

Journal of Organometallic Chemistry, 390 (1990) 301–308
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne – Printed in The Netherlands
 JOM 20748

Metallorganische Verbindungen der Lanthanoide

LVIII *. Zur Struktur des Dicyclopentadienyl- bis(trimethylsilyl)lutetat-Anions

Herbert Schumann*, Juliane A. Meese-Marktscheffel und F. Ekkehardt Hahn

*Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Technischen Universität Berlin, D-1000 Berlin 12
 (Bundesrepublik Deutschland)*

(Eingegangen den 22. Januar 1990)

Abstract

$(C_5H_5)_2Lu(\mu-Cl)_2Na(dme)_2$ reacts with $LiSi(CH_3)_3$ in dimethoxyethane with formation of $[Li(dme)_3][[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]]$. The crystal structure study shows the compound to consist of discrete ions $[Li(dme)_3]^+$ and $[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]^-$. The compound crystallizes in the space group $P2/n$ with a 14.497(5) \AA , b 9.041(2), c 14.672(6) \AA , β 103.85(3)° and V 1867(2) \AA^3 . The crystal and molecular structure was refined to $R = 0.0473$ for 2491 observed reflections with $F_o \geq 3\sigma(F_o)$.

Zusammenfassung

$(C_5H_5)_2Lu(\mu-Cl)_2Na(dme)_2$ reagiert mit $LiSi(CH_3)_3$ in Dimethoxyethan unter Bildung von $[Li(dme)_3][[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]]$. Die Kristallstrukturanalyse zeigt, dass die Verbindung aus den Ionen $[Li(dme)_3]^+$ und $[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]^-$ aufgebaut ist. Die Verbindung kristallisiert in der Raumgruppe $P2/n$ mit a 14.497(5), b 9.041(2), c 14.672(6) \AA , β 103.85(3)° und V 1867(2) \AA^3 ; $R = 0.0473$ für 2491 beobachtete Reflexe ($F_o \geq 3\sigma(F_o)$).

Einleitung

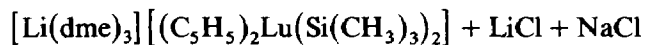
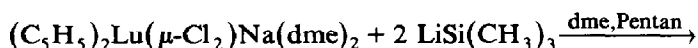
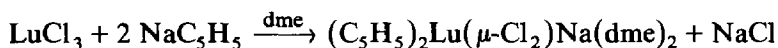
Obwohl man bereits seit den Arbeiten von Wilkinson und Birmingham aus dem Jahre 1954 Organolanthanoid-Verbindungen kennt [2], sind Komplexe der

* Für Teil LVII siehe Lit. 1.

Lanthanoide mit dem nächst höheren Homologen des Kohlenstoffs, dem Silicium, bislang kaum untersucht [3]. In den einzigen in der Literatur beschriebenen Verbindungen dieses Typs liegen anionische Organolanthanoidsilyl-Einheiten $[(C_5H_5)_2Ln(Si(CH_3)_3)_2]^-$ [4,5] vor. In dem von uns röntgenographisch untersuchten Anion $[(C_5H_5)_2Sm(Si(CH_3)_3)_2]^-$ [4] findet man Sm–C und Sm–Si Bindungsabstände, die kürzer sind, als man dies für ionische Bindungen erwarten würde [6]. Diese Beobachtung führte zum umstrittenen Postulat kovalenter Bindungsanteile in den Sm–C und Sm–Si Bindungen [4]. Um aufgetretene Zweifel zu klären und um eine Erklärung für die kurzen Bindungen zum Lanthanoid im Samarium-Derivat dieses Anions zu finden, haben wir zunächst $[Li(dme)_3][(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]$ erneut dargestellt und eine Röntgenstrukturanalyse davon durchgeführt.

Ergebnisse und Diskussion

Bei der Reaktion von $LuCl_3$ mit zwei Äquivalenten NaC_5H_5 in 1,2-Dimethoxyethan (dme) beobachtet man, analog zur Synthese von Bis(pentamethylcyclopentadienyl)lanthanoidchloriden [7], die Bildung von $(C_5H_5)_2Lu(\mu-Cl_2)Na(dme)_2$, welches in kristalliner Form isoliert, mit $LiSi(CH_3)_3$ in dme umgesetzt wird:



Durch Umkristallisieren aus dme/Pentan wird $[Li(dme)_3][(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]$ in Form gelber, hydrolyseempfindlicher Kristalle erhalten, die sich auch unter Argonatmosphäre schon bei Raumtemperatur langsam zersetzen.

