

Thallium(I)-bis(trimethylsilyl)amid

Karl Wilhelm Klinkhammer

Institut für Anorganische Chemie, Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring 55, D-70550 Stuttgart (Deutschland)

Sonja Henkel

Institut für Organische Chemie, Universität Stuttgart, D-70550 Stuttgart (Deutschland)

(Eingegangen den 2. Dezember 1993)

Abstract

The reaction of $\text{LiN}(\text{SiMe}_3)_2$ with TlCl in toluene yields the bis(trimethylsilyl)amino derivative of thallium(I) (**1**). In the gaseous phase and in benzene solution the compound is mainly monomeric, whereas in the solid state the amide **1** consists of cyclic dimers, which are linked to infinite chains by intermolecular $\text{Tl} \cdots \text{Tl}$ contacts.

Zusammenfassung

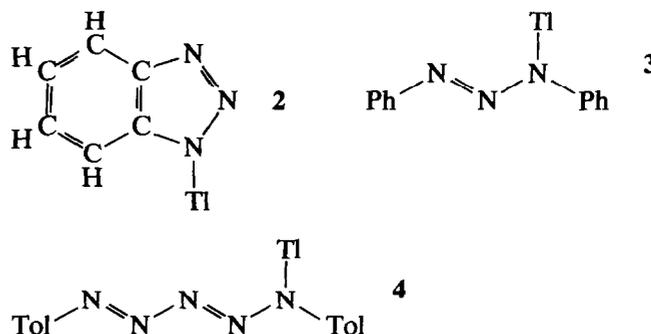
$\text{LiN}(\text{SiMe}_3)_2$ reagiert mit TlCl in Toluol zum Thallium(I)-Derivat (**1**) des Bis(trimethylsilyl)amins. Während in benzolischer Lösung und in der Gasphase das Amid **1** vorwiegend als Monomer vorliegt, besteht die Verbindung im Kristall aus cyclischen Dimeren, die über intermolekulare $\text{Tl} \cdots \text{Tl}$ -Kontakte zu unendlichen Strängen aufgereiht sind.

Key words: Silicon; Thallium; Amide; Crystal structure

1. Einleitung

Einfache Thallium(I)-amide Tl-NR_2 , in denen R für kleine organische oder elementorganische Reste steht, sind im Gegensatz zu entsprechenden Alkoholaten Tl-OR unseres Wissens kaum strukturell untersucht worden. Neben Thallium(I)-benzotriazol **2** [1], den Thallium(I)-Derivaten des 1,3-Diphenyltriazens **3** und des 1,5-Di-*p*-tolylpentaazadiens **4** [2] sind die Strukturen zweier silylsubstituierter, polycyclischer Thallium(I)-amide aufgeklärt worden: das Dithallium-Derivat eines Diamino-disiletidins **5** [3] und das Dimere des Tris(N-thallio-*tert*-butylamino)methylsilans **6** [4]. Verbindung **6** ist vor allem wegen ihres aus sechs Thalliumatomen bestehenden Gerüsts bemerkens-

wert; in diesem findet sich der mit 315 pm kürzeste bislang beobachtete $\text{Tl(I)} \cdots \text{Tl(I)}$ -Abstand neben weiteren $\text{Tl} \cdots \text{Tl}$ -Kontakten ≥ 34.6 pm. Das von Cowley *et al.* synthetisierte Thallium(I)-hydrido-tris(3-*t*-butylpyrazolyl)borat **7** [5] ist zwar streng genommen kein Amid des Thalliums, doch wird auch hier das Metallatom von drei Stickstoffatomen des Boratliganden über relativ kurze Tl-N -Bindungen koordiniert.



