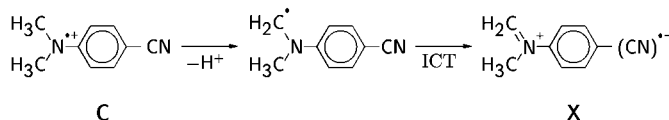


sationen unter Beteiligung aliphatischer Amine^[2b] schließen wir, dass die Reaktion $C \rightarrow X$ so verläuft, wie in Schema 2 gezeigt. Das primäre Ergebnis der Photoionisation des ICT-Tripletts muss das stickstoffzentrierte Radikalkation von



Schema 2. Chemische Zwischenschritte bei der Photoionisation von DMABN.

DMABN sein.^[10] Es ist bekannt, dass solche Aminiumradikalkationen leicht am α -Kohlenstoffatom deprotoniert werden, was α -Aminoalkylradikale ergibt,^[11] und dass letztere stark reduzierende Spezies sind.^[12] Die Benzonitrilradikalanioneneinheit, die schon im ladungstrennten Triplet enthalten war, wird somit durch einen anderen ICT-Prozess regeneriert und steht dann für eine zweite Photoionisation zur Verfügung. Dieser Mechanismus wird durch zwei experimentelle Beobachtungen gestützt. Erstens findet man in Wasser/Alkohol-Gemischen statt einer mizellaren Umgebung eine leichte pH-Abhängigkeit: Bei pH 12 werden noch zwei Elektronen pro Molekül DMABN gebildet, aber bei pH 6, wo man erwarten würde, dass die Deprotonierung von C langsamer ist, wird dieser Grenzwert nicht mehr ganz erreicht, was darauf hinweist, dass die Deprotonierung geschwindigkeitsbestimmend wird. Zweitens erhält man mit *para*-Aminobenzonitril, wo diese spezielle Deprotonierung nicht mehr möglich ist, in der Tat nur ein Elektron aus einem Substratmolekül (siehe hierzu auch Lit. [10]).

Eingegangen am 20. Februar 2001 [Z16649]

- [1] Siehe z. B.: a) G. Steinberg-Yfrach, P. A. Liddell, C.-C. Hung, A. L. Moore, D. Gust, T. A. Moore, *Nature* **1997**, 385, 239–240; b) H. Schindelin, C. Kisker, J. L. Schlessman, J. B. Howard, D. C. Rees, *Nature* **1997**, 387, 370–376; c) M. H. B. Stowell, T. M. McPhillips, D. C. Rees, S. M. Soltis, E. Abresch, G. Feher, *Science* **1997**, 276, 812–816.
- [2] a) V. Zubarev, M. Goez, *Angew. Chem.* **1997**, 109, 2779–2781; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, 36, 2664–2666; b) M. Goez, V. Zubarev, G. Eckert, *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, 120, 5347–5348; c) M. Goez, V. Zubarev, *J. Phys. Chem. A* **1999**, 103, 9605–9613; d) M. Goez, V. Zubarev, *Chem. Phys.* **2000**, 256, 107–116.
- [3] M. Goez, D. Leine, unveröffentlichte Ergebnisse.
- [4] G. Köhler, G. Grabner, K. Rotkiewicz, *Chem. Phys.* **1993**, 173, 275–290.
- [5] N. Chattopadhyay, M. van der Auweraer, F. C. De Schryver, *Chem. Phys. Lett.* **1997**, 279, 303–308.
- [6] M. Hashimoto, H. Hamaguchi, *J. Phys. Chem.* **1995**, 99, 7875–7877.
- [7] R. J. Visser, P. C. M. Weisenborn, J. Konijnenberg, B. H. Huizer, C. A. G. O. Varma, *J. Photochem.* **1986**, 32, 217–233.
- [8] Der Wert für ϵ_{830} wurde relativ zum Absorptionsmaximum bestimmt. Der Extinktionskoeffizient am Absorptionsmaximum stammt aus J. W. T. Spinks, R. J. Wood, *An Introduction to Radiation Chemistry*, 2. Aufl., Wiley, New York, **1976**.
- [9] T. Okada, M. Uesugi, G. Köhler, K. Rechthaler, K. Rotkiewicz, W. Rettig, G. Grabner, *Chem. Phys.* **1999**, 241, 327–337.
- [10] F. Saito, F. Tobita, H. Shizuka, *J. Photochem. Photobiol. A* **1997**, 106, 119–126.
- [11] G. P. Gardini, J. Bargon, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1980**, 757–758.
- [12] K.-O. Hillier, K.-D. Asmus, *J. Phys. Chem.* **1983**, 87, 3682–3688.

