

**Metallorganische Verbindungen der Lanthanoide,**  
**60. Mitt. [1]:**  
**Synthese und Röntgenstrukturanalyse von**  
**Cyclooctatetraenyl(methylcyclopentadienyl)-**  
**(tetrahydrofuran)yttrium(III)\*\***

**Herbert Schumann\*, Junquan Sun\*\*\* und Andreas Dietrich**

Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Technische Universität Berlin, D-1000 Berlin 12

**Metallorganic Compounds of the Lanthanoides, LX: Synthesis and X-Ray Structural Analysis of Cyclooctatetraenyl(methylcyclopentadienyl)(tetrahydrofuran)yttrium(III)**

**Summary.** The reaction of  $(C_8H_8)YCl(THF)$  with  $NaC_5H_4CH_3$  in tetrahydrofuran leads to  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$ . The X-ray structural analysis shows the compound to be orthorhombic with  $a = 1157.5$  (2),  $b = 1553.2$  (5),  $c = 1718.9$  (6) pm, space group  $Pbca$ ,  $Z = 8$ , and  $D$  (calcd) =  $1.48 \text{ g/cm}^{-3}$ . The structure was solved from 1643 observed reflections with  $F_O \geq 4\sigma(F_O)$  and refined to a final  $R$  factor of 0.058. The expected sandwich structure is bent according to the ring centroid-Y-ring centroid angle of  $149^\circ$  caused by the  $THF$  molecule coordinated to  $Y$ .

**Keywords.** Organoyttrium compounds; X-ray structural analysis; Cyclooctatetraenyl complexes; Cyclopentadienyl complexes.

**Einleitung**

Gemischte Sandwichkomplexe des Typs  $C_8H_8MC_5H_5$  wurden erstmals 1969 von van Owen und Liefde Meijer beschrieben [2]. Ein Jahr später bewiesen Kroon und Helmholdt mit einer Röntgenstrukturanalyse die Sandwichstruktur des  $C_8H_8TiC_5H_5$  [3]. Bald darauf konnten dann, ausgehend entweder von Cyclooctatetraenylmetallchloriden und  $NaC_5H_5$  oder von Monocyclopentadienylmetalldichloriden und  $K_2C_8H_8$ , gemischte Sandwichkomplexe auch der Elemente der dritten Gruppe Sc [4] und Y [5], sowie der Lanthanoide Nd, Sm, Ho und Er [5] erhalten werden. Röntgenstrukturanalysen zeigen für die Cyclooctatetraenyllanthanoidchloride von Ce [6, 7] und Nd [8] Dimere, in denen zwei  $[C_8H_8Ln(THF)_2]$ -Einheiten über zwei Chloratome verbrückt sind. Cyclooctatetraenyllanthanoiddide sind dagegen monomer und enthalten ein ( $Ln = Sm$ ), zwei ( $Ln = Nd$ ) oder drei Moleküle Tetrahydrofuran im Molekül ( $Ln = La, Ce, Pr$ ), was für  $C_8H_8CeI(THF)_3$  auch durch eine Röntgenstrukturanalyse bewiesen werden konnte [9].

\*\* Herrn Prof. Dr. E. Hengge mit den besten Wünschen zum 60. Geburtstag gewidmet.

\*\*\* Derzeitige Anschrift: Department of Chemistry, Zhejiang University, Hangzhou, People's Republic of China

Gemischte Sandwichkomplexe des Typs  $C_8H_8MC_5Me_5$  konnten erstmals für Titan und Zirkon [10] und wenig später auch für die Elemente Sc, Y, La [11, 12], Pr, Sm, Gd, Tb, Dy, Er und Lu [12] erhalten werden. Für  $M = La, Pr, Sm$  und Gd findet man ein Molekül *THF* zusätzlich in der Koordinationssphäre des Lanthanoids. Die am *THF*-freien Lutetiumderivat durchgeführte Röntgenstrukturanalyse [12] zeigt einen leicht geöffneten Sandwichkomplex mit einem Winkel zwischen dem Zentrum der Cyclooctatetraenylgruppe, dem Lutetium und dem Zentrum der Pentamethylcyclopentadienylgruppe von  $173^\circ$ . Etwa gleiche Verhältnisse zeigt auch die Strukturbestimmung von  $C_8H_8LuC_5(CH_2C_6H_5)_5$  mit einem Winkel ( $COT$ )Lu( $Cp^*$ ) von  $168^\circ$  [13], während  $C_8H_8LuC_5H_3(C_4H_9)_2$  praktisch coplanare Ringebenen [Winkel ( $COT$ )Lu( $Cp'$ ) =  $178^\circ$ ] zeigt [14].

