

**Metallderivate von Molekülverbindungen. V [1]****Synthese und Struktur von****Hexakis{lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid}—Cyclopentan (1/1)<sup>1)</sup>****G. Becker\* und K. W. Klinkhammer**

Stuttgart, Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart

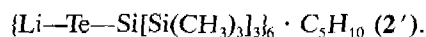
**W. Massa**

Marburg, Fachbereich Chemie der Philipps-Universität

Bei der Redaktion eingegangen am 26. Oktober 1992.

*Professor Hartmut Bärnighausen zum 60. Geburtstag gewidmet*

**Inhaltsübersicht.** Das aus Lithium-tris(trimethylsilyl)silanid—DME (2/3)<sup>2)</sup> [3] und Tellur leicht zugängliche, farblose dimere Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid—DME (1/1) [1 b] reagiert mit Chlorwasserstoff in Toluol zu [Tris(trimethylsilyl)silyl]tellan (1); hieraus erhält man mit Lithium-*n*-butanid donorsolvens-freies Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid (2). Wie eine Röntgenstrukturanalyse an den blaßgelben, aus Cyclopentan-Lösung isolierten Kristallen {P $\bar{1}$ ; a = 1558,5(7); b = 1598,4(8); c = 1643,5(6) pm;  $\alpha$  = 117,64(4);  $\beta$  = 91,63(3);  $\gamma$  = 117,19(3)°; Z = 1; R = 0,032} zeigt, liegt Verbindung 2 im Festkörper hexamer vor; mit den in Hohlräumen der Struktur eingeschlossenen, fehlgeordneten Cyclopentan-Molekülen entsteht ein 1/1-Packungskomplex [11] der Zusammensetzung



Das Hexamer weist zwei aus Lithium- und tris(trimethylsilyl)silyl-substituierten Telluratomen in alternierender Abfolge aufgebaute, schwach gewellte sechsgliedrige Ringe mit Sesselkonformation auf, die über ein Inversionszentrum zu einem verzerrt hexagonalen Prisma verknüpft sind. Die endocyclischen Winkel in den sechs- und viergliedrigen Ringen dieses Polyeders variieren zwischen 102 und 126° bzw. 73 und 83° am vierfach koordinierten Tellur sowie zwischen 112 und 137° bzw. 96 und 106° am dreifach koordinierten Lithium. Einen signifikanten Unterschied beobachtet man auch zwischen den zu 273 bzw. 280 pm gemittelten basalen und axialen Li—Te-Abständen.

**Metal Derivatives of Molecular Compounds. V.****Synthesis and Structure of****Hexakis{lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide}—Cyclopentane (1/1)**

**Abstract.** Lithium [tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide—DME (1/1) [1 b] prepared from lithium tris(trimethyl-

silyl)silanide—DME (2/3) [3] and tellurium, reacts with hydrogen chloride in toluene to form [tris(trimethylsilyl)silyl]tellane (1) [1 b]. Subsequent metalation of this compound with lithium *n*-butanide gives lithium [tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide (2) free of coordinating solvent. Pale yellow crystals are obtained from cyclopentane solution. An X-ray structure determination {P $\bar{1}$ ; a = 1558.5(7); b = 1598.4(8); c = 1643.5(6) pm;  $\alpha$  = 117.64(4);  $\beta$  = 91.63(3);  $\gamma$  = 117.19(3)°; Z = 1; R = 0.032} shows them to be the (1/1) packing complex (2') of hexakis{lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide} and disordered cyclopentane molecules —

$$\{\text{Li—Te—Si}[\text{Si}(\text{CH}_3)_3]_3\}_6 \cdot \text{C}_5\text{H}_{10}.$$

<sup>1)</sup> Zur Vereinheitlichung der bei Verbindungen der Hauptgruppenelemente gebräuchlichen Nomenklatur verwenden wir die Bezeichnungen Tellan bzw. Tellanid und weichen damit bewußt von den IUPAC-Empfehlungen [2] Tellurol und Tellurolat ab.  
<sup>2)</sup> 1,2-Dimethoxyethan (DME); 1,4,7-Trimethyl-1,4,7-triazacyclo-nonan (TACN); Bis[2-(dimethylamino)ethyl]-methylamin (PMDTA); Tetrahydrofuran (THF); 1,4,7,10-Tetraoxa-cyclo-dodecan ([12]Krone-4); 2,4,6-Trimethylphenyl (Mcs); 1,2-Bis(dimethylamino)ethan (TMEDA); Tetramethylsilan (TMS); Octamethyl-cyclo-tetrasiloxan (OMCT); Lösungsmittel (L.M.).

The structure of the hexamer built up alternately of lithium and tris(trimethylsilyl)silyl substituted tellurium atoms, is best described in terms of a centrosymmetric, but distorted hexagonal prism. The slightly puckered six-membered rings adopt a chair conformation. The endocyclic angles at four-coordinate tellurium range from 102 to 126° in the six-membered rings and from 73 to 83° in the four-membered rings. The analogous angles at three-

coordinate lithium vary from 112 to 137° and from 96 to 106°, respectively. Similarly, a significant difference is observed between the average basal (273 pm) and axial (280 pm) Li—Te bond lengths.

**Keywords:** Lithium [tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide; hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanide]-cyclopentane (1/1); (1/1) packing complex.

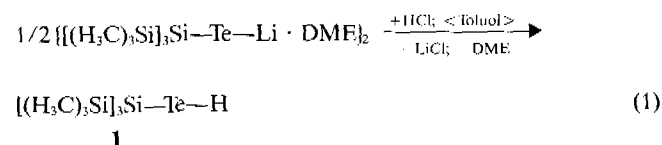
## Einleitung

Seit vielen Jahren widmet man elementorganischen Verbindungen, in denen ein Alkalimetall an ein Hauptgruppenelement aus der zweiten oder dritten Periode gebunden ist, große Aufmerksamkeit [4]. Unsere Kenntnisse über entsprechende Abkömmlinge schwererer Hauptgruppenelemente sind aber vor allem im Hinblick auf ihre Strukturen und die zugrunde liegenden Bindungsverhältnisse überraschend gering. Lediglich einzelne Vertreter wie beispielsweise [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>Si]<sub>3</sub>Ge—Li · 1,5 DME [5 a], [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>Si]<sub>3</sub>Sn—Li · TACN<sup>2</sup> [5 b], (H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>Sn—Li · PMDTA<sup>2</sup> [5 c], (H<sub>3</sub>C)<sub>2</sub>As—Na · Dioxan [5 d], [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>C]<sub>3</sub>As<sub>2</sub>—Li · THF<sup>2</sup> [5 e], [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>Si]<sub>2</sub>Sb—Li · DME [5 f], [(12]Krone-4)<sub>2</sub>Li[Sb<sub>3</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>] · THF [5 g], [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>Si]<sub>2</sub>Bi—Li · DME [5 h], [2,4,6-[(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>C]<sub>3</sub>H<sub>2</sub>C<sub>6</sub>]—Se—Li · 3 THF [5 i] oder Mes—Te—Na · 2 TMEDA<sup>2</sup> [5 j] wurden von verschiedenen Arbeitsgruppen eingehender charakterisiert. Unseres Wissens stehen aber analoge Untersuchungen an Derivaten noch aus, in denen das Alkalimetall *nicht* durch Ether oder Amine koordinativ abgesättigt ist. Im Gegensatz hierzu sind die binären Alkalimetall-Element-Phasen aus dem Bereich der Festkörperchemie bestens bekannt; ihre anionischen Teilstrukturen befolgen meist die Gesetzmäßigkeiten des Zintl-Klemm-Busmann-Konzeptes [6].

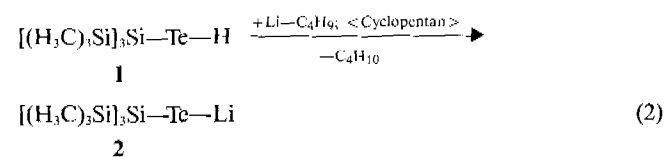
Das in der vorausgehenden Publikation [1 b] beschriebene dimere Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid—DME (1/1) fügt sich hinsichtlich seiner Molekülstruktur gut in die Reihe der bislang mit Röntgenbeugungsmethoden charakterisierten Ether- und Amin-Addukte von Lithiumsilaniden, -phosphaniden oder verwandten Verbindungen ein [4]. In diesen Komplexen besetzen die Chelatliganden 1,2-Dimethoxyethan (DME) und 1,2-Bis(dimethylamino)ethan (TMEDA) häufig zwei Positionen am meist vierfach koordinierten Lithiumatom, so daß die Aggregation in der Regel auf der Stufe eines Ringes oder einer Kette stehen bleibt. Da jedoch bei donorsolvens-freien Verbindungen mit dem Auftreten bindungstheoretisch bemerkenswerter Polycyclen zu rechnen ist, deren Lithium-Element-Gerüst unter Umständen einen Ausschnitt aus der Struktur einer zugehörigen Zintl-Phase darstellt, bemühten wir uns um die Synthese und Charakterisierung des etherfreien Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanids (2).

## Synthese

Das aus Lithium-tris(trimethylsilyl)silanid—DME (2/3) [3] und Tellur leicht zugängliche dimere Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid—DME (1/1) reagiert mit Chlorwasserstoff in Toluol nahezu quantitativ zu [Tris(trimethylsilyl)silyl]tellan (1) (Gl. (1)) [1 b].



Diese Verbindung läßt sich aufgrund ihrer aciden Te—H-Gruppe leicht metallieren. Versetzt man beispielsweise eine Lösung in Cyclopentan bei Zimmertemperatur mit Lithium-*n*-butanid in Hexan, so färbt sich der Ansatz umgehend tiefgelb, und bereits nach wenigen Minuten fällt cyclopentan-haltiges Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid (2) als mikrokristallines Pulver aus. Die Abscheidung ist nach etwa zwölf Stunden bei -60 °C beendet (Gl. (2)).