Correspondence to: Dr. K.W. Klinkhammer

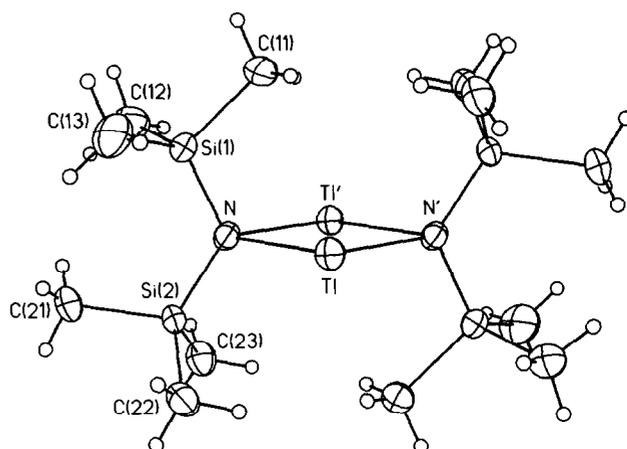
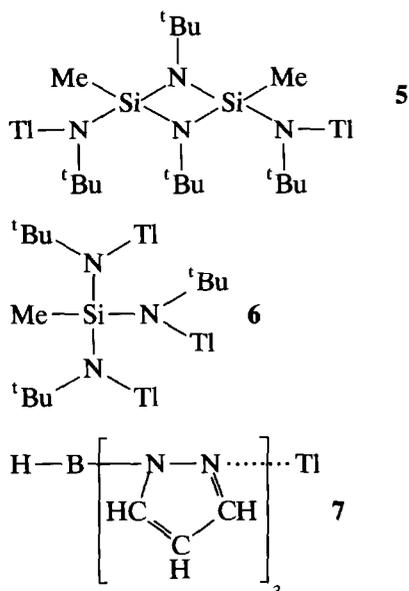


Abb. 1. Molekülmodell von 1. Die Auslenkungsellipsoide der Schweratome sind auf 30% skaliert.

Wir berichten hier über die Synthese, sowie die spektroskopische und strukturelle Charakterisierung von Thallium(I)-bis(trimethylsilyl)amid (1). Obwohl

man Derivate des Bis(trimethylsilyl)amins von sehr vielen Elementen kennt [6] und auch die entsprechende Thallium(III)-Verbindung, $\text{Tl}[\text{N}(\text{SiMe}_3)_2]_3$ (8), schon seit geraumer Zeit bekannt ist [7], sind einige wenige, charakteristische Vertreter wie das Thallium(I)-Derivat bislang nicht untersucht worden.

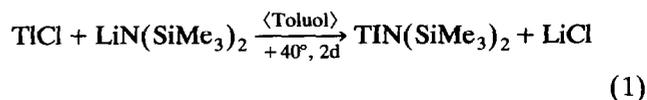
TABELLE 1. Schwingungsspektroskopische Daten von 1 [cm^{-1}]^a

IR ^b	Raman ^c	Zuordnungsvorschlag
1249 s (br)	1259 vw	
	1237 w	$\delta_s \text{CH}_3$
975 vs-s	—	$\nu_{\text{as}} \text{NSi}_2$ -Gegentakt
—	865 mw	$\nu_{\text{as}} \text{NSi}_2$ -Gleichtakt
830 sh	838 w (br)	$\delta_{\text{as}} \text{CH}_3$
809 vs (br)	820 w	
755 ms	742 mw	$\rho_s \text{CH}_3$
745 m		
664 } ms	665	$\nu_{\text{as}} \text{SiC}_3$
669		
611 ms	—	$\nu_s \text{SiC}_3$ -Gegentakt
—	589 vs	$\nu_s \text{SiC}_3$ -Gleichtakt
571 m (br)	579 w, sh	$\nu_s \text{NSi}_2$
398 ms (br)	—	$\nu_{\text{as}} \text{Tl}_2\text{N}_2$
—	366 ms	$\delta_s \text{SiC}_3$ -Gleichtakt + $\nu_s \text{Tl}_2\text{N}_2$ (Puls.)
356 mw	—	$\delta_s \text{SiC}_3$ -Gegentakt + $\nu_{\text{as}} \text{Tl}_2\text{N}_2$
285 m	—	
—	265 w, sh	$\delta_{\text{as}} + \rho_{s,\text{as}} \text{SiC}_3$ -Gleich- und Gegentakt
244 w	247 w, sh	
—	214 m	
—	196 ms	
—	166 mw (br)	δNSi_2 -Gleichtakt
142 } mw	—	$\delta_s \text{NSi}_2$ -Gegentakt + $\delta \text{Tl}_2\text{N}_2$
136		
85 w	98 sh	Gitterschwingungen (+ $\text{Tl} \cdots \text{Tl}$?)
69 w	72 vs-s	

^a Abkürzungen: sehr stark (vs), stark (s), mittelstark (ms), mittel (m), mittelschwach (mw), schwach (w), sehr schwach (vw), breit (br), Schulter (sh). ^b Aufgenommen an dünnem, festem Film zwischen CsBr- und Polyethylen-Platten (Perkin-Elmer PE 883 bzw. Bruker IFS 66/CS mit Bereichserweiterung). ^c An Einkristallen (Multi-Kanal, Dilor-XY-System; Anregung: Argon-Gaslasers 514,5 nm).