Im Rahmen unserer Untersuchungen zur Synthese und Strukturaufklärung von Metallorganylanen der Seltenen Erden haben wir auch Cyclooctatetraenyl(methylcyclopentadienyl)lanthanoid-Komplexe dargestellt und untersucht. Hier berichten wir über die Synthese und Strukturaufklärung der ersten Cyclooctatetraenyl-Sandwichverbindung des Elementes Yttrium.

## Experimenteller Teil

Sämtliche Arbeiten wurden in einer Atmosphäre von trockenem,  $O_2$ -freiem Argon mittels Schlenk- und Vakuumtechniken durchgeführt. Die Lösungsmittel wurden über Na/Benzophenon getrocknet und unter Ar abdestilliert, um sie dann direkt zu verwenden. Wasserfreies  $YCl_3$  wurde aus dem entsprechenden Oxid (Rhone-Poulenc, Frankreich) nach der Sublimationsmethode [15] hergestellt, Cyclooctatetraen (Merck, Bundesrepublik Deutschland) wurde im Vakuum in einen mit flüssigem  $N_2$  gekühlten Kolben kondensiert und über  $4 \text{ \AA}$  Molekularsieb aufbewahrt.  $K_2COT$  wurde in *THF* aus dem entsprechenden Kohlenwasserstoff in einer direkten Umsetzung mit Kalium erhalten.  $[C_8H_8YCl(THF)]$  wurde nach Wayda [16] dargestellt.  $CH_3C_5H_4Na$  wurde aus  $CH_3C_5H_5$  (Merck) und Natrium synthetisiert. Die Schmelz- und Zersetzungspunkte von  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$  wurden in abgeschlossenen Glaskapillaren bestimmt. Die Spektren und Analysen wurden mit folgenden Geräten aufgenommen bzw. angefertigt:  $^1H$ - und  $^{13}C$ -NMR: Bruker WP 80, bzw. WH 270; MS: Varian MAT 311 A (Elektronenstoßionisation); CHN: Perkin-Elmer 240 C-CHN-Analyzer.

### Darstellung von $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$

Zu einer Suspension von 0.70 g (3.58 mmol) wasserfreiem  $YCl_3$  in 40 ml *THF* tropft man langsam bei Raumtemperatur 6.56 ml einer 0.546 M Lösung von  $K_2C_8H_8$  in *THF*. Nach 24 h Rühren werden 2.74 ml einer 1.31 M Lösung von  $CH_3C_5H_4Na$  in *THF* zugetropft. Nach weiteren 24 h Rühren wird das Lösungsmittel abgezogen und der Rückstand sublimiert. Bei  $160^\circ C/10^{-6}$  mbar sublimiert ein weißes Pulver. Nach Auflösen in einer Mischung Toluol/Tetrahydrofuran (1/2) kristallisieren im Laufe einer Woche bei  $-30^\circ C$  farblose Kristalle. Die Lösung wird abdekantiert, die Kristalle werden mit Pentan gewaschen und anschließend unter leichtem Vakuum getrocknet. Ausbeute 0.17 g (24.4%, bez. auf  $YCl_3$ ); Schmelzpunkt  $93^\circ C$ , Zersetzungspunkt:  $165^\circ C$ .  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $C_4D_8O$ ):  $\delta$  [ppm] = 1.32 [m, 4H,  $CH_2(THF)$ ], 1.93 [s, 3H,  $CH_3$ ], 3.28 [m, 4H,  $CH(THF)$ ], 5.23 [m, 4H,  $C_5H_4$ ], 6.24 [s, 8H,  $C_8H_8$ ].  $^{13}C$ -NMR (270 MHz,  $C_6D_5CD_3$ ):  $\delta$  [ppm] = 14.44 [ $CH_3$ ], 25.65, 68.81 [*THF*], 93.13 [ $C_8H_8$ ,  $J(C-Y) = 2.77$  Hz], 106.51, 108.69, 120.73 [ $C_5H_4CH_3$ ,  $J(C-Y) = 1.8, 1.0$  und  $1.9$  Hz]. MS (70 ev):  $m/z$  (%) = 272 (8.1) [ $M^+ - THF$ ], 193 (8.8) [ $M^+ - THF - C_5H_4CH_3$ ], 168 (2.3) [ $M^+ - THF - C_8H_8$ ], 104 (2.7) [ $COT^+$ ], 72 [43.1] [ $THF^+$ ], 42 (100) [ $C_3H_6^+$ ]. Elementaranalyse für  $C_{18}H_{23}OY$  (344.29): ber.: C 62.80, H 6.69; gef.: C 62.70, H 6.81.

