demgegenüber ist im $\text{EtSn}(\text{OH})\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ das Atom Cl(1) an zwei intermolekularen Brücken beteiligt. Beim Atom Cl(2) findet man keinen intermolekularen $\text{O} \cdots \text{Cl}$ -Abstand, der kleiner als 350 pm wäre; im Gegensatz zu den drei anderen Verbindungen liegt hier möglicherweise eine intramolekulare Wasserstoffbrücke $\text{HO}(2)'\text{H} \cdots \text{Cl}(2)$ vor.

In allen vier Verbindungen sind die beiden Zinn–Chlor-Abstände deutlich voneinander verschieden. Die Ursache hierfür könnte in der unterschiedlichen

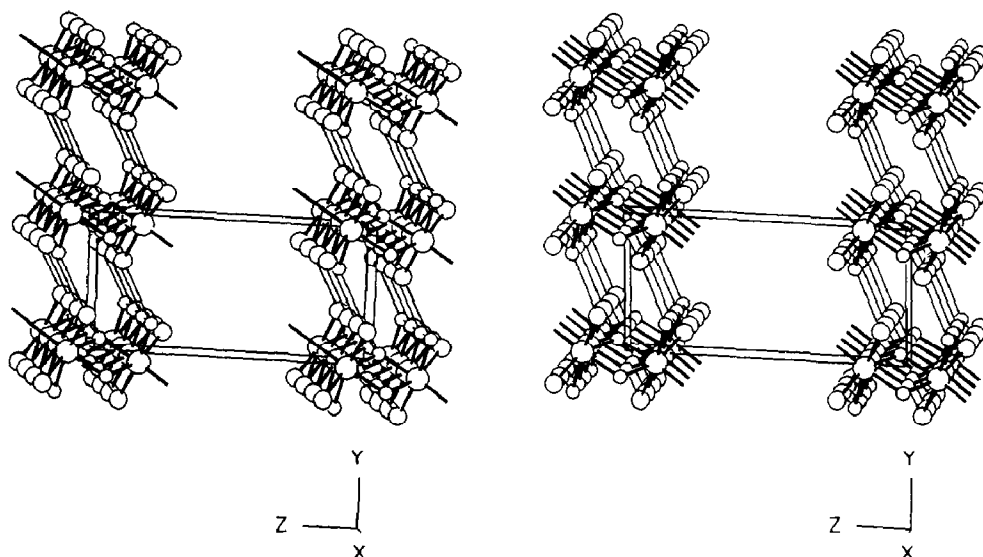


Fig. 2. Stereobild des Schichtenaufbaues von $i\text{-BuSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Die intermolekularen Wasserstoffbrücken sind durch dünne Striche angedeutet.

Anzahl von Wasserstoffbrückenbindungen liegen, die von diesen Halogenatomen ausgehen: Der längere Abstand wird bei Cl(2) gefunden, das an zwei Brücken beteiligt ist. Damit steht im Einklang, dass sich die Verhältnisse in der Ethyl-Verbindung umkehren; hier ist Cl(1) an zwei und Cl(2) nur an einer Wasserstoff-Brücke beteiligt.

Alle Zinn-Chlor-Abstände sind in den Organylverbindungen erheblich länger als in den Hydroxid-trihalogenid-hydraten; besonders auffällig ist, dass der kürzeste Abstand zwischen Zinn und Brom bei der organylfreien Verbindung mit 244.2 pm kleiner ist als die Abstände von Zinn zu den durch zwei Wasserstoffbrücken belasteten Chloratomen in den Organylzinn-hydroxid-dihalogenid-hydraten (246.0–250.7 pm). Bei den rein anorganischen Strukturen treten keine entsprechenden Wasserstoffbrücken auf, die Zinn-Halogen-Bindungen sind daher nicht belastet, die Abstände liegen bei den auch für viele andere Verbindungen beob-

Tabelle 5

Inter- bzw. intramolekulare Chlor-Sauerstoff-Abstände (pm) der Verbindungen $\text{RSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

R	i-Pr	i-Bu	n-Bu	Et
<i>m</i>	2	2	2	1
<i>n</i>	1	1	1	2
Lit.			[9]	[8]
<i>intermolekular</i>				
O(1) ... Cl(<i>m</i>)''	320.8(4)	320.8(6)	323.2	322.2
O(2) ... Cl(<i>m</i>)''	319.1(4)	318.6(7)	320.3	333.7
O(2) ... Cl(<i>n</i>)''	327.0(4)	315.8(6)	314.5	–
<i>intramolekular</i>				
O(2) ... Cl(2)'	325.3(5)	330.4(6)	331.1	319.6