Die röntgenographische Untersuchung dieses Lutetiumkomplexes zeigt, dass die Kristallparameter (a , b , c , β) (Tab. 1 und 2) sowie die Molekülparameter (Bindungslängen und -winkel, Tab. 3) identisch sind mit denen der von uns bereits beschriebenen [4] analogen Samarium-Verbindung $[Li(dme)_3][(C_5H_5)_2Sm(Si(CH_3)_3)_2]$. Bei einer Differenz in den Ionenradien von oktakoordiniertem Sm^{3+} und Lu^{3+} von 0.102 Å [8] ist dies nur möglich, wenn die beiden Verbindungen identisch sind. Bei der in [4] beschriebenen Röntgenstrukturanalyse haben wir offensichtlich Kristallproben der Lutetium-Verbindung mit solchen des Samarium-Derivates verwechselt. Zur Beschreibung der Bindungsverhältnisse im Anion $[(C_5H_5)_2Ln(SiMe_3)_2]^-$ ist keine "kovalente Bindungsverkürzung" nötig. Die Molekülparameter des Anions $[(C_5H_5)_2Lu(SiMe_3)_2]^-$ stehen vielmehr mit dem gegenwärtig für Organolanthanoidverbindungen akzeptierten Modell ionischer Bindungen in völliger Übereinstimmung [6].

Im $[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]^-$ Anion (Fig. 1; Fig. 2 zeigt das Kation $[Li(dme)_3]^+$, Fig. 3 eine Elementarzelle) ist das Lutetium-Atom verzerrt tetraedrisch von den Zentren zweier Cyclopentadienyl-Liganden und zwei Trimethylsilyl-Einheiten umgeben. Die formale Koordinationszahl des Lutetiums ist damit 8. Die $Lu-C_{Cp}$ Abstände variieren im Bereich von 2.581(8) und 2.619(7) Å mit einem Mittelwert von 2.601(14) Å. Dieser Wert ist in guter Übereinstimmung mit dem $Lu-C_{Cp}$ Abstand anderer oktakoordinierter Cp_2Lu -Verbindungen wie z.B. $(C_5H_5)_2Lu(\mu-CH_3)_2Li(tmed)$ (Mittelwert $Lu-C_{Cp}$ 2.63(3) Å [9]). Von Raymond und Eigenbrodt

Tabelle 1

Kristall- und Datensammlungsparameter für $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]^a$

a , Å	14.497(5)
b , Å	9.041(2)
c , Å	14.672(6)
β , °	103.85(3)
V , Å ³	1867(2)
Raumgruppe	$P2/n$ (Nr. 13)
Formel	$\text{C}_{28}\text{H}_{58}\text{LiSi}_2\text{Sm}$
Formelgewicht, g/mol	728.9
Z	2
d_c , g/cm ³	1.296
d_o , g/cm ³	1.30
μ_c , cm ⁻¹	27.41
Monochromator	Graphit ($2\theta_m = 12.2^\circ$)
gemessene Intensitäten	$0 \leq h \leq 17$ $0 \leq k \leq 10$ $-17 \leq l \leq 17$
Scan Geschwindigkeit, θ , °/min	variabel, min 2.5, max 6.7
Scan Breite, $\Delta\theta$, °	variabel, $0.95 + 0.35[\tan(\theta)]$
Hintergrund	gemessen über $0.25(\Delta\theta)$
symmetrieunabhängige Intensitäten	3288
beobachtete Reflexe ($F_o^2 \geq 3\sigma(F_o^2)$)	2491
R , % ^b	4.73
R_w , %	5.26
p -Faktor ^b	0.04
GOF	1.496
Zahl der Variablen	173

