

JOM 23013

Viergliedrige anorganische Ringsysteme des zweiwertigen Zinns und Bleis: Synthese und Struktur von chelatstabilisierten Stannylene und Plumbylene

Ulrike Kilimann, Mathias Noltemeyer und Frank T. Edelmann

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstr. 4, W-3400 Göttingen (Deutschland)

(Eingegangen den 25. Mai 1992)

Abstract

The synthesis of silylated tin(II) and lead(II) diiminophosphinates, $[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{M}$ (1: M = Sn, 2: M = Pb) is described. Benzamidates of the type $[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{M}$ (3: R = Ph, M = Sn; 4: R = Me, M = Pb; 5: R = CF₃, M = Pb) are prepared analogously. Treatment of PbCl_2 with two equivalents of $\text{Li}[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]$ yields $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]_2\text{Pb}$ (6). The molecular structures of 1, 2 and 5 have been determined by single-crystal X-ray diffraction studies.

Zusammenfassung

Die Synthese der silylierten Zinn(II)- und Blei(II)-diiminophosphinate $[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{M}$ (1: M = Sn, 2: M = Pb) wird beschrieben. Analog sind Benzamidate des Typs $[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{M}$ (3: R = Ph, M = Sn; 4: R = Me, M = Pb; 5: R = CF₃, M = Pb) zugänglich. Die Umsetzung von PbCl_2 mit zwei Äquivalenten $\text{Li}[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]$ liefert $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]_2\text{Pb}$ (6). Die Molekülstrukturen von 1, 2 und 5 wurden röntgenographisch bestimmt.

Zur Synthese von viergliedrigen anorganischen Ringsystemen eignet sich unter anderem die Reaktion von Heteroallyl-Anionen mit Metallhalogeniden. So dient beispielsweise das Lithium-diiminophosphinat $\text{Li}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]$ zur Einführung von NPN-Ringbausteinen [1,2]. Mit dem gleichen Erfolg läßt sich auch das vollständig silylierte Aminoiminophosphoranderivat $\text{Ph}_2\text{P}(=\text{NSiMe}_3)[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]$ einsetzen [1,3,4]. Viergliedrige MNCN-Ringsysteme sind entsprechend durch Umsetzung von Metallhalogeniden mit Amidinat-Anionen oder silylierten Amidinen zugänglich [5]. Hier haben sich in den letzten Jahren die Reagenzien $\text{Li}[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ bzw. $\text{Na}[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ [6] und $\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(=\text{NSiMe}_3)[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]$ [5] besonders bewährt (R = H, Me, OMe, CF₃, Ph). Komplexe mit silylierten Benzamidinat-Liganden des Typs $[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]^-$ sind mittlerweile von zahlreichen

Haupt- und Nebengruppenelementen [5] sowie den Lanthaniden und Actiniden bekannt [6,7]. Viergliedrige anorganische Ringsysteme mit Silizium als Heteroatom wurden insbesondere von Veith *et al.* [8] untersucht. MOSiN - und MNSiN -Heterocyclen sind aus den anionischen Liganden $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]^-$ und $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{N}^t\text{Bu})_2]^{2-}$ durch Reaktion mit Metallhalogeniden zugänglich [8]. Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Synthese und strukturelle Charakterisierung von viergliedrigen anorganischen Ringsystemen des zweiwertigen Zinns und Bleis.

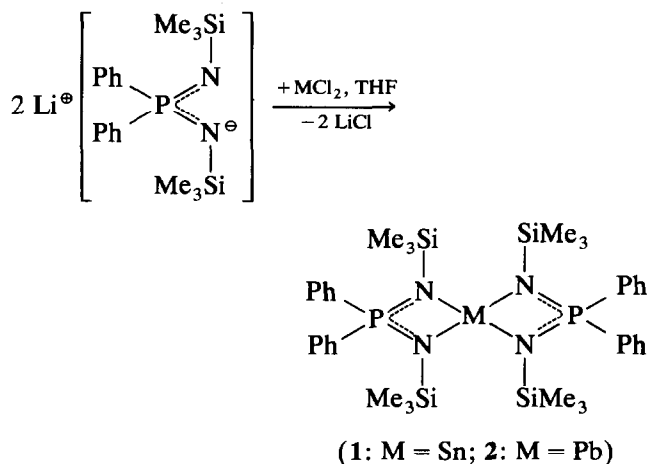
1. Ergebnisse

1.1. Diiminophosphinate

Als Ausgangsmaterial diente das leicht zugängliche Lithiumsalz des *P,P*-Diphenyl-*N,N'*-bis(trimethylsilylimino)phosphinat-Anions [9,10], dessen Struktur (als 1:2-Addukt mit THF) kürzlich von uns röntgenographisch bestimmt werden konnte [11]. Durch Umset-

Correspondence to: Dr. F.T. Edelmann.

zung von $\text{Li}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]$ mit SnCl_2 bzw. PbCl_2 im Molverhältnis 2:1 ließen sich die Diiminophosphinate **1** und **2** in mäßigen Ausbeuten isolieren:



Beide Verbindungen bilden farblose Kristalle, die sich spektroskopisch und elementaranalytisch eindeutig charakterisieren lassen. Das ^{31}P -NMR-Spektrum von **1** zeigt bei $\delta = 25.4$ ppm ein Singulett, das ^{29}Si -NMR-Spektrum bei $\delta = -5.2$ ppm ein Dublett mit einer $^2J(\text{Si}-\text{P})$ -Kopplung von 8 Hz. Das Massenspektrum von **1** enthält den Molekülpeak, dessen Isotopenmuster exakt mit dem für die Verbindung $\text{C}_{36}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2$

Si_4Sn berechneten übereinstimmt. Das IR-Spektrum zeigt die charakteristischen Absorptionsbanden der SiMe_3 -Gruppen bei $\nu = 1260, 931$ und 841 cm^{-1} sowie der PNSi -Einheiten bei $\nu = 1116$ und 1019 cm^{-1} . Ähnliche spektroskopische Daten wurden auch für die Verbindung **2** erhalten.

1.1.1. Einkristall-Röntgenstrukturanalysen von **1** und **2**

Zur eindeutigen strukturellen Charakterisierung wurden an den Metallacyklen **1** und **2** Einkristall-Röntgenstrukturanalysen durchgeführt. Farblose, prismenförmige Einkristalle wurden durch langsames Abkühlen von gesättigten (bei Raumtemperatur) Hexanlösungen erhalten. Atomkoordinaten und isotrope Thermalparameter sind in den Tabellen 1 und 2 aufgelistet. Die Abb. 1 und 2 zeigen die Molekülstrukturen.

