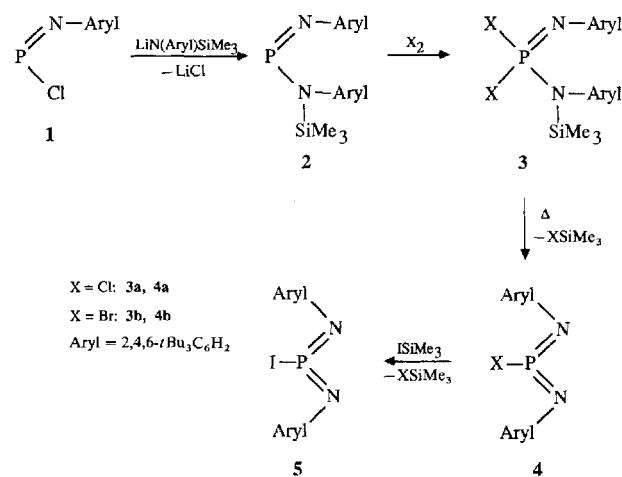


- Dembech, K. Witzgall, H. J. Bestmann, *Angew. Chem.* **1985**, *97*, 1068; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1985**, *24*, 1068; K. Narasaka, N. Saito, Y. Hayashi, H. Ichida, *Chem. Lett.* **1990**, 1411; J. A. Soderquist, E. I. Miranda, *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 10078, zit. Lit.
- [2] H. Sakurai, Y. Nakadaira, H. Tobita, T. Ito, K. Toriumi, H. Ito, *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, *104*, 300; H. Sakurai, H. Tobita, Y. Nakadaira, C. Kabuto, *ibid.* **1982**, *104*, 4288; H. Sakurai, K. Ebata, C. Kabuto, Y. Nakadaira, *Chem. Lett.* **1987**, 301; H. Sakurai, K. Ebata, K. Sakamoto, Y. Nakadaira, C. Kabuto, *ibid.* **1988**, 965.
- [3] Eine andere Klasse von Tetrakis(organosilyl)ethene, bei denen C-Atome der C=C-Bindung Teil eines Cyclus sind, wurde bereits synthetisiert und Photoelektronen- sowie ESR-spektroskopisch untersucht: H. Bock, G. Brähler, G. Fritz, E. Matern, *Angew. Chem.* **1976**, *88*, 765; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1976**, *15*, 699; G. Fritz, E. Matern, H. Bock, G. Brähler, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1978**, *439*, 173.
- [4] Y. Ito, M. Sugimoto, M. Murakami, *J. Org. Chem.* **1991**, *56*, 1948; M. Murakami, H. Oike, M. Sugawara, M. Sugimoto, Y. Ito, *Tetrahedron* **1993**, *49*, 3933.
- [5] Kürzlich wurde unsere Methode der intramolekularen Bisilylierung mit  $[\text{Pd}(\text{OAc})_2]/\text{Isocyanid}$  unter hohem Druck erfolgreich zur Synthese von 2,2'-5,5'-Tetrasila-1,1'-bicyclopentiden eingesetzt: M. Ichinohe, A. Sekiguchi, C. Kabuto, H. Sakurai, *65th Annual Meeting of the Chemical Society of Japan*, Tokyo, März 1993.
- [6] 3: monoklin,  $P_{21}/c$ ,  $a = 17.258(6)$ ,  $b = 9.533(4)$ ,  $c = 12.115(6)$  Å,  $\beta = 93.13(3)^\circ$ ,  $V = 1990(1)$  Å $^3$ ,  $Z = 4$ ,  $\lambda(\text{Cu}_{\text{K}\alpha}) = 1.54178$  Å,  $T = 203$  K, MAC-Science-MXC18-Diffraktometer. Lösung mit Direkten Methoden und Fourier-Synthese (CRYSTAN-Programmpaket);  $R = 0.046$ ,  $R_w = 0.076$  für 3228 Reflexe. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, GB-Cambridge CB2 1EZ, unter Angabe des vollständigen Literaturzitats angefordert werden.
- [7] Bei 1b beträgt der kleinste Abstand zwischen den Methylkohlenstoffatomen der vicinalen Organosilylgruppen 325 pm [2]. Übersicht zu sterisch überfüllten Molekülen: H. Bock, K. Ruppert, C. Näther, Z. Havlas, H.-F. Herrmann, C. Arad, I. Göbel, A. John, J. Meuret, S. Nick, A. Rauschenbach, W. Seitz, T. Vaupel, B. Solouki, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 564; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, *31*, 550.
- [8] Die Absorption ist möglicherweise einem  $\sigma \rightarrow \pi^*$ -Übergang zuzuschreiben, der wegen der geringfügigen Abweichung der Si-C- $\sigma$ -Bindung von der Planarität erlaubt ist: A. Sekiguchi, K. Ebata, C. Kabuto, H. Sakurai, *Chem. Lett.* **1990**, 539.
- [9] J. Hibino, S. Nakatsukasa, K. Fugami, S. Matsubara, K. Oshima, H. Nozaki, *J. Am. Chem. Soc.* **1985**, *107*, 6416.
- [10] Da eine größere bathochrome Verschiebung bei einem verdrillten Tetrakis(organosilyl)ethen 1 auftritt [2], ist die Verschiebung der Absorption bei Diederwinkeln im Bereich von 30–53° mit Sicherheit von der Verdrillung beeinflußt.