^a Die geschätzten Standardabweichungen der letzten signifikanten Ziffern sind hier und in allen folgenden Tabellen in Klammern angegeben. ^b Definition der R -Werte: $R = \Sigma ||F_o| - |F_c|| / \Sigma |F_o|$, $R_w = [\Sigma w(|F_o| - |F_c|)^2 / \Sigma w |F_o|^2]^{1/2}$, $w = 1 / [\sigma(F)]^2 = 4F^2 / [\sigma(F^2)]^2$ mit $\sigma(F^2) = \{[\sigma(I)]^2 + [p(F^2)]^2\}^{1/2}$, $\text{GOF} = [\Sigma w(|F_o| - |F_c|)^2 / (n_o - n_v)]^{1/2}$ mit $n_o = \text{Zahl der Reflexe}$ und $n_v = \text{Zahl der Variablen}$.

wurde gezeigt, dass der Ln-C_{Cp} Abstand in Di- und Tricyclopentadienyllanthanoid-Verbindungen direkt proportional zum Ionenradius des Metallions ist. Ein solches Verhalten ist ein klarer Hinweis auf ionische Bindungsverhältnisse. Der effektive Ionenradius des C₅H₅⁻-Liganden wurde als Differenz des Abstandes Ln-C_{Cp} und des Ionenradius des Metallions für eine bestimmte Koordinationszahl [8] bestimmt, und beträgt 1.64(4) Å für die 23 untersuchten Verbindungen [6]. Wendet man dieses Verfahren auf die Titelverbindung an, so ergibt sich, in völliger Übereinstimmung mit einem ionischen Bindungsmodell, ein effektiver Ionenradius des C₅H₅⁻-Liganden von 1.624 Å ($r_{\text{Lu}^{\text{VIII}}} = 0.977$ Å [7]). Gleiches gilt für den Lu-Si Bindungsabstand.

Experimentelles

Alle Arbeiten wurden unter striktem Ausschluss von Luftsauerstoff und Feuchtigkeit mittels Schlenktechnik in einer Atmosphäre von gereinigtem Argon durchgeführt.

$(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\mu\text{-Cl}_2)\text{Na}(\text{dme})_2$. Zu einer Suspension von 4.15 g (14.8 mmol) LuCl₃ in 100 ml dme werden bei Raumtemperatur langsam 26.6 ml einer 1.11 M THF-

Tabelle 2

Positionenparameter und isotrope thermische Parameter für $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]^a$

Atom	x	y	z	$B_{\text{eq}} (\text{\AA}^2)$
Lu	0.750	0.09592(6)	0.250	2.237(8)
Si	0.7066(2)	-0.1285(3)	0.1060(2)	3.19(5)
Li	0.750	0.400(2)	0.750	3.2(4)
O1	0.8216(4)	0.4297(8)	0.6425(4)	4.6(1)
O2	0.8606(4)	0.5472(7)	0.8118(4)	4.2(1)
O3	0.6726(4)	0.2074(7)	0.6789(4)	4.5(2)
C1	0.6930(8)	-0.071(1)	-0.0227(7)	5.3(3)
C2	0.5912(7)	-0.234(1)	0.0980(7)	5.3(3)
C3	0.7956(8)	-0.284(1)	0.1190(8)	5.8(3)
C4	0.9316(6)	0.086(1)	0.2546(7)	4.8(2)
C5	0.9222(6)	0.185(1)	0.3256(6)	4.5(2)
C6	0.8751(6)	0.304(1)	0.2844(7)	4.5(2)
C7	0.8546(6)	0.284(1)	0.1868(7)	5.1(2)
C8	0.8895(6)	0.147(1)	0.1705(6)	4.8(2)
C9	0.8205(8)	0.344(1)	0.5629(7)	5.1(3)
C10	0.9007(6)	0.524(1)	0.6678(7)	4.5(2)
C11	0.8917(8)	0.625(1)	0.7437(7)	6.8(3)
C12	0.8741(9)	0.625(1)	0.8984(7)	6.5(3)
C13	0.5738(9)	0.212(2)	0.633(1)	8.2(4)
C14	0.6980(8)	0.078(1)	0.7320(7)	5.2(3)

^a Der isotrope thermische Parameter B_{eq} ist definiert als $4/3[a^2B_{1,1} + b^2B_{2,2} + c^2B_{3,3} + ab(\cos \gamma)B_{1,2} + ac(\cos \beta)B_{1,3} + bc(\cos \alpha)B_{2,3}]$; dabei sind a , b und c die Zellparameter und $B_{i,j}$ sind die anisotropen thermischen Parameter.