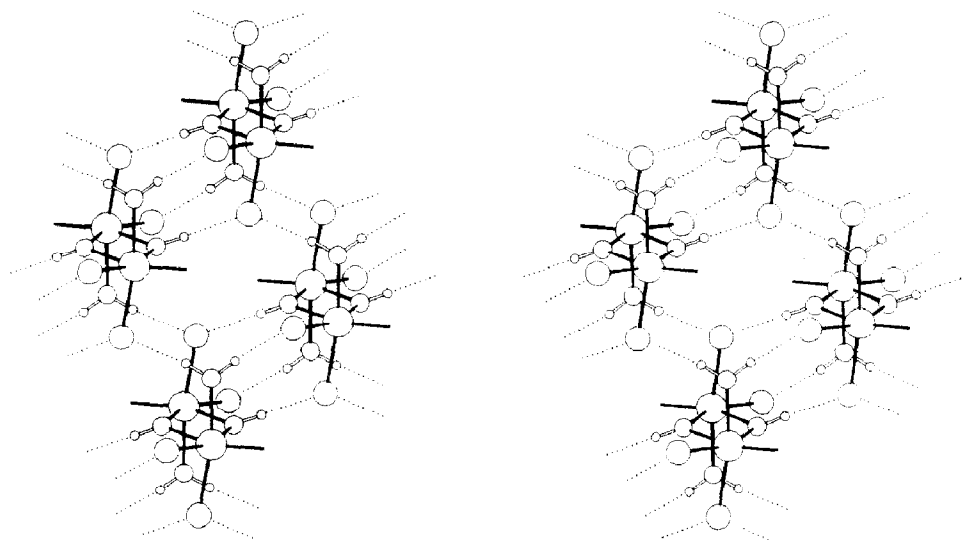


Fig. 3. Stereobild eines Ausschnittes aus einer Schicht von $i\text{-BuSn(OH)Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ mit Wasserstoffbrücken. Die Wasserstoffatome sind in geometrisch sinnvoller Weise ergänzt.

achteten Werten. $\text{O-H} \cdots \text{Cl}$ -Wasserstoffbrücken sind von Natur aus relativ schwach. Wie aus Tab. 5 hervorgeht, liegen die $\text{O} \cdots \text{Cl}$ -Abstände zwischen 314.5 und 327.0 pm, sind also nur unwesentlich kürzer als die Summe (329 pm) der van der Waals-Radien [15] beider Atome.

Experimentelles

Die Herstellung der Ausgangsverbindungen $i\text{-PrSnCl}_3$ und $i\text{-BuSnCl}_3$ erfolgte nach den Angaben in [16] bzw. [17]. Beim Stehen an feuchter Luft bilden sich hieraus die entsprechenden Monoorganylzinnhydroxid-dihalogenid-hydrate. Zur Züchtung von Einkristallen wurden Lösungen der Organylzinn-trihalogenide in Chloroform bei Raumtemperatur sehr langsam eingedunstet. Die Bestimmung der Gitterkonstanten und Messung der Reflexintensitäten erfolgten auf dem Automatischen Diffraktometer CAD4 der Fa. Enraf-Nonius mit Mo-K_α -Strahlung und Graphitmonochromator bei einer Messtemperatur von 183 K.

Die Zeichnungen wurden mit den Programmen KPLOTT [18] und ORTEP [19] erstellt.

Dank

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur

- 1 J.G.A. Luijten, *Rec. Trav. Chim. Pays-Bas*, 85 (1966) 873.
- 2 A.G. Davies und P.J. Smith, in G. Wilkinson, F.G.A. Stone und E.W. Abel (Hrsg.), *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Vol. 2, Pergamon Press, Oxford, Toronto, Sidney, Paris, Frankfurt, New York, 1982.

- 3 G. Meyer, Ber. Dtsch. Chem. Ges., 16 (1883) 1439.
- 4 H. Puff, E. Friedrichs und F. Visel, Z. Anorg. Allg. Chem., 477 (1981) 50; H. Puff, I. Bung, E. Friedrichs und A. Jansen, J. Organomet. Chem., 254 (1983) 23; H. Reuter, Dissertation, Bonn 1987.
- 5 H. Puff, W. Schuh, R. Sievers, W. Wald und R. Zimmer, J. Organomet. Chem., 260 (1984) 271.
- 6 H. Puff, H. Hevendehl, K. Höfer, H. Reuter und W. Schuh, J. Organomet. Chem., 287 (1985) 163.
- 7 H. Puff, S. Franken und W. Schuh, J. Organomet. Chem., 256 (1983) 23; H. Puff, K. Braun, S. Franken, T.R. Kök und W. Schuh, J. Organomet. Chem., 335 (1987) 167; H. Puff, K. Braun, S. Franken, T.R. Kök und W. Schuh, J. Organomet. Chem., 349 (1988) 293; H. Puff, K. Braun, S. Franken, T.R. Kök und W. Schuh, J. Organomet. Chem., in Vorbereitung.
- 8 C. Lecomte, J. Protas et M. Devaud, Acta Crystallogr., B32 (1976) 923.
- 9 R.R. Holmes, S. Shafieezad, V. Chandrasekhar, J.M. Holmes und R.O. Day, J. Am. Chem. Soc., 110 (1988) 1174.
- 10 J.C. Barnes, H.A. Sampson und T.J.R. Weakley, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1980) 949.
- 11 G.M. Sheldrick, SHELXS-86: Program for Crystal Structure Determination, Göttingen 1986.
- 12 G.M. Sheldrick, SHELX-76: Program for Crystal Structure Determination, Cambridge 1976.
- 13 Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 53392, des Autors und des Zeitschriftenzitates angefordert werden.
- 14 A.V. Jatsenko, S.V. Medvedev, K.A. Paseshnitchenko und L.A. Aslanov, J. Organomet. Chem., 284 (1985) 181.
- 15 A. Bondi, J. Phys. Chem., 68 (1964) 441.
- 16 E. Friedrichs, Dissertation, Bonn 1984.
- 17 W.P. Neumann und G. Burkhardt, Liebigs Ann. Chem., 663 (1963) 11.
- 18 R. Hundt, KPLOT: Ein Programm zum Zeichnen und zur Untersuchung von Kristallstrukturen, Bonn, 1979.
- 19 C.K. Johnson, ORTEP: A Fortran Thermal Ellipsoid Plot Program for Crystal Structure Illustrations, Oak Ridge 1965; bearbeitet von R. Hundt, Bonn 1969.