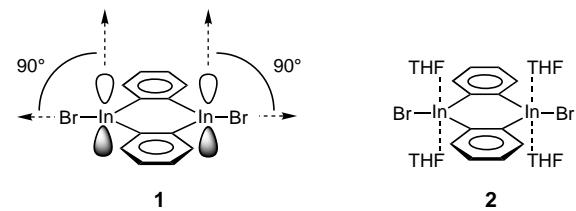


Ein bifunktioneller Lewis-saurer Baustein für selbstorganisierte molekulare Treppen und Leitern**

François P. Gabbaï,* Annette Schier und Jürgen Riede

Neutrale polyfunktionelle Lewis-Säuren entwickeln sich zu einer etablierten Klasse von Verbindungen, die sowohl als Rezeptoren für Anionen^[1] als auch als Katalysatoren^[2] eingesetzt werden. Ein neues Anwendungsgebiet ist der Einsatz dieser Verbindungen als elektrophile Spacer bei der molekularen Selbstorganisation. Durch einfaches Verbinden von Metallzentren mit polyfunktionellen Lewis-Basen wurden zahlreiche selbstorganisierte Koordinationsmakromoleküle erhalten.^[3] Dagegen dienten in nur wenigen Fällen polyfunktionelle Organometall-Lewis-Säuren als Linker zwischen Nucleophilen. Beispielsweise bilden Bis(stannylyl)methane^[4a] und Quecksilber-Kronenverbindungen^[4b, c] Oligo- und Polymere. 1997 wurden dann kationische Linker, die auf Palladium und Platin basieren, als Bausteine zur Synthese von Koordinationsdendrimeren^[5a] und molekularen Sechsecken^[5b] eingesetzt. Es besteht ein wachsendes Interesse daran, Koordinationsmakromoleküle^[6] als mikroporöse Feststoffe^[7] und als Katalysatoren^[8] zu verwenden. Lewis-saure Spacer sind ein vielversprechender neuer Ansatz, um die Möglichkeiten zum Aufbau selbstorganisierender Systeme zu erweitern. Wir berichten hier über den Einsatz neutraler, polyfunktioneller Lewis-saurer Spacer zur Herstellung von selbstorganisierten molekularen Treppen und Leitern.

Über die Synthese und Struktur der ersten *ortho*-Phenylen-indium-Komplexe wurde 1996 und 1997 berichtet.^[9] *Ortho*-Phenylen(indiumbromid) bildet ein Dimer (**1**) und wurde als Tetrakis(THF)-Addukt **2** isoliert.^[9a] Es enthält zwei elektro-

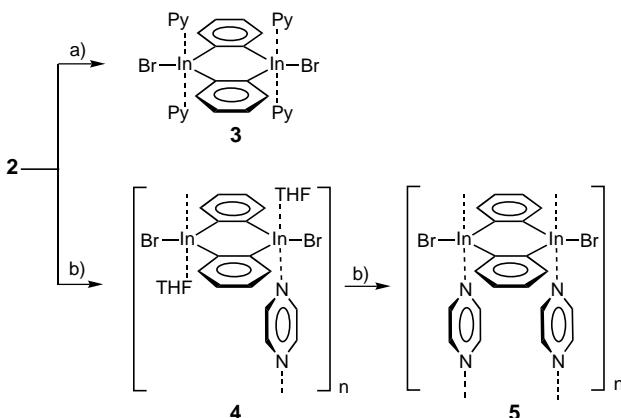


phile Indium-Zentren, die sich an den gegenüberliegenden Spitzen eines flachen Sechsringes befinden. Da die p-Orbitale an den Indium-Zentren senkrecht zur Ebene des Diindacycluses angeordnet sind, eignet sich **1** gut für den Aufbau von Koordinationsmakromolekülen, deren Bausteine rechtwinklig zueinander angeordnet sind.^[10]

[*] Dr. F. P. Gabbaï, Dr. A. Schier, J. Riede
Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Universität München
Lichtenbergstrasse 4, D-85747 Garching
Telefax: Int. +89/2891-3125
E-mail: F.Gabbaï@lrz.tu-muenchen.de

[**] Diese Arbeit wurde von der Europäischen Gemeinschaft (Training and Mobility of Researchers Program) und der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt. Herrn Professor H. Schmidbaur danken wir für die Förderung dieser Arbeiten.