Das Zinn(II)diiminophosphinat **1** kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$. Formal handelt es sich um ein Diaminostannylen, das intramolekular durch Chelatbildung stabilisiert wird. Als Folge dieser Bindungssituation findet man deutliche Unterschiede in den Sn-N-Abständen. Die viergliedrigen SnNPN-Ringe sind annähernd planar und gegeneinander gewinkelt, da das freie Elektronenpaar am Zinn stereochemisch aktiv ist. Die Koordinationsgeometrie am

TABELLE 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **1**

Atom	x	y	z	U_{eq}^a	Atom	x	y	z	U_{eq}^a
Sn(1)	8005(1)	729(1)	7390(1)	45(1)	C(52)	7548(5)	-1499(5)	4997(4)	63(3)
N(1)	8725(3)	-542(4)	6790(3)	51(2)	C(53)	7496(6)	-1331(6)	4280(5)	78(4)
P(1)	7837(1)	-886(1)	6421(1)	45(1)	C(54)	7637(6)	-448(7)	4034(5)	81(4)
N(2)	7150(3)	-222(3)	6718(3)	45(2)	C(55)	7840(5)	261(6)	4498(4)	70(3)
N(3)	6956(3)	1273(4)	8129(3)	49(2)	C(56)	7900(5)	103(5)	5202(4)	56(3)
P(2)	7261(1)	505(1)	8706(1)	46(1)	C(61)	7653(4)	-2112(4)	6610(4)	48(2)
N(4)	7984(3)	-74(3)	8393(3)	46(2)	C(62)	8198(5)	-2792(5)	6423(4)	65(3)
Si(1)	9708(1)	-555(2)	6570(1)	67(1)	C(63)	8104(6)	-3726(5)	6605(5)	78(4)
C(11)	10103(7)	657(6)	6595(8)	118(6)	C(64)	7455(6)	-3985(6)	6956(5)	81(4)
C(12)	10417(6)	-1286(10)	7177(7)	127(6)	C(65)	6914(5)	-3313(5)	7154(5)	78(4)
C(13)	9805(6)	-1043(8)	5682(5)	87(4)	C(66)	7020(5)	-2385(5)	6968(5)	65(3)
Si(2)	6130(1)	-4(1)	6358(1)	51(1)	C(71)	7659(5)	1030(5)	9546(4)	54(3)
C(21)	5428(4)	-145(6)	7049(5)	67(3)	C(72)	8305(5)	1674(5)	9550(4)	63(3)
C(22)	5743(5)	-812(6)	5622(5)	78(4)	C(73)	8629(6)	2127(6)	10172(5)	77(4)
C(23)	6081(5)	1217(6)	6015(5)	73(3)	C(74)	8323(7)	1941(6)	10790(6)	89(4)
Si(3)	6433(1)	2320(1)	8144(1)	57(1)	C(75)	7697(7)	1302(7)	10789(5)	90(4)
C(31)	6992(7)	3191(6)	7669(6)	98(5)	C(76)	7365(6)	850(5)	10176(5)	72(3)
C(32)	5355(5)	2227(6)	7699(6)	93(4)	C(81)	6420(5)	-249(5)	8903(4)	57(3)
C(33)	6339(6)	2788(6)	9040(5)	79(4)	C(82)	6477(5)	-1205(6)	8893(5)	79(4)
Si(4)	8795(1)	-743(1)	8802(1)	55(1)	C(83)	5818(7)	-1763(7)	9027(7)	107(5)
C(41)	8856(5)	-1881(5)	8358(4)	71(3)	C(84)	5081(7)	-1373(8)	9146(6)	95(5)
C(42)	9764(5)	-61(6)	8787(5)	83(4)	C(85)	5006(6)	-429(8)	9140(6)	92(4)
C(43)	8695(6)	-1009(6)	9737(4)	77(3)	C(86)	5669(5)	136(6)	9018(5)	77(4)
C(51)	7757(4)	-780(4)	5474(4)	51(3)					

^a U_{eq} berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

TABELLE 2. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von 2

Atom	x	y	z	U_{eq}^a	Atom	x	y	z	U_{eq}^a
Pb	3031(1)	771(1)	2386(1)	43(1)	C(52)	2018(3)	-2389(4)	1956(3)	59(2)
N(1)	3730(2)	-558(3)	1749(2)	45(2)	C(53)	1906(4)	-3327(5)	2130(4)	78(3)
N(2)	2146(2)	-239(3)	1682(2)	40(1)	C(54)	2446(4)	-3990(5)	1956(4)	78(3)
N(3)	1968(2)	1343(3)	3167(2)	46(2)	C(55)	3088(4)	-3734(4)	1599(3)	78(3)
N(4)	2974(2)	-46(3)	3435(2)	45(1)	C(56)	3191(3)	-2821(4)	1423(3)	61(2)
P(1)	2841(1)	-900(1)	1401(1)	42(1)	C(61)	2750(3)	-814(4)	464(3)	46(2)
P(2)	2261(1)	558(1)	3724(1)	45(1)	C(62)	2907(3)	60(4)	186(3)	57(2)
Si(1)	4721(1)	-610(1)	1557(1)	66(1)	C(63)	2840(4)	206(5)	-520(3)	70(3)
Si(2)	1134(1)	6(1)	1337(1)	49(1)	C(64)	2615(4)	-518(5)	-968(3)	79(3)
Si(3)	1440(1)	2380(1)	3158(1)	54(1)	C(65)	2448(4)	-1386(5)	-715(3)	76(3)
Si(4)	3784(1)	-731(1)	3819(1)	53(1)	C(66)	2517(3)	-1541(4)	-6(3)	62(2)
C(11)	5395(4)	-1372(7)	2162(4)	132(5)	C(71)	1395(3)	-182(4)	3899(3)	51(2)
C(12)	4834(4)	-1076(6)	680(4)	94(3)	C(72)	1456(4)	-1142(5)	3904(4)	87(3)
C(13)	5152(5)	593(6)	1601(5)	142(5)	C(73)	775(5)	-1694(5)	4027(5)	113(4)
C(21)	728(4)	-800(4)	618(3)	72(3)	C(74)	50(5)	-1295(6)	4137(4)	95(4)
C(22)	1082(4)	1229(4)	1004(3)	72(3)	C(75)	-25(4)	-346(6)	4123(4)	89(3)
C(23)	444(3)	-115(4)	2023(3)	68(3)	C(76)	648(4)	210(5)	4004(3)	75(3)
C(31)	353(3)	2269(5)	2702(4)	91(3)	C(81)	2650(3)	1068(4)	4563(3)	49(2)
C(32)	1341(4)	2869(4)	4035(3)	78(3)	C(82)	2349(4)	870(4)	5181(3)	69(3)
C(33)	1999(4)	3258(5)	2675(4)	94(3)	C(83)	2677(5)	1305(5)	5793(4)	84(3)
C(41)	4767(3)	-82(5)	3769(4)	94(3)	C(84)	3320(5)	1933(5)	5796(4)	84(3)
C(42)	3822(4)	-1866(4)	3367(3)	71(2)	C(85)	3639(4)	2141(5)	5196(4)	75(3)
C(43)	3706(4)	-1003(5)	4748(3)	87(3)	C(86)	3306(3)	1709(4)	4580(3)	60(2)
C(51)	2659(3)	-2126(4)	1595(3)	47(2)					