Lösung von NaC_5H_5 getropft. Die Reaktionsmischung wird noch 1 h bei Raumtemperatur gerührt. Man zieht das Lösungsmittel am Ölpumpenvakuum ab und nimmt den schmutzigweissen Rückstand in 80 ml dme auf. Nach Abtrennen der gelblichen Lösung vom Ungelösten, kristallisiert $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\mu\text{-Cl}_2)\text{Na}(\text{dme})_2$ in Form grosser, farbloser Kristalle aus. Ausbeute: 5.62 g (66%). $^1\text{H-NMR}$ (80 MHz, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$, 25 °C): δ (ppm) 6.04 (s, C_5H_5), 3.44 (s, CH_2O), 3.28 (s, CH_3O); $^{13}\text{C-NMR}$ (20.15 MHz, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$, 25 °C): δ (ppm) 111.24 (s, C_5H_5), 72.70 (s, CH_2O), 58.88 (s, CH_3O).

$[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$. Zu 4.40 g (7.6 mmol) $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\mu\text{-Cl}_2)\text{Na}(\text{dme})_2$, gelöst in 50 ml dme, werden bei -78 °C langsam 24.4 ml einer 0.312 M Pentan-Lösung von $\text{LiSi}(\text{CH}_3)_3$ (7.6 mmol) getropft. Die gelbe Suspension wird auf Raumtemperatur erwärmt und noch 30 min gerührt. Die kräftig gelbe Lösung wird vom weissen Niederschlag dekantiert und auf 20 ml eingeeengt. Nach Zugabe von 20 ml Pentan und Abkühlen auf -30 °C fallen nach 24 h leuchtend gelbe Kristalle aus. Ausbeute: 1.58 g (29%). Analyse: Gef.: C, 45.33; H, 7.64; $\text{C}_{28}\text{H}_{58}\text{LiLuO}_6\text{Si}_2$ ber.: C, 46.14; H, 8.02%. $^1\text{H-NMR}$ (80 MHz, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$, 25 °C): δ (ppm) 5.92 (s, C_5H_5), 3.43 (s, CH_2O), 3.27 (s, CH_3O), -0.31 (s, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$).

Röntgenstrukturanalyse

Gelbe Kristalle von $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$ wurden aus einer dme Lösung bei -30 °C gewonnen. Die Kristalle spalten sehr leicht dme ab und können daher nur bei tiefen Temperaturen manipuliert werden [9]. Ein geeigneter Kristall (0.35 × 0.25 × 0.25 mm) wurde bei -130 °C auf einen Glassfaden geklebt und

Tabelle 3

Bindungslängen (Å) und Bindungswinkel (°) in $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$

Bindungsabstand		Bindungswinkel	
Lu-Si	2.888(2)	Si-Lu-Si'	90.75(8)
Lu-C4	2.619(7)	Si-Lu-Cp ^a	107.6(2)
Lu-C5	2.605(7)	Si-Lu-Cp' ^b	105.9(2)
Lu-C6	2.581(8)	Cp-Lu-Cp'	131.6(4)
Lu-C7	2.596(8)	Lu-Si-C1	118.8(3)
Lu-C8	2.606(8)	Lu-Si-C2	115.6(3)
Si-C1	1.921(8)	Lu-Si-C3	115.1(3)
Si-C2	1.907(8)	C1-Si-C2	101.1(4)
Si-C3	1.884(9)	C1-Si-C3	102.0(4)
Li-O1	2.103(5)	C2-Si-C3	101.7(5)
Li-O2	2.114(13)	O1-Li-O2	77.4(4)
Li-O3	2.20(2)	O1-Li-O3	91.9(4)
O1-C9	1.397(9)	O1-Li-O1'' ^c	165.3(10)
O1-C10	1.405(9)	O1-Li-O2''	93.3(5)
O2-C11	1.382(10)	O1-Li-O3''	99.8(5)
O2-C12	1.425(10)	O2-Li-O3	162.3(6)
O3-C13	1.429(11)	O2-Li-O2''	101.9(8)
O3-C14	1.408(9)	O2-Li-O3''	92.7(2)
C10-C11	1.471(12)	O3-Li-O3''	75.1(7)
C14-C14''	1.47(2)	C9-O1-C10	113.6(6)
C4-C5	1.403(12)	C11-O2-C12	113.2(7)
C4-C8	1.355(12)	C13-O3-C14	112.6(7)
C5-C6	1.345(12)	C5-C4-C8	108.4(8)
C6-C7	1.403(12)	C4-C5-C6	108.0(7)
C7-C8	1.386(12)	C5-C6-C7	108.4(8)
Lu-Cp	2.322(8)	C6-C7-C8	107.2(8)
		C4-C8-C7	108.1(8)