$[(\mu_4\text{-H})\text{Rh}_4(\text{PNNP})_2(\text{CO})_4]^+$: eine neuartige Hydrid-Verbrückung**

Shukichi Tanaka und Munetaka Akita*

Hydridbrücken kommt als Strukturmerkmal von Übergangsmetall-Clusterverbindungen eine Schlüsselfunktion zu,^[1] und man kennt eine ganze Reihe derartiger Stoffe mit zwei- (μ) oder dreifach (μ_3) verbrückenden Hydridliganden. Noch selten sind aber Fälle, wo ein Hydridligand mehr als drei Metallatome verbrückt (Abbildung 1). Unseres Wissens sind

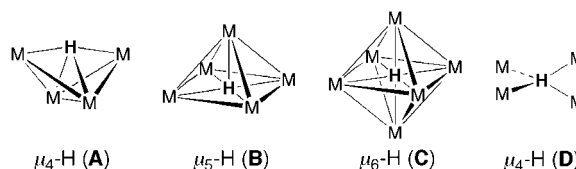
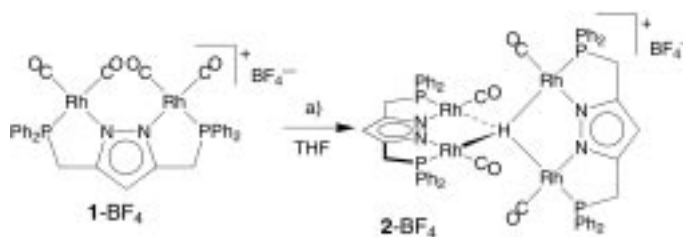


Abbildung 1. Die verschiedenen Strukturtypen für Verbindungen mit Hydridliganden, die mehr als drei Metallzentren verbrücken.

bislang nur je ein μ_4 - und μ_5 -Hydridkomplex bekannt und gerade einmal drei Strukturtypen A–C von μ_n -H-Komplexen ($n \geq 4$) charakterisiert.^[2] In allen bisherigen Beispielen waren die mehrfach verbrückenden Hydridliganden in das Clustergerüst eingebettet wie in A–C. Im Verlauf unserer Studien zur Wechselwirkung zweikerniger Spezies mit Hydrosilanen^[3] stießen wir auf einen neuartigen μ_4 -Hydridliganden vom Typ D, welcher vier isolierte Metallzentren nur über M-H-Bindungen zusammenhält. Wie wir im Folgenden zeigen, ist demnach ein durch Metall-Metall-Bindungen stabilisiertes Clustergerüst keineswegs eine Voraussetzung für eine mehrfache Verbrückung durch einen Hydridliganden.

Wenn man eine Lösung von $[\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_4]\text{BF}_4$ 1-BF₄ (PNNP = 3,5-Bis(diphenylphosphanyl)methyl)pyrazolat^[4] mit Hydrosilanen wie HSiEt₃, HSiMe₂Ph oder H₂SiPh₂ behandelt (Schema 1), fällt das purpurfarbene Produkt 2-BF₄ aus. Dessen ¹H-NMR-Spektrum zeigt ein kompliziertes Hydrid-Signal (Abbildung 2a). Die Intensität des ¹H-NMR-Signals und das Elektrosprayionisations(ESI)-MS-Spektrum (m/z 1451 [Molekülionensignal von 2]) legen die



Schema 1. a) HSiR₃ (HSiEt₃, HSiMe₂Ph oder H₂SiPh₂).

[*] Prof. Dr. M. Akita, S. Tanaka
Chemical Resources Laboratory
Tokyo Institute of Technology
4259 Nagatsuta, Midori-ku, Yokohama 226-8503 (Japan)
Fax: (+81)45-924-5230
E-mail: makita@res.titech.ac.jp

[**] PNNP = 3,5-Bis(diphenylphosphanyl)methyl)pyrazolat.