^a U_{eq} berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

Sn^{II}-Zentrum läßt sich somit als ψ -trigonal bipyramidal beschreiben [12].

Die Verbindung 2 kristallisiert ebenfalls monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$. Die aus den Atomen Pb–N(1)–P(1)–N(2) und Pb–N(3)–P(2)–N(4) gebildeten viergliedrigen Ringe sind annähernd planar. Der

Winkel zwischen den beiden Ebenen beträgt 96.6°. Die Diiminophosphinat-Liganden sind asymmetrisch an das Metall gebunden. Dies zeigt sich an den deutlich alternierenden Pb–N-Bindungslängen. Zwei der Pb–N-Abstände sind mit 234.0 und 235.4 pm etwas länger als eine Pb–NR₂- σ -Bindung (R = SiMe₃; Pb–N 224 pm

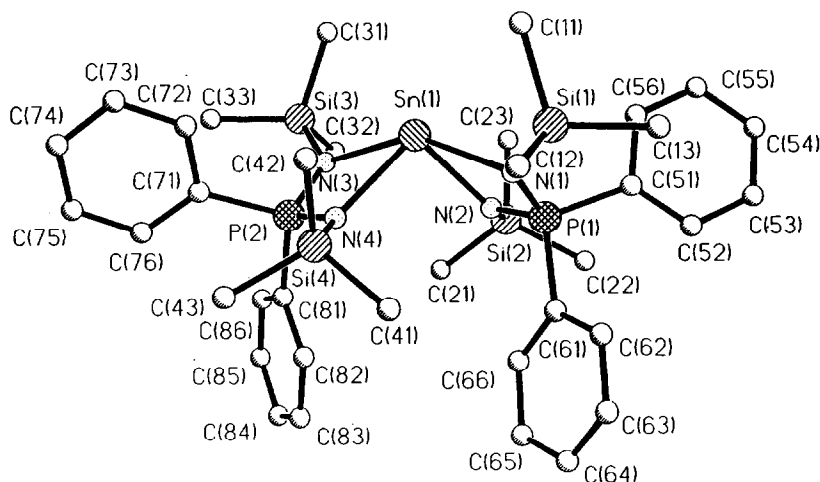


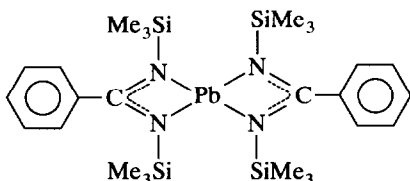
Abb. 1. Molekülstruktur von 1. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°): Sn(1)–N(1) 251.1(6), Sn(1)–(2) 222.7(5), Sn(1)–N(3) 247.1(6), Sn(1)–N(4) 223.9(5), Sn(1)–P(1) 294.7(2), Sn(1)–P(2) 294.5(2), N(1)–P(1) 159.9(6), N(2)–P(1) 161.9(6), N(3)–P(2) 158.9(6), N(4)–P(2) 161.1(6), N(1)–Sn(1)–N(2) 65.7(2), N(1)–P(1)–N(2) 106.7(3), N(3)–Sn(1)–N(4) 65.4(2), N(3)–P(2)–N(4) 105.8(3), Sn(1)–N(1)–P(1) 88.7(3), Sn(1)–N(2)–P(1) 98.8(2), Sn(1)–N(3)–P(2) 90.3(2), Sn(1)–N(4)–P(2) 98.5(2).

[13]). Mit Bindungslängen von 259.7 und 257.0 pm besitzen die beiden anderen Pb–N-Bindungen koordinativen Bindungscharakter.

Die gefundenen Unterschiede in den Metall–Stickstoff-Bindungslängen lassen sich zwanglos durch die Kombination von Koordinationszahl 4 am Metallatom und ψ -trigonal-bipyramidaler Struktur erklären [12]. Formal wird dabei das koordinativ ungesättigte Diaminoplumbylen intramolekular durch Chelatbildung stabilisiert. Die endocyclischen Winkel (N(1)–Pb–N(2) 63.2°, N(3)–Pb–N(4) 62.8°) sind wesentlich kleiner als der Wert der von Lappert *et al.* untersuchten Verbindung $\text{Pb}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ (N–Pb–N 103.6°) [13].

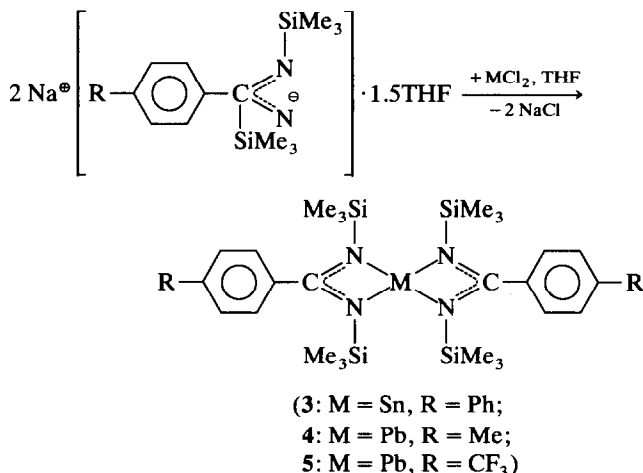
1.2. Benzamidinate

Durch Umsetzung von PbCl_2 mit $\text{PhC}(\text{NSiMe}_3)_2$ [$\text{N}(\text{SiMe}_3)_2$] erhielten Dehnicke *et al.* ein Blei(II)-Derivat mit silylierten Benzamidinat-Liganden [5]:



Die Verbindung wurde IR-spektroskopisch und elementaranalytisch charakterisiert. Um genaue Strukturinformationen über Zinn(II)- und Blei(II)- N,N' -bis(trimethylsilyl)benzamidinate zu erhalten, wurden Reaktionen von SnCl_2 und PbCl_2 mit den Natriumsalzen der silylierten Benzamidinat-Anionen [6] durchgeführt.