### Röntgenstrukturanalyse

Die kristallographischen Daten und die Angaben zur Strukturbestimmung und Verfeinerung für  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$  sind in Tabelle 1 angegeben. Die Gitterparameter der Verbindung wurden durch Kleinste-Quadrate-Anpassung der Werte von 22 Reflexen im Bereich  $8^\circ \leq 2\theta \leq 21^\circ$  erhalten. Zwei Monitorreflexe wurden alle 150 Reflexe gemessen, um Kristallzersetzung zu erkennen.

**Tabelle 1.** Kristalldaten und Angaben zur Kristallstrukturbestimmung von **1**<sup>a</sup>

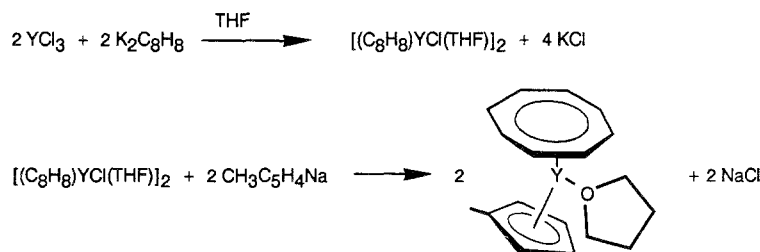
Summenformel  $C_{14}H_{15}Y \cdot C_4H_8O$ ; Molmasse, g/mol 344.29; Kristallsystem, orthorhombisch; Raumgruppe,  $Pbca$ ;— Gitterkonstanten, pm  $a=1\,157.5(2)$ ,  $b=1\,553.2(5)$ ,  $c=1\,718.9(6)$ ; Zellvolumen,  $10^{-30} m^3$  3 090(2); Zahl der Formeleinheiten pro Zelle 8; Dichte (berechnet),  $g/cm^3$  1.48; Linearer Absorptionskoeffizient,  $cm^{-1}$  37.9;  $F(000)$  1 400; Meßgerät Syntex – P 2<sub>1</sub> Diffraktometer; Strahlung, pm  $MoK_{\alpha}$ ,  $\lambda=71.073$ ; Monochromator Graphitkristall; Meßtemperatur, K 170(5); Meßbereich,  $^{\circ} 1 \leq 2\theta \leq 50$ ;  $h, k, l$  Grenzen  $0 \rightarrow 13$ ,  $0 \rightarrow 18$ ,  $0 \rightarrow 15$ ; Abtastmodus  $\omega$ ; Abtastgeschwindigkeit,  $^{\circ}/min$  variable, max./min. 1.5/29.3; Zahl der unabhängigen Reflexe 2413; Zahl der beobachteten Reflexe 1 643,  $F_O \geq 4\sigma(F_O)$ ; max. shift/error ( $\Delta/\sigma$ ) 0.000; Restelektronendichte,  $e\text{\AA}^{-3}$  max. 0.83, min.  $-0.69$ ; Anzahl der verfeinerten Parameter 201;  $R=\Sigma ||F_O| - |F_c||/\Sigma |F_O|$  0.058;  $R_w=[\Sigma w(|F_O| - |F_c|)^2/\Sigma w F_O^2]^{1/2}$  0.049; Gewichtung  $w=1/(\sigma^2(F_O) + 0.00006 \cdot F_O^2)$