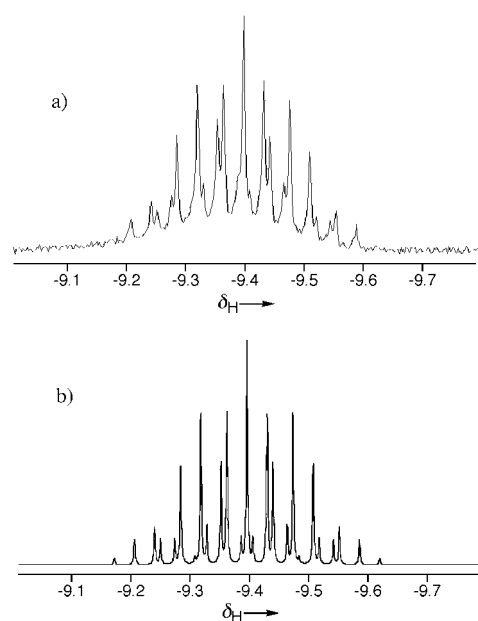


Abbildung 2. 400-MHz- ^1H -NMR-Spektren von **2**-BF $_4$ (μ_4 -Hydrid-Region): a) gemessenes Spektrum (in CD_2Cl_2); b) simuliertes Spektrum, $\delta = -9.39$ ($J(\text{Rh},\text{H}) = 31.2$, $J(\text{P},\text{H}) = 13.6$ Hz).

Bildung des Dimers $[(\text{H})\text{Rh}_4(\text{PNNP})_2(\text{CO})_4]\text{BF}_4$ **2**-BF $_4$ nahe. Dass unabhängig vom eingesetzten Hydrosilan immer das gleiche Produkt erhalten wurde, belegt, dass das Silan nur als Hydridquelle dient; durch Umsetzung von **1**-BF $_4$ mit $[\text{D}_2]\text{SiPh}_2$ wird selektiv in der Brückenposition deuteriertes $[\text{D}_1]\text{2-BF}_4$ erhalten, wie ^1H -NMR- und ESI-MS-analytisch belegt wurde. Spektroskopisch zeigt die $[\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]$ -Einheit von **2** nur je einen Signalsatz für die CH_2PPh_2 - (^1H -, ^{13}C -, ^{31}P -NMR), die Pyrazolyl- (^1H -, ^{13}C -NMR) und die CO-Gruppen (IR und ^{13}C -NMR), woraus man auf eine Struktur mit vierzähliger Symmetrie schließen kann. Das komplizierte Hydridsignal resultiert aus einer Kopplung mit den vier äquivalenten Rh-P-Einheiten, wie eine Simulation nahelegte ($^1J(\text{Rh},\text{H}) = 31.2$, $^2J(\text{P},\text{H}) = 13.6$ Hz; Abbildung 2b). Die spektroskopischen Daten sind somit in Einklang mit einer symmetrisch durch einen μ_4 -Hydridliganden verbrückten tetraedrischen oder quadratisch-planaren Rh_4 -Anordnung: $[(\mu_4\text{-H})\text{Rh}_4(\text{PNNP})_2(\text{CO})_4]\text{BF}_4$ **2**-BF $_4$.

Zwar gelang es trotz vieler Versuche nicht, Einkristalle von **2**-BF $_4$ zu züchten, aber nach Anionenaustausch mit NaBPh $_4$ erhielt man $[(\mu_4\text{-H})\text{Rh}_4(\text{PNNP})_2(\text{CO})_4]\text{BPh}_4$ **2**-BPh $_4$ in Form tiefpurpurfarbener Täfelchen, die für eine Kristallstrukturanalyse geeignet waren (Abbildung 3).^[5] Die beiden $[\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]$ -Untereinheiten stehen fast senkrecht aufeinander und bilden so ein Rh_4 -Tetraeder, in dessen Mittelpunkt das isotrop verfeinerte Hydridion (H1) lokalisiert werden kann – in Übereinstimmung mit den spektroskopischen Befunden. Somit ist **2**-BPh $_4$ nach $[(\mu_4\text{-H})\text{W}_4(\text{OCH}_2\text{tBu})_{12}]^{[2a,b]}$ der zweite $(\mu_4\text{-H})\text{M}_4$ -Komplex, in dem der μ_4 -Hydridligand von einem schmetterlingsförmigen M_4 -Cluster-Gerüst (Typ **A**; Abbildung 1) umgeben ist.