Die Isolierung der gewünschten Produkte gestaltet sich problemlos:



Die Verbindungen 3–5 bilden gut kristallisierende, farblose Substanzen, die auch in unpolaren Lösungsmitteln wie Toluol oder Hexan gut löslich sind. Insbesondere Hexan erwies sich als gut geeignet zum Umkristallisieren der Produkte. Auch die Benzamidinate 3–5 können formal als chelatstabilisierte Diaminostannylene bzw. -plumbylene aufgefaßt werden. Spektroskopisch und elementaranalytisch lassen sich die drei Derivate ohne Schwierigkeiten charakterisieren. Die Massenspektren zeigen jeweils den Molekülpeak, dessen Isotopenmuster mit dem berechneten exakt übereinstimmt. Die Darstellung einer zu 3 analogen Blei(II)-Verbindung mit dem $[\text{PhC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ -Liganden gelang nicht. PbCl_2 und $\text{Na}[\text{PhC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$

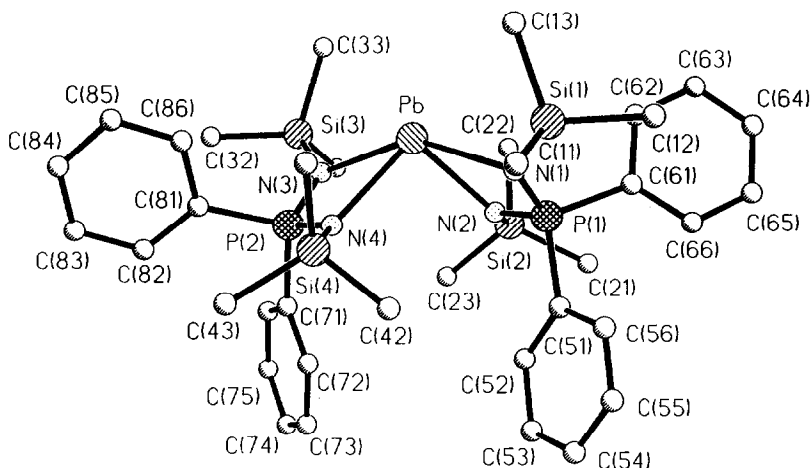


Abb. 2. Molekülstruktur von 2. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°): Pb–N(1) 259.7(4), Pb–N(2) 234.0(4), Pb–N(3) 257.0(4), Pb–N(4) 235.4(4), Pb–P(1) 303.8(1), Pb–P(2) 303.6(2), N(1)–P(1) 158.7(4), N(2)–P(1) 161.5(4), N(3)–P(2) 158.2(4), N(4)–P(2) 160.0(4), N(1)–Pb–N(2) 63.2(1), N(1)–P(1)–N(2) 108.3(2), N(3)–Pb–N(4) 62.8(1), N(3)–P(2)–N(4) 107.9(2), Pb–N(1)–P(1) 89.8(2), Pb–N(2)–P(1) 98.7(2), Pb–N(3)–P(2) 90.8(2), Pb–N(4)–P(2) 98.5(2).

TABELLE 3. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von 5

Atom	x	y	z	U_{eq}^a	Atom	x	y	z	U_{eq}^a
Pb(1)	1863(1)	1946(1)	2957(1)	56(1)	C(43)	1005(22)	-465(11)	4216(13)	133(13)
N(1)	3405(11)	2323(7)	4043(6)	57(5)	C(51)	2841(13)	3260(9)	4789(8)	54(6)
Si(1)	5059(4)	2294(3)	4343(3)	70(2)	C(52)	3029(16)	3990(9)	4694(9)	70(7)
C(11)	5638(18)	1865(13)	3619(13)	134(13)	C(53)	3333(16)	4449(9)	5251(10)	76(8)
C(12)	5857(15)	3182(9)	4535(11)	92(8)	C(54)	3382(17)	4179(10)	5910(8)	71(7)
C(13)	5524(19)	1771(12)	5164(12)	137(13)	C(55)	3189(17)	3464(10)	6008(9)	80(8)
C(1)	2539(14)	2746(8)	4179(7)	44(6)	C(56)	2937(16)	3007(10)	5450(9)	71(7)
N(2)	1371(10)	2747(6)	3762(6)	44(4)	C(61)	-983(14)	347(8)	2935(8)	51(6)
Si(2)	-89(4)	3010(3)	3944(3)	60(2)	C(62)	-2017(18)	440(9)	3242(8)	69(7)
C(21)	-45(17)	3819(10)	4474(10)	93(9)	C(63)	-2909(16)	-99(9)	3210(8)	65(7)
C(22)	-690(17)	2248(10)	4398(10)	89(9)	C(64)	-2807(16)	-729(9)	2872(8)	60(7)
C(23)	-1228(16)	3168(11)	3107(10)	95(9)	C(65)	-1795(22)	-830(10)	2568(11)	95(10)
N(3)	-356(12)	1490(6)	2548(6)	54(5)	C(66)	-880(18)	-286(9)	2620(9)	78(8)
Si(3)	-1449(5)	1587(3)	1760(3)	71(2)	C(5)	3799(25)	4690(12)	6525(13)	151(19)
C(31)	-875(19)	2350(11)	1345(10)	105(10)	F(51)	4109(22)	4361(9)	7120(8)	145(7)
C(32)	-3114(18)	1750(13)	1858(11)	127(12)	F(52)	3216(24)	5301(9)	6409(8)	145(7)
C(33)	-1493(25)	811(11)	1152(9)	141(13)	F(53)	4870(29)	5008(15)	6513(4)	200(13)
C(2)	-47(16)	930(9)	2975(8)	59(7)	F(54)	2772(25)	4733(18)	6766(15)	200(13)
N(4)	1072(11)	929(6)	3425(6)	52(5)	C(6)	-3761(17)	-1302(9)	2833(10)	84(9)
Si(4)	1855(5)	360(3)	4076(3)	73(2)	F(61)	-4786(16)	-1111(7)	3031(12)	199(12)
C(41)	3368(22)	109(12)	3861(12)	140(13)	F(62)	-3322(16)	-1833(8)	3241(9)	168(9)
C(42)	2210(21)	872(13)	4901(9)	126(11)	F(63)	-4091(16)	-1588(9)	2240(9)	168(9)