<sup>a</sup> Standardabweichungen sind in Klammern angegeben

Eine nennenswerte Fluktuation dieser Reflexe wurde nicht beobachtet, und eine entsprechende Korrektur des Datensatzes brauchte daher nicht vorgenommen zu werden. Die Intensitäten wurden einer Lorentz-, Polarisations- und einer empirischen Absorptionskorrektur (DIFABS [17], max. und min. Korrektur 0.85 und 1.11) unterzogen. Die Position des Y-Atoms wurde aus einer Patterson-Synthese ermittelt [18]. Die berechnete Differenz-Fourier-Synthese zeigte alle fehlenden Nichtwasserstoffatome. Wasserstoffpositionen, lokalisiert nach anisotroper Verfeinerung aller Nichtwasserstoffe, wurden bei einem fixierten Abstand von 108 pm isotrop verfeinert. Die Verfeinerung aller Parameter erfolgte durch die Methode der „Kleinste-Quadrate“-Berechnung. Die Atomformfaktoren für  $Y^{3+}$ , C und O wurden von Cromer und Mann [19], für H von Stewart, Davidson und Simpson [20] genommen, der Real- und Imaginärteil zur Korrektur der Atomformfaktoren auf anomale Dispersion von Cromer und Liberman [21]. Die Datenreduktion erfolgte mit Nicolet-Software-Programmen. Alle Berechnungen erfolgten mit Hilfe des Programms SHELX-76 [22]. Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 54802, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

## Ergebnisse und Diskussion

Yttriumtrichlorid reagiert mit Cyclooctatetraenylkalium in Tetrahydrofuran bei Raumtemperatur unter Bildung von  $(C_8H_8)YCl(THF)$ , welches, ohne aus der Lösung isoliert zu werden, mit Methylcyclopentadienylnatrium den gemischten Sandwichkomplex Cyclooctatetraenyl(methylcyclopentadienyl)(tetrahydrofuran)yttrium bildet:



Die in guter Ausbeute nach Entfernen des Lösungsmittels anfallende Verbindung ist empfindlich gegenüber Wasser und Luftsauerstoff. Durch Sublimation bei vermindertem Druck kann die Verbindung aus dem beim Eindampfen verbleiben-

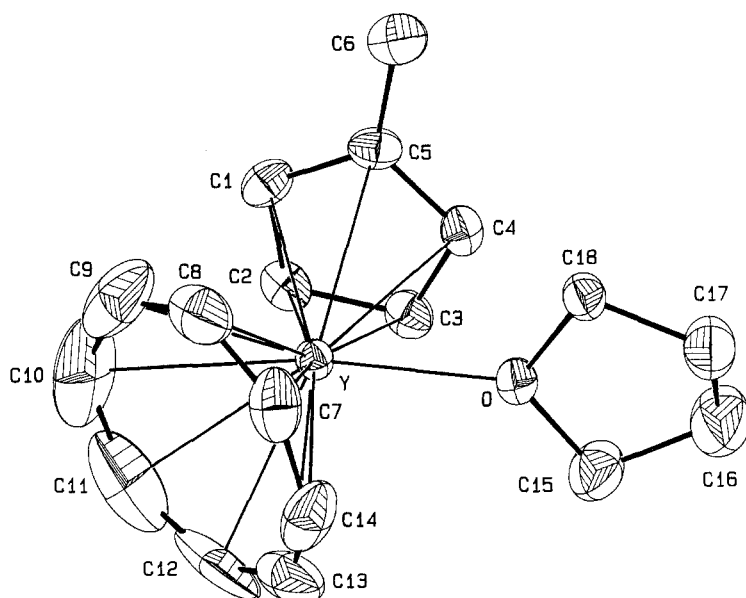


Abb. 1. ORTEP-Projektion [23] von  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$ ; Atomellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit dargestellt

den Rückstand in ca. 25% Ausbeute kristallin gewonnen werden. Sie löst sich sehr gut in Tetrahydrofuran und Diethylether, dagegen nur mäßig in aromatischen Kohlenwasserstoffen wie Toluol und schlecht in aliphatischen Kohlenwasserstoffen wie Pentan.