Das <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum des von noch anhaftendem Solvens befreiten und in d<sub>6</sub>-Benzol gelösten Niederschlags weist neben dem für einen Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituenten charakteristischen Singulett mit einer chemischen Verschiebung δ von 0,41 ppm ein weiteres, verbreitertes, aber wesentlich schwächeres Signal in dem für Cyclopentan typischen Bereich bei 1,45 ppm auf. Da diese Resonanz auch nach längerem Evakuieren des Festkörpers nur unwesentlich an Intensität verlor, lag die Vermutung nahe, daß das Solvens in Hohlräume der Struktur eingeschlossen ist. Diese Annahme ließ sich röntgenstrukturanalytisch bestätigen. Mit den nachfolgend zu diskutierenden Ergebnissen kommt dem Addukt die Zusammensetzung Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Cyclopentan (1/1) (2') zu. <sup>13</sup>C- und <sup>29</sup>Si{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektren entsprechen der Erwartung; allerdings konnte auch bei Vorgabe konzentrierter Lösungen

kein  $^{125}\text{Te}$ -NMR-Spektrum aufgezeichnet werden. Da Verbindung **2** nicht solvensfrei zu erhalten war und der Cyclopentan-Gehalt nicht genau der Stöchiometrie des Adduktes **2'** entspricht, lieferten weder die Elementaranalyse noch die kryoskopische Molmassenbestimmung das zu erwartende Ergebnis.

Arnold und Mitarb. gelangten durch Metallierung von [Tris(trimethylsilyl)silyl]tellan mit Lithium-bis(trimethylsilyl)amid in *n*-Hexan ebenfalls zu solvensfreiem Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid [5 k]; eine Röntgenstrukturanalyse scheiterte jedoch an der schlechten Qualität der aus diesem Lösungsmittel erhaltenen Kristalle.

## Molekül- und Kristallstruktur

### Kristalldaten, Meßtechnik und Strukturbestimmung

Bewahrt man eine 10proz. Lösung des Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanids (**2**) in Cyclopentan zwei Wochen bei  $-60^\circ\text{C}$  auf, so scheidet sich neben einigen wenigen quaderförmigen Individuen (**2''**) eine Vielzahl gut ausgebildeter, sargdeckelförmiger Einkristalle (**2'**) ab. Sie sind für eine Röntgenstrukturanalyse geeignet und werden zur Messung in Glaskapillaren eingeschmolzen. Die mit den  $2\theta$ -Werten von 20 Reflexen im Bereich ( $35^\circ < 2\theta < 40^\circ$ ) bei  $-75^\circ\text{C}$  am Vierkreisdiffraktometer ermittelten und verfeinerten Gitterkonstanten sind in Tab. 1 zusammengestellt. In Verbindung mit dem Datensatz und statistischen Tests zur Verteilung der E-Werte ergibt sich hieraus die zentrosymmetrische Raumgruppe  $P\bar{1}$  [7 a]. Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturbestimmung können Tab. 2 entnommen werden.

<sup>3)</sup> Lösungen der sargdeckel- (**2'**) und quaderförmigen Kristalle (**2''**) in  $d_6$ -Benzol zeigen das gleiche  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum. Die quaderförmigen Individuen konnten wir bislang nicht röntgenstrukturanalytisch untersuchen.

Mit Hilfe der im Programmsystem SHELXTL Plus [7 d] vorgesehenen statistischen Methoden erhielten wir zunächst die Lagen der Tellur- und Siliciumatome, im Laufe der weiteren Strukturbestimmung die Parameter der noch fehlenden schwereren Atome des Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanids. Die Einführung anisotroper Auslenkungsparameter führte zu einer Verbesserung des  $wR$ -Wertes (Tab. 2) von 0,131 auf 0,074. Eine bei diesem Gütefaktor gerechnete Differenz-Fouriersynthese wies im Bereich des auf der Flächenmitte ( $1/2, 1/2, 0$ ) liegenden Inversionszentrums weitere Maxima in Höhe von ca.  $2 \cdot 10^{30} \text{ e} \cdot \text{m}^{-3}$  auf. Sie rühren von den in Hohlräume der Struktur eingeschlossenen Cyclopentan-Molekülen her. Die beste Übereinstimmung mit dem Datensatz ließ sich durch Vorgabe einer dreifachen Fehlordnung erreichen; unter Einbeziehung des Inversionszentrums ergeben sich hieraus für das Cyclopentan-Molekül sechs unterschiedliche Lagen. Die Verbesserung

**Tabelle 1** Kristalldaten von Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Cyclopentan (1/1) (**2'**)

$\text{C}_{59}\text{H}_{172}\text{Li}_6\text{Si}_{24}\text{Te}_6$ ; triklin, Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2 [7 a]);  $Z = 1$ ; Meßtemp.  $-75 \pm 5^\circ\text{C}$ ; Raumerfüllung nach Kitaigorodskii<sup>a)</sup> [7 b]; 72%; Zersp.  $+117^\circ\text{C}$  (im abgeschmolzenen Röhrchen unter Argon).

$a = 1558,5(7) \text{ pm}$	$b = 1598,4(8) \text{ pm}$	$c = 1643,5(6) \text{ pm}$	$\alpha = 117,64(4)^\circ$	$\beta = 91,63(3)^\circ$	$\gamma = 117,19(3)^\circ$
$V = 3072 \cdot 10^{-30} \text{ m}^3$	$d_{\text{ber}} = 1,28 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$	$F(000) = 1192$	$MM(\mathbf{2}') = 2363,32 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$		

<sup>a)</sup> Der Berechnung liegen die in Tab. 4 angegebenen Bindungslängen, ein C—H-Abstand von 108 pm und folgende Werte für die intermolekularen Radien zugrunde: Si 210; Te 210; Li 180; C 170; H 120 pm [7 c].

**Tabelle 2** Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturbestimmung

Automatisch gesteuertes Vierkreisdiffraktometer CAD4 der Firma ENRAF-Nonius, Delft (NL);  $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung mit Graphitmonochromator;  $\omega$ -Abtastung mit einer variablen Breite von  $\{1 + (0,35 \cdot \tan \theta)\}^\circ$  und einer variablen Meßzeit von maximal 20 s je Reflex<sup>a)</sup>; Kontrolle von Intensität bzw. Orientierung durch je zwei Messungen in einem Intervall von je 1 h bzw. 200 Reflexen; Aufarbeitung der Daten und Ermittlung der Struktur unter Anwendung statistischer Methoden mit dem Programmsystem SHELXTL Plus [7 d]; keine Absorptionskorrektur; Atomformfaktoren für die neutralen Atome Li, C, Si und Te nach Cromer und Mann [7 e], für H nach Stewart, Davidson und Simpson [7 f]; jeweils mehrere Verfeinerungszyklen mit vollständiger Matrix und anschließender Differenz-Fouriersynthese; Minimalisierung der Funktion  $\sum [w \cdot (F_o - |F_c|)^2]$ .

Kristallgestalt und ungefähre Abmessungen (mm)	sargdeckelförmig; $0,5 \times 0,3 \times 0,25$
Meßbereich und -temperatur	$2^\circ < 2\theta < 40^\circ$ ; $-75 \pm 5^\circ\text{C}$
gemessener Bereich des reziproken Raumes	$0 \leq h \leq 14$ ; $-15 \leq k \leq 13$ ; $-15 \leq l \leq 15$
Anzahl der symmetrieunabhängigen Reflexe	5704
Anzahl der beobachteten Reflexe mit $\{F_o \geq 2\sigma(F_o)\}$	5088
linearer Absorptionskoeffizient $\mu_{\text{ber}}$ ( $\text{m}^{-1}$ ) [7 g]	$16,7 \cdot 10^2$
Wichtungsschema	$w = 1/[\sigma^2(F_o) + g \cdot F_o^2]$ ; $g = 7,86 \cdot 10^{-4}$
Berechnung der Gütefaktoren <sup>b)</sup>	
– mit den beobachteten Reflexen	$R = 0,032$ ; $wR = 0,042$
– unter Berücksichtigung aller Reflexe	$R = 0,037$ ; $wR = 0,043$
maximale Restelextronendichte ( $\text{e} \cdot \text{m}^{-3}$ )	$0,8 \cdot 10^{-30}$

<sup>a)</sup> Registrierung des Untergrundes zu Beginn und am Ende der Messung mit einer der halben Meßzeit entsprechenden Dauer.

<sup>b)</sup> Die unbeobachteten Reflexe wurden bei den Verfeinerungen nicht berücksichtigt.

<sup>c)</sup>  $R = \sum |F_o - |F_c|| / \sum F_o$ ;  $wR = \{\sum [w \cdot (F_o - |F_c|)^2] / \sum (w \cdot F_o^2)\}^{1/2}$ .

**Tabelle 3** Lage- und Auslenkungsparameter für die Atome der asymmetrischen Einheit

Die Numerierung der Atome ist im Text erläutert oder Abb. 1 und 2 zu entnehmen. Die anisotropen Auslenkungsparameter  $U_{ij}$  ( $10^{-22} \text{ m}^2$ ) beziehen sich auf den Ausdruck  $\exp[-2\pi^2(U_{11} \cdot h^2 \cdot a^{*2} + \dots + 2 \cdot U_{23} \cdot k \cdot l \cdot b^* \cdot c^*)]$ ; der äquivalente isotrope  $U_{\text{eq}}$ -Wert berechnet sich hieraus als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors. Bei den Atomen des fehlgeordneten Cyclopentan-Moleküls ist zusätzlich der Populationsfaktor  $p$  angegeben.