^a U_{eq} berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

$\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2] \cdot 1.5\text{THF}$ [6] ließen sich auch unter verschärften Reaktionsbedingungen (3 d Kochen am Rückfluß in THF) nicht zur Reaktion bringen. Es wurden lediglich die Ausgangsprodukte isoliert. Für dieses unterschiedliche Verhalten dürften sterische Gründe verantwortlich sein, auch wenn der Raumbedarf der in *para*-Position unterschiedlich substituierten Benzamidinat-Anionen vermutlich sehr ähnlich ist. Eine Sonderstellung des Biphenyl-Derivats $[\text{PhC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]^-$ wurde auch schon bei den Ytterbium(II)-

Komplexen mit *N,N'*-Bis(trimethylsilyl)benzamidinat-Liganden beobachtet. Mit $\text{R} = \text{H}$ oder MeO erhält man die THF-Addukte $[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{Yb}(\text{THF})_2$, während das *p*-Phenylderivat $[\text{PhC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{Yb}$ solvatfrei kristallisiert [7].

1.2.1. Einkristall-Röntgenstrukturanalyse von 5

Am Beispiel der Verbindung 5 wurden die Metall(II)-Benzamidinate auch röntgenographisch charakterisiert. Einkristalle wurden durch Umkristal-

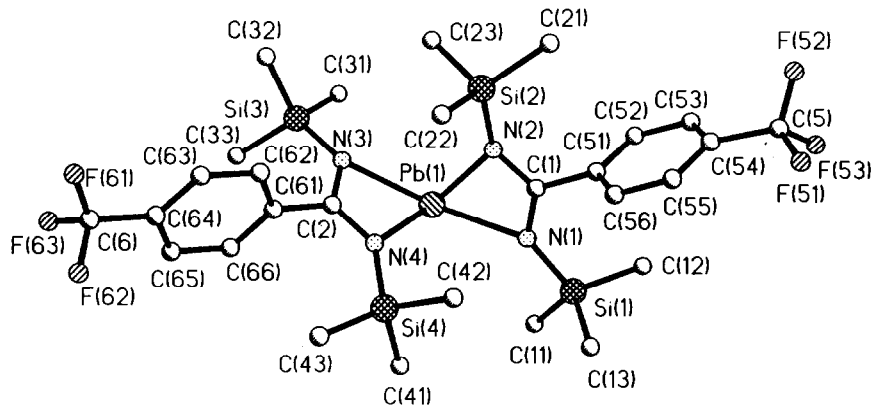


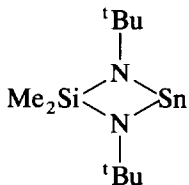
Abb. 3. Molekülstruktur von 5. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel ($^\circ$): Pb–N(1) 249.5(10), Pb–N(2) 233.8(12), Pb–N(3) 248.9(12), Pb–N(4) 236.5(10), Pb–C(1) 279.7(14), Pb–C(2) 280.9(17), N(1)–C(1) 129.9(20), N(2)–C(1) 133.4(17), N(3)–C(2) 134.2(19), N(4)–C(2) 132.2(18), N(1)–Pb–N(2) 56.0(4), N(1)–C(1)–N(2) 119.4(13), N(3)–Pb–N(4) 56.3(4), N(3)–C(2)–N(4) 118.7(14), Pb–N(1)–C(1) 89.2(8), Pb–N(2)–C(1) 95.3(9), Pb–N(3)–C(2) 89.1(9), Pb–N(4)–C(2) 95.1(9).

lisieren aus Hexan erhalten. **5** kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$. Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Thermalparameter sind in Tabelle 3 aufgeführt; Abb. 3 zeigt die Molekülstruktur.

An der Abwinkelung der beiden Benzamidinatochelate gegeneinander zeigt sich wiederum deutlich der Plumbylencharakter der Verbindung **5**. Hierin besteht ein gravierender struktureller Unterschied zu den analog zusammengesetzten N,N' -Bis(trimethylsilyl)benzamidinaten der zweiwertigen Übergangsmetalle. In der kürzlich beschriebenen Chrom(II)-Verbindung $[\text{PhC}(\text{NSiMe}_3)_2]_2\text{Cr}$ [14] ist das Chromatom annähernd planar von den beiden Benzamidinatochelaten umgeben. Der Winkel zwischen den nahezu planaren Pb–N–C–N-Ebenen beträgt 97.3° . Mit 233.8, 236.4, 249.5 und 248.9 pm sind die Pb–N-Bindungslängen gut mit den Pb–N-Abständen im Diaminophosphinat **2** vergleichbar. Die Alternanz dieser Bindungslängen zeigt auch hier das Vorliegen eines Diaminoplumbylens, das sich intramolekular durch Chelatbildung stabilisiert. Der Ersatz des Phosphoratoms im Chelatsystem durch das kleinere Kohlenstoffatom hat zur Folge, daß die N–Pb–N-Winkel in **5** ($56.0, 56.3^\circ$) kleiner sind als in der Verbindung **2**.

1.3. Bis[*N*-*t*-butyl-*N'*-(*t*-butoxydimethylsilyl)amido]-blei(II) (**6**)

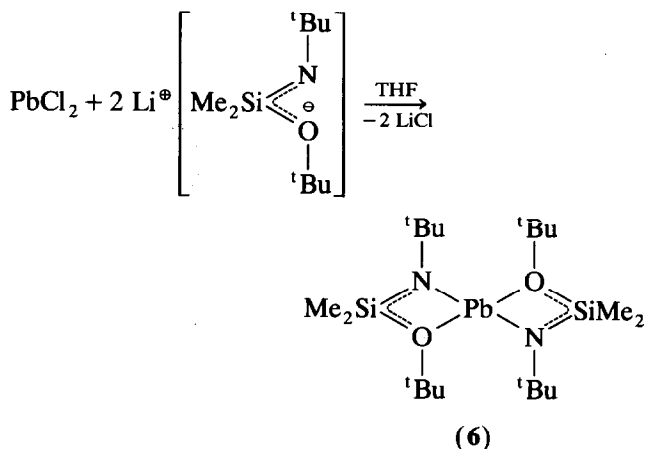
Bereits 1975 berichteten Veith *et al.* [15] über den erfolgreichen Einbau von Zinn(II) in ein viergliedriges anorganisches Ringsystem mit Hilfe des Liganden $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{N}^t\text{Bu})_2]^{2-}$. Das dabei erhaltene cyclische Diazasilastannylen ist monomer und trotz seiner hohen Reaktivität thermisch stabil:



1982 wurde auch die analoge Bleiverbindung $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{N}^t\text{Bu})_2]\text{Pb}$ beschrieben [16]. Ebenfalls aus Arbeiten von Veith *et al.* [17] stammt der Alkoxy-silylamid-Ligand $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]^-$. Dieser anionische Chelatligand eignet sich besonders gut zur Stabilisierung niedriger Koordinationszahlen an Hauptgruppenelementen. So ließen sich mit Thallium und Magnesium die monomeren Verbindungen $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]\text{Tl}$ und $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})_2]\text{Mg}$ isolieren.