Das Rh_4 -Tetraeder in **2** ist geringfügig verzerrt; die Rh...Rh-Abstände zwischen den beiden Untereinheiten liegen bei 2.89–3.10 Å (Rh1-Rh3 2.9083(9), Rh1-Rh4 2.8890(7), Rh2-

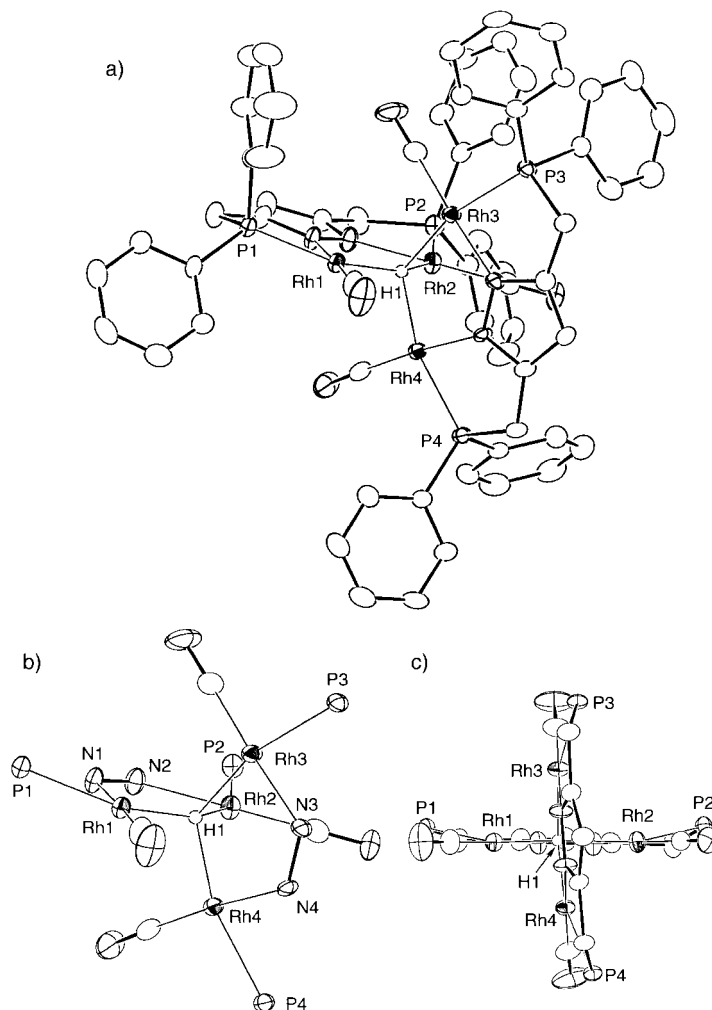


Abbildung 3. a) Molekülstruktur des Kations von **2**-BPh $_4$ (thermische Ellipsoide für 30% Aufenthaltswahrscheinlichkeit); b) der Kern der Struktur; c) Seitenansicht.

Rh3 3.1022(6), Rh2-Rh4 2.8969(8); Rh1-Rh2 3.4730(8), Rh3-Rh4 3.4153(6) Å, und das H1-Atom ist von den vier Rh-Zentren nicht gleich weit entfernt (Rh-H 1.70–2.05 Å). Die Seitenansicht (Abbildung 3c) zeigt, dass in beiden $[\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]$ -Untereinheiten die beiden am zentralen Pyrazolylsystem anellierten fünfgliedrigen RhPC_2N -Chelatringer in gleicher Richtung leicht gefaltet sind, was zu Briefumschlag-Konformationen und damit zur Verzerrung führt. In Lösung wird die Verzerrung durch rasches Umklappen der Chelatringer ausgeglichen, sodass sich die spektroskopisch charakterisierte, im zeitlichen Mittel symmetrische Struktur ergibt. Beim Abkühlen bis auf -80°C verändern sich die ^1H - (Rh-H) und ^{31}P -NMR-Signale nicht. Die Rh...Rh-Abstände sind nur geringfügig größer als die Summe der Rh-Atomradien (2.68 Å). Wenn eine bindende Wechselwirkung zwischen den Rh-Atomen vorläge, sollte diese die quadratisch-planare Koordinationsgeometrie des d^8 -Zentralatoms Rh^{I} verzerren. Bemerkenswerterweise sind jedoch alle vier Rh-Koordinations Ebenen nahezu völlig planar (Summe der Winkel zwischen den Liganden: $360(3)^\circ$), damit dürften eine bindende Rh-Rh-Wechselwirkung vernachlässigbar und die kurzen Rh-Rh-Abstände eine Folge der Verbrückung durch

