

*Journal of Organometallic Chemistry*, 410 (1991) C13–C19  
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne  
 JOM 21883PC

Preliminary communication

## Tetra-tert-butyl-pentafulvalen als Ligand in zweikernigen Molybdänkomplexen: *cis*-Anordnung ohne Metall–Metall-Bindung

Peter Jutzi <sup>\*</sup>, Jörg Schnittger, Beate Neumann und Hans-Georg Stämmler

*Fakultät für Chemie der Universität Bielefeld, Universitätsstraße 25, W-4800 Bielefeld 1 (Deutschland)*

(Eingegangen den 21. März 1991)

### Abstract

Reaction of 1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5-5'-pentafulvalenedipotassium (**1**) with hexacarbonylmolybdenum leads to hexacarbonyl-dipotassium(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalene)dimolybdate (**2**), which on further treatment with stoichiometric amounts of iodomethane yields the hexacarbonyldimethyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalene)dimolybdenum, ( $\eta^5$ :  $\eta^5$ -<sup>t</sup>Bu<sub>4</sub>C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>)Mo<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (**3**). Compound **3** is obtained as yellow needles and brownish cube-like crystals, and it is characterized by <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, IR, and MS data. The cubes crystallize in the space group *C2/c* with four molecules in the unit cell. Each molecule consists of two tricarbonylmethyl(cyclopentadienyl)molybdenum units which are connected by a central C–C-bond, twisted against each other by 64.8° and bent by 25.8°. Due to the steric requirements of the tert-butyl substituents in the fulvalene ligand, **3** should be formed only from *cis*-configured **2**.

Vor kurzem berichteten wir über die Synthese und die Festkörperstruktur von 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen-dithallium [1]. Während in Pentafulvalen-Komplexen ohne Metall–Metall-Bindung eine *trans*-Anordnung der Zentral-Atome typisch ist [2–4], wird bei der von uns dargestellten Dithallium-Verbindung erstmals eine *cis*oide Konfiguration gefunden, obwohl keine intramolekulare Tl–Tl-Wechselwirkung vorliegt.

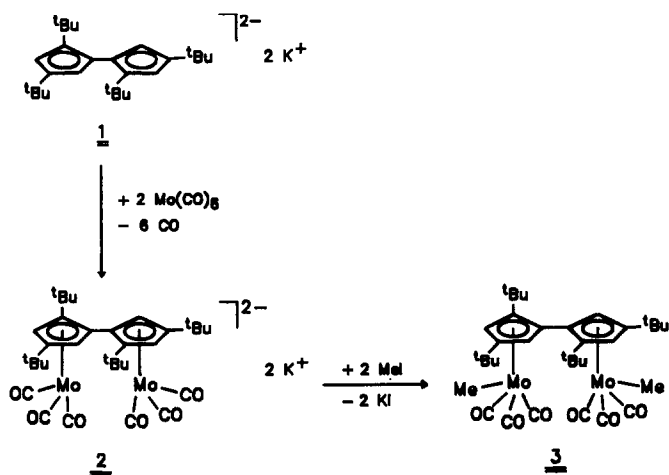
Im Rahmen unserer experimentellen Arbeiten mit dem  $\pi$ -Ligandensystem Tetra-tert-butyl-pentafulvalen war für uns daher die Frage von Bedeutung, ob die beobachtete *cis*-Anordnung ein Einzelfall ist, oder ob sich weitere Beispiele finden lassen, in welchen nicht über Metall–Metall-Bindung verknüpfte Zentral-Atome *cis*-ständig orientiert sind. Besonderes Interesse galt in diesem Zusammenhang Komplexen aus der Übergangsmetall-Chemie. Eine *cis*-Anordnung von Metallzentren sollte zum Studium von kooperativen Effekten interessant sein.