Das  $^1H$ -NMR-Spektrum zeigt ein Singulett für die Protonen des  $\eta^8$ -gebundenen Cyclooctatetraenylringes bei  $\delta = 6.24$  ppm, ein Multipllett für die vier Ringprotonen des  $\eta^5$ -gebundenen Cyclopentadienylsystems bei 5.23 ppm und ein weiteres Singulett für die daran gebundene Methylgruppe bei 1.93 ppm. In  $THF-d_8$  zeigen sich zwei weitere Multipletts bei 1.32 und 3.28 ppm, die auf koordiniertes Tetrahydrofuran schließen lassen. Das in Toluol- $d_8$  aufgenommene  $^{13}C$ -NMR-Spektrum bestätigt diesen Sachverhalt. Die Signale der Kohlenstoffatome beider Ringsysteme sind durch Kopplung mit dem in 100% Häufigkeit vorliegenden  $^{89}Y$  in Dubletts aufgespalten. Die Kopplungskonstanten  $J$  (YC) liegen zwischen 1.0 und 2.8 Hz, was mit bisher gemessenen Werten für  $J$  (YC) = 1.7 Hz ( $CMe_5$ ) und 3.3 Hz ( $C_8H_8$ ) in  $(C_8H_8)Y(C_5Me_5)$  [12] gut übereinstimmt.

Die Molekülstruktur von  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$  konnte mit Hilfe einer Einkristall-Röntgenstrukturanalyse bestimmt werden. Abb. 1 zeigt eine ORTEP-Projektion [23] des Moleküls mit der Numerierung der Atome, in Tabelle 2 sind die Atomkoordinaten und isotropen Temperaturfaktoren angegeben und Tabelle 3 enthält ausgewählte Bindungsabstände und -winkel.

Die Röntgenstrukturanalyse zeigt die Verbindung als einen monomeren, gewinkelten Sandwich mit einem koordinierten  $THF$ -Molekül. Das Yttriumatom ist  $\eta^8$  an den Cyclooctatetraenylring und  $\eta^5$  an den Monomethylcyclopentadienylring gebunden. In beiden Fällen liegt es über dem Zentrum der Kohlenwasserstoffringe. Die zusätzliche Koordination eines Tetrahydrofuranmoleküls verhindert die Coplanarität beider Aromaten. Der Winkel, den die beiden Ringzentren mit dem

**Tabelle 2.** Atomkoordinaten und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren [ $\text{\AA}^2$ ] in **1** ( $B_{\text{eq}} = 8 \pi^2/3 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j a_i a_j$ )

Atom	$x/a$	$y/b$	$z/c$	$B_{\text{eq}}$
Y	0.19161(7)	0.15216(5)	0.08727(4)	1.62
C1	0.1599(7)	0.0019(5)	0.1544(5)	2.45
C2	0.0743(7)	0.0077(5)	0.0970(5)	2.40
C3	-0.0043(7)	0.0714(5)	0.1212(5)	2.32
C4	0.0348(7)	0.1036(5)	0.1918(5)	2.14
C5	0.1388(7)	0.0626(5)	0.2135(5)	2.26
C6	0.2062(7)	0.0761(5)	0.2879(5)	3.17
C7	0.3598(8)	0.2615(6)	0.0718(6)	3.72
C8	0.4051(9)	0.1853(8)	0.0936(7)	4.51
C9	0.3975(9)	0.1010(9)	0.0673(8)	5.95
C10	0.3328(13)	0.0605(7)	0.0072(10)	7.50
C11	0.2441(15)	0.0886(11)	-0.0435(8)	7.53
C12	0.1913(12)	0.1691(12)	-0.0576(6)	6.79
C13	0.2092(9)	0.2511(10)	-0.0322(6)	5.26
C14	0.2811(9)	0.2877(6)	0.0177(7)	4.25
C15	0.0010(8)	0.3126(6)	0.1191(6)	3.77
C16	-0.0502(8)	0.3590(7)	0.1879(6)	4.99
C17	0.0493(8)	0.3854(6)	0.2343(5)	3.79
C18	0.1365(7)	0.3150(5)	0.2218(5)	2.33
O	0.1081(5)	0.2777(3)	0.1469(3)	2.19