das recht kleine Hydridion sein. Somit ist der Komplex **2** das erste μ_4 -Hydrid vom Typ **D** in Form eines diskreten Moleküls (Kations). Die Abkapselung des Hydridions von der Außenwelt durch das Rh₄-Tetraeder erklärt auch die Stabilität von **2-BF₄** in CH₂Cl₂.

Der μ_4 -Hydridkomplex **2-BF₄** entsteht vermutlich in zwei Schritten: Zunächst findet eine Hydridübertragung von HSiR₃ auf **1-BF₄** statt, und es entsteht das neutrale zweikernige μ -Hydridintermediat $[(\mu\text{-H})\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]$, das dann mit einem zweiten Molekül **1-BF₄** weiterreagiert. Wie schon Bosnich et al. vermerkten,^[4] entsteht durch Abspaltung der zum P-Atom *trans*-ständigen labilen CO-Liganden in **1-BF₄** ein koordinativ ungesättigtes Intermediat, das vom Hydridliganden in $[(\mu\text{-H})\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]$ unter Bildung von **2-BF₄** abgefangen wird. Mit LiHBEt₃ oder NaBH₄ entsteht aus **1-BF₄** nicht **2-BF₄**, sondern ein Gemisch nicht näher identifizierter Produkte.

Obwohl das Metallgerüst von **2** mit 58 Valenzelektronen gegenüber $(16 \times 4) = 64$ erwarteten einen Elektronenmangel aufweist, sollte solch eine ungesättigte Struktur durch die rund um das Rh₄-Tetraeder platzierten sperrigen PNNP-Liganden kinetisch stabilisiert sein. Vorläufigen Extended-Hückel-Molekülorbital(EHMO)-Untersuchungen zufolge ist die vierkernige Struktur eine Folge der Wechselwirkung des Hydridorbitals mit dem LUMO des $[\text{Rh}_4(\text{PNNP})_2(\text{CO})_4]^{2+}$ -Fragments, wobei die vier σ -d-Orbitale der Rh-Atome bei einer Kombination in Phase zum Mittelpunkt des Rh₄-Tetraeders, also in Richtung des μ_4 -Hydridliganden, weisen. Bei der oben erwähnten μ_4 -H-Tetrawolfram-Clusterverbindung liegen ähnliche MO-Verhältnisse vor.^[2a,b]

Mehrfach verbrückende Hydridliganden $\mu_n\text{-H}$ ($n \geq 4$) müssen im Unterschied zu den bislang bekannten Beispielen (**A**–**C**; Abbildung 1) nicht zwangsläufig in einen durch Metall-Metall-Bindungen zusammengehaltenen Cluster eingebunden sein. Im hier vorgestellten Beispiel befindet sich das Hydridion nicht in einer schützenden Cavität des Clusters, sondern bindet die vier isolierten, d.h. nicht durch Metall-Metall-Bindungen verknüpften Rhodiumzentren. Die Rh-H-Wechselwirkungen sind dabei so stark, dass der Abstand zwischen den Rh-Zentren ähnlich groß ist wie die Summe der Rh-Atomradien. Die einzigartigen Eigenschaften des $[\text{Rh}_2(\text{PNNP})(\text{CO})_2]^+$ -Fragments mit den zwei freien *cis*-orientierten Koordinationsstellen sind Gegenstand derzeitiger Untersuchungen.