Wir berichten im Folgenden über die Darstellung von 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen-dikalium (**1**), ( $\eta^5$ :  $\eta^5$ -<sup>t</sup>Bu<sub>4</sub>C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>)K<sub>2</sub>, Hexacarbonyl-dikalium(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdat (**2**), ( $\eta^5$ :  $\eta^5$ -<sup>t</sup>Bu<sub>4</sub>C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>)Mo<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>K<sub>2</sub>, und Hexacarbonyl-dimethyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdän, ( $\eta^5$ :  $\eta^5$ -<sup>t</sup>Bu<sub>4</sub>C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>)Mo<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (**3**). Die Verbindungen **2** und **3**

sind die ersten Übergangsmetall-Komplexe auf Pentafulvalen-Basis ohne Metall-Metall-Bindung mit cisoider Struktur.

### Präparative Ergebnisse

Setzt man eine THF-Lösung von 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-dihydropentafulvalen [5] mit stöchiometrischen Mengen Kaliumhydrid um, so bildet sich unter Wasserstoff-Entwicklung bei Raumtemperatur 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen-dikalium (1). Verbindung 1 fällt quantitativ als hellgelbes amorphes Pulver aus. Nach Entfernen des Tetrahydrofurans wird 1 in Anlehnung an bekannte Reaktionsprinzipien [6–8] mit Hexacarbonylmolybdän in siedendem DMF umgesetzt. Das unter CO-Entwicklung gebildete Hexacarbonyl-dikalium(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdat (2) wird durch Abdestillieren des Solvens isoliert. Anschließend wird eine THF-Lösung von 2 mit stöchiometrischen Mengen Iodmethan versetzt, wobei sich spontan ein Niederschlag von Kaliumiodid bildet. Nach der üblichen Aufarbeitung der Reaktionslösung erhält man Hexacarbonyl-dimethyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdän, ( $\eta^5 : \eta^5$ - $t\text{Bu}_4\text{-C}_{10}\text{H}_4$ ) $\text{Mo}_2(\text{CO})_6(\text{CH}_3)_2$  (3), in befriedigender Ausbeute.



Verbindung 3 kristallisiert aus Petrolether in zwei unterschiedlichen Modifikationen: Es werden sowohl goldgelbe, würfelförmige Kristalle als auch blaßgelbe Nadeln isoliert. Durch Umkristallisieren aus Dichlormethan-Petrolether ist es möglich, die Würfel in Nadeln zu überführen. Sowohl die Würfel als auch die Nadeln schmelzen unter Zersetzung bei 181°C.

Die Kristallmodifikationen ergeben identische NMR-Spektren. Man erkennt im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum zwei Signale für die magnetisch unterschiedlichen tert-Butyl-Einheiten am Fulvalengerüst sowie zwei Resonanzen für die am Fünfring gebundenen Protonen; letztere haben Dublett-Charakter, die Kopplungskonstante beträgt 2.6 Hz. Das Signal für die an den Molybdän-Kernen gebundenen Methyl-Gruppen erscheint bei 0.80 ppm ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ). Im  $^{13}\text{C-NMR}$ -Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ) beobachtet man neben den erwarteten vier Signalen für die tert-Butyl-Einheiten fünf Reso-

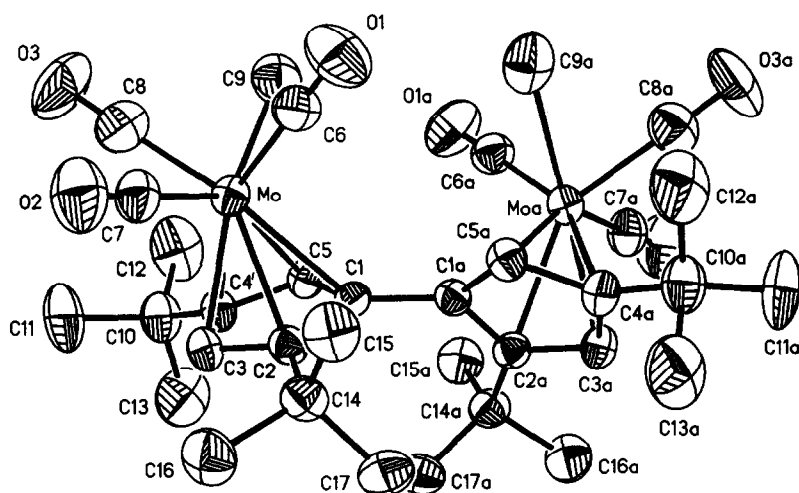


Fig. 1. Molekülstruktur von 3.

nanzien für die Ringkohlenstoff-Atome im Bereich von 93.05–124.29 ppm. Die  $^{13}\text{C}$ -Resonanz für die metallgebundenen Methyl-Gruppen liegt bei  $-17.96$  ppm. Es werden drei Signale für die jeweils chemisch und magnetisch unterschiedlichen Carbonyl-Einheiten beobachtet.