## a) Hexamer

Atom	x/a · 10 <sup>4</sup>	y/b · 10 <sup>4</sup>	z/c · 10 <sup>4</sup>	$U_{\text{eq}}$	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{12}$	$U_{13}$	$U_{23}$
Te1	746,0(3)	4014,4(3)	3496,5(3)	3,99(3)	4,25(3)	3,75(2)	4,25(3)	2,16(2)	1,58(2)	2,28(2)
Te2	-521,6(3)	6333,0(3)	4173,2(3)	4,82(3)	5,14(3)	5,31(3)	4,60(3)	2,56(2)	1,19(2)	3,30(2)
Te3	-2312,1(3)	2682,7(3)	3985,1(3)	5,71(3)	3,95(3)	3,29(3)	6,51(3)	0,89(2)	-0,80(2)	1,46(2)
Li1	-632(8)	2561(8)	3901(8)	6,7(2)	6,3(2)	5,3(2)	7,2(2)	2,7(2)	2,9(2)	2,8(2)
Li2	1123(8)	6094(8)	4103(7)	5,9(2)	7,3(2)	4,6(2)	6,6(2)	3,4(2)	3,4(2)	3,3(2)
Li3	-1755(8)	4789(8)	4543(8)	6,5(2)	7,5(2)	4,8(2)	7,1(2)	2,8(2)	1,1(2)	3,7(2)
Si1	1902(1)	3369(1)	2810(1)	3,77(8)	3,69(8)	3,45(8)	4,18(9)	1,71(7)	1,21(7)	2,23(7)
Si11	3580(1)	4873(1)	3590(1)	5,1(1)	3,83(9)	4,18(9)	6,4(1)	1,31(7)	0,98(8)	3,08(8)
Si12	1413(1)	2735(2)	1174(1)	5,5(1)	6,8(1)	5,40(9)	4,04(9)	3,38(8)	1,68(8)	2,21(8)
Si13	1686(1)	1945(1)	3038(1)	4,80(9)	3,96(9)	3,79(8)	6,9(1)	1,89(7)	1,34(8)	3,20(8)
Si2	-819(1)	6331(1)	2665(1)	3,61(8)	3,15(8)	3,09(8)	3,85(8)	1,02(7)	0,63(7)	2,00(7)
Si21	-1640(1)	7296(1)	2876(1)	4,6(1)	4,70(9)	4,17(9)	4,84(9)	2,26(7)	0,69(7)	2,43(7)
Si22	-1843(1)	4461(1)	1400(1)	4,68(9)	4,33(9)	3,28(8)	4,74(9)	1,14(7)	0,56(7)	1,91(7)
Si23	769(1)	7238(1)	2483(1)	5,0(1)	3,48(9)	5,10(9)	4,98(9)	1,06(7)	1,03(7)	2,92(8)
Si3	-3783(1)	741(1)	2824(1)	3,93(9)	3,38(9)	3,04(7)	4,64(9)	1,23(7)	0,83(7)	2,03(7)
Si31	-3911(2)	-301(2)	3492(2)	8,0(1)	8,4(1)	7,2(1)	10,6(1)	3,64(9)	2,1(1)	6,78(9)
Si32	-3409(1)	82(2)	1371(1)	5,49(9)	5,0(1)	4,09(8)	5,36(9)	1,92(8)	1,62(8)	1,63(8)
Si33	-5242(1)	800(1)	2656(1)	4,59(9)	3,13(8)	4,01(8)	6,0(1)	1,37(7)	1,36(7)	2,81(8)
C111	4467(5)	4401(6)	3162(6)	8,8(2)	5,0(2)	8,9(2)	12,2(2)	3,1(2)	3,4(2)	5,9(2)
C112	3889(5)	5506(5)	4915(5)	7,7(2)	7,2(2)	4,7(2)	7,7(2)	1,2(2)	-0,6(2)	2,9(2)
C113	3816(5)	5997(5)	3371(5)	8,7(2)	7,5(2)	5,3(2)	9,7(2)	0,4(2)	-0,8(2)	4,7(2)
C121	2202(7)	2231(7)	528(5)	10,4(2)	16,4(2)	13,2(2)	7,3(2)	11,4(2)	6,8(2)	5,7(2)
C122	1548(5)	3878(6)	1051(5)	7,5(2)	10,6(2)	8,5(2)	6,2(2)	6,0(2)	3,7(2)	5,0(1)
C123	51(5)	1598(6)	596(5)	9,7(2)	8,8(2)	6,9(2)	6,0(2)	0,0(2)	-2,6(2)	2,6(2)
C131	1996(6)	1013(5)	2067(5)	8,1(2)	9,6(2)	6,7(2)	9,6(2)	5,1(2)	3,4(2)	4,8(2)
C132	350(5)	1089(6)	2987(6)	8,6(2)	5,3(2)	7,0(2)	14,4(2)	2,4(2)	2,0(2)	7,3(2)
C133	2503(5)	2509(5)	4231(5)	7,5(2)	9,0(2)	6,8(2)	8,5(2)	4,4(2)	1,9(2)	5,2(1)
C211	-1671(6)	7554(6)	1878(5)	7,7(2)	10,0(2)	8,8(2)	7,7(2)	6,0(2)	3,1(2)	5,7(2)
C212	-941(5)	8661(5)	4056(5)	7,1(2)	8,1(2)	5,3(2)	6,8(2)	4,0(1)	1,2(2)	2,2(2)
C213	-2966(5)	6465(5)	2864(5)	7,5(2)	5,0(2)	8,3(2)	10,4(2)	4,0(1)	2,2(2)	5,5(2)
C221	-2270(5)	4349(5)	262(5)	7,8(2)	8,5(2)	6,2(2)	6,4(2)	3,2(2)	-0,2(2)	2,5(2)
C222	-2982(5)	3751(5)	1726(5)	8,1(2)	5,0(2)	4,2(2)	11,2(2)	0,4(2)	2,0(2)	3,4(2)
C223	-1132(5)	3757(5)	1197(4)	6,0(2)	7,1(2)	4,0(2)	5,1(2)	2,7(1)	0,9(2)	1,6(1)
C231	640(5)	6878(7)	1211(5)	10,1(2)	6,3(2)	11,8(2)	7,4(2)	1,3(2)	2,6(2)	5,4(2)
C232	1592(4)	6799(5)	2811(5)	7,3(2)	4,0(2)	7,4(2)	9,8(2)	2,6(2)	2,1(2)	4,5(2)
C233	1436(5)	8776(5)	3301(5)	7,5(2)	5,3(2)	6,2(2)	11,0(2)	2,2(2)	2,4(2)	5,4(2)
C311	-5244(7)	-1593(6)	2916(7)	14,1(2)	15,4(2)	7,5(2)	15,3(2)	0,7(2)	1,5(2)	8,7(2)
C312	-3706(6)	535(7)	4803(5)	12,4(2)	10,9(2)	14,8(2)	10,3(2)	3,0(2)	0,1(2)	9,9(2)
C313	-2946(8)	-655(9)	3378(8)	19,4(2)	26,8(2)	28,8(2)	28,9(2)	23,9(2)	16,4(2)	24,0(2)
C321	-4381(6)	-1422(5)	504(5)	9,3(2)	10,6(2)	4,9(2)	6,5(2)	2,3(2)	1,7(2)	0,9(2)
C322	-2115(6)	313(7)	1620(6)	11,7(2)	7,7(2)	11,5(2)	11,6(2)	5,8(2)	4,4(2)	2,4(2)
C323	-3396(7)	843(6)	784(5)	11,1(2)	18,9(2)	9,6(2)	8,0(2)	8,0(2)	7,5(2)	6,2(2)
C331	-6344(5)	-617(5)	1702(5)	7,5(2)	3,8(2)	5,4(2)	9,8(2)	0,9(2)	0,6(2)	3,3(2)
C332	-5046(5)	1803(5)	2296(5)	6,7(2)	5,4(2)	7,4(2)	9,1(2)	3,6(1)	1,5(2)	5,4(1)
C333	-5546(5)	1245(5)	3816(5)	7,0(2)	6,1(2)	7,3(2)	8,7(2)	3,5(2)	3,5(2)	5,1(2)

## b) Cyclopentan

Atom	x/a · 10 <sup>4</sup>	y/b · 10 <sup>4</sup>	z/c · 10 <sup>4</sup>	U	p	Atom	x/a · 10 <sup>4</sup>	y/b · 10 <sup>4</sup>	z/c · 10 <sup>4</sup>	U	p
C1a	524(2)	579(1)	-19(1)	8,2(2)	0,140(2)	C4b	538(1)	442(2)	-26(1)	8,2(2)	0,139(2)
C2a	509(2)	593(1)	77(1)	8,2(2)	0,140(2)	C5b	532(1)	499(2)	-79(1)	8,2(2)	0,139(2)
C3a	450(2)	478(1)	63(2)	8,2(2)	0,140(2)	C1c	524(1)	563(1)	-31(1)	8,2(2)	0,214(2)
C4a	497(2)	418(2)	-1(1)	8,2(2)	0,140(2)	C2c	503(2)	595(1)	66(1)	8,2(2)	0,214(2)
C5a	510(2)	464(1)	-66(1)	8,2(2)	0,140(2)	C3c	429(1)	476(1)	37(1)	8,2(2)	0,214(2)
C1b	455(1)	531(2)	-45(1)	8,2(2)	0,139(2)	C4c	465(1)	408(1)	-35(1)	8,2(2)	0,214(2)
C2b	442(2)	514(1)	39(1)	8,2(2)	0,139(2)	C5c	533(1)	461(1)	-84(1)	8,2(2)	0,214(2)
C3b	434(1)	402(1)	-12(2)	8,2(2)	0,139(2)						

**Tabelle 4** Bindungslängen (pm) und -winkel ( $^{\circ}$ ) sowie charakteristische Torsionswinkel und einige intramolekulare Kontaktabstände. Die in Klammern angegebenen Standardabweichungen berücksichtigen neben den Koordinatenungenauigkeiten (Tab. 3) auch den Fehlereinfluss der Gitterkonstanten (Tab. 1). Die Mittelwerte berechnen sich aus den Einzelwerten der jeweiligen Gruppe. Die Si—Si—C- und C—Si—C-Winkel variieren bei Mittelwerten von  $110$  und  $109^{\circ}$  geringfügig zwischen  $108,7^{\circ}$  und  $112,5^{\circ}$  bzw. zwischen  $105,9$  und  $111,9^{\circ}$ ; die C—H-Abstände nehmen Werte zwischen  $93$  und  $96$  pm, die C—C—H-, H—C—H-, Si—C—H- und H—C—H-Winkel in den Tris(trimethylsilyl)silyl-Einheiten zwischen  $93$  und  $127^{\circ}$  an. Das Vorzeichen des Torsionswinkels ist positiv, wenn bei einer Blickrichtung von B nach C die Bindung A—B durch Drehen im Uhrzeigersinn mit der Bindung C—D zur Deckung gebracht wird [7h]. In der Tabelle sind nur Kontakte aufgeführt, die kürzer als die um  $20$  pm erhöhten Summen der van-der-Waals-Radien (Tab. 1) sind.