^a Cp ist der Mittelpunkt der Cyclopentadienylgruppe. ^b Mit (') markierte Atome bezeichnen transformierte Koordinaten des Typs 1.5 - x, y, 0.5 - z. ^c Mit (") markierte Atome bezeichnen transformierte Koordinaten des Typs 1.5 - x, y, 1.5 - z.

direkt in den kalten Stickstoffstrom ($-105(5)^\circ\text{C}$) eines Enraf Nonius CAD-4 Diffraktometers eingesetzt. Ein dreidimensionaler Search [10] ergab eine monokline Einheitszelle für die Verbindung. Die Zellparameter wurden auf der Basis von 24 Reflexen im 2θ -Bereich $19.0^\circ \leq 2\theta \leq 20.1^\circ$ verfeinert. Danach wurden alle Daten $h, k, \pm l$ bei $-105(5)^\circ\text{C}$ im 2θ -Bereich $2^\circ \leq 2\theta \leq 50^\circ$ mittels θ - 2θ Scan-Technik und Mo- K_α Strahlung vermessen. Die Intensitäten von 3 Intensitäts-Kontroll-Reflexen (5, 3, 0; 1, 1, -7; -3, -3, -4) wurden nach jeweils 2 h Bestrahlungszeit gemessen, um eine eventuelle Zersetzung des Kristalls zu erkennen. Dieselben Reflexe wurden benutzt, um die Kristallorientierung nach jeweils 200 Intensitätsmessungen zu kontrollieren. War die Abweichung zwischen berechneter und gefundener Position eines der Orientierungsreflexe grösser als 0.1° , so wurden 24 starke Reflexe neu zentriert, und eine neue Orientierungs-Matrix wurde automatisch berechnet. Am Ende der Datensammlung wurde ein ψ -scan (-3, 2, 2) vermessen. Endgültige Kristall- und Datensammelungsparameter sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Die Rohintensitäten wurden in F_o 's umgerechnet. Es erfolgten Korrekturen für Lorentz- und Polarisationsseffekte [11]. Der Intensitätsverlust der Intensitäts-

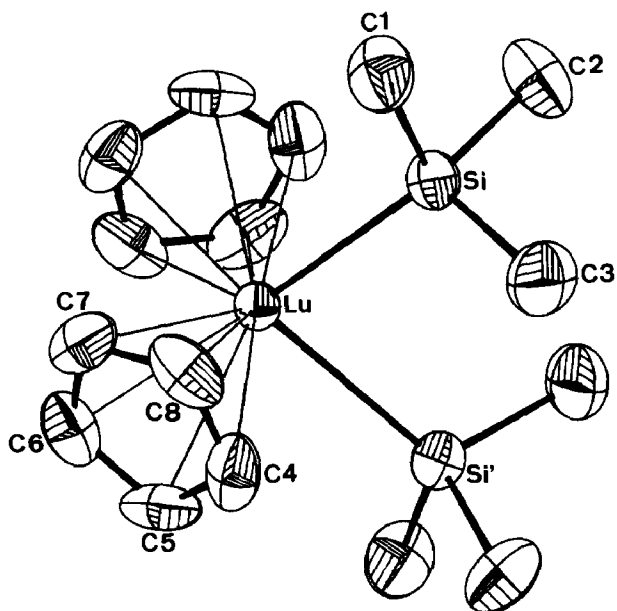


Fig. 1. Das Anion $[(C_5H_5)_2Lu(Si(CH_3)_3)_2]^-$. Lu liegt auf einer speziellen Lage auf der zweizähligen Achse; mit (') gekennzeichnete Atome repräsentieren transformierte Koordinaten des Typs $1.5-x, y, 0.5-z$.