$\text{XP}=\text{N}(\text{Alkyl})=\text{N}(\text{Aryl})$  zu gelangen, haben gezeigt, daß der 2,4,6-Tri-*tert*-butylphenyl-Rest als Arylsubstituent in Verbindung mit einem sterisch anspruchsvollen Alkylsubstituenten die Produkte nicht hinreichend gegenüber Folgereaktionen stabilisieren kann<sup>[4]</sup>. Wie wir nun fanden, unterbindet erst die Einführung eines zweiten Arylsubstituenten eine koordinative Absättigung des reaktiven Phosphorzentrums.

Umsetzung von (Arylimino)chlorphosphoran **1** mit  $\text{LiN}(\text{Aryl})\text{SiMe}_3$  zum Aryl(silyl)amino(arylimino)phosphoran **2** (Aryl = 2,4,6-*t*Bu<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>) und anschließende Halogenaddition (X = Cl, Br) führt zu den Dihalogenphosphoranen **3a**<sup>[6]</sup>, **b**. Aus diesen erhält man thermisch (110 °C) unter Abspaltung von Halogentrimethylsilan die Bis(arylimino)halogenphosphorane **4a**, **b**. Br/I-Austausch in **4b** mit  $\text{Me}_3\text{SiI}$  liefert das Iodderivat **5**. Sämtliche Verbindungen lassen sich rein in Form farbloser bis orangefarbener Feststoffe isolieren und können anhand ihrer analytischen, NMR-spektroskopischen und massenspektrometrischen Daten zweifelsfrei charakterisiert werden. Darüber hinaus wurde die Molekülstruktur<sup>[7]</sup> von **5** im Festkörper bestimmt.



Wie in allen strukturell untersuchten Bis(ylen)phosphorananen<sup>[2]</sup> ist das Phosphoratom trigonal-planar umgeben ( $\sum < 359.9^\circ$ ; Abb. 1). In dieser Ebene liegen ebenfalls die mit den Iminstickstoffatomen verknüpften Kohlenstoffatome der *t*Bu<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>-Substituenten, wobei die beiden Phenylringe orthogonal zum zentralen NPN- $\pi$ -Bindungssystem angeordnet sind. Die *exo/exo*-Konformation des CNPNC-Gerüsts<sup>[8]</sup> in **5** wurde noch nie bei Verbindungen dieses Typs beobachtet; sie ist jedoch in Einklang mit einer ab-initio-Berechnung an der Stammverbindung  $\text{Cl}-\text{P}(=\text{NH})_2$ <sup>[9]</sup>, die auch die relativ kleinen N-P-N-Winkel (121.9(2)°) in **5** erklärt. Diese Konformation führt im Festkörper über die Bildung schwacher I···N-Kontakte<sup>[10]</sup> (343 pm) zu einer Kettenanordnung der Moleküle (Abb. 2). Der P-I-Abstand (239.4(3) pm)