## a) Bindungslängen

Li1—Te1	272(1)	Li2—Te2	276(1)	Li3—Te3	271(1)	Li1—Te3	272(1)	Li2—Te1	274(1)	Li3—Te2	270(1)
Li1—Te2'	282(1)	Li2—Te3'	279(1)	Li3—Te1'	279(1)	Si1—Te1	251,4(2)	Si2—Te2	250,8(2)	Si3—Te3	250,7(1)
$n/m = 1/1$	$n/m = 1/2$	$n/m = 1/3$	$n/m = 2/1$	$n/m = 2/2$	$n/m = 2/3$	$n/m = 3/1$	$n/m = 3/2$	$n/m = 3/3$			
Si $n$ —Si $nm$	233,8(2)	234,1(3)	235,3(3)	233,9(3)	234,3(2)	234,0(2)	232,8(4)	233,6(3)	233,4(3)		
Si $1n$ —C $1nm$	186,9(9)	185,6(7)	186,9(10)	186,3(11)	185,0(11)	186,3(6)	187,0(8)	187,0(7)	185,7(8)		
Si $2n$ —C $2nm$	187,2(10)	186,8(5)	187,1(7)	186,6(9)	187,1(8)	184,8(9)	187,0(8)	188,8(10)	185,8(6)		
Si $3n$ —C $3nm$	190,5(7)	185,1(8)	181,9(15)	186,4(5)	187,3(10)	186,5(12)	188,0(5)	185,9(10)	186,1(8)		

Mittelwerte: Li—Te (basal) 273; Li—Te (axial) 280; Si—Te 251; Si—Si 234; Si—C 187

## b) Bindungswinkel

Li1—Te1—Li2	125,6(4)	Li2—Te2—Li3	102,2(4)	Li3—Te3—Li1	107,6(3)	Li1—Te1—Li3'	83,0(3)	Li2—Te1—Li3'	77,6(4)
Li2—Te2—Li1'	73,2(3)	Li3—Te2—Li1'	82,8(3)	Li1—Te3—Li2'	74,3(3)	Li3—Te3—Li2'	77,9(4)		
Te1—Li1—Te3	112,4(5)	Te1—Li2—Te2	116,7(3)	Te2—Li3—Te3	137,0(5)	Te1—Li1—Te2'	96,0(2)	Te3—Li1—Te2'	106,2(4)
Te1—Li2—Te3'	101,5(5)	Te2—Li2—Te3'	106,0(4)	Te2—Li3—Te1'	97,4(2)	Te3—Li3—Te1'	102,3(5)		
Li1—Te1—Si1	109,9(3)	Li2—Te1—Si1	123,2(2)	Li3'—Te1—Si1	99,7(3)	Li2—Te2—Si2	100,3(3)	Li3—Te2—Si2	127,3(2)
Li1'—Te2—Si2	149,6(2)	Li1—Te3—Si3	105,9(2)	Li3—Te3—Si3	137,7(3)	Li2'—Te3—Si3	136,5(3)		
$n/m = 1/1$	$n/m = 1/2$	$n/m = 1/3$	$n/m = 2/1$	$n/m = 2/2$	$n/m = 2/3$	$n/m = 3/1$	$n/m = 3/2$	$n/m = 3/3$	
Si $nm$ —Si $n$ —Te $n$	109,1(1)	104,6(1)	109,7(1)	107,2(1)	106,7(1)	107,2(1)	106,6(1)	107,0(1)	108,6(1)
$k = 1$		$k = 2$		$k = 3$					
$n/m = 1/2$	$n/m = 1/3$	$n/m = 2/3$	$n/m = 1/2$	$n/m = 1/3$	$n/m = 2/3$	$n/m = 1/2$	$n/m = 1/3$	$n/m = 2/3$	
Si $kn$ —Si $k$ —Si $km$	111,4(1)	109,8(1)	112,1(1)	111,5(1)	111,3(1)	112,6(1)	111,3(1)	110,7(1)	112,2(1)

Mittelwerte: Li—Te—Li (Sechsring) 112; Te—Li—Te (Sechsring) 122; Si—Si—Te 107; Si—Si—Si 111  
Li—Te—Li (Vierring) 78; Te—Li—Te (Vierring) 102

## c) Torsionswinkel

Li1—Te1—Li2—Te2	-36,8	Li2—Te2—Li3—Te3	-39,6	Li3—Te3—Li1—Te1	-28,5	Te1—Li2—Te2—Li3	+29,8
Te2—Li3—Te3—Li1	+40,3	Te3—Li1—Te1—Li2	+34,7	Li1—Te1—Li3'—Te3'	-134,9	Li2—Te2—Li1'—Te1'	-111,6
Li3—Te3—Li2'—Te2'	-116,2	Te1—Li2—Te3'—Li1'	-118,5	Te2—Li3—Te1'—Li2'	-135,5	Te3—Li1—Te2'—Li3'	-108,9
Si1—Te1—Li1—Te3	-158,1	Si1—Te1—Li2—Te2	+157,7	Si2—Te2—Li3—Te3	+73,3	Si2—Te2—Li2—Te1	-102,2
Si3—Te3—Li1—Te1	+125,3	Si3—Te3—Li3—Te2	-100,5	Si11—Si1—Te1—Li1	-132,7	Si13—Si1—Te1—Li2	+155,1
Si12—Si1—Te1—Li3'	-166,0	Si21—Si2—Te2—Li2	-154,8	Si23—Si2—Te2—Li3	-143,4	Si22—Si2—Te2—Li1'	+160,0
Si33—Si3—Te3—Li1	-171,0	Si31—Si3—Te3—Li3	-149,2	Si32—Si3—Te3—Li2'	-133,4		

## d) intramolekulare Kontakte

Li1··Li2	486	Li2··Li3	425	Li3··Li1	438	Te1··Te2	468	Te2··Te3	503	Te3··Te1	452
Li1··Li2'	333	Li1··Li3'	365	Li2··Li3'	346	Te1··Te2'	412	Te2··Te3'	443	Te3··Te1'	428
Li1··H1322	235	Li2··H2323	232	Li1··C132	321	Li2··C232	281				

dieses Modells gelang sehr gut durch Anwendung der Prozedur DFIX des Programmsystems SHELXTL Plus [7d], wobei ein mittlerer C—C-Abstand innerhalb einer geschätzten Standardabweichung von 1 pm, ein allen Kohlenstoffatomen gemeinsamer isotroper Auslenkungsparameter, aber unterschiedliche Populationsparameter für die drei symmetrie-unabhängigen Anordnungen des Cyclopentan-Moleküls verfeinert wurden. Der Vollständigkeit halber haben wir auch die Positionen der Wasserstoffatome aus den CH<sub>2</sub>-Gruppen unter Vorgabe eines

C—H-Abstandes von 96 pm, der Tetraedergeometrie am Kohlenstoff (AFIX 33 [7d]) und des 1,2fachen vom zuvor ermittelten U-Wert der Kohlenstoffatome berücksichtigt. Die Berechnungen führten zu einem mittleren C—C-Abstand von 153 pm und einem mittleren C—C—C-Winkel von 106°.

Parallel hierzu ließen sich auch die Parameter nahezu aller Wasserstoffatome aus den Trimethylsilyl-Gruppen über mehrere Differenz-Fouriersynthesen ermitteln. Sie konnten jedoch wegen der nur geringen Überbestimmung bzw. zu großer isotroper

**Tabelle 5** Ausgleichsebenen mit charakteristischen Abständen (pm) sowie Winkel (°) zwischen Flächennormalen und zu Bindungsvektoren

Die Ausgleichsebenen werden mit den Positionen der durch einen Stern (\*) gekennzeichneten Atome festgelegt.

a) Hexagonales Prisma (Abb. 3 a)

Deckfläche

A <sub>A</sub> :	Li1*	Te1*	Li2*	Te2*	Li3*	Te3*	Si1	Si2	Si3	Li1'	Li2'	Li3'	Te1'	Te2'	Te3'
	+21,4	-25,7	+23,5	-23,1	+25,6	-21,7	-71,3	-243,2	-185,4	+256,7	+254,6	+252,5	+303,8	+301,1	+299,8

Seitenflächen

A <sub>B</sub> :	Li1*	Te1*	Li3'*	Te2'*	A <sub>C</sub> :	Te1*	Li2*	Te3'*	Li3'*	A <sub>D</sub> :	Li1*	Te3*	Li2'*	Te2'*
	+7,6	-7,7	+7,8	-7,7		+7,7	-7,0	+7,1	-7,1		-4,4	+4,4	-4,4	+4,4

Winkel: A<sub>B</sub>/A<sub>C</sub> 134,2; A<sub>B</sub>/A<sub>D</sub> 109,5; A<sub>C</sub>/A<sub>D</sub> 116,3

b) Trigonal antiprismatische Anordnung der Lithium- und Telluratome (Abb. 3 b)

Deckflächen

B <sub>A</sub> :	Li1*	Li2*	Li3*	Te1	Te2	Te3	B <sub>B</sub> :	Te1*	Te2*	Te3*	Li1	Li2	Li3
				-47,1	-49,0	-45,4					+45,4	+48,8	+47,2

Winkel: B<sub>A</sub>/B<sub>B</sub> 0,4

c) Sesselförmige Anordnung der Lithiumatome (Abb. 3 c)

C <sub>A</sub> :	Li1*	Li2*	Li1'*	Li2'*	C <sub>B</sub> :	Li1*	Li3*	Li1'*	Li3'*	C <sub>C</sub> :	Li2*	Li3*	Li2'*	Li3'*
C <sub>D</sub> :	Li1*	Li2*	Li3'*		C <sub>E</sub> :	Li1*	Li3*	Li2'*		C <sub>F</sub> :	Li2*	Li3*	Li1'*	

Winkel: C<sub>A</sub>/C<sub>D</sub> 73,0; C<sub>B</sub>/C<sub>E</sub> 77,2; C<sub>C</sub>/C<sub>F</sub> 81,2

d) Sesselförmige Anordnung der Telluratome (Abb. 3 c)

D <sub>A</sub> :	Te1*	Te2*	Te1'*	Te2'*	D <sub>B</sub> :	Te1*	Te3*	Te1'*	Te3'*	D <sub>C</sub> :	Te2*	Te3*	Te2'*	Te3'*
D <sub>D</sub> :	Te1*	Te2*	Te3'*		D <sub>E</sub> :	Te1*	Te3*	Te2'*		D <sub>F</sub> :	Te2*	Te3*	Te1'*	

Winkel: D<sub>A</sub>/D<sub>D</sub> 84,4; D<sub>B</sub>/D<sub>E</sub> 85,6; D<sub>C</sub>/D<sub>F</sub> 77,2

e) ψ-Trigonal-bipyramidale Koordinationspolyeder um die Telluratome (Abb. 4)