Kontroll-Reflexe betrug -12.1% . Entsprechende Korrekturen wurden angebracht [11]. Eine empirische Absorptionskorrektur auf der Basis des ψ -Scans erfolgte (max. und min. Transmission 99.77% und 83.79%) [11]. Die systematisch abwesenden Reflexe ($h, 0, l, h+l=2n+1$) deuteten auf die möglichen Raumgruppen Pn und

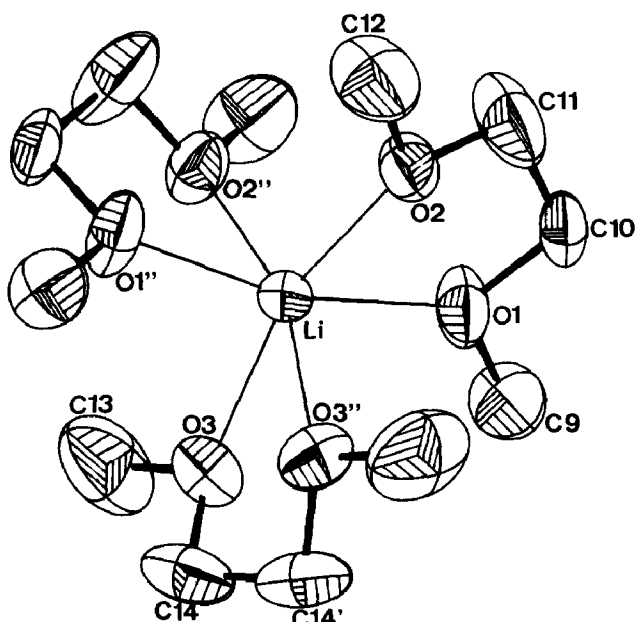


Fig. 2. Das Kation $[Li(dme)_3]^+$. Li liegt auf einer speziellen Lage auf der zweizähligen Achse; mit (") gekennzeichnete Atome repräsentieren transformierte Koordinaten des Typs $1.5-x, y, 1.5-z$.

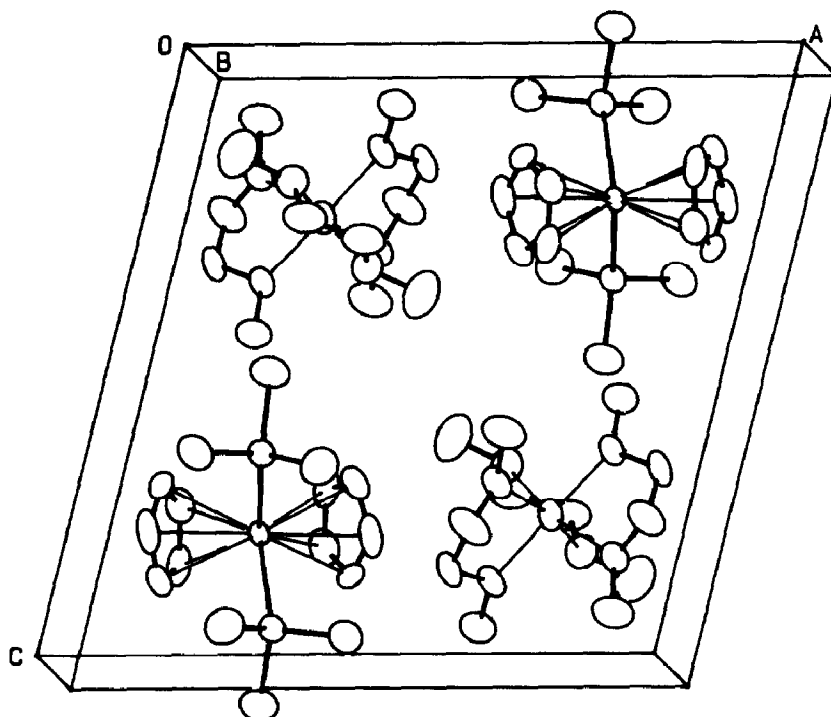


Fig. 3. Elementarzelle von kristallinem $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$.

