

*Journal of Organometallic Chemistry*, 412 (1991) 397–405  
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne  
 JOM 21807

## Metallkomplexe mit biologisch wichtigen Liganden

### LXI \*. Addition von $\alpha$ -Aminosäureestern an koordinierte Olefine von $[(\text{Cp}(\text{OC})_2\text{Fe}(\text{Olefin}))]^+$ und (1,5-Hexadien)PtCl<sub>2</sub>

Ingo Zahn, Kurt Polborn \*\* und Wolfgang Beck \*

*Institut für Anorganische Chemie der Universität München, Meiserstr. 1, W-8000 München 2 (Deutschland)*  
 (Eingegangen den 21. Februar 1991)

#### Abstract

Glycine ethylester is added to the coordinated olefin of  $[\text{Cp}(\text{OC})_2\text{Fe}(\text{olefin})]^+$  to give the complexes  $[\text{Cp}(\text{OC})_2\text{FeCH}_2\text{CH}(\text{R})\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Et}]^+\text{BF}_4^-$  (1). The reaction of  $\alpha$ -amino acid esters with (1,5-hexadiene)PtCl<sub>2</sub> affords the compounds  $\text{Cl}_2\text{Pt}(\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{NH}_2\text{CHR}^2\text{CO}_2\text{R}^1)$  (2) which are converted with Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> to the dimeric complexes  $[\text{ClPt}(\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{NHCHR}^2\text{CO}_2\text{R}^1)]_2$  (3). The X-ray structural determination of 3a confirms earlier observations by Paiaro et al. that dimerization occurs stereoselectively. Hydrogenation (Pd/C) of 3 yields the corresponding *N*-alkyl  $\alpha$ -amino acid esters. Abstraction of chloride from 3a leads to the dimeric dicationic complex 4 in which the ester groups are coordinated to the platinum atoms.

#### Zusammenfassung

Glycinethylester läßt sich an das koordinierte Olefin von  $[\text{Cp}(\text{OC})_2\text{Fe}(\text{olefin})]^+$  unter Bildung der Komplexe  $[\text{Cp}(\text{OC})_2\text{FeCH}_2\text{CH}(\text{R})\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Et}]^+\text{BF}_4^-$  (1) addieren.  $\alpha$ -Aminosäureestern setzen sich mit (1,5-hexadien)PtCl<sub>2</sub> zu den zwitterionischen Verbindungen  $\text{Cl}_2\text{Pt}(\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{NH}_2\text{CHR}^2\text{CO}_2\text{R}^1)$  (2) um, die mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> die dimeren Verbindungen  $[\text{ClPt}(\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{NHCHR}^2\text{CO}_2\text{R}^1)]_2$  (3) ergeben. Die Röntgenstrukturanalyse von 3a bestätigt frühere Beobachtungen von Paiaro et al., daß die Dimerisierung stereoselektiv erfolgt. Aus 3 lassen sich mit H<sub>2</sub>, Pd/C die entsprechenden *N*-alkylierten  $\alpha$ -Aminosäureester 4 freisetzen. Abstraktion von Chlorid aus 3a liefert den dimeren, dikationischen Komplex 5 mit koordinierten Estergruppen.

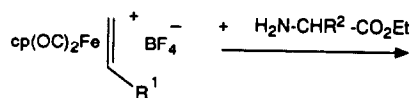
#### Nucleophile Addition an Dicarbonyl( $\eta^5$ -cyclopentadienyl)(olefin)eisen-Kationen

Der Angriff von Nucleophilen an die Olefin-Komplexe  $[\text{Cp}(\text{OC})_2\text{Fe}(\text{olefin})]^+$  wurde in grundlegenden Arbeiten von Rosenblum und Mitarbeitern eingehend untersucht [2]. Auch die Synthese von Naturstoffen ist über diesen Weg möglich. Kane-Maguire et al. addierten Aminosäureester an den kationischen Hexadienyl-Komplex  $\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{C}_6\text{H}_7)^+$ . Der metallorganische Rest der Addukte läßt sich als Schutzgruppe für die Peptidsynthese nutzen [3].

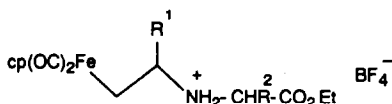
\* LX. Mitteilung siehe Ref. 1.