Um abschätzen zu können, wie stark die koordinierten THF-Moleküle gebunden sind, wurde **2** in THF mit einem Überschuß an Pyridin umgesetzt. Bei 25°C bildeten sich spontan Kristalle von **3** (Schema 1). Die Struktur von **3**^[11] im



Schema 1. Reaktionen von **2** mit Pyridin (Py) und Pyrazin in THF bei 25°C. a) Überschuß Pyridin; b) 2 Äquiv. Pyrazin.

Kristall ähnelt sehr derjenigen von **2**, wobei in **3** an den axialen Positionen der Indiumatome Pyridin- statt THF-Moleküle koordiniert sind.

Die Isolierung von **3** gab uns Hinweise auf die Nucleophile, mit denen **1** umgesetzt werden muß, um Koordinationspolymere zu erhalten. Wurden ein oder zwei Äquivalente Pyrazin zu **2** in [D₈]THF gegeben, so bildete sich kein Niederschlag. Da die chemischen Verschiebungen der aromatischen Protonen von **2** und Pyrazin unverändert bleiben, kann auch eine starke Assoziation in Lösung ausgeschlossen werden. Pyrazin wird somit nicht gebunden und **1** liegt weiterhin als Tetrakis(THF)-Addukt **2** vor. Kühlte man jedoch eine Lösung von **2** in THF, die ein oder zwei Äquivalente Pyrazin enthält, langsam ab, so bildeten sich Kristalle einer neuen Verbindung (**4**·2 THF) (Schema 1). Das ¹H-NMR-Spektrum zeigt, daß je Molekül **1** ein Molekül Pyrazin und vier Moleküle THF enthalten sind.^[12] Werden die Kristalle einer trockenen, inerten Atmosphäre ausgesetzt, so verwittern sie durch teilweisen Verlust von THF, was die Elementaranalyse belegt. Verbindung **4** kristallisiert mit zwei interstitiellen Molekülen THF und besteht aus polymerem [1-(THF)₂-pyrazin]_n.^[11] Abbildung 1 zeigt einen Ausschnitt der Polymerkette. Der Diindacyclus ist im Rahmen der Meßgenauigkeit planar und die Brom-Atome sind um 0.274 Å gegenüber der Ebene, die die Phenylringe und die Indium-Atome enthält, versetzt. Die Indium-Atome sind trigonal-bipyramidal koordiniert und zeigen keine nennenswerte Winkeldeformation. Die beiden Phenylringe und das Brom-Atom befinden sich in den äquatorialen Positionen. Ein THF- und ein Pyrazin-Molekül besetzen unsymmetrisch die axialen Positionen. Die In-C-, In-Br- und In-O(1)-Abstände liegen im erwarteten Bereich und sind denen in **2** ähnlich.^[9a] Die In-N-Bindungslänge von 2.478(5) Å entspricht nahezu dem durchschnittlichen In-N-Abstand in **3** (2.477 Å).

Die polymere Natur von **4** wird bei Betrachtung des 3D-Netzwerks deutlich. Die „unendlichen“ Ketten verlaufen

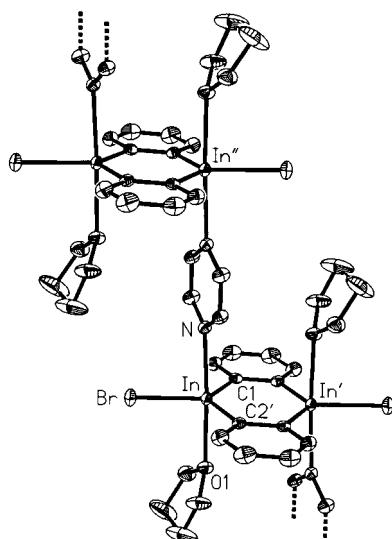


Abb. 1. Ansicht zweier Monomereinheiten des Polymers **4**. ORTEP-Darstellung, Ellipsoide mit 30% Wahrscheinlichkeit. Ausgewählte Abstände [Å] und Winkel [°]. In-C(1) 2.156(3), In-C(2)' 2.515(3), In-Br 2.542(1), In-O(1) 2.463(4), In-N 2.478(3); C(1)-In-C(2)' 124.0(1), C(1)-In-Br 113.1(1), C(2)'-In-Br 122.7(1), N-In-O(1) 177.6(1).

parallel zueinander, ohne daß sie sich nahe genug kommen, um stärkere Wechselwirkungen zwischen den Ketten auszubilden. Die Monomereinheiten **1**-(THF)₂-pyrazin sind durch einfache In-N-Verbrückungen miteinander verbunden. Alle Diindacyclen sind parallel zueinander ausgerichtet. Die In"-In-In'-Winkel sind mit 94.8° annähernd rechtwinklig (Abb. 1). Dadurch erinnert die Kette in **4** an eine Treppe mit den Diindacyclen als Stufen. Die THF-Lösungsmittelmoleküle besetzen den freien Raum, der zwischen den Kettensträngen entsteht, sind dabei jedoch nicht an die Metallzentren koordiniert.