Beide Modifikationen liefern nahezu identische Infrarot-Spektren. Im Bereich der CO-Valenzschwingungen erkennt man jeweils drei Banden, die auf terminale CO-Gruppen hinweisen. Im Falle der würfelförmigen Modifikation liegen sie bei 1912, 1931 und  $2006\text{ cm}^{-1}$ , im Falle der nadeligen Modifikation bei 1906, 1926 und  $2015\text{ cm}^{-1}$ . Beide Modifikationen ergeben identische Massenspektren: man beobachtet das Molekül-Ion bei  $m/z = 742$ ; der Basispeak ist dem Fragment-Ion  $m/z = 28$  ( $\text{CO}^+$ ) zuzuordnen.

Da die beschriebenen Daten keine Aussagen über die Konfiguration des Komplexes 3 gestatten, wurde eine Kristallstrukturanalyse durchgeführt.

### Kristallstruktur von 3

Die Röntgenstrukturanalyse [9\*] der würfelförmigen Modifikation von 3 zeigt zwei isolierte Tricarbonyl-methyl(ditert-butyl-cyclopentadienyl)molybdän-Einheiten über eine  $\text{C}_0$ -Brücke [C(1)–C(1a)] miteinander verbunden (Fig. 1). Beide Fragmente sind in bezug auf diese Achse um den Betrag von  $64.8^\circ$  gegeneinander verdreht und zusätzlich um  $25.8^\circ$  abgewinkelt. Aus dieser Stellung resultiert zwangsläufig eine cisoide Konstellation der Metall-Atome [1] (Fig. 2). Die tert-Butyl-Gruppen beider Cp-Fragmente sind durch diese Drehung deutlich, wenn auch nicht maximal, voneinander entfernt. Die zu  $1.483(9)\text{ \AA}$  bestimmte Distanz für die C(1)–C(1a)-Bindung entspricht einer Einfachbindung und ist für Komplexe des Pentafulvalens nicht ungewöhnlich [1–3,10,11].

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

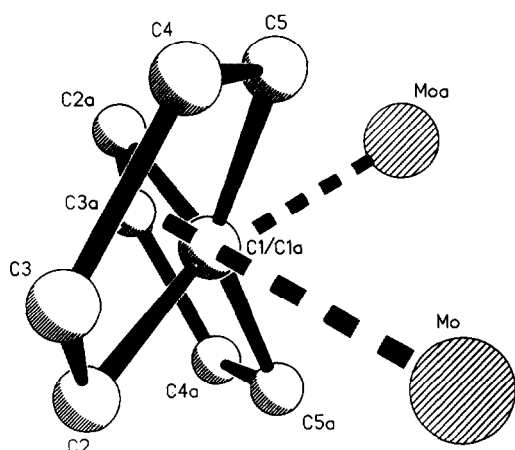


Fig. 2. Seitenansicht von 3.

Die basalen Fünfringe sind zu den Molybdän-Atomen nicht exakt pentahapto koordiniert. Die Abstände des Metalls zu den Kohlenstoff-Atomen des Cp-Gerüsts schwanken zwischen 2.315(5) Å [Mo–C(3)] und 2.396(4) Å [Mo–C(1)]. Durch Mittelung dieser Werte resultiert die Distanz zum Mittelpunkt des Cp-Ringes zu 2.025 Å. Die C–C-Abstände im aromatischen Fulvalen-Grundgerüst unterscheiden sich wenig: sie differieren zwischen 1.413 (7) Å [C(3)–C(4)] und 1.448 (5) Å [C(1)–C(2)].