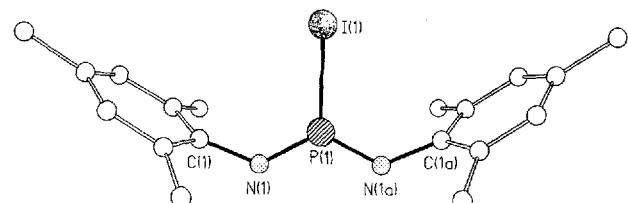


Abb. 1. Struktur des Bis(imino)phosphorans **5** im Kristall (ohne peripherie Methylgruppen). Wichtige Bindungsängen [pm], -winkel [°] und Torsionswinkel [°]: P(1)-I(1) 239.4(3), P(1)-N(1) 152.5(4), N(1)-C(1) 142.1(7); I(1)-P(1)-N(1) 119.0(2), N(1)-P(1)-N(1a) 121.9(2), P(1)-N(1)-C(1) 127.1(4); I(1)-P(1)-N(1)-C(1) –1.1(5), N(1a)-P(1)-N(1)-C(1) 178.9(5).

## Synthese und Struktur von Bis(*tri-tert*-butylphenyl)-iminohalogenphosphoranen $\text{X}-\text{P}(=\text{N}t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2)_2$ \*\*

Von Alexander Ruban, Martin Nieger und Edgar Niecke\*

Professor Otto Scherer zum 60. Geburtstag gewidmet

Die Entdeckung einer stabilen Phosphor(v)-Verbindung mit trigonal-planar koordiniertem Phosphoratom<sup>[11]</sup> hat zu einer stürmischen Entwicklung in der Chemie dieser und strukturell verwandter Phosphorverbindungen geführt<sup>[12]</sup>. Eine Sonderstellung kommt aufgrund ihres Synthesepotentials den Halogenphosphoranen zu, die in stabiler<sup>[13]</sup> Form bislang nur vom Bis(methylen)phosphoran-System erhalten werden konnten<sup>[12c]</sup>.

Versuche, durch  $\text{N}_2$ -Eliminierung aus Halogen-4,5-dihydro-1*H*-tetraazaphospholen  $\text{X}-\text{PN}(\text{Aryl})\text{N}=\text{NN}(\text{Alkyl})$  zu kinetisch stabilisierten Halogenbis(imino)phosphoranen

[\*] Prof. Dr. E. Niecke, Dr. M. Nieger  
Anorganisch-chemisches Institut der Universität  
Gerhard-Domagk-Straße 1, D-53121 Bonn  
Telefax: Int. + 228/735-327

Dr. A. Ruban  
Institut für Organische Chemie der Akademie der Wissenschaften  
252660 Kiew (Ukraine)

[\*\*] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert. A. Ruban dankt der Alexander-von-Humboldt-Stiftung für ein Stipendium.

ist signifikant kürzer als im vergleichbaren Bismethylenphosphoran (253 pm in  $\text{I}-\text{P}=\text{C}(\text{SiMe}_3)_2$ <sup>[11]</sup>), was durch eine Erhöhung der positiven Partialladung am P-Atom im Vergleich zu der im Bismethylenphosphoran-System erklärt werden kann<sup>[12]</sup>. Die P-N- (152.5(4) pm) und N-C-Abstände (142.1(7) pm) sowie der Winkel C-N-P (127.1(4) $^\circ$ ) entsprechen typischen Strukturmerkmalen von Bis(imino)phosphorancen<sup>[12b]</sup>.

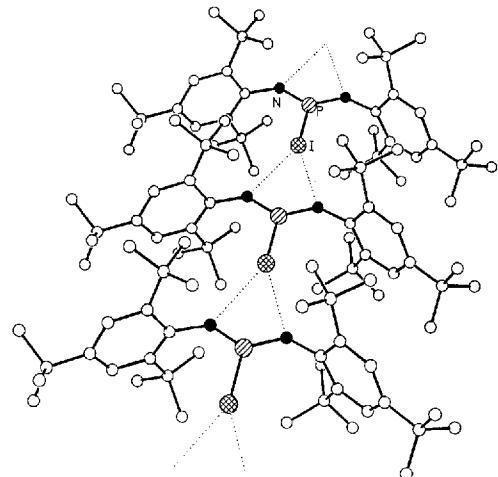


Abb. 2. Ausschnitt aus der Kettenstruktur des Bis(imino)phosphorans 5. Wichtige intermolekulare Abstände und Winkel: I···N 343 pm; N···I···N 46°.