Als nächstes hatten wir uns zum Ziel gesetzt, die Stöchiometrie im Selbstorganisationsprozeß von **1** mit Pyrazin zu kontrollieren. Wurde das Verhältnis von Pyrazin zu **1** in THF auf vier erhöht, so kristallisierte spontan eine neue Verbindung (**5**·2THF) aus (Schema 1). Die erhaltenen blaßgelben Nadeln haben in ihrer mechanischen Belastbarkeit eine hohe Richtungsabhängigkeit, sie lassen sich entlang der Wachstumsachse leicht spalten. Das ¹H-NMR-Spektrum dieser Verbindung zeigt, daß pro Molekül **1** zwei Moleküle Pyrazin und zwei Moleküle THF vorhanden sind.^[12] Analog wie bei **4**·2THF beobachtet, verlieren auch die Kristalle von **5**·2THF bei 25 °C in einer trockenen Inertgasatmosphäre rasch THF. Eine Röntgenstrukturanalyse lieferte genauere Einblicke in die Struktur:^[11] **5** kristallisiert mit zwei interstitiellen THF-Molekülen und besteht aus polymerem [**1**-(pyrazin)₂]_n. Die Struktur der monomeren Grundeinheit läßt sich aus der von **3** ableiten, indem die vier axialen Pyridin-Moleküle durch zwei verbrückende Pyrazin-Liganden ersetzt werden (Abb. 2).

Alle Abstände und Winkel in **5** sind vergleichbar mit denen in **3** und **4**, mit Ausnahme der deutlich längeren In-N-Abstände (2.528(4)–2.540(4) Å). Wie in **4** verlaufen die „unendlichen“ Ketten in **5** parallel zueinander, ohne das sie sich nahe genug kommen, um stärkere Wechselwirkungen zwischen den Ketten auszubilden. Im Gegensatz zu **4** sind die

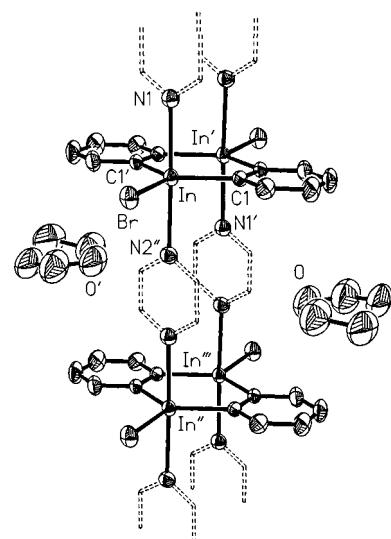


Abb. 2. Ansicht zweier Monomereinheiten von Polymer **5** mit interstitiellen THF-Molekülen. ORTEP-Darstellung, Ellipsoide mit 30% Wahrscheinlichkeit. Die fehlgeordneten Pyrazin-Moleküle sind gestrichelt in ihrer Durchschnittsposition angegeben. Ausgewählte Abstände [Å] und Winkel [°]. In-C(1) 2.159(3), In-Br 2.523(1), In-N(1) 2.528(4), In-N(2)" 2.540(4); C(1)-In-C(1)' 122.4(2), C(1)-In-Br 188.8(1), N(1)-In-N(2)' 176.5(1).

einzelnen Monomere von **5** durch zwei In-N-Verbrückungen verbunden. Somit ähnelt die Kettenstruktur von **5** einer Leiter mit den Diindacyclen als Sprossen und den [**1**-Pyrazin]_n-Einheiten als parallelen Holmen (Abb. 2). Mit In"-In-In'- und In-In"-In'"-Winkeln von 88.6° bzw. 91.4° entsteht zwischen den einzelnen Sprossen der Leiter annähernd ein rechteckiger Hohlraum von 7.8 × 3.6 Å (In-In" × N1"-N2"). Die THF-Moleküle liegen in der Mitte zwischen zwei Sprossen, dringen jedoch nicht tief genug in den Hohlraum ein, um intermolekulare Wechselwirkungen auszubilden zu können (Abb. 2).