Die C-Atome der restlichen drei CO-Liganden und der Methyl-Gruppe bilden in dieser Anordnung eine verzerrte quadratische Pyramide mit dem Mo-Atom als Spitze. Die Winkel C(O)–Mo–C(H) bzw. C(O)–Mo–C(O) schwanken zwischen 70.1(2)° [C(8)–Mo–C(9)] und 78.7(2)° [C(6)–Mo–C(7)]. Im Einklang mit strukturell vergleichbaren Tricarbonyl(cyclopentadienyl)molybdän-Einheiten liegen die Mo–C(O) Distanzen mit 1.972(7) Å [Mo–C(6)] bis 1.994(5) Å [Mo–C(7)] im üblichen Bereich [12,13]. Die CO Bindungslängen liegen im Bereich von 1.130(6) Å [C(7)–

Tabelle 1

Bindungslängen (Å) in 3 [9]

Mo–C(1)	2.396(4)	Mo–C(2)	2.363(5)
Mo–C(3)	2.315(5)	Mo–C(4)	2.375(6)
Mo–C(5)	2.357(4)	Mo–C(6)	1.972(7)
Mo–C(7)	1.994(5)	Mo–C(8)	1.984(7)
Mo–C(9)	2.347(5)	O(1)–C(6)	1.145(9)
O(2)–C(7)	1.130(6)	O(3)–C(8)	1.145(9)
C(1)–C(2)	1.448(5)	C(1)–C(5)	1.427(9)
C(1)–C(1A)	1.483(9)	C(2)–C(3)	1.436(9)
C(2)–C(14)	1.545(8)	C(3)–C(4)	1.413(7)
C(4)–C(5)	1.420(6)	C(4)–C(10)	1.521(10)
C(10)–C(11)	1.541(6)	C(10)–C(12)	1.506(9)
C(10)–C(13)	1.510(9)	C(14)–C(15)	1.537(9)
C(14)–C(16)	1.541(7)	C(14)–C(17)	1.532(7)

Tabelle 2

Bindungswinkel (°) in **3**

C(1)–Mo–C(2)	35.4(1)	C(1)–Mo–C(3)	58.3(1)
C(2)–Mo–C(3)	35.7(2)	C(1)–Mo–C(4)	58.6(2)
C(2)–Mo–C(4)	59.5(2)	C(3)–Mo–C(4)	35.0(2)
C(1)–Mo–C(5)	34.9(2)	C(2)–Mo–C(5)	58.8(2)
C(3)–Mo–C(5)	57.8(1)	C(4)–Mo–C(5)	34.9(2)
C(1)–Mo–C(6)	98.1(2)	C(2)–Mo–C(6)	105.2(2)
C(3)–Mo–C(6)	139.0(2)	C(4)–Mo–C(6)	156.2(2)
C(5)–Mo–C(6)	122.5(2)	C(1)–Mo–C(7)	125.9(2)
C(2)–Mo–C(7)	92.7(2)	C(3)–Mo–C(7)	89.2(2)
C(4)–Mo–C(7)	117.9(2)	C(5)–Mo–C(7)	146.7(2)
C(6)–Mo–C(7)	78.7(2)	C(1)–Mo–C(8)	152.1(3)
C(2)–Mo–C(8)	145.2(2)	C(3)–Mo–C(8)	110.3(2)
C(4)–Mo–C(8)	96.9(3)	C(5)–Mo–C(8)	117.2(3)
C(6)–Mo–C(8)	104.3(3)	C(7)–Mo–C(8)	75.5(2)
C(1)–Mo–C(9)	100.0(2)	C(2)–Mo–C(9)	135.4(1)
C(3)–Mo–C(9)	136.2(2)	C(4)–Mo–C(9)	101.5(2)
C(5)–Mo–C(9)	82.5(2)	C(6)–Mo–C(9)	76.1(3)
C(7)–Mo–C(9)	130.0(2)	C(8)–Mo–C(9)	70.1(2)
Mo–C(1)–C(2)	71.1(2)	Mo–C(1)–C(5)	71.0(2)
C(2)–C(1)–C(5)	107.3(4)	Mo–C(1)–C(1A)	135.2(3)
C(2)–C(1)–C(1A)	125.9(6)	C(5)–C(1)–C(1A)	125.0(5)
Mo–C(2)–C(1)	73.5(2)	Mo–C(2)–C(3)	70.3(3)
C(1)–C(2)–C(3)	105.5(5)	Mo–C(2)–C(14)	127.8(3)
C(1)–C(2)–C(14)	130.0(5)	C(3)–C(2)–C(14)	123.9(4)
Mo–C(3)–C(2)	74.0(3)	Mo–C(3)–C(4)	74.8(3)
C(2)–C(3)–C(4)	111.2(4)	Mo–C(4)–C(3)	70.2(3)
Mo–C(4)–C(5)	71.8(3)	C(3)–C(4)–C(5)	105.6(5)
Mo–C(4)–C(10)	130.8(3)	C(3)–C(4)–C(10)	127.6(4)
C(5)–C(4)–C(10)	125.9(4)	Mo–C(5)–C(1)	74.0(2)
Mo–C(5)–C(4)	73.3(2)	C(1)–C(5)–C(4)	110.3(4)
Mo–C(6)–O(1)	177.9(5)	Mo–C(7)–O(2)	178.7(5)
Mo–C(8)–O(3)	179.4(6)	C(4)–C(10)–C(11)	111.3(5)
C(4)–C(10)–C(12)	111.8(5)	C(11)–C(10)–C(12)	108.7(5)
C(4)–C(10)–C(13)	106.9(5)	C(11)–C(10)–C(13)	108.9(5)
C(12)–C(10)–C(13)	109.2(5)	C(2)–C(14)–C(15)	114.8(4)
C(2)–C(14)–C(16)	109.8(5)	C(15)–C(14)–C(16)	106.7(4)
C(2)–C(14)–C(17)	109.4(4)	C(15)–C(14)–C(17)	108.4(6)
C(16)–C(14)–C(17)	107.5(4)		

O(2)] bis 1.145(9) Å [C(6)–O(1), C(8)–O(3)]. Die Distanz Mo–C(H) besträgt 2.347(5) Å.

## Fazit

Hexacarbonyl-dimethyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdän, ( $\eta^5: \eta^5\text{-}^t\text{Bu}_4\text{C}_{10}\text{H}_4$ )Mo<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (**3**), ist das erste Beispiel eines Übergangsmetall-Komplexes auf Pentafulvalen-Basis ohne Metall–Metall-Bindung mit cisoider Anordnung der Metall-Atome. Trotz der raumerfüllenden Liganden an den Molybdän-Zentren (je drei CO-Gruppen und eine CH<sub>3</sub>-Einheit) sind keine Hinweise auf die sterisch günstigere *trans*-Konfiguration vorhanden. Vermutlich liegt bereits

in 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen-dikalium (**1**) eine *cis*-Anordnung vor, die während der gesamten Reaktionssequenz beibehalten wird. Auch im Dikalium-hexacarbonyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdat (**2**) wäre eine *trans*-Anordnung aus elektrostatischen Gründen energetisch günstiger. Eine Rotation zur Ausbildung einer transoiden Konfiguration, wie sie für viele Fulvalen-Komplexe ohne Metall-Metall-Bindung typisch ist [2–4], ist jedoch durch die raumerfüllenden tert-Butyl-Gruppen in 1- und 1'-Stellung gehindert. Somit bietet der Tetra-tert-butyl-pentafulvalen-Ligand günstige Voraussetzungen zur Synthese von Zweikern-Komplexen mit *cis*-Anordnung von Metallzentren, die nicht direkt miteinander verbunden sind.

### Experimenteller Teil

Sämtliche Arbeiten wurden unter Ausschluß von Luft und Feuchtigkeit unter Argon durchgeführt; verwendete Geräte, Chemikalien und Lösungsmittel waren entsprechend vorbereitet. Schmelzpunkt (n. korr.): Büchi 510 Schmelzpunktbestimmungsapparatur, Probenröhrchen abgeschmolzen. NMR (Bruker AM 300): <sup>1</sup>H-NMR (300.1 MHz) ext. TMS, <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (75.4 MHz) ext. TMS. Massenspektrum: Finnigan MAT 311 A (70 eV, 300  $\mu$ A Emission); es sind nur charakteristische Fragment-Ionen angegeben. CH-Analyse: Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen. IR-Spektren: Mattson Polaris FTIR/Atari 1040 ST.

(1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dikalium (**1**). 0.65 g (16.2 mmol) Kaliumhydrid werden in 30 ml Tetrahydrofuran suspendiert und unter Eiskühlung mit einer Lösung von 2.85 g (8.10 mmol) 1,1',3,3'-Tetra-tert-butyl-5,5'-dihydropentafulvalen in 20 ml THF versetzt. Man erwärmt auf Raumtemperatur, wobei Gasentwicklung einsetzt und **1** als hellgelber, amorpher Niederschlag ausfällt; **1** wird ohne weitere Reinigung eingesetzt.

Hexacarbonyl-dikalium(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdat (**2**). Zu einer Suspension von 8.10 mmol **1** in 40 ml DMF gibt man 4.30 g (16.3 mmol) Hexacarbonylmolybdän. Man erwärmt 3 h auf 130 °C, wobei heftige Gasentwicklung einsetzt. Die nun gelb-braune Lösung wird noch weitere 12 h bei Raumtemperatur gerührt. Man entfernt das Solvens i. Vak.. **2** wird ohne Reinigung eingesetzt.

Hexacarbonyl-dimethyl(1,1',3,3'-tetra-tert-butyl-5,5'-pentafulvalen)dimolybdän (**3**). Eine Lösung von 8.10 mmol **2** in 50 ml THF wird auf 0 °C abgekühlt und mit 2.30 g (16.3 mmol) Iodmethan versetzt, wobei sich sofort ein hellbrauner Niederschlag bildet. Man erwärmt 3 h auf 50 °C, destilliert das Solvens i. Vak. ab, nimmt den Rückstand in 80 ml Diethylether auf und filtriert. Das Filtrat wird i. Vak. eingeeengt und auf 0 °C abgekühlt, wobei **3** in Form von braunen Würfeln und gelben Nadeln isoliert wird. Umkristallisation der Würfel aus Dichlormethan/Petrolether liefert gelbe Nadeln. Ausbeute: 1.35 g (22%), Schmp.: 181 °C.

<sup>1</sup>H-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>):  $\delta$  = 0.80 (s, 6 H, 2  $\times$  Me), 1.04, 1.05 (2s, 2  $\times$  18 H, 2  $\times$  2 <sup>t</sup>Bu), 4.88, 5.25 (2d, <sup>4</sup>J(HH) = 2.6 Hz, 2  $\times$  2 Cp-H). <sup>13</sup>C-NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>):  $\delta$  = -17.96 (Me), 31.34, 33.73 (CMe<sub>3</sub>), 31.96, 33.50 (CMe<sub>3</sub>), 93.05, 99.96 (C-1,3-Ring), 106.82 (C-5-Ring), 123.87, 124.29 (C-2,4-Ring), 228.09, 228.57, 241.36 (CO). IR (CsI-Preßling): *Würfel*:  $\nu$  = 1912, 1931, 2006 cm<sup>-1</sup> (CO); *Nadeln*:  $\nu$  = 1906, 1926, 2015 cm<sup>-1</sup> (CO). MS [*m/z* (rel. Int. %)]: *M*<sup>+</sup> 742 (2.6), *M*<sup>+</sup> - CO 714 (0.1), *M*<sup>+</sup> - 2CO 686 (3.9), *M*<sup>+</sup> - 3CO 658 (8.3), *M*<sup>+</sup> - 4CO 630 (22.6), *M*<sup>+</sup> - 5CO 602 (39.7), *M*<sup>+</sup> - 5CO - Me 587 (13.7), *M*<sup>+</sup> - 6CO 574 (8.5), *M*<sup>+</sup> - 6CO - Me 559 (65.5), *M*<sup>+</sup> - 6CO - 2 Me

544 (5.0),  $\text{CMe}_3^+$  57 (70.8),  $\text{CO}^+$  28 (100.0). Gef. C, 51.55; H, 5.89.  $\text{C}_{34}\text{H}_{46}\text{Mo}_2\text{O}_6$  (742.6) Ber. C, 54.99; H 6.24%.