Die Äquivalenz der Resonanzsignale der beiden  $t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2$ -Reste in den  $^1\text{H}$ -NMR-Spektren der Verbindungen 4 und 5 belegt deren monomeren Aufbau in Lösung. Die für Bis(imino)phosphorane ungewöhnliche Abschirmung des Phosphorkerns<sup>[13]</sup> im  $^{31}\text{P}$ -NMR-Spektrum ( $\delta = -18.5$  (4a),  $-30.2$  (4b),  $-42.9$  (5)) lässt sich zwanglos durch eine hohe positive Partialladung am P-Atom<sup>[12]</sup> erklären. Inwieweit die *exo/exo*-Konformation ebenfalls zur Abschirmung des  $^{31}\text{P}$ -Kerns beträgt, muß weiteren Untersuchungen vorbehalten bleiben.

### Experimentelles

2: Eine Lösung von 1 (20 mmol) in 50 mL THF wird unter Rühren und Kühlung ( $-30^\circ\text{C}$ ) mit der äquimolaren Menge  $\text{LiN}(t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2)\text{SiMe}_3$ , gelöst in 40 mL THF, versetzt und unter Rühren auf  $25^\circ\text{C}$  erwärmt. Das Lösungsmittel wird im Vakuum abgezogen und der verbleibende Rückstand in 40 mL Hexan aufgenommen,  $\text{LiCl}$  durch Filtration abgetrennt. Das Filtrat wird eingeeignet und der Rückstand aus Toluol umkristallisiert. Ausb.: 82%, Smp. 168–170°C.  $^{31}\text{P}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):  $\delta = 318.1$ ;  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):  $\delta = -0.44$  (s, 9 H,  $\text{SiMe}_3$ ), 1.27, 1.42 (s, 9 H,  $p$ -*t*Bu), 1.59, 1.73 (s, 18 H, *o*-*t*Bu), 7.59, 7.64 (s, 2 H,  $\text{C}_6\text{H}_2$ ). **3a** [3b]: Eine Lösung von 2 (20 mmol) in 70 mL  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  wird bei  $-30^\circ\text{C}$  mit der äquimolaren Menge  $\text{Cl}_2[\text{Br}_2]$ , gelöst in 30 mL  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , versetzt. Man läßt unter Rühren auf  $25^\circ\text{C}$  erwärmen und entfernt das Lösungsmittel im Vakuum. Der verbleibende Rückstand wird in 100 mL *n*-Hexan aufgenommen und bei  $-80^\circ\text{C}$  zur Kristallisation gebracht. Ausb.: 58% [74%], Smp. 74°C (Zers.) [ $62^\circ\text{C}$ ].  $^{31}\text{P}$ -NMR (THF):  $\delta = -75.2$  [ $-81.4$ ];  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 0.54$  [0.62] (s, 9 H,  $\text{SiMe}_3$ ), 1.27 [1.27], 1.34 [1.35] (s, 9 H,  $p$ -*t*Bu), 1.43 [1.42], 1.66 [1.71] (s, 18 H, *o*-*t*Bu), 7.43 [7.43] (d,  $J_{\text{HP}} = 3.86$  Hz [4.58 Hz],  $\text{C}_6\text{H}_2$ ), 7.57 [7.58] (d,  $J_{\text{HP}} = 1.59$  Hz [0.9 Hz],  $\text{C}_6\text{H}_2$ ).

**4a** [4b]: Eine Lösung von 10 mmol 2a [2b] in 50 mL Toluol wird für 2 h unter Rückfluß erhitzt. Die flüchtigen Bestandteile werden bei  $25^\circ\text{C}$  im Vakuum abgezogen und der verbleibende feste Rückstand aus Toluol umkristallisiert. Ausb.: 66% [82%], Smp. 156–159°C [194–196°C].  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):  $\delta = 1.30$  [1.31] (s, 9 H,  $p$ -*t*Bu), 1.66 [1.69] (s, 18 H, *o*-*t*Bu), 7.55 [7.74] (d,  $J_{\text{HP}} = 4.40$  Hz [4.36 Hz],  $\text{C}_6\text{H}_2$ ); MS (70 eV): 584 ( $M^+$ , 9%), 628 ( $M^+$ , 56%), 290 ( $t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2\text{NP}^+$ , 100%) [290 ( $t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2\text{NP}^+$ , 100%)].