2. Synthese und spektroskopische Daten

Die Verbindung 1 ist leicht und in guter Ausbeute aus Thallium(I)-chlorid und Lithium-bis(trimethylsilyl)amid in Toluol zugänglich (Gl. (1)). Nach Abdampfen des Lösungsmittels erhält man durch Extraktion des gelben Rückstandes mit *n*-Pentan eine gelbe Lösung, aus der durch Kristallisation (+20/−60°C) oder durch Sublimation (+60°C, 10^{-2} Torr) solvensfreies Thallium(I)-bis(trimethylsilyl)amid (1) in kristalliner Form erhalten werden kann.



Die blaßgelbe Verbindung ist zwar unter Argon und Lichtabschluß ohne erkennbare Zersetzung lagerbar, ist aber extrem oxidations- und hydrolyseempfindlich. Beim Kontakt mit Luft überzieht sie sich sofort mit einem leuchtendblauen Belag unbekannter Natur. Sie schmilzt bereits bei +81°C zu einer gelben Flüssigkeit und läßt sich unzersetzt sublimieren. Im Dampf liegen —zumindest bei kleinen Drücken—ausschließlich Monomere vor, denn im Massenspektrum des Amids 1 konnten nur Ionen bis zur Masse des Moleküls nachgewiesen werden.

Anders als beispielsweise bei den Verbindung 5 und 7 treten in den ^1H -, ^{13}C - und ^{29}Si -NMR Spektren bei 300 K keine Kopplungen mit den NMR-aktiven Iso-

TABELLE 2. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°) Verbindung 1

Tl–N	258.1(7)	Tl–N'	257.6(7)
N–Si(1)	170.5(7)	N–Si(2)	173.7(8)
Si(1)–C(11)	188.9(12)	Si(1)–C(12)	185.5(12)
Si(1)–C(13)	191.5(13)	Si(2)–C(21)	186.7(10)
Si(2)–C(22)	185.1(10)	Si(2)–C(23)	178.7(10)
Tl···Tl'	365.0(1)	Tl···Tl''	393.5(1)
Si(1)···Si(2)	301.5(3)		
N–Tl–N'	89.9(2)	Tl–N–Tl'	90.1(2)
Si(1)–N–Si(2)	122.3(4)	C(11)–Si(1)–C(12)	104.7(5)
C(11)–Si(1)–C(13)	105.5(5)	C(12)–Si(1)–C(13)	108.6(5)
C(21)–Si(2)–C(22)	105.6(5)	C(21)–Si(2)–C(23)	105.6(5)
C(22)–Si(2)–C(23)	102.1(5)		
N–Tl···Tl''	122.6(2)	N'–Tl···Tl''	125.4(2)

Symmetrieeoperationen: (') $-x, -y, 1-z$; (") $1-x, -y, 1-z$.

topen des Thalliums ($I = 1/2$) auf. Erst bei etwa 250 K bzw. 260 K spalten die ^{13}C - und ^{29}Si -NMR-Signale zu *Dubletts* ($^3J(\text{C}–\text{Tl}) = 82 \text{ Hz}$ bzw. $^2J(\text{Si}–\text{Tl}) = 37 \text{ Hz}$) auf. Diese Beobachtungen sprechen ebenso wie die kryoskopisch zu 359 g mol^{-1} bestimmte Molmasse für einen vorwiegend monomeren Aufbau in benzolischer Lösung und einen schnellen Austausch der Bis(trimethylsilyl)amino-Substituenten bei höheren Temperaturen. Die schwingungsspektroskopischen Daten (Tabelle 1) entsprechen weitgehend der Erwartung. Die Schwingungen des $\text{N}(\text{SiMe}_3)_2$ -Gerüsts lassen sich aufgrund des umfangreichen Vergleichsmaterials auch ohne genaue Analyse leicht zuordnen. Dies trifft nicht für die Moden des zentralen Tl_2N_2 -Rings zu, zumal die erhaltenen Raman-Daten keine Information über den Polarisationszustand zulassen.