Die Polymere **4** und **5** sind in unpolaren Lösungsmitteln unlöslich. Werden sie jedoch in ihrer THF-Mutterlauge kurzzeitig am Rückfluß erhitzt, so lösen sie sich vollständig auf. Dieser Prozeß ist reversibel, die Polymere bilden sich beim langsamen Erkalten der Lösung wieder. Werden die Polymere **4** und **5** in festem Zustand erhitzt, zeigen sie zu Beginn eine Trübung (0–50 °C) und zersetzen sich schließlich bei 300 bzw. 380 °C.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen deutlich, daß sich bifunktionelle Lewis-Säuren als Bausteine zur Synthese von Koordinationspolymeren eignen und als elektrophile Spacer betrachtet werden können. Das vielseitige System **1**/Pyrazin/THF ermöglicht sowohl die Kontrolle der Stöchiometrie als auch der Zusammensetzung des resultierenden Koordinationspolymers.

Experimentelles

3: Aus einer Lösung von **1**-(THF)₂^[9a] (40 mg, 58 µmol) in THF (0.5 mL) kristallisierte **3** nach Zusatz von Pyridin (25 µL, 310 µmol) spontan aus. Ausbeute: 79 % (40 mg); Schmp. 235 °C (Zers.); Elementaranalyse: ber. für C₃₂H₂₈Br₂In₂N₄: C 44.7, H 3.3, N 6.5; gef.: C 44.3, H 3.3, N 6.2.

4·2THF und **5**·2THF: **1**-(THF)₂ (69 mg, 100 µmol) und Pyrazin (16 mg, 200 µmol für **4**·2THF und 32 mg, 400 µmol für **5**·2THF) wurden in

Schlenk-Röhrchen gemischt und THF (2 mL) hinzugefügt. Die entstandene Lösung wurde vorsichtig solange eingeengt, bis sich Kristalle bildeten. Der gesamte Feststoff wurde durch kurzes Erhitzen der Mischung am Rückfluß wieder in Lösung gebracht. Beim langsamen Abkühlen der Lösung von 60 auf -15°C , erhielt man **4**·2THF und **5**·2THF als Kristalle in 67 (80 mg) bzw. 60 % (50 mg) Ausbeute. **4**·2THF und **5**·2THF verlieren bei 25°C spontan THF. Eine Elementaranalyse der „verwitterten“ Kristalle ergab nach einer Woche bei 25°C unter Atmosphärendruck einen THF-Verlust von 78 % für **4**·2THF und von 34 % für **5**·2THF.

Eingegangen am 15. Oktober 1997 [Z 11038]

Stichwörter: Indium • Lewis-Säuren • Metallacyclen • Polymere • Supramolekulare Chemie