**5:** Eine Lösung von 2a oder 2b (10 mmol) in 15 mL Benzol wird mit einem geringen molaren Überschuß an  $\text{SiMe}_3$  versetzt und 1 h bei  $25^\circ\text{C}$  gerührt. Das Lösungsmittel und das Halogensilan werden im Vakuum abgezogen und der verbleibende Rückstand aus wenig THF umkristallisiert. Ausb.: 92%, Smp. 161–164°C.  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 1.32$  (s, 9 H,  $p$ -*t*Bu), 1.78 (s, 18 H, *o*-*t*Bu), 7.54 (d,  $J_{\text{HP}} = 4.28$  Hz,  $\text{C}_6\text{H}_2$ ); MS (70 eV): 675 ( $M^+$ , 51%), 290 ( $t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2\text{NP}^+$ , 100%).

Eingegangen am 12. Mai 1993 [Z 6079]

- [1] E. Niecke, W. Flick, *Angew. Chem.* **1974**, *86*, 128; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1974**, *13*, 585; O. J. Scherer, N. Kuhn, *Chem. Ber.* **1974**, *107*, 2123; S. Pohl, E. Niecke, B. Krebs, *Angew. Chem.* **1975**, *87*, 284; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1975**, *14*, 261.
- [2] a) *Multiple Bonds and Low Coordination in Phosphorus Chemistry* (Hrsg.: M. Regitz, O. J. Scherer), Thieme, Stuttgart, **1990**; b) E. Niecke, D. Gudat in [2a], S. 392–404, zit. Lit.; c) R. Appel in [2a], S. 367–374, zit. Lit.; d) H. Heydt in [2a], S. 375–391, zit. Lit.; e) M. Yoshihiji in [2a], S. 411–414, zit. Lit.; f) M. Meisel in [2a], S. 415–442, zit. Lit.; g) G. Bertrand in [2a], S. 443–454, zit. Lit.; h) J.-P. Majoral in [2a], S. 455–461, zit. Lit.
- [3] Halogen(dichalcogen)phosphorane,  $\text{Cl}-\text{P}(\text{O,S})_2$ , sind als hoch instabile Verbindungen bekannt: R. Ahlrichs, C. Ehrhardt, M. Lakenbrink, S. Schunk, H. Schnöckel, *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3596–3602; M. Meisel, H. Bock, B. Soluki, M. Kramer, *Angew. Chem.* **1989**, *101*, 1378–1381; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1989**, *28*, 1373–1377.
- [4] E. Niecke, M. Nieger, V. von der Göppen, *Chem. Ber.* **1990**, *123*, 2329–2333.
- [5] E. Niecke, M. Nieger, F. Reichert, *Angew. Chem.* **1988**, *100*, 1781–1782; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1988**, *27*, 1715–1716.
- [6] Als Nebenprodukt (17%) entsteht durch Folgereaktion von 2a mit Chlor das Iminophosphoran,  $(t\text{Bu}_3\text{C}_6\text{H}_2)\text{N}=\text{P}(\text{Cl}_2)\text{N}=\text{C}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2)_2\text{Cl}$ . Schmp. 126–128°C;  $^{31}\text{P}$ -NMR ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ):  $\delta = 74.1$ . Röntgenstrukturanalyse von  $\text{C}_{36}\text{H}_{58}\text{N}_2\text{P}\text{Cl}_3$  [7b]: rote Kristalle, Kristalldimensionen  $0.3 \times 0.4 \times 0.5$  mm;  $M_r = 656.2$ ; Raumgruppe  $P\bar{1}$  (Nr. 2),  $a = 1025.0(1)$ ,  $b = 1205.0(1)$ ,  $c = 1642.7(1)$  pm,  $\alpha = 69.71(1)$ ,  $\beta = 85.07(1)$ ,  $\gamma = 88.43(1)$  $^\circ$ ,  $V = 1.896$  nm $^3$ ,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 1.15$  g cm $^{-3}$ ,  $\mu(\text{Mo}_\text{Ka}-\text{Strahlung}) = 0.31$  mm $^{-1}$ ; 5940 symmetrieeinabhängige Reflexe ( $2\theta_{\text{max.