Äquatorebenen

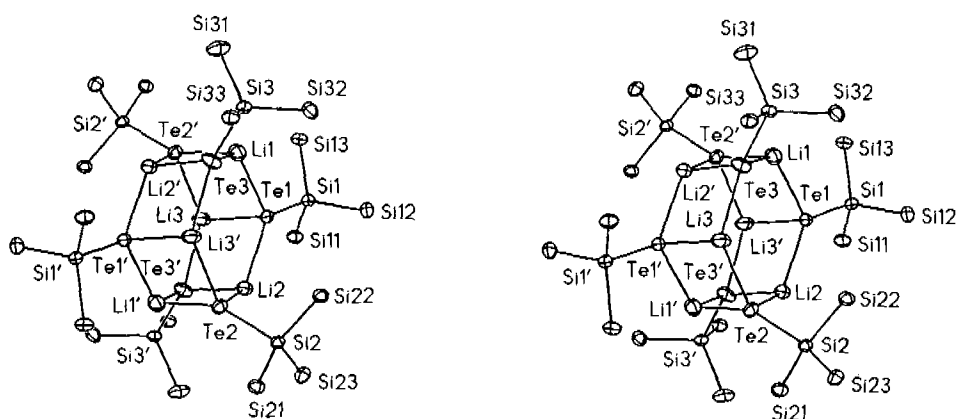
E <sub>A</sub> :	Si1*	Li1*	Li2*	Te1	Li3'	E <sub>B</sub> :	Li2*	Li3*	Te2*	Li1'	Si2	E <sub>C</sub> :	Si3*	Li1*	Li3*	Te3	Li2'
				-17,6	+252,9					+264,6	-183,2					+43,8	-211,3

Winkel zwischen den Äquatorebenen E und den apicalen Bindungen:

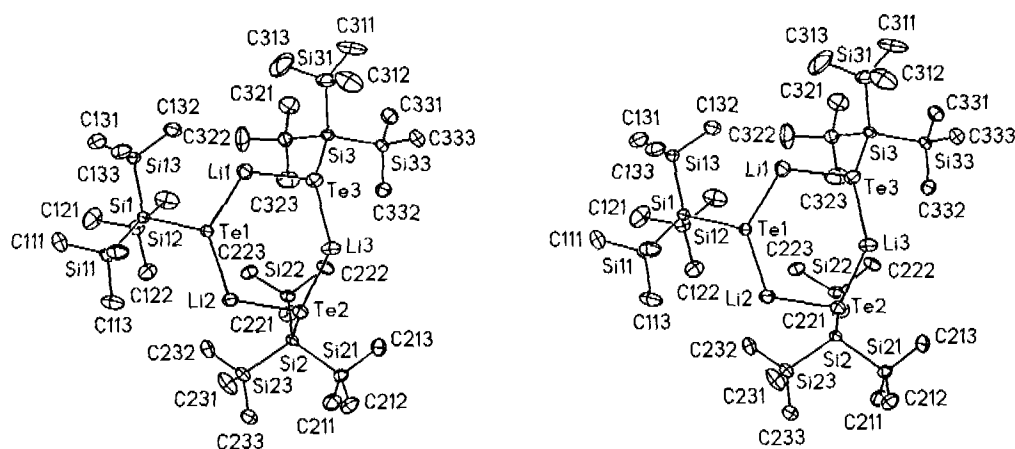
E <sub>A</sub> /Te1—Li3'	13,8	E <sub>B</sub> /Te2—Li1'	20,2	E <sub>C</sub> /Te3—Li2'	39,9
--------------------------	------	--------------------------	------	--------------------------	------

Winkel zwischen den Äquatorebenen E und den Bindungen Te—Si:

E <sub>A</sub> /Te1—Si1	86,0	E <sub>B</sub> /Te2—Si2	43,1	E <sub>C</sub> /Te3—Si3	79,9
-------------------------	------	-------------------------	------	-------------------------	------



**Abb. 1** Molekülmodell des Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanids] in stereoskopischer Darstellung. In der mit dem Programm XP des Programmsystems SHELXTL Plus [7d] erstellten Zeichnung sind die Auslenkungsellipsoide der Atome auf 30% skaliert, die Wasserstoff- und Kohlenstoffatome der besseren Übersicht wegen nicht wiedergegeben.



**Abb. 2** Stereoskopische Darstellung [7d] der trimeren Einheit in der Deckfläche des Hexamers. Die Auslenkungsellipsoide der Atome sind auf 30% skaliert; auf eine Wiedergabe der Wasserstoffatome wurde der besseren Übersicht wegen verzichtet. Fehlende Numerierung ist sinngemäß zu ergänzen.

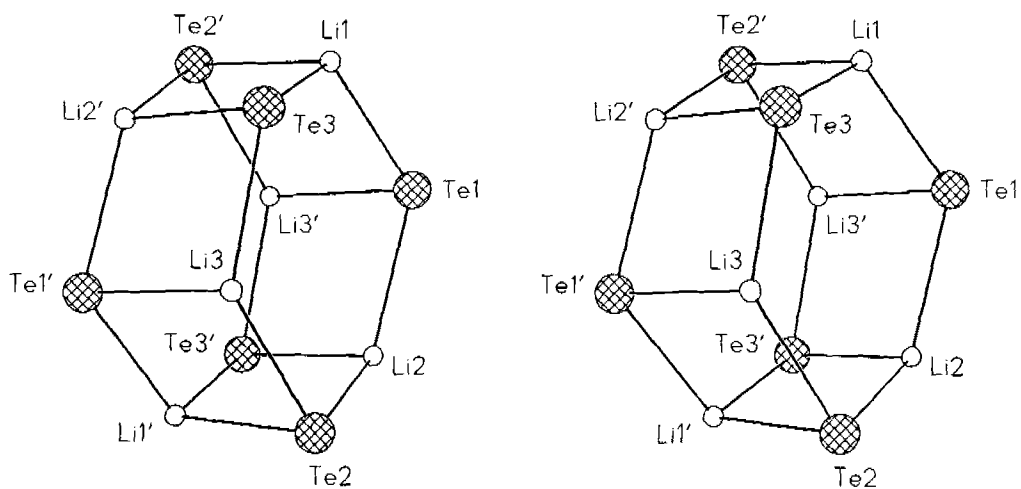
Auslenkungsparameter der mit ihnen verbundenen Kohlenstoffatome nur teilweise zu sinnvollen Werten verfeinert werden. Die nochmalige Anwendung der Prozedur DFIX, in der nun ein mittlerer C—H-Abstand bei einer geschätzten Standardabweichung von 2 pm dem Datensatz angepaßt wurde und der Prozedur AFIX zur nachfolgenden Verfeinerung der Partialkonformation an der Si—C-Bindung mit fixierten Bindungslängen und -winkeln in den Methylgruppen führte schließlich unter individueller Verfeinerung der isotropen Auslenkungsparameter zu sinnvollen Wasserstofflagen<sup>4)</sup>. In Tabelle 3 sind die Koordinaten sowie die anisotropen und äquivalenten isotropen Auslenkungsparameter aller schwereren Atome aufgeführt; Abstände, Winkel, Torsionswinkel und intramolekulare Kontakte finden sich in Tab. 4, Angaben zu charakteristischen Ausgleichsebenen in Tab. 5.

<sup>4)</sup> Die Koordinaten und Auslenkungsparameter der Wasserstoffatome können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56849, der Autoren und des Zeitschriftentitels angefordert werden.

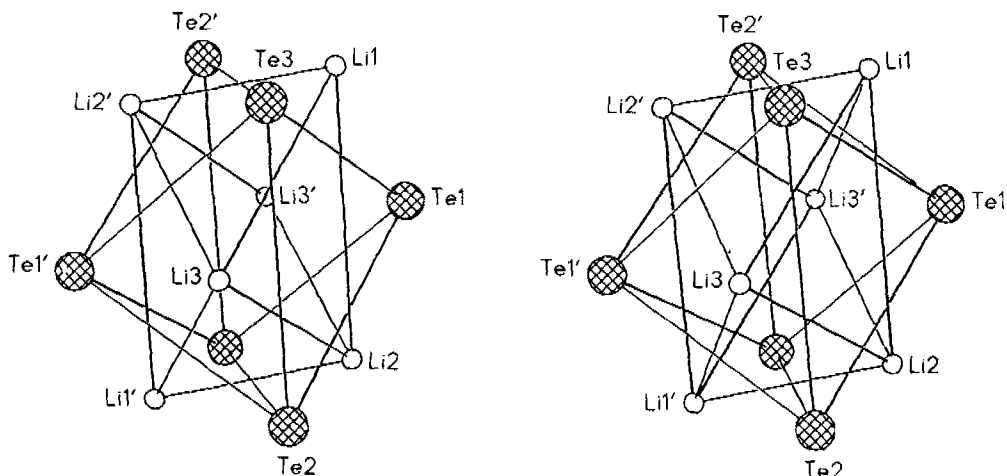
### Molekülstruktur

Abb. 1 zeigt als wesentliches Ergebnis der Strukturbestimmung das Molekülmodell eines hexameren Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanids (2); in Abb. 2 ist zusätzlich eine trimere Einheit in der Deckfläche des Hexamers dargestellt:

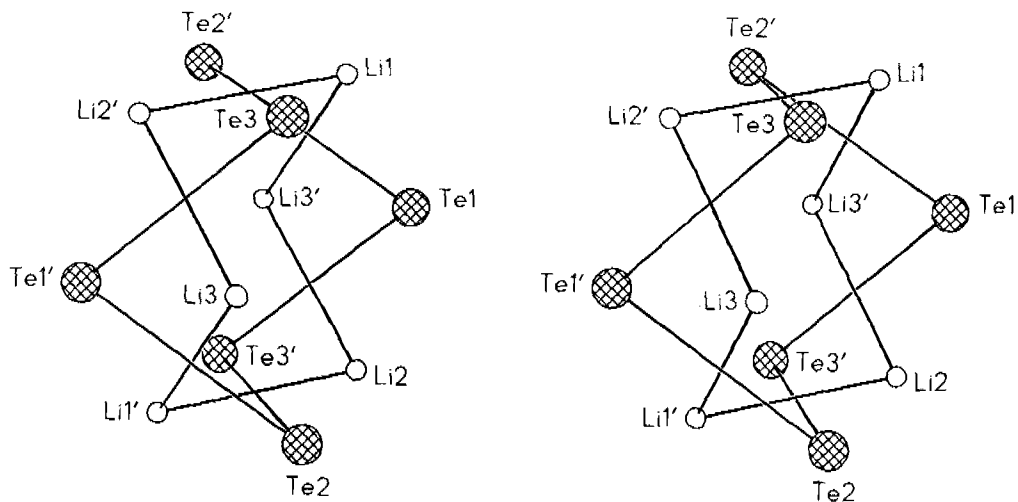
Zwei aus Lithium und Tellur in alternierender Abfolge aufgebaute, nur wenig sesselförmig gewellte sechsgliedrige Ringe werden über zusätzliche Li—Te-Bindungen so miteinander verknüpft, daß ein hexagonales Prisma entsteht (Abb. 3a). In den Seitenflächen dieses Polyeders findet man das vom dimeren Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid—DME (1/1) [1b] bzw. —THF (1/2) [5k] her bekannte Strukturelement des viergliedrigen Li—Te—Li—Te-Ringes wieder. Da hier aber die Lithiumatome nicht durch Bindung an koordinierende Ethermoleküle abgesättigt werden, reihen sie sich in Form einer cyclischen Leiter mit wechselseitig gegeneinander versetzten Sprossen aneinander. Das Hexamer weist als kri-



a) Hexagonales Prisma



b) Ineinandergestellte  $Li_6$ - und  $Te_6$ -Antiprismen



c) Ineinandergestellte  $Li_6$ - und  $Te_6$ -Sessel

Abb. 3  $Li_6Te_6$ -Einheit in unterschiedlicher Darstellung [7d]



stallographisch vorgegebenes Symmetricelement ein Inversionszentrum auf. Sieht man darüber hinaus von einer Verzerrung des  $\text{Li}_6\text{Te}_6$ -Gerüsts und einer unterschiedlichen Orientierung der Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituenten ab, so kann man das Molekül der Punktgruppe  $D_{3d}$  zuordnen.