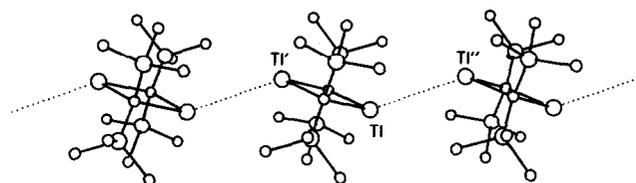
Zur Klärung der Molekülstruktur führten wir an einem gut ausgebildeten Individuum eine Kristallstrukturanalyse durch.

3. Molekül- und Kristallstruktur

Thallium(I)-bis(trimethylsilyl)amid (**1**) besteht wie in Abb. 1 erkennbar im Festkörper aus *dimeren* Bauein-

TABELLE 3. Tl–N-Abstände [pm] in ausgewählten Thallium(I)-Verbindungen und dem Thallium(III)-amid **8**.

Verbindung	$d(\text{Tl}–\text{N})$
Tl(I)-benzotriazolol 2 [1]	273 (2x), 279
Tl(I)-1,3-diphenyltriazolol 3 [2]	262, 270, 278
Tl(I)-1,5-di- <i>p</i> -tolylpentaazadienol 4 [2]	272 (2x), 278
Diazadisiletidin-Derivat 5 [3]	252, 266, 274
$\{\text{MeSi}[\text{N}(\text{t-Bu})\text{Tl}]\}_2$ 6 [4]	230–265
Tris[3-(<i>t</i> -Bu)pyrazolyl]borat 7 [5]	258 (2x), 259
$[\text{Tl}(\text{SiMe}_3)_2]_2$ 1	257, 258
$[\text{Tl}(\text{SiMe}_3)_2]_3$ 8 [7]	209

Abb. 2. Anordnung der dimeren Moleküle von **1** in Strängen. Die Wasserstoffatome wurden der besseren Übersicht wegen nicht wiedergegeben. Die Schweratome sind als Kugeln willkürlicher Größe wiedergegeben.

heiten. Das Gerüst ist ein planarer, nahezu quadratischer Tl_2N_2 -Ring. Die Abstände (Tabelle 2) sind mit 257,6(7) bzw. 258,1(7) im Rahmen der einfachen Standardabweichungen gleich. Auch unterscheidet sich der endocyclische Winkel am Stickstoffatom mit 90,1(2)° nicht signifikant von dem zu 89,9(2)° bestimmten N–Tl–N-Winkel. Die Trimethylsilylgruppen sind ober- und unterhalb der Ringebene derart angeordnet, daß das Molekül annähernd C_{2h} -Symmetrie, das $\text{Tl}_2\text{N}_2\text{Si}_4$ -Gerüst sogar D_{2h} -Symmetrie besitzt.

Die Summe der Kovalenzradien von 230 pm (Tl 155; N 75 pm [8]) wird im Thalliumamid **1** erheblich überschritten, auch wenn man eine Bindungsverlängerung um etwa 20 pm infolge der zu 0,5 abgeschätzten Bindungsordnung berücksichtigt. Die Tl–N-Abstände in den übrigen oben genannten Thallium(I)-Derivaten streuen ohne erkennbare Systematik in einem weiten Bereich zwischen 237 und 280 pm (Tabelle 3). Die Tl–N-Bindungen im Bis(trimethylsilyl)amino-Derivat **8** des dreiwertigen Thalliums sind mit 209 pm erwartungsgemäß erheblich kürzer. Ähnliche Abstände wie im Amid **1** finden sich erstaunlicherweise im Tris(pyrazolyl)-Derivat **7**, in dem *dreifach* koordinierte Thalliumatome vorliegen. Möglicherweise ist auch die Bindungsaufweitung in **1** eine Folge einer Erhöhung der Koordinationszahl am Thallium, jedoch nicht durch klassische Donor-Liganden, sondern durch inter-

TABELLE 4. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von Verbindung **1**. U_{eq} : äquivalente isotrope Auslenkungsparameter berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors.