Zur Synthese eines Plumbylen-Derivats mit dem $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]$ -Liganden wurde PbCl_2 mit $\text{Li}[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]$ im Molverhältnis 1:2 in THF zur Reaktion gebracht. Gelbes, kristallines $[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})_2]\text{Pb}$ (**6**) konnte durch Extraktion mit

Hexan und nachfolgende Kristallisation bei -25°C isoliert werden:



Spektroskopisch und elementaranalytisch ließ sich die Verbindung **6** eindeutig charakterisieren. Das ^{29}Si -NMR-Spektrum zeigt bei $\delta = -3.3$ ppm ein Singulett. Im Massenspektrum findet man bei $m/z = 612$ den Molekülpeak. Das nächstkleinere Fragmentation ($m/z = 539$) entsteht durch Abspaltung einer *t*-Butoxygruppe aus der Stammverbindung.

2. Experimenteller Teil

Alle Reaktionen wurden unter trockenem, nachgereinigtem Stickstoff als Schutzgas durchgeführt. Die verwendeten Lösungsmittel wurden sorgfältig über Na/Benzophenon getrocknet und vor Gebrauch unter N_2 destilliert. IR-Spektren: Bio-Rad FTS 7, Nujol-Verreibung zwischen KBr-Platten. NMR-Spektren: Bruker WP 80 SY und Bruker 250 M. Elementaranalysen: Analytisches Labor des Instituts für Anorganische Chemie der Universität Göttingen. Einkristall-Röntgenstrukturuntersuchungen [18]: Siemens–Stoe AED2 Vierkreisdiffraktometer, $\text{Mo K}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 70.926$ nm), Graphitmonochromator, Meßtemperatur 20°C . Strukturlösung (Direkte Methoden) und -verfeinerung mit SHELXTL PLUS (PC-Version). Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Es wurden semiempirische Absorptionskorrekturen durchgeführt. Die Ausgangsverbindungen $\text{Li}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]$ [9,10], $\text{Na}[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ ($\text{R} = \text{Me}, \text{CF}_3\text{Ph}$) [6] und $\text{Li}[\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})]$ [17] wurden nach bekannten Literaturvorschriften synthetisiert.

2.1. Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Darstellung der Verbindungen 1–6

Zur Suspension von 7.0 mmol MCl_2 ($\text{M} = \text{Sn}, \text{Pb}$) in 100 ml THF tropft man eine Lösung von 14.0 mmol Alkalisalz des Liganden in 50 ml THF und läßt 12 h bei Raumtemperatur rühren. Nach Eindampfen zur

Trockne wird der Rückstand in 100 ml Hexan aufgenommen und durch eine dünne Schicht Celite filtriert, Einengen des Filtrats auf 30 ml und Abkühlen auf -25°C liefert das kristalline Produkt.

2.1.1. Bis[*P,P*-diphenyl-*N,N'*-bis(trimethylsilylimino)-phosphinato]zinn(II) (1)

Ausb. 0.92 g (1.2 mmol; 16%), Schmp. 215°C . Gef.: C, 50.6; H, 6.8; N, 6.3. $\text{C}_{36}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2\text{Si}_4\text{Sn}$ (837.8) ber.: C, 51.6; H, 6.8; N, 6.7%. IR: ν 1260 sst, 1220 m, 1116 sst, 1019 st, 931 st, 841 sst, 717 m, 695 st cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, C_6D_6): δ 7.75 (m, 8H, *o*- C_6H_5), 7.13 (m, 12H, *m,p*- C_6H_5), -0.02 (s, 36H, SiMe_3) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (63 MHz, C_6D_6): δ 139.6 (d, $^1\text{J}(\text{PC}) = 104$ Hz, *q*- C_6H_5), 132.2 (d, $^3\text{J}(\text{PC}) = 11$ Hz, *m*- C_6H_5), 131.0 (d, $^4\text{J}(\text{PC}) = 3$ Hz, *p*- C_6H_5), 128.5 (d, $^2\text{J}(\text{PC}) = 13$ Hz, *o*- C_6H_5), 4.1 (d, $^2\text{J}(\text{CN}) = 4$ Hz, CH_3) ppm. $^{29}\text{Si-NMR}$ (50 MHz, C_6D_6): δ -5.2 (d, $^2\text{J}(\text{PSi}) = 8$ Hz) ppm. $^{31}\text{P-NMR}$ (101 MHz, C_6D_6): δ 25.4 (s) ppm. MS: *m/z* 838 (M, 40%), 479 ($\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2\text{Sn}$, 100), 345 ($\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)(\text{NSiMe}_2\text{H})$, 24), 242 (Ph_2PNSiMe , 10).

2.1.2. Bis[*P,P*-diphenyl-*N,N'*-bis(trimethylsilylimino)-phosphinato]blei(II) (2)

Ausb. 3.20 g (3.5 mmol; 46%), Schmp. 210°C . Gef.: C, 47.0; H, 6.0; N, 6.3. $\text{C}_{36}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2\text{PbSi}_4$ (926.3) ber.: C, 46.7; H, 6.1; N 6.1%. IR: ν 1244 st, 1169 sst, 1114 sst, 1085 st, 1028 m, 932 m, 836 sst, 527 sst cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): δ 7.78 (m, 8H, *o*- C_6H_5), 7.20 (m, 12H, *m,p*- C_6H_5), -0.04 (s, 36H, SiMe_3) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (101 MHz, C_6D_6): δ 141.7 (d, $^1\text{J}(\text{PC}) = 105$ Hz, *q*- C_6H_5), 131.8 (d, $^3\text{J}(\text{PC}) = 11$ Hz, *m*- C_6H_5), 130.4 (d, $^4\text{J}(\text{PC}) = 3$ Hz, *p*- C_6H_5), 128.0 (d, $^2\text{J}(\text{PC}) = 12$ Hz, *o*- C_6H_5), 3.9 (d, $^2\text{J}(\text{CN}) = 4$ Hz, CH_3) ppm. $^{29}\text{Si-NMR}$ (80 MHz, C_6D_6): δ -7.6 (d, $^2\text{J}(\text{PSi}) = 10$ Hz) ppm. $^{31}\text{P-NMR}$ (162 MHz, C_6D_6): δ 20.6 (s) ppm. MS: *m/z* 926 (M, 2%), 567 ($\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2\text{Pb}$, 100), 360 ($\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2$, 23), 345 ($\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)(\text{NSiMe}_2\text{H})$, 90).