Bei der Kennzeichnung der Atome wird das hexagonale Prisma so zugrunde gelegt, daß die drei Li—Te-Einheiten aus einem der beiden sechsgliedrigen Ringe gleichsinnig fortlaufend numeriert werden (Abb. 2). Das zentrale Siliciumatom jedes Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituenten erhält die gleiche Ziffer wie das zugehörige Telluratome; bei den Silicium-, Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen der Trimethylsilyl-Gruppen kommt eine zweite, dritte und vierte Laufzahl mit Werten zwischen 1 und 3 hinzu. Die Atome des inversen Molekülteils sind an einem zusätzlichen Apostroph zu erkennen.

Alternativ läßt sich die  $\text{Li}_6\text{Te}_6$ -Teilstruktur über zwei mit annähernd parallelen Deckflächen ineinandergestellte, axial um etwa  $60^\circ$  gegeneinander verdrehte trigonale Antiprismen jeweils gleicher Atomsorten beschreiben (Abb. 3b). Dabei überdachen einerseits sechs Lithiumatome die seitlichen Dreiecksflächen des von den Chalkogenatomen gebildeten Polyeders, dessen Deckflächen frei bleiben. Andererseits verbrücken die Telluratome der [Tris(trimethylsilyl)silyl]tellanyl-Gruppen die zu den beiden Deckflächen gehörenden sechs Kanten des kleineren  $\text{Li}_6$ -Antiprismas.

Andere Autoren [8] stellen bei der Beschreibung analoger  $\text{Li}_6\text{E}_6$ -Strukturfragmente ( $\text{E} = \text{N}, \text{O}, \text{C}, \text{Si}$ ) zwei sich durchdringende, aus jeweils der gleichen Atomsorte aufgebaute sechsgliedrige Ringe mit ausgeprägter Sesselkonformation in den Vordergrund (Abb. 3c). Welcher der drei Darstellungsweisen – dem hexagonalen Prisma, den ineinandergestellten trigonalen Antiprismen oder den sich gegenseitig durchdringenden Sesseln – man den Vorzug gibt, hängt davon ab, ob mehr die heteronuklearen kovalenten, die ionischen oder aber die homonuklearen kovalenten Bindungsanteile im Cluster betont werden sollen. In Tab. 5 haben wir für das hier diskutierte Hexamere charakteristische Angaben zur Geometrie dieser drei gebräuchlichen Darstellungsformen zusammengestellt.

1974 wurde mit dem Lithium-cyclo-hexanid [8f] erstmals die mit Röntgenbeugungsmethoden eindeutig geklärte Struktur einer hexameren Lithium-Verbindung der allgemeinen Formel  $(\text{Li}-\text{ER}_x)_6$  publiziert. Nach neueren Untersuchungen vor allem aus den 80er Jahren an einer inzwischen größeren Zahl von Beispielen (Tab. 6) findet man die  $\text{Li}_6\text{E}_6$ -Einheit sowohl in vorwiegend ionisch aufgebauten cyclischen Diorganyl- ( $\text{R}_2\text{N}-\text{Li}$  [8a]) und Alkyldenamiden ( $\text{RR}'\text{C}=\text{N}-\text{Li}$  [8b, c]), in Tris(N-lithium-trimethylsilylamido)organylsilanen [8d] und Alkoholaten [8e] bzw. Silanolaten [8k] als auch in Verbindungen mit einer stärker kovalenten Lithium—Element-Bindung [8f–j]. Als charakteristische Vertreter seien die solvensfreien Hexamere des N-Lithium-aza-cyclo-heptans [8a], des Lithium-di-tert-butylmethylidenamids [8b] und -1-tert-butylethanolats [8e] bzw. des bereits erwähnten Lithium-cyclo-hexanids [8f], des Lithium-

(2,2,3,3-tetramethyl-cyclo-propyl)methanids [8g] und -trimethylsilylmethanids [8h] sowie des Lithium-trimethylsilanids [8i] genannt. Während sich in den zuvor genannten Beispielen sechs Li—E-Einheiten zum Hexamer finden, dimerisieren Tris(N-lithium-trimethylsilylamido)organylsilane [8d] unter Ausbildung des gleichen  $\text{Li}_6\text{E}_6$ -Strukturfragments; die beiden Deckflächen des hexagonalen Prismas sind aber durch je einen Silantrityl-Rest überdacht. Hexagonal prismatisch aufgebaute  $\text{M}_6\text{E}_6$ -Cluster können auch bei Verbindungen der schwereren Alkalimetalle auftreten, so beispielsweise in dem kürzlich von Klingebiel und Mitarb. [8j] synthetisierten und strukturell charakterisierten Mononatrium-Derivat des Di-tert-butylsilandiols.

Trotz einer inzwischen beträchtlichen Zahl strukturell untersuchter Lithium-Derivate von Molekülverbindungen sind Vorhersagen über den Grad der Oligomerisation nur schwer zu treffen. So muß auch hier die Frage offen bleiben, weshalb Lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid (2) aus Cyclopentan vorwiegend als Hexamer und nicht als Tetramer oder Oktamer auskristallisiert.

Die basalen und axialen Li—Te-Abstände im hexagonalen Prisma weichen mit Werten zwischen 270 und 276 bzw. 279 und 282 pm erheblich voneinander ab. Das hieraus zu 273 und 280 pm berechnete Mittel liegt, wie für nur dreifach koordiniertes Lithium zu erwarten, deutlich unter der nach Schomaker und Stevenson [9] auf 285 pm korrigierten Summe der kovalenten Radien. Die Verlängerung der axialen Li—Te-Bindungen um durchschnittlich 7 pm ist eine Folge kürzerer transannularer Kontakte in den viergliedrigen Ringen und daraus resultierender stärkerer Abstoßungen zwischen gleichartig geladenen Atomen. So ermittelt man beispielsweise (Abb. 3a, Tab. 4) für das Atom Te1 mit 412 und 428 pm weitaus kürzere Abstände zu den Atomen Te2' und Te3' als zu Te2 und Te3 (468 bzw. 452 pm). Dementsprechend weichen auch die Winkel an den Lithiumatomen innerhalb der sechs- und viergliedrigen Ringe mit Mittelwerten von  $122$  und  $102^\circ$  deutlich voneinander ab.

Auch bei anderen Vertretern dieses Strukturtyps (Tab. 6) beobachtet man im hexagonalen Prisma mehr oder minder stark unterschiedliche basale und axiale Li—E-Abstände. Zusätzlich treten aber in den Basisflächen häufig alternierend kurze und lange Li—E-Bindungen auf; im Einzelfall können sie sogar länger als die Li—E-Abstände zwischen den sechsgliedrigen Ringen sein. Die für derartige Unterschiede verantwortlichen elektronischen Verhältnisse werden in verschiedenen Publikationen ausführlich diskutiert [8a–c, f, i]. Bemerkenswerterweise ändert sich der Li—Li-Abstand (Abb. 3c) kontinuierlich von 235 bis 252 pm in substituierten hexameren Lithiumamiden über 273 pm im Hexakis(lithium-trimethylsilanid) auf 348 pm im Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]. In Anbetracht dieses Befundes, aber auch im Hinblick auf den für Amide und Alkanide gleichen Bereich um 240 pm sollte unseres Erachtens die Frage nach dem Auftreten kovalenter Li—Li-Wechselwirkungen nur mit größter Zurückhaltung diskutiert werden. Im Tellanid 2' sind sie mit Sicherheit auszuschließen.

**Tabelle 6** Charakteristische Abstände (pm) und Winkelsummen ( $^{\circ}$ ) in den hexagonal-prismatischen Clustern der teilweise als Packungskomplexe [11] kristallisierenden Verbindungen (Li—ER)<sub>6</sub>

Verbindung	Li · · Li (Mittel)	Li—E (Mittel) <sup>a)</sup> basal	axial	Winkelsumme in den Basisflächen	Seitenflächen	Lit.
E = N: Amide						
Diorganylamide (Li—NRR) <sub>6</sub>						
RR = (CH <sub>3</sub> ) <sub>6</sub>	242	200; 210	207	694,3	354,2	[8 a]
Alkylidenamide (Li—N=CRR') <sub>6</sub>						
R, R' = C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> <sup>b)</sup>	240	205	210	669,3	358,8	[8 b]
R, R' = N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	245	198; 200	202	697,5	357,6	[8 b]
R = C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; R' = C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	252	199; 201	206	699,0	358,8	[8 c]
R = C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; R' = N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	248	197; 201	206	695,7	358,7	[8 c]
Tris(N-lithium-trimethylsilylamido)organylsilane {R—Si[—N(Li)—Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ] <sub>3</sub> ] <sub>2</sub>						
R = CH <sub>3</sub>	238	203	206	622,9	351,4	[8 d) <sup>d)</sup>
R = C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	235	199; 203	213	614,7	352,7	[8 d]
R = C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	240	203	211	622,0	352,3	[8 d]
E = O: Alkoholate und Silanolate						
Enolate [Li—O—C(R)=CR <sub>2</sub> ] <sub>6</sub>						
R = C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; R' = H	257	185; 195	196	715,2	359,6	[8 e) <sup>d)</sup>
F — C: Alkanide (Li—R) <sub>6</sub>						
Silanolate (Li—O—SiR <sub>2</sub> R') <sub>6</sub>						
R = CH <sub>3</sub> ; R' = 1-Naphthyl	247	189; 193	196	710,1	358,4	[8 k]
R = <i>cyclo</i> -Hexyl	240	218; 219	230	676,5	344,3	[8 l]
R = CH <sub>2</sub> — <i>cyp</i> <sup>c)</sup>	246	212; 216	230	687,3	346,1	[8 g]
R = CH <sub>2</sub> —Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	245	217; 221	228	671,8	352,1	[8 h]
E = Si: Silanide (Li—SiR <sub>3</sub> ) <sub>6</sub>						
R = CH <sub>3</sub>	272	264; 266	277	673,2	330,9	[8 i]
E = Te: Tellanide (Li—TeR) <sub>6</sub>						
R = Si[Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ] <sub>3</sub> ; 2'	348	273	280	701,5	359,4	