Experimentelles

2-BF₄: Zu einer Lösung von HSiEt₃ (40 μ L, 0.25 mmol) in THF (20 mL) gab man **1-BF₄** (258 mg, 0.272 mmol) und rührte das Gemisch bei Raumtemperatur bis zum Ende der Gasentwicklung (ca. 1.5 h). Die überstehende Flüssigkeit wurde mit einer Kanüle entfernt, der zurückbleibende purpurfarbene Niederschlag mit sehr wenig THF gewaschen und bei verringertem Druck getrocknet. **2-BF₄** fiel als tiefpurpurrotes Pulver an (119 mg, 0.078 mmol, 57 % Ausbeute). Aus CH₂Cl₂/Hexan kristallisierten Plättchen gleicher Farbe. ¹H-NMR (400 MHz, CD₂Cl₂, 25 °C): δ = –9.39 (Quintett eines Quintetts, ¹J(Rh,H) = 31.2, ²J(P,H) = 13.6 Hz, 1 H; $\mu_4\text{-H}$), 3.68 (d, ²J(P,H) = 10 Hz, 8 H; CH₂P), 6.24 (s, 2 H; 4-Pyrazolyl(pz)-Ringproton), 7.4–7.7 (m, 40 H; Ph); ³¹P{¹H}-NMR (81 MHz, CDCl₃, 25 °C): δ = 57.41 (d, ¹J(Rh,P) = 200 Hz); ¹³C{¹H}-NMR (100 MHz, CD₂Cl₂, 25 °C):

δ = 192.4 (dd, ¹J(Rh,C) = 62, ²J(P,C) = 11 Hz; Rh-CO), 155.4 (dd, ¹J = 9, 4 Hz; 3,5-pz), 133.0 (d, ¹J(P,C) = 50 Hz; *ipso*-Ph), 132.9 (d, ²J(P,C) = 13 Hz; *o*-Ph), 131.7 (s; *p*-Ph), 129.5 (d, ³J(P,C) = 13 Hz; *m*-Ph), 100.3 (t, ¹J = 12 Hz; 4-pz), 31.8 (d, ¹J(P,C) = 29 Hz; CH₂P); IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 1983 cm^{–1} (CO); ESI-MS: *m/z*: 1451 [²⁺].

2-BPh₄: eine Lösung von **2-BF₄** (100 mg, 0.06 mmol) in THF/CH₂Cl₂ (1/1; 10 mL) wurde mit einer Lösung von NaBPh₄ (42 mg, 0.12 mmol) in THF/CH₂Cl₂ (1/1; 3 mL) versetzt und 20 min gerührt. Nach dem Einengen auf ca. 6 mL wurde das Rohprodukt durch Zusatz von Hexan (8 mL) ausgefällt, abfiltriert, in CH₂Cl₂ (1.5 mL) gelöst und abermals mit Hexan (1 mL) versetzt, woraufhin bei –20 °C purpurfarbendes **2-BPh₄** (80 mg, 0.045 mmol, 75 % Ausbeute) auskristallisierte.

Eingegangen am 20. März 2001 [Z16810]