\*\* Röntgenstrukturanalyse.

Erwartungsgemäß lassen sich Aminosäureester an  $(\eta^5\text{-Cyclopentadienyl})(\text{olefin})\text{eisen-Kationen}$  addieren:



Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>
1a	H	H
1b	CH <sub>3</sub>	H

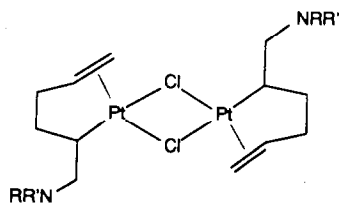


Die Verbindungen **1a** und **1b** lassen sich als mikrokristalline Pulver isolieren. Mit anderen Aminosäureestern liegt das Gleichgewicht in Lösung zwar fast vollständig auf der Seite der Produkte; beim Versuch der Isolierung wurden dennoch nur die Edukte erhalten.

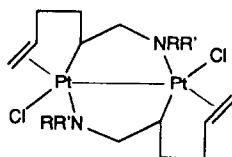
Im IR-Spektrum von **1** (Tab. 1) sind die beiden  $\nu(\text{CO})$ -Banden gegenüber den Ausgangsverbindungen erwartungsgemäß um ca.  $70\text{ cm}^{-1}$  zu kleineren Wellenzahlen verschoben. Das  $\text{BF}_4^-$ -Anion und die Aminosäureester sind im IR-Spektrum eindeutig zu erkennen.

#### Reaktionen von Aminosäureestern mit Dichloro-1,5-hexadienplatin(II)

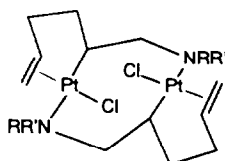
Die Addition von Nucleophilen an Dien-Komplexe von Platin(II) ist eine häufig untersuchte Reaktion [4]. Der Angriff von primären und sekundären Aminen führt nach Arbeiten von Paiaro et al. [5,6] zu zwitterionischen Verbindungen mit Pt-C- $\sigma$ -Bindung und negativer Ladung am Platin-Atom. Nach Zugabe eines weiteren Äquivalentes Amin oder Alkalicarbonat dimerisieren diese unter Eliminierung von HCl. Der Reaktionsablauf konnte durch genaue Untersuchung der Produkte einer sich anschließenden Reduktion bewiesen werden [5]. Mit Hilfe von CD-Spektren wurde gefunden, daß die Dimerisierung stereoselektiv verläuft und zwei Monomere gleicher Konfiguration miteinander reagieren [6]. Es wurden drei mögliche Strukturen für die dimeren Komplexe diskutiert [5]:



(I)



(II)



(III)

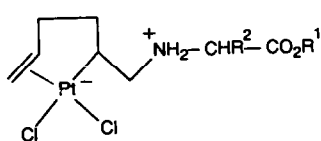
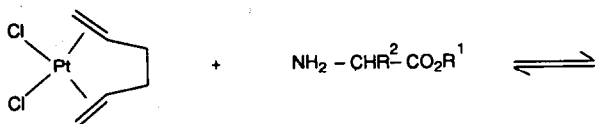
Tabelle 1

Charakteristische IR-Banden (in  $\text{cm}^{-1}$ ) der Verbindungen **1a-d**

Verb.	$\nu(\text{NH}_2)$	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\nu(\text{C}=\text{O})(\text{Ester})$	$\delta(\text{NH})$	$\nu(\text{BF}_4)$	Phase
<b>1a</b>	3120s	2000ss	1725ss	1580m	1050ss	Nujol/Hostaflon
	3200m	1940ss				
<b>1b</b>	3120s	1995ss	1730ss	1585m	1050ss	Nujol/Hostaflon
	3200m	1940ss	1750s			
<b>1c</b>		2000ss				$\text{CH}_3\text{CN}$
		1950ss				
<b>1d</b>		2000ss				$\text{CH}_3\text{CN}$
		1950ss				

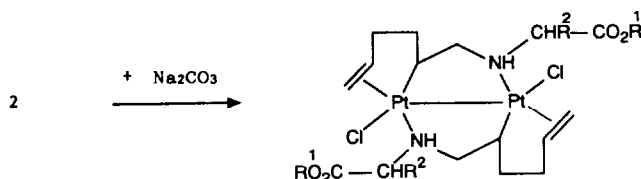
Auf Grund spektroskopischer und chemischer Befunde wurde III favorisiert [6].