$P2/n$ hin. Die Lösung und Verfeinerung der Strukturen gelang in der zentrosymmetrischen Raumgruppe $P2/n$ (Nr. 13). Systematisch abwesende Reflexe sowie alle redundanten Daten $(0, k, -l)$ wurden aus dem Datensatz entfernt. Die Strukturlösung gelang mittels einer dreidimensionalen Patterson-Synthese. Diese zeigte die Position des Lu-Atoms. Lu und Li liegen auf speziellen Lagen auf der zweizähligen Achse. Die asymmetrische Einheit der Verbindung enthält jeweils $1/2$ des Anions und des Kations. Die Verfeinerung der Positionsparameter des Lutetiums, gefolgt von einer Differenz-Fourier Analyse zeigte die Positionen aller Nicht-Wasserstoffatome. Nach der isotropen und anisotropen Verfeinerung aller Nicht-Wasserstoffatome wurden dem Strukturmodell alle Wasserstoffatome auf berechneten Positionen [12] zugefügt. Der stärkste Peak einer abschliessenden Differenz-Fourier Synthese hatte eine Intensität von $1.87 \text{ e}^-/\text{\AA}^3$ und befand sich 1.07 \AA vom Lu. Neutrale Atom-Formfaktoren wurden den Tabellen von Cromer und Waber [13] entnommen. Die Formfaktoren aller Nicht-Wasserstoffatome wurden um den realen und imaginären Teil der anomalen Dispersion korrigiert [14]. Positionsparameter und isotrope thermische Parameter für $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$ finden sich in Tabelle 2. Bindungslängen und -winkel sind in Tabelle 3 zusammengefasst. Figur 1 zeigt das Anion, Fig. 2 das Kation und Fig. 3 einen Zellplot von $[\text{Li}(\text{dme})_3][(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Lu}(\text{Si}(\text{CH}_3)_3)_2]$ [15*].

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

Dank

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft, vom Fonds der Chemischen Industrie (Doktoranden-Stipendium für J.A.M.-M.) und vom Bundesminister für Bildung und Wissenschaft im Rahmen des Graduiertenkollegs "Synthese und Strukturaufklärung niedermolekularer Verbindungen" finanziell unterstützt.

Literatur

- 1 H. Schumann, Pil Ryul Lee, A. v. Dietrich, Chem. Ber. zur Publikation eingereicht.
- 2 G. Wilkinson, J.M. Birmingham, J. Am. Chem. Soc., 76 (1954) 6210.
- 3 H. Schumann, Angew. Chem., 96 (1984) 475; Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 23 (1984) 474.
- 4 H. Schumann, S. Nickel, E. Hahn, M.J. Heeg, Organometallics, 4 (1985) 800.
- 5 H. Schumann, S. Nickel, J. Loebel, J. Pickardt, Organometallics, 7 (1988) 2004.
- 6 K.N. Raymond, C.W. Eigenbrodt, Acc. Chem. Res., 13 (1980) 276.
- 7 H. Schumann, I. Albrecht, J. Loebel, E. Hahn, M.B. Hossain, D. van der Helm, Organometallics, 5 (1986) 1296.
- 8 R.D. Shannon, Acta Cryst. A, 32 (1976) 751.
- 9 H. Schumann, W. Genthe, E. Hahn, M.B. Hossain, D. van der Helm, J. Organomet. Chem., 299 (1986) 67.
- 10 CAD-4 Operation Manual, Enraf Nonius, Delft, November 1977, ergänzt 1980.
- 11 Structure Determination Package, User's Guide, 1982, B.A. Frenz and Associates, College Station, TX 77840.
- 12 M.R. Churchill, Inorg. Chem., 12 (1973) 1213.
- 13 D.T. Cromer, J.T. Waber, International Tables for X-Ray Crystallography, 1974, Vol. IV, Tabelle 2.3.1., The Kynoch Press, Birmingham, England.
- 14 D.T. Cromer, J.A. Ibers, International Tables for X-Ray Crystallography, 1974, Vol. IV, Tabelle 2.2.B, The Kynoch Press, Birmingham, England.
- 15 Tabellen der anisotropen thermischen Parameter, Ausgleichsebenen, berechneten Wasserstoffpositionen und der F_o und F_c Werte können auf Anforderung von den Autoren erhalten werden.