- [1] Übersichtsartikel: a) B. Dietrich, *Pure Appl. Chem.* **1993**, *65*, 1457; b) D. E. Kaufmann, A. Otten, *Angew. Chem.* **1994**, *106*, 1917–1920; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1994**, *33*, 1832–1834; c) M. F. Hawthorne, Z. Zheng, *Acc. Chem. Res.* **1997**, *30*, 267–276; d) F. P. Schmidtchen, M. Berger, *Chem. Rev.* **1997**, *97*, 1609–1646.
- [2] a) T. Ooi, M. Takahashi, K. Maruoka, *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 11307–11308; b) J. D. Wuest, B. Zacharie, *ibid.* **1985**, *107*, 6121–6123.
- [3] a) J. L. Atwood, J. E. D. Davies, D. D. MacNicol, F. Vögtle, K. S. Suslick, *Comprehensive Supramolecular Chemistry*, Vol. 9, Pergamon, Oxford, **1996**; neuere Übersichtsartikel: b) E. C. Constable, *J. Chem. Commun. Chem. Soc.* **1997**, 1073–1080; c) A. Williams, *Chem. Eur. J.* **1997**, *3*, 15–19; d) H. Plenio, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 358–360; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 348–350.
- [4] a) M. Austin, K. Gebreyes, H. G. Kuivila, K. Swami, J. A. Zubietta, *Organometallics* **1987**, *6*, 834–842; b) Z. Zheng, C. B. Knobler, M. D. Mortimer, M. F. Hawthorne, *Inorg. Chem.* **1996**, *35*, 1235–1243; c) I. A. Tikhonova, F. M. Dolgushin, A. I. Yanovsky, Y. T. Struchkov, A. N. Gavrilova, L. N. Saitkulova, E. S. Shubina, L. M. Epstein, G. G. Furin, V. B. Shur, *J. Organomet. Chem.* **1996**, *508*, 271–273.
- [5] a) W. T. S. Huck, R. Hulst, P. Timmerman, F. C. J. M. van Veggel, D. N. Reinhoudt, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 1046–1049; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 1006–1008; b) P. J. Stang, N. E. Persky, J. Manna, *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, *119*, 4777–4778.
- [6] a) C. Janiak, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 1499–1502; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 1431–1434; b) P. Ball, *Designing the Molecular World*; Princeton University Press, New Jersey, **1994**.
- [7] a) M. Kondo, T. Yoshitomi, K. Seki, H. Matsuzaka, S. Kitagawa, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 1844–1846; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 1725–1727; b) O. M. Yaghi, H. Li, *ibid.* **1995**, *107*, 232–234 und **1995**, *34*, 207–209; c) S. Subramanian, M. J. Zaworotko, *ibid.* **1995**, *107*, 2295–2297 und **1995**, *34*, 2127–2129; d) O. M. Yaghi, H. Li, *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 295–296. e) G. B. Gardner, D. Venkataraman, J. S. Moore, J. S. Lee, *Nature* **1995**, *374*, 792–795.
- [8] M. Fujita, Y. J. Kwon, S. Washizu, K. Ogura, *J. Am. Chem. Soc.* **1994**, *116*, 1151–1152.
- [9] a) F. P. Gabbaï, A. Schier, J. Riede, D. Schichl, *Organometallics* **1996**, *15*, 4119–4121; b) M. A. Dam, T. Nijbacker, B. C. de Pater, F. J. J. de Kanter, O. S. Akkerman, F. Bickelhaupt, W. J. J. Smeets, A. L. Speck, *ibid.* **1997**, *16*, 511–512.
- [10] a) P. Losier, M. J. Zawortko, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 2957–2960; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 2779–2782; b) M. Fujita, Y. J. Kwon, O. Sasaki, K. Yamaguchi, K. Ogura, *J. Am. Chem. Soc.* **1995**, *117*, 7287–7288; c) J. Whiteford, C. V. Lu, P. J. Stang, *ibid.* **1997**, *119*, 2524–2533; d) M. Fujita, *J. Synth. Org. Chem. Jpn.*, **1996**, *54*, 953; e) H. Rauter, I. Mutikainen, M. Blomberg, C. J. L. Lock, P. Amo-Ochoa, E. Freisinger, L. Randaccio, E. Zangrandino, E. Charparin, B. Lippert, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 1353–1357; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, 1296–1231.
- [11] Kristallstrukturanalysen: Diffraktometer: Enraf Nonius CAD4, Mo-K α -Strahlung ($\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$), Daten wurden auf Lorentz- und Polarisations-Effekte und Absorptions-korrigiert [psi-scans], Strukturlösungen: Direkte Methoden mit SHELXS-86, Verfeinerung gegen F^2 (SHELXL-93),^[13] alle Wasserstoffatome wurden lokalisiert und mit isotropen thermischen Auslenkungsparametern verfeinert ($U_{\text{iso}(\text{fix})} = 1.5 U_{\text{eq}}$ des gebundenen C), Nichtwasserstoffatome wurden