2.1.3. Bis[*N,N'*-bis(trimethylsilyl)-4-phenylbenzamidinato]zinn(II) (3)

Ausb. 1.79 g (3.9 mmol; 56%), Schmp. 184°C . Gef.: C, 56.6; H, 6.8; N, 6.9. $\text{C}_{38}\text{H}_{54}\text{N}_4\text{Si}_4\text{Sn}$ (797.9) ber.: C, 57.2; H, 6.8; N, 7.0%. IR: ν 1655 m, 1247 st, 976 st, 848 sst, 722 st, 696 m cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): δ 7.27 (m, 18H, $\text{C}_6\text{H}_5 + \text{C}_6\text{H}_4$), 0.31 (s, 18H, SiMe_3), 0.20 (s, 18H, SiMe_3) ppm. MS: *m/z* 798 (M, 6%), 459 ($[\text{PhC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]\text{Sn}$, 20), 73 (SiMe_3 , 100).

2.1.4. Bis[*N,N'*-bis(trimethylsilyl)-4-methylbenzamidinato]blei(II) (4)

Ausb. 2.43 g (3.2 mmol; 16%), Schmp. 118°C . Gef.: C, 43.5; H, 6.5; N, 7.0. $\text{C}_{28}\text{H}_{50}\text{N}_4\text{PbSi}_4$ (762.3) ber.: C,

44.1; H, 6.6; N, 7.4%. IR: ν 1660 m, 1245 sst, 979 sst, 845 sst, 756 st, 439 m cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, C_6D_6): δ 7.15 (dd, 8H, $^3\text{J} = 8$ Hz, C_6H_4), 2.02 (s, 6H, CH_3), 0.12 (s, 36H, SiMe_3) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (63 MHz, C_6D_6): δ 175.3 (C-N), 149.7 (*q*- C_6H_4), 138.0 (*p*- C_6H_4), 129.3 (*o*- C_6H_4), 126.8 (*m*- C_6H_4), 21.6 (CH_3), 3.0 (SiCH_3) ppm. $^{29}\text{Si-NMR}$ (50 MHz, C_6D_6): $\delta = -4.1$ (s) ppm. MS: *m/z* 762 (M, 2%), 485 ($[\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]\text{Pb}$, 38), 146 (Si_2Me_6), 100), 73 (SiMe_3 , 90).

2.1.5. Bis[*N,N'*-bis(trimethylsilyl)-4-trifluormethylbenzamidinato]blei(II) (5)

Ausb. 3.50 g (4.0 mmol; 58%), Schmp. 149°C . Gef.: C, 38.5; H, 5.2; N, 6.5. $\text{C}_{28}\text{H}_{44}\text{F}_6\text{N}_4\text{PbSi}_4$ (870.2) ber.: C, 38.6; H, 5.1; N, 6.4%. IR: ν 1661 m, 1324 sst, 1247 st, 1170 st, 1065 sst, 975 sst, 836 sst, 519 st cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, C_6D_6): δ 7.21 (dd, 8H, $^3\text{J} = 7$ Hz, C_6H_4), -0.04 (s, 36H, SiMe_3) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (101 MHz, C_6D_6): δ 172.5 (s, C-N), 155.0 (d, $^2\text{J}(\text{NC}) = 1$ Hz, *q*- C_6H_4), 130.3 (q, $^2\text{J}(\text{FC}) = 32$ Hz, *p*- C_6H_4), 126.7 (s, *o*- C_6H_4), 125.6 (q, $^3\text{J}(\text{FC}) = 4$ Hz *m*- C_6H_4), 124.8 (q, $^1\text{J}(\text{FC}) = 272$ Hz, CF_3), 2.5 (s, CH_3) ppm. $^{29}\text{Si-NMR}$ (80 MHz, C_6D_6): δ -3.4 (t, $^2\text{J}(\text{CSi}) = 57$ Hz) ppm. $^{19}\text{F-NMR}$ (377 MHz, C_6D_6): $\delta = 100.7$ (s) ppm. MS: *m/z* 870 (M, 2%), 539 ($[\text{CF}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]\text{Pb}$, 100), 331 ($\text{CF}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2$, 52).

2.1.6. Bis[*t*-butyl-(*t*-butoxydimethylsilyl)amido]blei(II) (6)

Gelbe Kristalle, Ausb. 0.64 g (1.1 mmol; 16%), Schmp. 94°C . Gef.: C, 38.2; H, 7.9; N, 4.6. $\text{C}_{20}\text{H}_{48}\text{N}_2\text{O}_2\text{PbSi}_2$ (612.3) ber.: C, 39.2; H, 7.9; N, 4.6%. IR: ν 1378 sst, 1354 sst, 1245 sst, 1185 sst, 1061 st, 991 sst, 842 st, 765 sst cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, C_6D_6): δ 1.52 (s, 18H, O^tBu), 1.14 (s, 18H, N^tBu), 0.41 (s, 12H, SiMe_2) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$ (63 MHz, C_6D_6): δ 73.4 (s, C-O), 53.8 (s, C-N), 39.1 (s, $(\text{CH}_3)_3\text{CO}$), 32.2 (d, $^2\text{J}(\text{NC}) = 12$ Hz, $(\text{CH}_3)_3\text{CN}$), 10.0 (s, SiCH_3) ppm. $^{29}\text{Si-NMR}$ (50 MHz, C_6D_6): $\delta = -3.3$ (s) ppm. MS: *m/z* 612 (M, 3%), 539 (M- O^tBu , 2), 410 ($\text{Me}_2\text{Si}(\text{O}^t\text{Bu})(\text{N}^t\text{Bu})\text{Pb}$, 100), 354 ($\text{Me}_2\text{Si}(\text{OH})(\text{N}^t\text{Bu})\text{Pb}$, 80), 338 ($\text{Me}_2\text{Si}(\text{N}^t\text{Bu})\text{Pb}$, 18).

2.1.7. Kristallstrukturanalyse von 1 [18*]

$\text{C}_{36}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2\text{Si}_4\text{Sn}$; monoklin; $P2_1/c$; $a = 1621.2(1)$, $b = 1426.7(1)$, $c = 1912.5(1)$ pm; $\beta = 97.35(1)^{\circ}$; $V = 4.387$ nm 3 ; $D_{\text{ber.}} = 1.27$ g cm $^{-3}$; $Z = 4$; $\mu(\text{Mo K}\alpha) = 0.790$ mm $^{-1}$; 6343 gemessene Reflexe, davon 5520 symmetrieunabhängig und 4782 beobachtet mit $F \geq 3\sigma(F)$; $2\theta_{\text{max}} = 45^{\circ}$; Absorptionskorrektur, min/max Trans-

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

mission 0.25/0.27; $R = 0.064$; $R_w = 0.085$, $w^{-1} = \sigma(F) + 0.0004 \cdot F^2$; maximale/minimale Restelektronendichte: $+1.97 \times 10^2 / -1.27 \times 10^2 e \text{ nm}^{-3}$.

2.1.8. Kristallstrukturanalyse von 2 [18*]

$\text{C}_{36}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2\text{PbSi}_4$; monoklin; $P2_1/c$; $a = 1622.3(1)$, $b = 1421.3(2)$, $c = 1938.8(3)$ pm; $\beta = 97.45(1)^\circ$; $V = 4.433 \text{ nm}^3$; $D_{\text{ber.}} = 1.39 \text{ g cm}^{-3}$; $Z = 4$; $\mu(\text{Mo K}\alpha) = 4.038 \text{ mm}^{-1}$; 8173 gemessene Reflexe, davon 5719 symmetrieunabhängig und 4917 beobachtet mit $F \geq 3\sigma(F)$; $2\theta_{\text{max}} = 45^\circ$; Absorptionskorrektur, min/max Transmission 0.27/0.34; $R = 0.032$; $R_w = 0.034$, $w^{-1} = \sigma(F) + 0.0002 \cdot F^2$; maximale/minimale Restelektronendichte: $+0.63 \times 10^2 / -0.71 \times 10^2 e \text{ nm}^{-3}$.

2.1.9. Kristallstrukturanalyse von 5 [18*]

$\text{C}_{28}\text{H}_{44}\text{F}_6\text{N}_4\text{PbSi}_4$; monoklin; $P2_1/c$; $a = 1075.2(2)$, $b = 1878.4(4)$, $c = 1978.2(4)$ pm; $\beta = 103.28(1)^\circ$; $V = 3.888 \text{ nm}^3$; $D_{\text{ber.}} = 1.49 \text{ g cm}^{-3}$; $Z = 4$; $\mu(\text{Mo K}\alpha) = 4.541 \text{ mm}^{-1}$; 5455 gemessene Reflexe, davon 5070 symmetrieunabhängig und 3644 beobachtet mit $F \geq 3\sigma(F)$; $2\theta_{\text{max}} = 45^\circ$; Absorptionskorrektur, min/max Transmission 0.20/0.94; $R = 0.075$; $R_w = 0.079$, $w^{-1} = \sigma(F) + 0.0010 \cdot F^2$; maximale/minimale Restelektronendichte: $+2.18 \times 10^2 / -2.53 \times 10^2 e \text{ nm}^{-3}$.

Dank

Wir danken Herrn Prof. Dr. Herbert W. Roesky für die großzügige Unterstützung dieser Arbeit. Dem Fonds der Chemischen Industrie und der Deutschen Forschungsgemeinschaft sind wir für die Vergabe von Habilitationsstipendien (an F.T.E.) zu besonderem Dank verpflichtet. Die Firma Chemetall GmbH unterstützte uns in dankenswerter Weise durch eine Chemikalienspende. Für finanzielle Hilfe danken wir der Dr. Otto Röhm Gedächtnisstiftung.

Literatur und Bemerkungen

- 1 H. W. Roesky, in H. W. Roesky (Hrsg.), *Rings, Clusters and Polymers of Main Group and Transition Elements*, Elsevier, Amsterdam, 1989.
- 2 A. Recknagel, M. Witt und F. T. Edelmann, *J. Organomet. Chem.*, 371 (1989) C40.
- 3 M. Witt, H. W. Roesky, M. Noltemeyer und G. M. Sheldrick, *Angew. Chem.*, 100 (1988) 852; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 27 (1988) 851.
- 4 M. Witt, H. W. Roesky, D. Stalke, F. Pauer, T. Henkel und G. M. Sheldrick, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1989) 2173.
- 5 K. Dehnicke, *Chem. Ztg.*, 114 (1990) 295.
- 6 M. Wedler, F. Knösel, M. Noltemeyer, F. T. Edelmann und U. Behrens, *J. Organomet. Chem.*, 388 (1990) 21.
- 7 M. Wedler, M. Noltemeyer, U. Pieper, H. -G. Schmidt, D. Stalke und F. T. Edelmann, *Angew. Chem.*, 102 (1990) 941; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 29 (1990) 894.
- 8 M. Veith, *Angew. Chem.*, 99 (1987) 1; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 26 (1987) 1.
- 9 H. Schmidbaur, K. Schwirten und H. Pickel, *Chem. Ber.*, 102 (1969) 564.
- 10 W. Wolfsberger und W. Hager, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 433 (1977) 247.
- 11 A. Recknagel, A. Steiner, M. Noltemeyer, S. Brooker, D. Stalke und F. T. Edelmann, *J. Organomet. Chem.*, 414 (1991) 327.
- 12 M. Veith und O. Recktenwald, *Topics Curr. Chem.*, 104 (1982) 1.
- 13 T. Fjeldberg, H. Hope, M. F. Lappert, P. P. Power und A. J. Thorne, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, (1983) 639.
- 14 J. -K. Buijink, M. Noltemeyer und F. T. Edelmann, *Z. Naturforsch., Teil B*, 46 (1991) 1328.
- 15 M. Veith, *Angew. Chem.*, 87 (1975) 287; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 14 (1975) 263.
- 16 M. Veith und M. Grosser, *Z. Naturforsch., Teil B*, 37 (1982) 1375.
- 17 M. Veith und R. Rösler, *J. Organomet. Chem.*, 229 (1982) 131.
- 18 Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56073, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.