(Die Abweichung im Kohlenstoff-Wert ist auf die Bildung von Molybdäncarbid ( $\text{MoC}$ ) zurückzuführen).

**Dank.** Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die gewährte finanzielle Unterstützung.

### Literatur und Bemerkungen

- 1 P. Jutzi, J. Schnittger und M.B. Hursthouse, Chem. Ber., im Druck.
- 2 M.D. Rausch, W.C. Spink, B.G. Conway, R.D. Rogers und J.L. Atwood, J. Organomet. Chem., 383 (1990) 227.
- 3 M.J. Freeman, A.G. Orpen, N.G. Connelly, I. Manners und S.J. Raven, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1985) 2283.
- 4 M. Tilset und K.P.C. Vollhardt, Organometallics, 4 (1985) 2230.
- 5 R. Brand, H.-P. Krimmer, H.-J. Lindner, V. Sturm und K. Hafner, Tetrahedron Lett., 23 (1982) 5131.
- 6 W.P. Fehlhammer, W.A. Herrmann und K. Öfele, in G. Brauer (Hrsg.), Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, III. Aufl., Ferdinand-Enke-Verlag, Stuttgart, 1981, III. Bd., S. 1914.
- 7 D.W. Macomber und M.D. Rausch, J. Organomet. Chem., 258 (1983) 331.
- 8 J.C. Smart und C.J. Curtis, Inorg. Chem., 16 (1977) 1788.
- 9 Daten zur Strukturanalyse von **3** (Standardabweichungen sind in Klammern angegeben). Summenformel  $\text{C}_{34}\text{H}_{46}\text{Mo}_2\text{O}_6$ ; Molmasse 742.6 g/mol; Gitterkonstanten  $a = 25.339$  (5) Å,  $b = 8.9370$  (12) Å,  $c = 18.603$  (5) Å,  $\beta = 123.41$  (1)°; Zellvolumen 3516.6 (12) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ;  $d_{\text{ber}} = 1.403$  g/cm<sup>3</sup>; Linearer Absorptionskoeffizient 0.733 mm<sup>-1</sup>;  $F(000) = 1528$ ; Kristallsystem monoklin, Raumgruppe  $C2/c$ ; Meßgerät: Vierkreisdiffraktometer Siemens P2<sub>1</sub>; Strahlung Mo- $K_{\alpha}$ ,  $\lambda = 0.71073$  Å; Meßtemperatur 20°C; Meßbereich  $4 \leq 2\theta \leq 50^\circ$ ;  $h, k, l$  Grenzen  $0 \rightarrow -30, -10 \rightarrow 0, -18 \rightarrow 22$ ; Absorptionskorrektur semi-empirisch; Zahl der gemessenen Reflexe 3486, davon unabhängige 2217 mit  $I \geq 2\sigma(I)$ ; Strukturaufklärung mit direkten Methoden; full matrix Verfeinerung, alle Nicht-Wasserstoff-Atome anisotrop, Wasserstoffatome an berechneten Positionen mit fixem  $U = 0.08$  Å<sup>2</sup>; Anzahl der verfeinerten Parameter 190; Reflex: Parameter-Verhältnis 11.7:1;  $R = 3.63\%$ ;  $R_w = 3.72\%$  mit  $w^{-1} = \sigma^2(F_o)$ . Weitere Einzelheiten zur Kristallstruktur von **3** können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55358, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- 10 W.A. Herrmann, D. Andrejewski und E. Herdtweck, J. Organomet. Chem., 319 (1987) 183.
- 11 M.R. Churchill und J. Wormald, Inorg. Chem., 8 (1969) 1970.
- 12 M.A. Greaney, J.S. Merola und T.R. Halbert, Organometallics, 4 (1985) 2057.
- 13 J.S. Drage und K.P.C. Vollhardt, Organometallics, 5 (1986) 280.