mit anisotropen thermischen Auslenkungsparametern verfeinert, mit Ausnahme der des einen Pyridin-Rings in **3** [N22-C225], der isotrop als starre Gruppe behandelt wurde. Die Pyrazin-Ringe in **5**·2THF sind fehlgeordnet und wurden in gesplitteten Positionen verfeinert. Die Minimierungsfunktion war $wR2 = \{[\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2]/[\sum w(F_o^2)^2]\}^{1/2}$, $w = [\sigma^2(F_o^2) + (ap)^2 + bp]^{-1}$, $p = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$. Strukturdaten: **3**: $C_{32}H_{28}Br_2In_2N_4$, $M_r = 858.04$, triklin, $a = 9.489(1)$, $b = 9.915(1)$, $c = 16.846(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 88.21(1)$, $\beta = 87.47(1)$, $\gamma = 86.72(1)^\circ$, Raumgruppe $P\bar{1}$, $Z = 2$, $V = 1580.1(3) \text{ \AA}^3$, $D_{\text{ber}} = 1.803 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 832$, $T = -80^\circ\text{C}$, $\mu(\text{Mo-K}_\alpha) = 40.15 \text{ cm}^{-1}$, $T_{\min}/T_{\max} = 0.731/0.999$, von 9904 gemessenen Reflexen [$(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0.64 \text{ \AA}^{-1}$] wurden 6780 zur Verfeinerung herangezogen, 319 vereinigte Parameter, $R_1(wR_2) = 0.0404$ (0.1000), $a = 0.0437$, $b = 5.39$, Restelektronendichten: +1.91/−0.94 e \AA^{-3} . **4**·2THF: $C_{32}H_{44}Br_2In_2N_2O_4$, $M_r = 904.15$, monoklin, $a = 8.716(1)$, $b = 10.609(1)$, $c = 19.359(2) \text{ \AA}$, $\beta = 91.46(1)^\circ$, Raumgruppe $P2_1/c$, $Z = 2$, $V = 1789.5(3) \text{ \AA}^3$, $D_{\text{ber}} = 1.689 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 900$, $T = -74^\circ\text{C}$, $\mu(\text{Mo-K}_\alpha) = 35.57 \text{ cm}^{-1}$, $T_{\min}/T_{\max} = 0.757/0.999$, von 3688 gemessenen Reflexen [$(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0.64 \text{ \AA}^{-1}$] wurden 3583 zur Verfeinerung verwendet, 190 verfeinerte Parameter, $R_1(wR_2) = 0.0277$ (0.0641), $a = 0.0318$, $b = 1.10$, Restelektronendichten: +1.02/−0.93 e \AA^{-3} . **5**·2THF: $C_{28}H_{32}Br_2In_2N_4O_2$, $M_r = 864.04$, monoklin, $a = 12.365(1)$, $b = 16.231(1)$, $c = 7.830(1) \text{ \AA}$, $\beta = 93.88(1)^\circ$, Raumgruppe $C2/m$, $Z = 2$, $V = 1567.9(3) \text{ \AA}^3$, $D_{\text{ber}} = 1.792 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 824$, $T = +20^\circ\text{C}$, $\mu(\text{Mo-K}_\alpha) = 40.50 \text{ cm}^{-1}$, $T_{\min}/T_{\max} = 0.834/0.999$, von 2896 gemessenen Reflexen [$(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0.64 \text{ \AA}^{-1}$] wurden 1432 zur Verfeinerung verwendet, 111 verfeinerte Parameter, $R_1(wR_2) = 0.0292$ (0.0626), $a = 0.0769$, $b = 0.20$, Restelektronendichten: +0.62/−0.67 e \AA^{-3} . Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen Fax: int +7247/808-666 (Frau S. Höhler-Schlamm); e-mail: crysdata@fiz-karlsruhe.de), unter den Hinterlegungsnummern CSD 407782, CSD 407781 and CSD 407780 angefordert werden.

- [12] Nach portionsweiser Zugabe von Pyrazin ($2 \times 4 \text{ mg}$, $2 \times 50 \mu\text{mol}$) zu **2** (34 mg **1**-(THF)₂,^[9a] 50 μmol) in [D₈]THF (0.5 mL) änderten sich die chemischen Verschiebungen der aromatischen Protonen von **2** und Pyrazin nicht. Vor Aufnahme der NMR-Spektren wurden Proben der Verbindungen **3**–**5** für kurze Zeit auf 65°C erhitzt, um sie vollständig zu lösen. Für die Verbindungen **4**–**5** entsprachen sowohl in den ¹H- als auch in den ¹³C-NMR-Spektren die chemischen Verschiebungen der entsprechenden Diindacylus-Phenylenatome denen der Verbindung **2**^[9a] und die chemischen Verschiebungen der Pyrazinatome denen der freien Base in [D₈]THF. **3**: ¹H-NMR (400 MHz, [D₈]THF): $\delta = 7.13$ (m, 4H; H(2, 3, 6, 7)), 7.33 (m, 8H; H(3, 5), py), 7.57 (m, 4H; H(1, 4, 5, 8)), 7.75 (m, 4H; H(4), py), 8.54 (m, 8H; H(2, 6), py). ¹³C-NMR (400 MHz, [D₈]THF): $\delta = 125.0$ (s, C(3, 5), py), 127.7 (s, C(2, 3, 6, 7)), 137.7 (s, C(1, 4, 5, 8), 137.8 (s, C(4), py), 150.4 (s, C(2, 6)) 170.2 (s, CIn).
- [13] SHELXL-93, G. M. Sheldrick, Programm zur Strukturverfeinerung, Universität Göttingen, **1993**. SHELXTL PLUS, Program-Paket für Strukturlösung und -verfeinerung, Version 4.2, Siemens Analytical Instruments Inc., Madison, Wisconsin, **1990**.