**Tabelle 3.** Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -Winkel [ $^\circ$ ] in  $(\text{C}_8\text{H}_8)\text{Y}(\text{C}_5\text{H}_4\text{CH}_3)(\text{THF})$  mit Standardabweichungen in Klammern (*Cp* (C1 bis C5) und *COT* (C7 bis C14) sind die Centroid-Positionen der aus den in Klammern stehenden Kohlenstoffatomen gebildeten Ringe)

Y-C1	262.9(7)	Y-C7	259.7(9)	<i>Cp</i> -Y-O	96.7(3)
Y-C2	262.7(7)	Y-C8	253(1)	<i>Cp</i> -C6-C5	1.4(4)
Y-C3	265.6(8)	Y-C9	254(1)	<i>Cp</i> -Y-COT	149.0(4)
Y-C4	266.3(7)	Y-C10	257(1)	<i>COT</i> -Y-O	114.3(3)
Y-C5	265.0(8)	Y-C11	253(1)		
Y- <i>Cp</i>	236.1(1)	Y-C12	251(1)		
C5-C6	151(1)	Y-C13	257(1)		
Y-O	240.5(5)	Y-C14	263.3(9)		
		Y-COT	182(1)		

Yttriumatom bilden (*COT*-Y-*Cp*) beträgt  $149.0(4)^\circ$ . Solche gewinkelten Strukturen finden sich vor allem in vorwiegend ionisch gebundenen Sandwichkomplexen, wie z. B. denen der Erdalkalimetalle [24] oder dann, wenn es zusätzliche Liganden wie Tetrahydrofuran oder andere Donormoleküle erfordern. Das ist in diesem Fall mit  $(\text{C}_8\text{H}_8)\text{Y}(\text{C}_5\text{H}_4\text{CH}_3)$  möglich, während die gleichzeitige Koordination von  $\text{C}_8\text{H}_8^{2-}$  und dem sterisch anspruchsvolleren  $\text{C}_5\text{Me}_5^-$  an  $\text{Y}^{3+}$  und die etwa gleich großen Ionen  $\text{Tb}^{3+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$ ,  $\text{Er}^{3+}$  und  $\text{Lu}^{3+}$  das nicht mehr erlaubt [12]. Die Abstände zwischen dem Zentrum des Cyclooctatetraenylringes und den Ringkohlenstoff-

atomen des Methylcyclopentadienyl-Liganden sind demgemäß in  $(C_8H_8)Y(C_5H_4CH_3)(THF)$  unterschiedlich: die kürzesten sind  $COT-C2$  (396 (1) pm) und  $COT-C1$  (397 (1) pm), die längsten  $COT-C3$  (431 (1) pm),  $COT-C4$  (448 (1) pm) und  $COT-C5$  (427 (2) pm). Daraus erkennt man, daß sich die Methylgruppe vom Cyclooctatetraenylring abwendet und sich in die Lücke zwischen diesem und dem Tetrahydrofuran einpaßt. Die Methylgruppe (C6) ist nur leicht aus der Cyclopentadienylringebene herausgebogen. Der Abstand zur Ringebene beträgt 5.5 (8) pm. Im dimeren  $[(CH_3C_5H_4)_2YH(THF)]_2$  beträgt diese Abweichung 12 pm [25]. Für eine weitere Methylcyclopentadienylttriumverbindung,  $[(CH_3C_5H_4)_2Y(\mu-OCH=CH_2)]_2$ , wird bei der Diskussion der Röntgenstrukturdaten kein Abstand der Methylgruppe zur Ringebene angegeben [26].

Sowohl der Cyclooctatetraenyl- als auch der Cyclopentadienylring sind planar. Die maximalen Abweichungen von der jeweiligen Ringebene betragen 7 (2) (C14) und 1 (2) pm (C5). Die gemittelten Kohlenstoff-Kohlenstoff-Abstände betragen im Cyclooctatetraenylring 138 pm [min. 132 (2) (C13–C14), max. 142 (2) (C9–C10)] und im Cyclopentadienylring 140 pm [min. 139 (1) (C3–C4), max. 141 (1) (C4–C5)]. Die Abstände zwischen Yttrium und den einzelnen Kohlenstoffatomen des Cyclooctatetraenylringes variieren zwischen 250 (1) (C12) und 263 (1) pm (C14). Der Mittelwert liegt bei 256 (3). Während hierzu noch keine Vergleichswerte in der Literatur zu finden sind, entspricht der mittlere Bindungsabstand  $Y-C_{(C_5H_4CH_3)}$  von 265 (2) pm [min. 262.8 (8) (C2), max. 266.3 (8) (C4)] dem in anderen Methylcyclopentadienylttrium-Derivaten [25, 26]. Der Yttrium-Sauerstoff-Abstand liegt mit 240.5 (5) pm im erwarteten Bereich. In  $[(CH_3C_5H_4)_2YH(THF)]_2$  findet man  $Y-O = 246.0$  (8) pm [25].