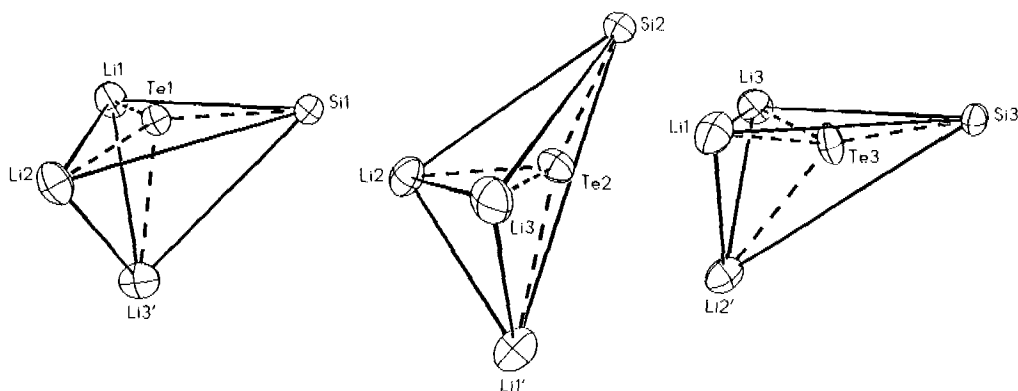
<sup>a)</sup> Mittelwertbildung unter Beachtung alternierender Bindungslängen; <sup>b)</sup> aufgrund einer Fehlordnung nur sehr ungenaue Molekülparameter; <sup>c)</sup> 2,2,3,3-Tetramethyl-*cyclo*-propyl (*cyp*); <sup>d)</sup> weiteres Beispiel in der angegebenen Literatur.

Die endocyclischen Winkel im sechsgliedrigen Ring variieren am Lithium zwischen 112 und 137°, am Tellur zwischen 102 und 126°. Ihre Summe weicht mit 702° deutlich von dem für ein planares System zu erwartenden Wert von 720° ab (Tab. 5), ist jedoch größer als in vielen anderen Verbindungen dieses Typs (Tab. 6). Bemerkenswerterweise liegen die solvensfreien Verbindungen Lithium-bis(trimethylsilyl)amid [10 a] und Lithium-dibenzylamid [10 b] mit zwei sterisch etwas anspruchsvolleren Liganden am Stickstoffatom im Festkörper als planare Trimere vor.

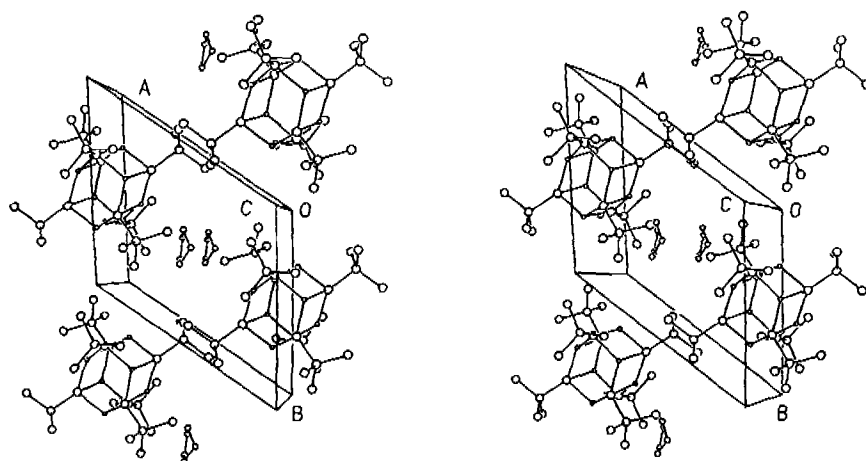
In den viergliedrigen Ringen treten Winkel zwischen 96 und 106° am Lithium bzw. 73 und 83° am Tellur auf; diese unterschiedlichen Bereiche lassen sich mit der bereits angesprochenen, gegenseitigen transannularen Abstoßung der großen Chal-

kogenatome und einer hieraus resultierenden Verzerrung der Ringe begründen. Wie man den entsprechenden Mittelwerten von 122° am Lithium bzw. 112° am Tellur entnehmen kann, gelten ähnliche Argumente auch für den sechsgliedrigen Ring. Mit Winkelsummen von 358 bis 360° sind die Li—Te—Li—Te-Ringe planar (Tab. 5); in anderen Hexameren wird eine meist stärkere Faltung beobachtet (Tab. 6).

Tellur und Lithium sitzen jeweils an der Spitze einer mehr oder weniger schiefen trigonalen Pyramide, deren Basisfläche von drei Atomen der anderen Sorte gebildet wird. Bei zusätzlicher Beachtung des Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituenten läßt sich die Koordination am Tellur in



**Abb. 4** Darstellung [7d] der Koordinationspolyeder um die Telluratome Te1, Te2 und Te3. Die Auslenkungsellipsoide der Atome sind auf 30% skaliert.



**Abb. 5** Kristallstruktur des Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Cyclopentan (1/1) (2') in stereoskopischer Darstellung [7d].

Die Kohlenstoffatome aus den Trimethylsilyl-Gruppen sowie die Wasserstoffatome haben wir der besseren Übersicht wegen nicht wiedergegeben. Nur eine der drei symmetrie-unabhängigen Lagen des fehlgeordneten Cyclopentan-Moleküls ist dargestellt.

erster Näherung mit verzerrt  $\psi$ -trigonal-bipyramidal<sup>5)</sup> angeben; die Flächennormale der Äquatorebene und der axiale Bindungsvektor sind aber mehr oder minder stark gegeneinander geneigt (Abb. 4). Die im Mittel kürzeren äquatorialen Li—Te-Bindungen bauen dabei die sechsgliedrigen Ringe auf, die axialen verknüpfen sie zum hexagonalen Prisma. In diesem Sinne besetzen am Telluratom Te1 die Atome Li1 und Li2 sowie Si1 die äquatorialen Positionen; Flächennormale und Bindung zum apical angeordneten Atom Li3' schließen einen Winkel von 13,8° ein (Tab. 5). Auch das Koordinationspolyeder um Te2 läßt sich von einer trigonalen Bipyramide ableiten; allerdings findet sich Atom Si2 bei einem Winkel

Si2—Te2—Li1' von 149,6° (Tab. 4) eher in der zweiten apicalen Position. Telluratom Te3 nimmt hinsichtlich seiner Umgebung eine Zwischenstellung ein. So schließt einerseits die Flächennormale der von den Atomen Li1, Li3 und Si3 gebildeten Äquatorebene mit der axialen Bindung Te3—Li2' einen Winkel von 39,9° ein, andererseits weicht der Winkel Si3—Te3—Li2' mit 136,5° erheblich von der für zwei apicale Liganden geforderten Linearität ab.

Zur Koordinationssphäre des Lithiums gehören in erster Näherung drei Telluratome; Li1 und Li2 weisen aber im Sinne agostischer Wechselwirkungen zusätzliche, verhältnismäßig kurze Kontakte zu je einer C—H-Bindung aus einer Trimethylsilyl-Gruppe auf (Tab. 4). Der mittlere Te—Si-Abstand ist mit 251,0 pm geringfügig länger als der zu 249,6 pm am Dimer  $\{[(H_3C)_3Si]_3Si-Te-Li \cdot DME\}_2$  [1b] ermittelte Wert. Die Erhöhung der Koordinationszahl von 3 auf 4 am Tellur hat demnach einen nur gerin-

<sup>5)</sup> Die Verwendung des Begriffes  $\psi$ -trigonal-bipyramidal dient lediglich der Beschreibung der Koordinationspolyeder an den Telluratomen und darf nicht dahingehend interpretiert werden, daß die jeweils freie Koordinationsstelle mit einem nicht-bindenden Elektronenpaar besetzt ist.

gen Einfluß auf diese Bindungslänge. Winkel und Abstände in den Tris(trimethylsilyl)silyl-Substituenten zeigen keinerlei Besonderheiten (Tab. 4).

### Kristallstruktur

Abbildung 5 zeigt die Anordnung der Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Einheiten in der Elementarzelle. Im Sinne eines Packungskomplexes [11] besetzen fehlgeordnete Cyclopentan-Moleküle die Oktaederlücken einer annähernd kubisch-dichtesten Anordnung. Aufgrund der guten Abschirmung des zentralen  $\text{Li}_6\text{Te}_6$ -Gerüsts treten außer van-der-Waals-Kontakten zwischen Methylgruppen keine weiteren intermolekularen Wechselwirkungen auf.

### Präparativer Teil

Alle Arbeiten wurden unter nachgereinigtem (BTS-Katalysator [12], Phosphor(V)-oxid) Argon als Schutzgas durchgeführt. Die als Solventien verwendeten Kohlenwasserstoffe Cyclopentan,  $d_6$ -Benzol und  $d_8$ -Toluol haben wir mit Natriumdraht vorgeetrocknet und dann über Lithiumalanat destilliert. In den NMR-Spektren stehen positive  $\delta$ -Werte für Tieffeldverschiebungen.

**Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Cyclopentan (1/1) (2').** *Synthese:* Zu einer Lösung von 1,00 g (2,66 mmol) [Tris(trimethylsilyl)silyl]tellan (1) [1 b] in 10 ml Cyclopentan tropft man rasch 1,1 ml (2,75 mmol) einer 2,5-M-Lösung von Lithium-*n*-butanid in *n*-Hexan. Der zuvor farblose Ansatz färbt sich umgehend tiefgelb; bereits nach wenigen Minuten fällt der Packungskomplex Hexakis[lithium-[tris(trimethylsilyl)silyl]tellanid]-Cyclopentan (1/1) (2') aus. Die Abscheidung ist nach etwa 12 h bei  $-60^\circ\text{C}$  vollständig. Ausbeute 0,97 g (0,62 mmol); 91%. Die unter Umständen andere Zusammensetzung des Adduktes 2''<sup>3</sup>) wurde nicht berücksichtigt.