Atom	x	y	z	U_{eq}
Tl	2409.1(4)	371.9(3)	5277.8(3)	42.8(11)
N	–107(10)	770(5)	3787(5)	42(2)
Si1	537(4)	219(2)	2606(2)	44.9(9)
Si2	–798(3)	1973(2)	3824(2)	40.4(8)
C11	1089(15)	–1095(8)	2885(8)	72(4)
C12	–1304(17)	195(9)	1505(9)	74(5)
C13	2758(17)	754(10)	2020(10)	89(5)
C21	–938(17)	2605(8)	2471(8)	73(4)
C22	741(14)	2731(7)	4716(8)	63(4)
C23	–3122(13)	2100(8)	4292(8)	65(3)

molekulare Tl...Tl-Kontakte (Abb. 2). Der Absolutwert des hier beobachteten intermolekularen Thallium-Thallium-Abstandes ist jedoch mit 393 pm nur noch geringfügig kürzer als der doppelte van-der-Waals-Radius (400 pm) und liegt somit an der oberen Grenze von Kontakten, die bei vielen anderen Tl(I)-Verbindungen aufgefunden wurden [9] und nach *ab-initio*-Rechnungen an Thallium(I)-wasserstoff Tl_2H_2 als schwach bindend klassifiziert werden können. Die Bindungsenergie ist dabei deutlich abhängig vom Tl-Tl-Ligand-Winkel und erreicht bei etwa 120° ein Maximum [10]. In Übereinstimmung mit diesen Berechnungen beobachtet man auch im Amid 1 N-Tl...Tl-Winkel von etwa 120° (Tabelle 4). Mit derartigen Tl...Tl-Wechselwirkungen im Einklang wäre auch eine sehr intensive Raman-Absorption bei 72 cm^{-1} .

In diesem Zusammenhang sei kurz auf die Unterschiede in den Kristallstrukturen des Thalliumamids 1 (Abb. 3) und den analogen Kalium- und Rubidiumverbindungen hingewiesen. Während sich die Moleküle des Thallium-Derivats über die erwähnten Tl...Tl-Kontakte in Strängen anordnen, bilden die Moleküle der beiden genannten Alkalimetall-bis(trimethylsilyl)amide trotz sehr ähnlicher Molekülgeometrien eine völlig anderen Packung aus; in diesen bestimmen intermolekulare agostische C-H...M-Wechselwirkungen die Anordnung im Kristallverband [11*,12]. Die Metallatome ($M = K, Rb$) sind dabei mit etwas mehr als 500 pm nahezu weitmöglichst voneinander entfernt.

4. Experimenteller Teil

Alle Arbeiten wurden unter nachgereinigtem Argon (BTS-Katalysator [13], P_4O_{10}) in getrockneten, destillierten und mit Argon gesättigten Lösungsmitteln durchgeführt.

4.1. Darstellung von 1

Zu einer Lösung von 5.00 g (2.99 mmol) Lithium-bis(trimethylsilyl)amid in 25 ml Toluol werden 8.00 g (3.34 mmol) Thallium(I)-chlorid gegeben. Die Suspension wird 2 Tage bei $+40^\circ\text{C}$ gerührt und anschließend über eine Schutzgasfritte (G4) filtriert. Die so erhaltene Lösung wird im Vakuum bis zur Trockne eingedunstet und der verbleibende gelbliche Rückstand aus *n*-Pentan umkristallisiert oder bei $+60^\circ\text{C}$ und 10^{-3} Torr sublimiert. Beide Verfahren liefern hellgelbes kristallines Amid 1 in analysenreiner Form. Ausbeute 9.26 g (85%). Fp. 81°C . $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , 300 K, 250.133

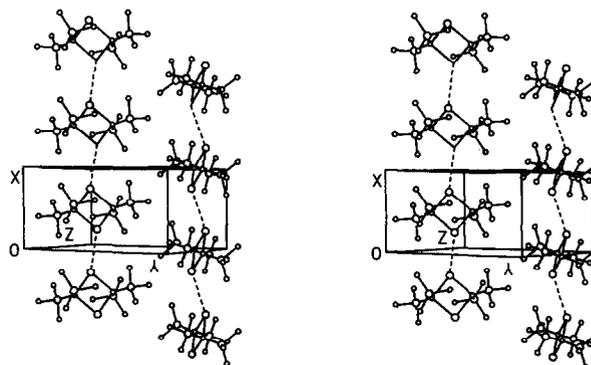


Abb. 3. Kristallstruktur von 1 in stereoskopischer Darstellung. Die Wasserstoffatome wurden der besseren Übersicht wegen nicht gezeichnet. Die Schweratome sind als Kugeln willkürlicher Größe wiedergegeben.