- [1] a) *Comprehensive Organometallic Chemistry II* (Hrsg.: E. W. Abel, F. G. A. Stone, G. Wilkinson), Pergamon, Oxford, **1995**; b) D. F. Shriver, H. Kaesz, R. D. Adams, *The Chemistry of Metal Cluster Complexes*, VCH, New York, **1990**; c) *Metal Clusters in Chemistry, Vols. 1–3* (Hrsg.: P. Braunstein, L. A. Oro, P. R. Raithby), Wiley-VCH, Weinheim, **1999**.
- [2] $\mu_4\text{-H}$: $[(\mu_4\text{-H})\text{W}_4(\text{OCH}_2\text{tBu})_{12}]^-$: a) T. A. Budzichowski, M. H. Chisholm, J. C. Huffman, O. Eisenstein, *Angew. Chem.* **1994**, *106*, 203; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1994**, *33*, 191; b) T. A. Budzichowski, M. H. Chisholm, J. C. Huffman, K. S. Kramer, O. Eisenstein, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1998**, 2563; $\mu_5\text{-H}$: $[(\mu_5\text{-H})_2\text{Rh}_{13}(\text{CO})_{24}]^{3-}$: c) R. Bau, M. H. Drabnis, L. Garlaschelli, W. T. Klooster, Z. Xie, T. F. Koetzle, S. Martinengo, *Science* **1997**, *275*, 1099 zit. Lit.; $\mu_6\text{-H}$: $[(\mu_6\text{-H})\text{Ni}_{12}(\text{CO})_{21}]^{3-}$: d) R. W. Broach, L. F. Dahl, G. Longoni, P. Chini, A. J. Schultz, J. M. Williams, *Adv. Chem. Ser.* **1978**, *167*, 93; $[(\mu_6\text{-H})\text{Ru}_6(\text{CO})_{18}]^-$: e) C. R. Eady, B. F. G. Johnson, J. Lewis, M. C. Malatesta, P. Machin, M. McPartlin, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1976**, 945; f) P. F. Jackson, B. F. G. Johnson, J. Lewis, P. R. Raithby, M. McPartlin, W. J. H. Nelson, K. D. Rouse, J. Allibon, S. A. Mason, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1980**, 295; g) W. P. Mul, C. J. Elsevier, M. A. Vuurman, W. J. J. Smeets, A. L. Spek, J. L. de Boer, *J. Organomet. Chem.* **1997**, *532*, 89; $[(\mu_6\text{-H})\text{Co}_6(\text{CO})_{15}]^{3-}$: h) D. W. Hart, R. G. Teller, C.-Y. Wei, R. Bau, G. Longoni, S. Campanella, P. Chini, T. F. Koetzle, *Angew. Chem.* **1979**, *91*, 86; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1979**, *18*, 80; i) D. W. Hart, R. G. Teller, C.-Y. Wei, R. Bau, G. Longoni, S. Campanella, P. Chini, T. F. Koetzle, *J. Am. Chem. Soc.* **1981**, *103*, 1458; $[(\mu_6\text{-H})\text{Ru}_7(\text{CO})_{19}(\mu\text{-CNMe}_2)]^-$: j) R. D. Adams, J. E. Babin, J. T. Tanner, *Organometallics* **1988**, *7*, 2027.
- [3] M. Akita, *Appl. Catal.* **2000**, *200*, 153 zit. Lit.
- [4] T. G. Schenk, J. M. Downs, C. R. C. Milne, P. B. Mackenzie, H. Boucher, J. Whelan, B. Bosnich, *Inorg. Chem.* **1985**, *24*, 2334; T. G. Schenk, C. R. C. Milne, J. F. Sawyer, B. Bosnich, *Inorg. Chem.* **1985**, *24*, 2338; siehe auch: B. Bosnich, *Inorg. Chem.* **1999**, *38*, 2554.
- [5] Kristallstrukturdaten von **2-BPh₄ · 2CH₂Cl₂ · 0.5Hexan**: C₉₁H₈₅BN₄O₄P₄Cl₄Rh₄, *M_r* = 1983.74, triklin, Raumgruppe *P*1, *a* = 17.8753(14), *b* = 18.8768(13), *c* = 13.7743(10) Å, α = 103.703(3), β = 97.179(5), γ = 105.748(5)°, *V* = 4256.1(6) Å³, *Z* = 2, ρ_{ber} = 1.548 g cm^{–3}, μ = 1.016 cm^{–1}, *R*₁ = 0.0664 (gegen *F*²) für 11 879 unabhängige Reflexe (*wR*₂ = 0.1792 für alle 16 104 Daten) mit *F* > 4 σ (*F*) und 968 Parametern. Die Messungen wurden mit einem Rigaku-RAXIS-IV-Imaging-Plate-Flächendetektor und graphitmonochromatisierter MoK α -Strahlung bei –60 °C durchgeführt. Die Struktur wurde durch kombinierte Direkte (SHELXS86) und DIRDIF-Methoden gelöst und nach der Methode der kleinsten Quadrate mit den Programmen SHELXL97 und teXsan (Single Crystal Structure Analysis Package, Ver. 1.11, Rigaku Corporation, Tokio, **2000**) verfeinert. Die kristallographischen Daten (ohne Strukturaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-159668“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB21E2 (Fax: (+44) 1223-336-033; E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).