*Charakterisierung.* Zersp.  $117^\circ\text{C}$  (im abgeschmolzenen Röhrchen unter Argon); hellgelbe, sehr protolyse- und oxidationsempfindliche, sargdeckelförmige Kristalle (2').

Elementaranalyse:  $\text{C}_{59}\text{H}_{172}\text{Li}_6\text{Si}_{24}\text{Te}_6$ ; C 29,22 (ber. 29,99); H 6,94 (ber. 7,34)%.

Molmasse, kryoskopisch in Benzol: ber. für Addukt 2' 2363,32; gem.  $1765\text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  ( $1,1 \cdot 10^{-3}$  M-Lösung).

NMR-Spektren:  $^1\text{H}$  (250,133 MHz; ext. Stand. TMS<sup>2</sup>); L.M.<sup>2</sup>)  $d_6$ -Benzol;  $27^\circ\text{C}$ ): ( $\text{H}_3\text{C}$ )<sub>3</sub>Si  $\delta = 0,41$ ;  $^2\text{H}_{\text{Li-Si}} = 6,6$  Hz;  $\text{H}_2\text{C}$ (Cyclopentan)  $\delta = 1,45$  ppm;  $^{13}\text{C}$  (50,323 MHz; ext. Stand. TMS; L.M.  $d_8$ -Toluol;  $80^\circ\text{C}$ ): Si( $\text{CH}_3$ )<sub>3</sub>  $\delta = 2,0$ ;  $^1\text{J}_{\text{C-H}} = 120$ ;  $^1\text{J}_{\text{C-Si}} = 45,0$  Hz;  $\text{H}_2\text{C}$ (Cyclopentan)  $\delta = 30,3$  ppm;  $^{29}\text{Si}$  (39,761 MHz; ext. Stand. OMCT<sup>3</sup>); L.M.  $d_6$ -Benzol;  $80^\circ\text{C}$ ): Si<sub>3</sub>Si  $\delta = -13,7$ ; Si<sub>3</sub>Si  $\delta = -96,7$  ppm;  $^1\text{J}_{\text{Si-Si}} = 58,3$  Hz.

IR-Spektrum ( $\text{cm}^{-1}$ ; Verreibung in Nujol zwischen CsBr-Platten; sehr stark (vs); stark (s); mittelstark (ms); mittel (m); schwach (w); breit (br)): 1867 m, 1442 s, 1400 vs, 1330 m, 1260 vs, 1245 vs, 1045 w (br), 835 vs (br), 748 m, 690 s, 625 s, 546 ms, 450 m (br), 400 m, 302 s.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, 5300 Bonn-Bad Godesberg, dem Fonds der Chemischen Industrie, 6000 Frankfurt a. M. und der Firma Hoechst AG, 6230 Frankfurt a. M./Höchst für ihre großzügige Unterstützung sowie Herrn Dr. O. Mundt, Institut für Anorganische Chemie, für die sorgfältige Durchsicht des Manuskriptes.

### Literatur

- [1] a) Vorbericht: G. Becker, O. Mundt in B. Krebs (Hrsg.), Unkonventionelle Wechselwirkungen in der Chemie metallischer Elemente, VCH Verlagsges., Weinheim 1992, S. 199; b) IV. Mitteilung: G. Becker, K. W. Klinkhammer, S. Lartiges, P. Böttcher, W. Poll, Z. anorg. allg. Chem. **613** (1992) 7
- [2] J. Rigaudy, S. P. Klesney (Hrsg.), Nomenclature of Organic Chemistry, Pergamon Press, Oxford 1979; Deutscher Zentralausschuß für Chemie, Internationale Regeln für die Chemische Nomenklatur und Terminologie, Bd. 2, Gr. 1, Verlag Chemie, Weinheim 1976
- [3] G. Becker, H.-M. Hartmann, A. Münch, H. Riffel, Z. anorg. allg. Chem. **530** (1985) 29
- [4] Übersicht: P. v. R. Schleyer, Pure Appl. Chem. **55** (1983) 355; P. v. R. Schleyer, Pure Appl. Chem. **56** (1984) 151; W. N. Setzer, P. v. R. Schleyer, Adv. Organomet. Chem. **24** (1985) 353; U. Olsher, R. M. Izatt, J. S. Bradshaw, N. K. Dalley, Chem. Rev. **91** (1991) 137; C. Schade, P. v. R. Schleyer, Adv. Organomet. Chem. **27** (1987) 169; s. auch M. F. Lappert, P. P. Power, A. R. Sanger, R. C. Srivastava, Metal and Metalloid Amides, Ellis Horwood, Chichester 1980, S. 24
- [5] a) G. Becker, H.-M. Hartmann, W. Schwarz, unveröffentlicht; b) G. Becker, M. Gekeler, W. Schwarz, unveröffentlicht; c) D. Reed, D. Stalke, D. S. Wright, Angew. Chem. **103** (1991) 1539; d) A. Belforte, F. Calderazzo, A. Morvillo, G. Pelizzi, D. Vitali, Inorg. Chem. **23** (1984) 1504; e) A. M. Arif, R. A. Jones, K. B. Kidd, J. Chem. Soc., Chem. Commun. **1986**, 1440; f) G. Becker, A. Münch, C. Witthauer, Z. anorg. allg. Chem. **492** (1982) 15; g) R. A. Bartlett, H. V. R. Dias, H. Hope, B. D. Murray, M. M. Olmstead, P. P. Power, J. Am. Chem. Soc. **108** (1986) 6921; h) O. Mundt, G. Becker, M. Rössler, C. Wittauer, Z. anorg. allg. Chem. **506** (1983) 42; i) W.-W. du Mont, S. Kubiniok, L. Lange, S. Pohl, W. Saak, J. Wagner, Chem. Ber. **124** (1991) 1315; K. Ruhlandt-Senge, P. P. Power, Inorg. Chem. **30** (1991) 3683; j) P. J. Bonasia, J. Arnold, J. Chem. Soc., Chem. Commun. **1990**, 1299; k) P. J. Bonasia, D. E. Gindelberger, B. O. Dabboussi, J. Arnold, J. Am. Chem. Soc. **114** (1992) 5209
- [6] Übersicht: H. Schäfer, B. Eisenmann, W. Müller, Angew. Chem. **85** (1973) 742; H. Schäfer, B. Eisenmann, Rev. Inorg. Chem. **3** (1981) 29; s. auch H.-G. von Schnering, W. Hönle, Chem. Rev. **88** (1988) 243; R. Nesper, Prog. Solid State Chem. **20** (1990) 1
- [7] a) Th. Hahn (Hrsg.), International Tables for Crystallography, Bd. A, Space Group Symmetry, 2. Aufl., Reidel, Dordrecht 1984; b) A. I. Kitaigorodskii, Organic Chemical Crystallography, Consultants Bureau, New York 1961; c) J. E. Huheey, Anorganische Chemie, de Gruyter, Berlin 1988, S. 278; d) Programmsystem SHELXTL Plus, Rel. 4.0, Siemens Analytical X-Ray Instruments, Madison/Wisconsin 1989; e) D. T. Cromer, J. B. Mann, Acta Crystallogr. **A24** (1968) 321; f) R. F. Stewart, E. R. Davidson, W. T. Simpson, J. Chem. Phys. **42** (1965) 3175; g) J. A. Ibers, W. C. Hamilton (Hrsg.), International Tables for X-Ray Crystallography, Bd. IV, Kynoch Press, Birmingham 1974, S. 47; h) R. S. Cahn, Sir C. Ingold, V. Prelog, Angew. Chem. **78** (1966) 413
- [8] a) D. Barr, W. Clegg, S. M. Hodgson, G. R. Lamming, R. E. Mulvey, A. J. Scott, R. Snaith, D. S. Wright, An-

- gew. Chem. **101** (1989) 1279; b) *W. Clegg, R. Snaith, H. M. M. Shearer, K. Wade, G. Whitehead*, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1983**, 1309; c) *D. R. Armstrong, D. Barr, R. Snaith, W. Clegg, R. E. Mulvey, K. Wade, D. Reed*, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1987**, 1071; d) *D. J. Brauer, H. Bürger, G. R. Liewald, J. Wilke*, J. Organomet. Chem. **287** (1985) 305; *D. J. Brauer, H. Bürger, G. R. Liewald*, J. Organomet. Chem. **308** (1986) 119; e) *P. G. Williard, G. B. Carpenter*, J. Am. Chem. Soc. **107** (1985) 3345; *J. T. B. II. Jastrzebski, G. van Koten, W. F. van de Mieroop*, Inorg. Chim. Acta **142** (1988) 169; f) *R. Zerger, W. Rhine, G. Stucky*, J. Am. Chem. Soc. **96** (1974) 6048; g) *A. Maercker, M. Bsata, W. Buchmeier, B. Engelen*, Chem. Ber. **117** (1984) 2547; h) *B. Teclé, A. F. M. M. Rahman, J. P. Oliver*, J. Organomet. Chem. **317** (1986) 267; i) *W. H. Ilsley, T. F. Schaaf, M. D. Glick, J. P. Oliver*, J. Am. Chem. Soc. **102** (1980) 3769; j) *U. Klingebiel, S. Schütte, D. Schmidt-Bäse*, Stud. Inorg. Chem. **14** (1992) 75; k) *T. A. Bazhenova, R. M. Lobkovskaya, R. P. Shibaeva, A. E. Shilov, A. K. Shilova*, J. Organomet. Chem. **330** (1987) 9
- [9] *V. Schomaker, D. P. Stevenson*, J. Am. Chem. Soc. **63** (1941) 37; *E. Wiberg*, Holleman-Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, 81. – 90. Aufl., de Gruyter, Berlin 1976, S. 128
- [10] a) *R. D. Rogers, J. L. Atwood, R. Grüning*, J. Organomet. Chem. **157** (1978) 229; b) *D. R. Armstrong, R. E. Mulvey, G. T. Walker, D. Barr, R. Snaith, W. Clegg, D. Reed*, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1988**, 617
- [11] *A. I. Kitaigorodsky*, Mixed Crystals, Springer, Berlin 1984, S. 283
- [12] *M. Schütze*, Angew. Chem. **70** (1958) 697

Anschr. d. Verf.:

Prof. Dr. G. Becker, Dr. K. W. Klinkhammer  
Institut für Anorganische Chemie der Universität  
Pfaffenwaldring 55  
W-7000 Stuttgart 80

Prof. Dr. W. Massa  
Fachbereich Chemie der Universität  
Hans-Meerwein-Straße  
W-3550 Marburg