TABELLE 5. Kristalldaten von 1 sowie Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturbestimmung.

Formel	$TlSi_2C_6H_{18}$
Molmasse [g mol^{-1}]	364.78
Kristallgestalt und -abmessungen [mm]	säulenförmig $0.7 \times 0.4 \times 0.4$
Kristallsystem	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$ (Nr. 14)
Meßtemperatur [$^\circ\text{C}$]	25
<i>a</i> [pm]	717.3(1)
<i>b</i> [pm]	1383.7(3)
<i>c</i> [pm]	1219.0(2)
β [$^\circ$]	91.73(1)
<i>V</i> [nm^3]	1.209
<i>Z</i>	4
<i>F</i> (000)	680
<i>d</i> _{ber} [g cm^{-3}]	2.003
μ [mm^{-1}]	13.64
Absorptionskorrektur	empirisch; DIFABS [14]
Abtastmodus und -breite [$^\circ$]	Wyckoff; 1.2
Abtastgeschwindigkeit [$^\circ \cdot \text{min}^{-1}$]	variabel; 1.5 bis 29.3 in ω
Zahl der Intensitätskontrollreflexe nach <i>n</i> gemessenen Reflexen	3 ($n = 97$)
Meßbereich [$^\circ$]	$3^\circ \leq 2\theta \leq 52^\circ$
Gemessener Bereich des reziproken Raumes	$-8 \leq h \leq 8; 0 \leq k \leq 17;$
Gemessene Reflexe	$0 \leq l \leq 15$
Symmetrieunabhängige Reflexe	2576
Meßwerte N_o mit $F_o > m\sigma(F_o)$	2383
Anzahl der verfeinerten	2337 ($m = 0$)
Parameter N_p	97
<i>R</i> ; <i>wR</i> ^a	0.060; 0.041
N_o/N_p	24
Minimale/Maximale Differenzelektronendichte	-1.04; +1.33
[$\text{e} \cdot \text{Å}^{-3}$]	(102 pm neben Tl)

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

^a $R = \sum |F_o - |F_c|| / \sum F_o$; $wR = \{\sum [w \cdot (F_o - |F_c|)^2] / \sum (w \cdot F_o^2)\}^{1/2}$; $\text{GOF} = \{\sum [w \cdot (F_o - |F_c|)^2] / (N_o - N_p)\}^{1/2}$.

MHz): δ 0.23 ppm ($^1J(\text{H}-\text{C}) = 117$ Hz; $^2J(\text{H}-\text{Si}) = 6.2$ Hz). ^{29}Si -NMR (D8-Toluol, 302 K, 39.761 MHz): $\delta = 4.3$ ppm. ^{13}C -NMR (D8-Toluol, 302 K, 50.324 MHz): $\delta = 5.39$ ppm ($^1J(\text{C}-\text{Si}) = 53.2$ Hz). Massenspektrum (20 eV; Quelltemperatur: 430 K; Probentemperatur 340 K): m/z (%) M^+ , 365 (8.7); $\text{M}^+ - \text{Me}$, 350 (23.6); Ti^+ , 205 (9.6); $(\text{Me}_3\text{Si})_2\text{NH}^+$, 161 (8.1); $(\text{Me}_2\text{Si})(\text{Me}_3\text{Si})\text{NH}^+$, 146 (100), $\text{Me}_4\text{Si}_2\text{N}^+$ 130 (5.2). Molmasse (kryoskopisch in Benzol): Gef. 359 g mol $^{-1}$; Ber. 364.78. Analyse: Gef. C, 19.10; H, 4.90; N, 3.76. ber. C, 19.76; H, 4.97; N, 3.84%.