## Dank

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft, dem Fonds der Chemischen Industrie und dem Bundesministerium für Bildung und Wissenschaft (Graduiertenkolleg Synthese und Strukturauflärung niedermolekularer Verbindungen) unterstützt. Wir danken Herrn Prof. Dr. J. Pickardt für die Datenreduktion, Herrn Dr. F. E. Hahn für die Kristallmanipulationen und Frau M. Borowski für die Datensammlung.

## Literatur

- [1] 59. Mitt.: Schumann H., Loebel J., Pickardt J., Qian C, Xie Z. (im Druck) *Organometallics*
- [2] Van Oven H. O., de Liefde Meijer H. J. (1969) *J. Organomet. Chem.* **19**: 373
- [3] Kroon P. A., Helmholdt R. B. (1970) *J. Organomet. Chem.* **25**: 451
- [4] Westerhof A., de Liefde Meijer H. J. (1976) *J. Organomet. Chem.* **116**: 319
- [5] Jamerson J. D., Masino A. P., Takats J. (1974) *J. Organomet. Chem.* **65**: C33
- [6] Mares F., Hodgson K. O., Streitwieser A. (1971) *J. Organomet. Chem.* **28**: C24
- [7] Hodgson K. O., Raymond K. N. (1972) *Inorg. Chem.* **11**: 171
- [8] Shen Q., Chen W., Jin Y., Shan C. (1988) *Pure Appl. Chem.* **60**: 1251
- [9] Mashima K., Takaya H. (1989) *Tetrahedron Lett.* **30**: 3697
- [10] Blenkins J., Bruin P., Teuben J. H. (1985) *J. Organomet. Chem.* **297**: 61
- [11] Bruin P., Booij M., Teuben J. H., Oskam A. (1988) *J. Organomet. Chem.* **350**: 17
- [12] Schumann H., Köhn R. D., Reier F. W., Dietrich A., Pickardt J. (1988) *Organometallics* **8**: 1388
- [13] Schumann H., Janiak C., Köhn R. D., Loebel J., Dietrich A. (1989) *J. Organomet. Chem.* **365**: 137

- [14] Köhn R. D. (1989) Dissertation. TU Berlin
- [15] Brauer G. (1962) Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, Vol. 2. Enke, Stuttgart, p. 1002
- [16] Wayda A. L. (1983) Organometallics **2**: 565
- [17] Walker N., Stuart D. (1983) Acta Cryst. **A39**: 158
- [18] Sheldrick G. M. (1986) SHELX 86: Program for Crystal Structure Solution. Universität Göttingen
- [19] Cromer D. T., Mann J. B. (1968) Acta Cryst. **A24**: 321
- [20] Stewart R. F., Davidson E. R., Simpson W. T. (1965) J. Chem. Phys. **42**: 3175
- [21] Cromer D. T., Liberman D. (1970) J. Chem. Phys. **53**: 1891
- [22] Sheldrick G. M. (1976) SHELX 76: Program for Crystal Structure Determination. University of Cambridge, England
- [23] Johnson C. K. (1976) ORTEP II, Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN, USA
- [24] Andersen R. A., Boncella J. M., Burns C. J., Blom R., Haaland A., Volden H. V. (1986) J. Organomet. Chem. **312**: C49
- [25] Evans W. J., Meadows J. H., Wayda A. L., Hunter W. E., Atwood J. L. (1982) J. Am. Chem. Soc. **104**: 2008
- [26] Evans W. J., Dominguez R., Hanusa T. P. (1986) Organometallics **5**: 1291

*Eingegangen 3. Mai 1990. Angenommen 31. Mai 1990*