Auch  $\alpha$ -Aminosäureester lassen sich nucleophil an Dichloro(1,5-hexadien)-platin(II) addieren:



Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>
2a	Et	H
2b	Et	$-\text{CH}_2-\text{Ph}$
2c	$\text{CH}_3$	$-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$

Die Verbindungen **2** sind farblose, kristalline Salze, die mit ihren Edukten im Gleichgewicht stehen und nur durch rasches Ausfällen zu isolieren sind. Mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  in Aceton lassen sich **2a-c** in heterogener Reaktion in die gelben, in organischen Lösungsmitteln leichter löslichen Verbindungen **3a-c** überführen:



Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>
3a	Et	H
3b	Et	$-\text{CH}_2-\text{Ph}$
3c	$\text{CH}_3$	$-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$

Die Struktur von **3a** wurde röntgenographisch bestimmt (Fig. 1). **3a** besitzt danach eine Atomanordnung wie im Typ II. Diese Struktur ist wohl auch für die Addukte mit anderen Aminen [5,6] anzunehmen.

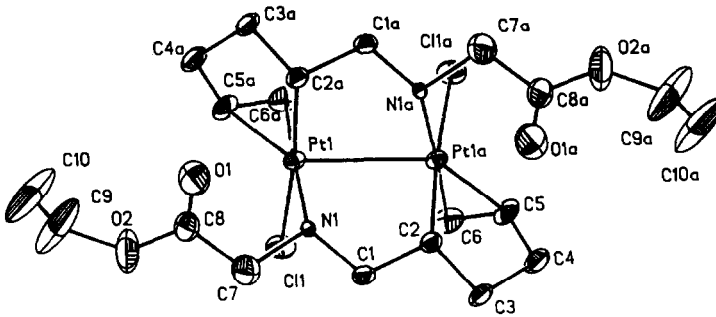


Fig. 1. Molekülstruktur von **3a** im Kristall.

Das zweikernige Molekül **3a** besitzt eine 2-zählige Symmetrieachse senkrecht zur Pt–Pt-Verbindungsachse. Die Chloratome stehen *trans* zu den  $\sigma$ -gebundenen Kohlenstoff-Atomen. Die beiden quadratisch planaren Koordinationsebenen um die Pt-Atome liegen nicht völlig parallel. Der Winkel Cl(1)–Pt(1)–Pt(1a) beträgt  $99.3(1)^\circ$  und der Winkel N(1)–Pt(1)–Pt(1a)  $80.0(2)^\circ$ . Der Pt–Pt-Bindungsabstand von  $297.3(1)$  pm, vergleichbar mit dem Abstand  $286.1(1)$  pm in einer von Lippert [7] dargestellten Verbindung  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)(\text{Cl})\text{Methylthymine}]_2$ , spricht für eine Metall–Metall-Wechselwirkung, die auch von Paiaro et al. in analogen Verbindungen auf Grund von Elektronenspektren festgestellt wurde [5,6]. Entsprechende Bindungsabstände und Bindungswinkel sind gut vergleichbar mit denen der Verbindung **A** [8].

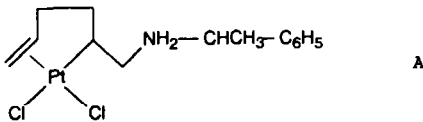
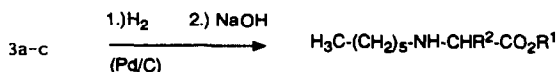


Tabelle 2

Typische IR-Banden der Verbindungen **2–5** (in  $\text{cm}^{-1}$ , Phase: Nujol/Hostafion)

Verb.	$\nu(\text{NH})$	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\delta(\text{NH})$	$\nu(\text{C}=\text{C})$	$\nu(\text{M}-\text{Cl}/\text{BF}_4)$
<b>2a</b>	3200s 2600m	1745ss	1560s	1495w	310m 325w
<b>2b</b>	3200m 2400m	1735ss	1545m	1490m	310m 330sh
<b>2c</b>	3150m 2400m	1750ss	1560m	1493w	285m 305w
<b>3a</b>	3260m 3190m 3275w	1740ss 1760ss	1560m	1495vw	290w
<b>3b</b>	3200w	1730ss	1560w	1490w	310w
<b>3c</b>	3200m	1735ss	1560w		310w
<b>4a</b>	3315m	1740ss			
<b>4b</b>	3325m	1740ss			
<b>4c</b>	3320w	1740ss			
<b>5</b>	3250s	1635ss 1735s		1500w	1050ss

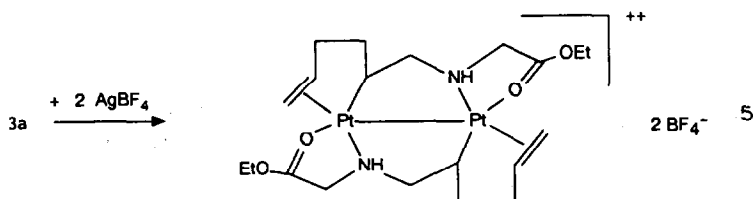
Die Konfiguration in 3a an C(2) und C(2a) ist gleich. Dies bestätigt die Beobachtung von Paiaro et al. [6], daß nur Monomere gleicher Konfiguration stereospezifisch dimerisieren (Schlagwort: Chirale Selbsterkennung). Mit Pd/C und H<sub>2</sub> in THF bei Raumtemperatur lassen sich die alkylierten Aminosäurederivate 4 aus den Verbindungen 3 freisetzen.



Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>
4a	Et	H
4b	Et	-CH <sub>2</sub> -Ph
4c	CH <sub>3</sub>	-CH(-CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>

Die Hydrochloride von 4 ergeben mit 0.1 N NaOH die freien Ester, die durch Destillation gereinigt und charakterisiert werden können.

Setzt man Verbindung 3a mit zwei Äquivalenten AgBF<sub>4</sub> um, fällt AgCl aus und die beiden Estergruppen koordinieren an das Platin-Atom.



Die Koordination der Carbonylgruppe in der hydrolyseempfindlichen Verbindung 5 kann im IR-Spektrum (Tab. 2) anhand der Verschiebung der Carbonyl-Bande von 1740 nach 1630 cm<sup>-1</sup> belegt werden. Vergleichbare Werte wurden in verschiedenen Komplexen mit koordinierten Estergruppen gefunden [9]. Weitere charakteristische IR-Daten von 2–5 sind in Tabelle 2 aufgeführt.

### Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen erfolgten in ausgeheizten Schlenkrohren. Die Lösungsmittel wurden absolutiert. Die Produkte wurden im Ölpumpenvakuum getrocknet. Nach bekannten Literaturverfahren wurden hergestellt: α-Aminosäureester [10], Cl<sub>2</sub>Pt(1,5-hexadien) [11], Dicarboxyl(η<sup>5</sup>-cyclopentadienyl)(olefin)eisen-Komplexe [2,12].

#### Allgemeine Vorschrift zur Darstellung von 1

0.53 mmol (113 mg) [(η<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)Fe(CO)<sub>2</sub>(ethylen)]<sup>+</sup>BF<sub>4</sub><sup>-</sup> werden in 7 ml Acetonitril vorgelegt. Dann werden bei 0°C 0.53 mmol (51 μl) Glycineylester zugetropft. Nach 10 min Rühren wird das Lösungsmittel abgezogen und das Produkt durch Zugabe von Ether verfestigt.

#### Allgemeine Vorschrift zur Darstellung von 2

0.51 mmol (178 mg) Dichloro(1,5-hexadien)platin(II) werden in 10 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> vorgelegt, dann werden bei 0°C 0.51 mmol (48.7 μl) L-Valin-methylester zugetropft. Nach 10 min Rühren wird ein Teil des Lösungsmittels abgezogen, woraufhin ein weißes Pulver ausfällt. Nach dem Abzentrifugieren wird dieses mit Ether gewaschen.

Tabelle 3

Bindungsabstände (pm) in **3a**

Pt(1)–Cl(1)	243.0(2)	Pt(1)–N(1)	214.7(5)
Pt(1)–Pt(1A)	297.3(1)	Pt(1)–C(2A)	206.1(6)
Pt(1)–C(5A)	209.1(8)	Pt(1)–C(6A)	209.3(8)
O(1)–C(8)	116.6(11)	O(2)–C(8)	128.8(14)
O(2)–C(9)	144.6(16)	N(1)–C(1)	147.7(8)
N(1)–C(7)	148.6(10)	C(1)–C(2)	150.1(10)
C(2)–C(3)	154.3(10)	C(2)–Pt(1A)	206.1(6)
C(3)–C(4)	150.7(12)	C(4)–C(5)	149.7(12)
C(5)–C(6)	138.0(13)	C(5)–Pt(1A)	209.1(8)
C(6)–Pt(1A)	209.3(8)	C(7)–C(8)	151.8(12)
C(9)–C(10)	104.8(21)	O(3)–C(11)	119.4(12)
C(11)–C(12)	145.9(11)	C(11)–C(12A)	146.0(11)

*Allgemeine Vorschrift zur Darstellung von 3*

0.47 mmol (212 mg) Addukt **2a** werden in 10 ml Aceton suspendiert und sodann mit 0.44 mmol (47 mg) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> verrührt. Nach 6 h Rühren wird entstandenes NaCl abzentrifugiert und das Lösungsmittel abgezogen. Das pulverförmige Produkt bleibt übrig.

*Allgemeine Vorschrift zur Darstellung von 4*

0.29 mmol (250 mg) von Komplex **3a** werden in 10 ml THF gelöst und mit einer Spatelspitze Pd/C als Katalysator versetzt. Nun wird ca. 3 h unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre gerührt, bis die gelbe Färbung verschwunden ist. Nach dem Abfiltrieren des Katalysators wird das Lösungsmittel abgezogen und das Hydrochlorid des Aminosäureesters in 0.1 N NaOH gelöst. Dann wird mit Ether ausgeschüttelt. Nach dem Trocknen über MgSO<sub>4</sub> wird der Ether wieder abgezogen und der freie Aminosäureester bei ca. 100 °C mit einer Mikrodestillationsapparatur destilliert.

Massenspektrum: Molekülion ( $m/z = 187$ ), H<sub>3</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>2</sub>–NH–CH<sub>2</sub> ( $m/z = 114$ )

*Darstellung von Verbindung 5*

0.17 mmol (148 mg) Komplex **3a** werden unter Licht- und Feuchtigkeitsausschluß 2 h mit 0.34 mmol (67 mg) AgBF<sub>4</sub> in 10 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> verrührt. Dann wird das Lösungsmittel abgezogen und die verbleibende Substanz durch Rühren in Ether verfestigt.

*Röntgenstrukturanalyse von 3a (Tab. 3–5) [13\*]*

C<sub>20</sub>H<sub>36</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>Pt<sub>2</sub> · CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>,  $M = 887.7$ , monoklin, Raumgruppe C2/c (Nr. 15),  $a = 1429.8(3)$ ,  $b = 1113.7(4)$ ,  $c = 1901.3(5)$  pm,  $\beta = 100.27(2)^\circ$ ,  $V = 2.9792$  nm<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $\mu = 96.93$  cm<sup>-1</sup>,  $d(\text{calc}) = 1.979$  g · cm<sup>-3</sup>, Datensammlung an einem 0.2 × 0.27 × 0.47 mm großen Kristall (Enraf–Nonius CAD4-Diffraktometer),  $T =$

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

Tabelle 4

Bindungswinkel ( $^{\circ}$ ) in 3a

Cl(1)–Pt(1)–N(1)	90.5(1)	Cl(1)–Pt(1)–Pt(1A)	99.3(1)
N(1)–Pt(1)–Pt(1A)	80.0(2)	Cl(1)–Pt(1)–C(2A)	174.7(2)
N(1)–Pt(1)–C(2A)	91.5(2)	Pt(1A)–Pt(1)–C(2A)	85.9(2)
Cl(1)–Pt(1)–C(5A)	92.3(2)	N(1)–Pt(1)–C(5A)	143.6(3)
Pt(1A)–Pt(1)–C(5A)	135.0(3)	C(2A)–Pt(1)–C(5A)	83.2(3)
Cl(1)–Pt(1)–C(6A)	89.6(2)	N(1)–Pt(1)–C(6A)	177.9(3)
Pt(1A)–Pt(1)–C(6A)	97.9(3)	C(2A)–Pt(1)–C(6A)	88.6(3)
C(5A)–Pt(1)–C(6A)	38.5(4)	C(8)–O(2)–C(9)	118.0(10)
Pt(1)–N(1)–C(1)	112.3(4)	Pt(1)–N(1)–C(7)	109.0(4)
C(1)–N(1)–C(7)	109.1(5)	N(1)–C(1)–C(2)	114.4(5)
C(1)–C(2)–C(3)	108.6(5)	C(1)–C(2)–Pt(1A)	116.5(5)
C(3)–C(2)–Pt(1A)	110.2(5)	C(2)–C(3)–C(4)	110.8(6)
C(3)–C(4)–C(5)	108.0(7)	C(4)–C(5)–C(6)	125.8(8)
C(4)–C(5)–Pt(1A)	107.8(6)	C(6)–C(5)–Pt(1A)	70.8(5)
C(5)–C(6)–Pt(1A)	70.7(5)	N(1)–C(7)–C(8)	111.4(6)
O(1)–C(8)–O(2)	125.2(9)	O(1)–C(8)–C(7)	124.5(9)
O(2)–C(8)–C(7)	110.2(8)	O(2)–C(9)–C(10)	123.4(17)
O(3)–C(11)–C(12)	120.1(5)	O(3)–C(11)–C(12A)	120.1(5)
C(12)–C(11)–C(12A)	119.7(10)		

295 K,  $\omega$ -scans,  $4 < \theta < 46^{\circ}$ , scan-Breite  $1.00^{\circ} + 0.35 \tan \theta$ , max. Meßzeit 120 s, 2258 Reflexe gemessen, unabhängig und beobachtet: 2135 und 1791 ( $I > 2\sigma(I)$ ), empirische Absorptionskorrektur ( $T_{\min} = 34.80\%$ ,  $T_{\max} = 99.79\%$ ). Lösung: SHELXS86, Verfeinerung: SHELXTL-PLUS, alle Nicht-Wasserstoffatome anisotrop, H's in berechneten Positionen. Das Molekül besitzt eine 2-zählige Achse. 155 Parameter,

Tabelle 5

Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope thermische Parameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) von 3a

	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
Pt(1)	207(1)	3497(1)	6761(1)	43(1)
Cl(1)	1573(1)	4833(2)	6936(1)	75(1)
O(1)	670(5)	587(6)	5983(4)	111(3)
O(2)	1844(6)	1394(8)	5561(4)	137(4)
N(1)	1092(4)	2031(5)	7209(3)	45(2)
C(1)	1593(4)	2290(6)	7943(4)	49(3)
C(2)	955(4)	2380(6)	8488(4)	49(3)
C(3)	1560(5)	2747(7)	9210(4)	66(3)
C(4)	966(6)	3414(8)	9662(5)	84(4)
C(5)	389(6)	4332(8)	9200(5)	75(4)
C(6)	667(6)	4939(7)	8639(5)	79(4)
C(7)	1803(5)	1781(7)	6747(4)	62(3)
C(8)	1347(7)	1188(8)	6051(5)	72(4)
C(9)	1589(13)	768(15)	4888(7)	189(10)
C(10)	1504(16)	1196(17)	4390(7)	385(21)
O(3)	5000	4868(6)	7500	81(4)
C(11)	5000	3796(9)	7500	70(5)
C(12)	4196(6)	3138(8)	7688(7)	130(6)

Tabelle 6

Analytische Daten der Verbindungen 1–5

Verb.	Summenformel (Molmasse)	Analyse (Gef.(ber.) (%))			Farbe Schmp. (°C) Ausbeute (%)
		C	H	N	
1a	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> BF <sub>4</sub> FeNO <sub>4</sub> (394.94)	38.50 (39.53)	4.68 (4.59)	3.56 (3.54)	gelb 132 85
1b	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> BF <sub>4</sub> FeNO <sub>4</sub> (409.0)	39.49 (41.12)	4.80 (4.92)	3.35 (3.42)	gelb 120 73
2a	C <sub>10</sub> H <sub>19</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub> Pt (451.3)	26.51 (26.61)	4.28 (4.24)	3.12 (3.10)	farblos 165 Zers. 85
2b	C <sub>17</sub> H <sub>25</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub> Pt (541.4)	37.63 (37.71)	4.69 (4.65)	2.72 (2.52)	farblos 175 Zers. 90
2c	C <sub>12</sub> H <sub>23</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub> Pt (479.3)	29.99 (30.03)	4.98 (4.87)	2.73 (2.92)	farblos 180 Zers. 87
3a	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Pt <sub>2</sub> × 0.5 (CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> ) (858.6)	29.85 (30.05)	4.69 (4.59)	3.36 (3.26)	gelb 140–144 68
3b	C <sub>34</sub> H <sub>48</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Pt <sub>2</sub> (1009.8)	40.47 (40.44)	4.91 (4.79)	2.68 (2.77)	gelb 145–150 70
3c	C <sub>24</sub> H <sub>46</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Pt <sub>2</sub> (885.5)	32.89 (32.55)	5.24 (5.24)	2.92 (3.16)	gelb 150–155 63
4c	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>2</sub> (250.0)	67.21 (66.93)	11.83 (11.70)	5.29 (6.50)	farblos bei RT fl. 20
5	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> B <sub>2</sub> F <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Pt <sub>2</sub> (903.3)	25.72 (26.59)	4.24 (3.99)	2.92 (3.10)	bläßgelb 100 Zers. 80

$R = 0.0256$ ,  $R_w = 0.0213$ ,  $w = 1/\sigma^2(F_o)$ . Restelektronendichte: 0.83,  $-0.99 \cdot 10^{-6}$  e · pm<sup>-3</sup> bei Pt.

Tabelle 6 enthält analytische Daten.

### Dank

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie sowie der Degussa AG, Wolfgang, gilt unser herzlicher Dank für großzügige Förderung.

### Literatur und Bemerkungen

- 1 Th. Pill, K. Polborn, A. Kleinschmidt, V. Erfle, W. Breu, H. Wagner und W. Beck, Chem. Ber., im Druck.



- 2 P. Lennon, M. Madhavarao, A. Rosan und M. Rosenblum, *J. Organomet. Chem.*, 108 (1976) 93; M. Rosenblum, *ibid.*, 300 (1986) 191; P.K. Wong, M. Madhavarao, D.F. Marten und M. Rosenblum, *J. Am. Chem. Soc.*, 99 (1977) 2823.
- 3 L.A.P. Kane-Maguire und R. Kanitz, *J. Organomet. Chem.*, 353 (1988) C33.
- 4 K.A. Hoffmann und J.V. Navbitt, *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, 41 (1908) 1625; J. Chatt, L.M. Vallarino und L.M. Venanzi, *J. Chem. Soc.*, (1957) 2496 und 3418; J.K. Stille und R.A. Morgan, *J. Am. Chem. Soc.*, 88 (1966) 5135; B.F.G. Johnson, J. Lewis und M.S. Subramanian, *J. Chem. Soc. (A)*, (1968) 1993; H. Takahashi und J. Tsuji, *J. Am. Chem. Soc.*, 90 (1968) 2387.
- 5 R. Palumbo, A. De Renzi, A. Panunzi und G. Paiaro, *J. Am. Chem. Soc.*, 91 (1969) 3874.
- 6 A. De Renzi, R. Palumbo und G. Paiaro, *J. Am. Chem. Soc.*, 93 (1971) 880.
- 7 W. Micklitz, O. Renn, H. Schöllhorn, U. Thewalt und B. Lippert, *Inorg. Chem.*, 29 (1990) 1836.
- 8 C. Pedone und E. Benedetti, *J. Organomet. Chem.*, 31 (1977) 403.
- 9 C. Sorato und L.M. Venanzi, *Inorg. Synth.*, 26 (1989) 138; M.P. Springer und C. Curran, *Inorg. Chem.*, 2 (1963) 1270; R.W. Hay und L.J. Porter, *Aust. J. Chem.*, 20 (1967) 675.
- 10 Houben-Weyl: *Methoden der Organischen Chemie, Synthese von Peptiden I*, Georg Thieme, Stuttgart, 1974, S. 317.
- 11 K.A. Jensen, *Acta Chem. Scand.*, 5 (1953) 867.
- 12 M.L.H. Green und P.L.I. Nagy, *J. Organomet. Chem.*, 1 (1963) 58.
- 13 Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514, Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55207, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.