4.2. Kristallographische Daten von 1

Die Intensitätssammlung erfolgte an einem Individuum, das zuvor in eine mit Argon befüllte Lindemann-Kapillare eingeschmolzen wurde. Angaben zur Bestimmung der Zellkonstanten und zur Datensammlung können Tabelle 5 entnommen werden. Die Daten wurden mit dem Programm DIFABS [14] auf Absorptionseffekte korrigiert. Die Struktur wurde mit Hilfe Direkter Methoden (Programmteil XS des Pakets SHELXTL-Plus [15]) gelöst und mit dem Verfahren der kleinsten Fehlerquadrate (volle Matrix) verfeinert (Programmteil XLS). Die Ti-, Si-, N- und C-Atome wurden anisotrop verfeinert (Tabelle 4), die Wasserstoffatome geometrisch ideal positioniert (C-H 97 pm; H-C-H 109.5°) und ihre Lagen nach einem Reitermodell in die Verfeinerung einbezogen. Ihre isotropen Auslenkungsparameter wurden gruppenweise frei verfeinert. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse können bei den Autoren angefordert werden.

Dank

Wir danken Herrn Dr. G. Heckmann, Frau K. Török und Herrn P. Bergk für die Anfertigung der Kernreso-

nanzspektren, Herrn Dr. Opitz und Herrn F.M. Bender für die massenspektroskopischen Untersuchungen, Herrn Prof. Dr. J. Weidlein für die Aufnahme der schwingungsspektroskopischen Daten und hilfreiche Diskussionen sowie Herrn Prof. Dr. G. Becker für seine großzügige Unterstützung.

Literatur und Bemerkungen

- 1 J. Reedijk, G. Roelofsen, A.R. Siedle und A.L. Spek, *Inorg. Chem.*, 18 (1979) 1947.
- 2 J. Beck und J. Strähle, *Z. Naturforsch. B*, 41 (1986) 1381.
- 3 M. Veith, F. Goffing und V. Huch, *Chem. Ber.*, 121 (1988) 943.
- 4 M. Veith, A. Spaniol, J. Pöhlmann, F. Gross und V. Huch, *Chem. Ber.*, 126 (1993) 2625.
- 5 A.H. Cowley, R.L. Geerts, C.M. Nunn und S. Trofimenko, *J. Organomet. Chem.*, 365 (1989) 19.
- 6 Übersicht in: M.F. Lappert, P.P. Power, A.R. Sanger und R.C. Srivastava, *Metal and Metalloid Amides*, Ellis Horwood, Chichester, 1980; siehe auch Lit. 11.
- 7 R. Allmann, W. Henke, P. Krommes und J. Lorberth, *J. Organomet. Chem.*, 162 (1978) 283.
- 8 J. Emsley, *The Elements*, 2. Aufl., Clarendon, Oxford, 1991, S. 2.
- 9 Siehe beispielsweise: P. Jutzi, H. Schumann, C. Janiak und M. Veith, in B. Krebs (Hrsg.), *Unkonventionelle Wechselwirkungen in der Chemie metallischer Elemente*, Verlag Chemie, Weinheim, 1992, S. 125, 173, 186.
- 10 P. Schwerdtfeger, *Inorg. Chem.*, 30 (1991) 1660; G. Treboux und J.-C. Barthelat, *J. Am. Chem. Soc.*, 115 (1993) 4870.
- 11 $[\text{KN}(\text{SiMe}_3)_2]$: K.F. Tesh, T.P. Hanusa und J.C. Huffman, *Inorg. Chem.*, 29 (1990) 1584. Die Autoren erwähnen erstaunlicherweise nur die intramolekularen K...C-Kontakte, obwohl ähnlich kurze Wechselwirkungen auch zwischen den dimeren Molekülen auftreten und so offensichtlich die Kristallpackung bestimmen.
- 12 $[\text{RbN}(\text{SiMe}_3)_2]$: W. Frey und K.W. Klinkhammer, unveröffentlicht.
- 13 M. Schütze, *Angew. Chem.*, 70 (1958) 697.
- 14 N. Walker und D. Stuart, *Acta Crystallogr. A*, 39 (1983) 158.
- 15 SHELXTL-Plus, Rel. 4.0, Siemens Analytical X-Ray Instruments, Madison, WI, 1989.