

Experimenteller Teil

Alle Arbeiten wurden in getrockneten Lösungsmitteln und unter Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt.

Titanatriarsahexaoxo-Adamantane (3), **3a** [3b]: Zu einer Lösung von 150 mg (0.76 mmol) Arsentrioxid (Merck) in ca. 20 ml siedendem Xylol gibt man tropfenweise eine Lösung von 100 mg (0.27 mmol) $[\text{Cp}_2^*\text{Ti}(\text{CO})_2]$ (**2a**) [110 mg (0.27 mmol) **2b**] in ca. 10 ml Xylol und rührt 15 [20] min. (IR-Kontrolle) unter Rückfluß. Nach dem Abkühlen wird das Lösungsmittel im Hochvakuum entfernt, der ölige, braun-schwarze Rückstand in ca. 40 ml Hexan aufgenommen und über Filterflocken filtriert bis man eine klare, orange-farbene Lösung erhält (zurück bleiben geringe Mengen eines braun-schwarzen Feststoffes, der in den gängigen organischen

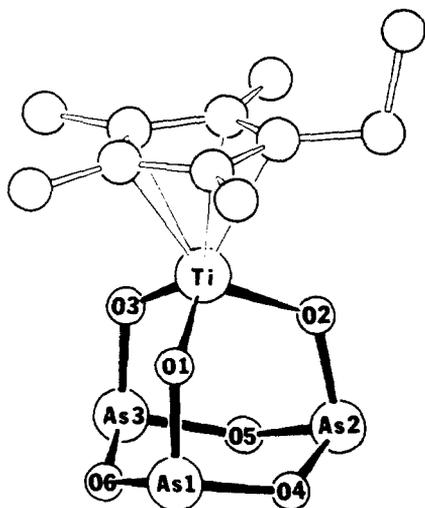


Fig. 1. Struktur von **3b** im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen (Å) und -winkel (°). Ti-O(1) 1.831(1), Ti-O(2) 1.826(1), Ti-O(3) 1.838(1), As(1)-O(1) 1.763(1), As(1)-O(4) 1.778(1), As(1)-O(6) 1.786(1), As(2)-O(2) 1.771(1), As(2)-O(4) 1.783(1), As(2)-O(5) 1.782(1), As(3)-O(3) 1.759(1), As(3)-O(5) 1.779(1), As(3)-O(6) 1.779(1), Ti-C 2.350(1)-2.366(1), Ti-C_{centr.} 2.021; Ti-O-As 124.3(1)-124.9(1), O-Ti-O 100.4-100.8(1), As-O-As 128.0(1)-129.0(1), O-As-O 97.9(1)-100.5(1). Cp' = $\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_4\text{Et}$.

Tabelle 1

Mittelwerte von ausgewählten Bindungslängen (Å) und -winkeln (°) der Moleküle **1**, **3b** und **4**

	As-O	Ti-O	Ti-C	As-O-As	O-As-O	O-Ti-O	Lit.
1	1.79			129	98		[3]
3b	1.776	1.832	2.357	128.4	99.4	100.6	diese Arbeit
4		1.837	2.378			101.9	[4]

Lösungsmitteln unlöslich ist). Nach dem Abziehen des Hexans erhält man 60 mg (44%) **3a** [50 mg (36%) **3b**] als gelbes Pulver. Umkristallisiert bei ca. 4°C aus einem Toluol/Hexan-Gemisch (1 : 4) bildet **3b** nadelförmige, gelbe Kristalle. **3a**. Gef.: C, 24.10; H, 3.00; C₁₀H₁₅As₃O₆Ti (503.9) ber.: C, 23.84; H, 3.00%. **3b**. Gef.: C, 26.00; H, 3.40, C₁₁H₁₇As₃O₆Ti (517.9) ber.: C, 25.51; H, 3.31%. EI-MS (70 eV, 64°C): *m/z* 518 (99%, M⁺), 369 (72%, M⁺ - C₁₁H₁₇) sowie weitere Linien. ¹H-NMR (400 MHz, C₆D₆, 293 K, TMS int.): **3a** [3b]. δ 2.08 (s, 15H) [2.15 und 2.21 (s, 6H), 2.70 (q, 2H), 1.14 (t, 3H) ppm, ³J(HH) 7.5 Hz].

Dank. Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit mit Sachmitteln.

Literatur und Bemerkungen

- 1 A.F. Wells, *Structural Inorganic Chemistry*, Clarendon Press, Oxford, 1984.
- 2 **3b** kristallisiert monoklin, *P*2₁/*c*, *a* 11.463(2), *b* 11.800(2), *c* 12.585(2) Å, *B* 100.62(2)°, *Z* = 4, 2920 unabhängige Reflexe (1.5° < θ < 25°), davon 1419 beobachtet mit *I* ≥ 2σ(*I*), 190 Parameter, *R* (*R*_w) = 0.051 (0.052). Enraf-Nonius, CAD4-Diffraktometer, 298 K. Mo-K_α-Strahlung. Strukturlösung (SHELXS-86), Verfeinerung (SHELX-76). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 55151, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- 3 C.-Si Lu und J. Donohue, *J. Am. Chem. Soc.*, 66 (1944) 818; siehe auch: G.C. Hampson und A.J. Stosick, *J. Am. Chem. Soc.*, 60 (1938) 1814; F. Pertlik, *Czech. J. Phys.*, B28 (1978) 170.
- 4 L.M. Babcock, V.W. Day und W.G. Klemperer, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, (1987) 858.