}} = 48^\circ$ ), davon 4674 Reflexe mit  $F > 3\sigma(F)$  zur Strukturlösung (Direkte Methoden) und -verfeinerung (379 Parameter) verwendet, Nicht-Wasserstoffatome anisotrop, H-Atome mit einem „riding“-Modell verfeinert;  $R = 0.045$  ( $R_w = 0.047$ ,  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0004 F^2$ ) (Auswahl):  $\text{P} = \text{N} 149.2(2)$ ,  $\text{P}-\text{N} 162.4(3)$ ,  $\text{P}-\text{Cl} 1 204.0(1)$ ,  $\text{P}-\text{Cl} 2 206.1(1)$ ,  $\text{N}=\text{C} 128.8(4)$ .
- [7] a) Röntgenstrukturanalyse von 4 ( $\text{C}_{36}\text{H}_{58}\text{N}_2\text{P}\text{I}$ ): orange Kristalle, Kristalldimensionen  $0.15 \times 0.25 \times 0.40$  mm;  $M_r = 676.7$ ; Raumgruppe  $C2/c$  (Nr. 15),  $a = 2021.2(6)$ ,  $b = 629.4(1)$ ,  $c = 2992.3(16)$  pm,  $\beta = 102.55(3)$  $^\circ$ ,  $V = 3.716$  nm $^3$ ,  $Z = 4$ ,  $\rho_{\text{ber.}} = 1.21$  g cm $^{-3}$ ,  $\mu(\text{Mo}_\text{Ka}-\text{Strahlung}) = 0.92$  mm $^{-1}$ ; 2413 symmetrieeinabhängige Reflexe ( $2\theta_{\text{max.}} = 45^\circ$ ), davon 1761 Reflexe mit  $F > 4\sigma(F)$  zur Strukturlösung (Direkte Methoden) und -verfeinerung (182 Parameter) verwendet, Nicht-Wasserstoffatome anisotrop, H-Atome mit einem „riding“-Modell verfeinert;  $R = 0.050$  ( $R_w = 0.051$ ,  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0010 F^2$ ). b) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-57372, der Autoren und des Zeitschriftenzitals angefordert werden.
- [8] Für Bis(imino)phosphorane war bislang nur die *endo/endo*-Konformation bekannt: E. Niecke, D. Gudat in [2a], S. 392–404.
- [9] W. W. Schoeller, C. Lerch, *Inorg. Chem.* **1986**, *25*, 576–580.
- [10] Zur Bildung einer Kettenstruktur durch 1···N-Kontakte vgl. z.B. E. O. Schlemper, D. Britton, *Acta Crystallogr.* **1965**, *18*, 419–424.
- [11] V. Romanenko, L. S. Kachkovskaja, M. I. Povolotskii, A. N. Chernega, M. Yu. Antipin, Yu. T. Struchkov, L. N. Markovskii, *Zh. Obshch. Khim.* **1988**, *58*, 958–969.
- [12] Herrn Prof. P. von R. Schleyer, Universität Erlangen-Nürnberg, danken wir für die Überlassung der Ergebnisse einer Populationsanalyse an  $\text{Cl}-\text{P}(\text{NH}_2)_2$  und  $\text{I}-\text{P}(\text{NH}_2)_2$ .
- [13] K. Karaghiosoff in [2a], S. 463–471, zit. Lit.

### Ein neuer Parawolframat-Typ\*\*

Von Hans Hartl\*, Rosemarie Palm und Joachim Fuchs

Ob Hexawolframat-Ionen in angesäuerten Wolframatlösungen existieren, wird bereits seit 65 Jahren diskutiert<sup>[11]</sup>; in Substanz wurde bislang kein Salz mit einem solchen Anion,  $[\text{HW}_6\text{O}_2]^{5-}$  oder  $[\text{H}_3\text{W}_6\text{O}_{22}]^{5-}$ , erhalten.

Verfolgt man die zunehmende Ansäuerung einer Alkalimetallwolframatlösung mit physikalischen Meßmethoden (z.B. Potentiometrie, Konduktometrie)<sup>[12]</sup>, so beobachtet man eine deutliche Stufe im ermittelten Kurvenverlauf nach

\* Prof. Dr. H. Hartl, R. Palm, Prof. Dr. J. Fuchs  
Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität  
Fabeckstraße 34/36, D-14195 Berlin  
Telefax: Int. + 30/838-2424

\*\* Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert.