

Asymmetrische nucleophile Glyoxylierung durch metallierte α -Aminonitril-Derivate in Michael-Additionen an Nitroalkene**

Dieter Enders,* Maurice Hubert Bonten und Gerhard Raabe

Professor Hans-Joachim Gais zum 65. Geburtstag gewidmet

α -Ketosäuren und ihre Derivate spielen eine wichtige Rolle in der organischen Synthese^[1] und wurden zudem in Peptide eingebaut, um wirksame Inhibitoren von proteolytischen Enzymen wie Serin-, Cystein- und Aspartylproteasen herzustellen.^[2] Darüber hinaus sind sie Inhibitoren der Leukotriene-A4-Hydrolase.^[3] Sie sind integraler Bestandteil biologisch aktiver Naturstoffe wie 3-Desoxy-D-manno-octulosonsäure (KDO), (+)-3-Desoxy-D-glycero-D-galacto-2-nonulosonsäure (KDN) und N-Acetylneuraminsäure.^[1,4] Die Einführung der Ketosäure-Struktur in diese Verbindungen ist anspruchsvoll, und es wurden bereits mehrere Methoden zu ihrem Aufbau entwickelt, z.B. die Ozonolyse von α -Methylenestern,^[5] die Oxidation von α -Alkoxyestern mit MoO₅Py·HMPA (MoOPH; Py = Pyridin, HMPA = Hexamethylphosphoramid) unter Verwendung einer starken Base^[6] oder die Route über eine β -Eliminierung eines cyclischen Diolsulfits.^[7]

Mehrere Methoden basieren auf dem Konzept der Um-polen^[8] zur nucleophilen Einführung der α -Ketosäure-Einheit. 1994 publizierten Takahashi und Mitarbeiter ein geschütztes Cyanhydrin als chemisches Acylanion-Äquivalent für Alkylglyoxylat,^[9a] das später zur Synthese von KDO und KDN genutzt wurde.^[9b] Schmidt und Mitarbeiter synthetisierten die Ulosonsäure 3-Desoxy-D-arabino-2-heptulosonsäure (DAH), die eine wichtige Rolle bei der Biosynthese von Aminosäuren in Mikroorganismen und Pflanzen spielt; dabei setzten sie ein als Diethylthioacetal geschütztes Alkylglyoxylat stereoselektiv als C₂-Nucleophil ein.^[10] Außerdem wurde über Alkylierungen mit lithiierten, 1,3-Dithian-ge-schützten Alkylglyoxylaten berichtet.^[11] Unseres Wissens noch nicht untersucht wurde in diesem Zusammenhang der Einsatz einer Methode zur asymmetrischen nucleophilen Glyoxylierung. Hinzu kommt, dass die Zahl der Methoden für einen direkten Zugang zu enantiomerenangereicherten α -

Ketoestern eingeschränkt ist.^[12] Aus diesem Grund entwickelten wir eine asymmetrische Methode durch Anwendung eines metallierten Glyoxylat-Aminonitrils **B** als chirales Äquivalent für ein nucleophiles Glyoxylat-d¹-Synthon **A** (Abbildung 1).



Abbildung 1. Metalliertes Aminonitril **B** als chirales Äquivalent für ein nucleophiles Glyoxylat-d¹-Synthon **A**.

Die präparative Nützlichkeit von metallierten Aminonitriilen^[13] als maskierten Acylanion-Äquivalenten^[14] ist gut bekannt. Das enantiomerenreine sekundäre Amin (S,S)-**1** hat als chirales Auxiliar bereits exzellente asymmetrische Induktionen in vielen nucleophilen Acylierungen mit unterschiedlichen Michael-Aczeptoren ergeben.^[15] Zunächst prüften wir die Synthese des Glyoxylat-Aminonitrils **2**, ausgehend von einem Glyoxylatester, dem reinen sekundären Amin (S,S)-**1** und Kaliumcyanid in Wasser,^[16] in einer asymmetrischen Strecker-Reaktion. Dies scheiterte vermutlich an der Bildung eines Aldehydhydrats unter den Reaktionsbedingungen.^[17]

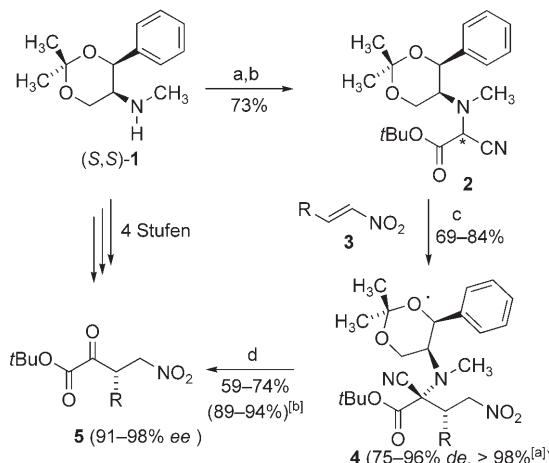
Als beste Methode erwies sich die Reaktion des reinen sekundären Amins (S,S)-**1** mit Chloracetonitril,^[18] weitere Funktionalisierung durch die Addition von Di-*tert*-butylid-carbonat (Boc₂O) und anschließende Umsetzung mit 2.0 Äquivalenten Lithiumdiisopropylamid (LDA).^[19] Diese zweistufige Umsetzung ergab in guter Ausbeute das Aminonitril **2** als Epimerengemisch (73 %; Schema 1).

Zur Bestimmung der besten Metallierungsbedingungen für das Glyoxylat-Aminonitril **2** wurden zunächst Testalkylierungen mit Methyliodid durchgeführt, denen zufolge Basen wie LDA oder *tert*-Butyllithium nicht geeignet sind und nur zu Spuren des methylierten Produkts führen. Die starke, gehinderte Base Kaliumdiisopropylamid (KDA) lieferte hingegen einen fast quantitativen Umsatz von **2** zum methylierten Derivat. Im nächsten Schritt wurde das metallierte Aminonitril mit verschiedenen Nitroalkenen **3** abgefangen, die exzellente Michael-Aczeptoren in asymmetrischen konjugierten Additionen sind^[20] und die Umwandlung der Nitrogruppe in viele andere funktionelle Gruppen ermöglichen.^[21] Für Aminonitrile aus einfachen Aldehyden wurde vor kurzem gefunden,^[22] dass die asymmetrische 1,4-Addition die

[*] Prof. Dr. D. Enders, Dipl.-Chern. M. H. Bonten, Prof. Dr. G. Raabe
Institut für Organische Chemie, RWTH Aachen
Landoltweg 1, 52074 Aachen (Deutschland)
Fax: (+49) 241-809-2127
E-Mail: enders@rwth-aachen.de
Homepage: <http://www.oc.rwth-aachen.de>

[**] Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie unterstützt. Wir danken der ehemaligen Firma Boehringer Mannheim GmbH, der BASF AG und der Bayer AG für Chemikalienspenden. Wir sind Dr. C. W. Lehmann, MPI Mülheim, dankbar für die Messung der Röntgendiffrakten.

Hintergrundinformationen zu diesem Beitrag sind im WWW unter <http://www.angewandte.de> zu finden oder können beim Autor angefordert werden.



[a] Nach Säulenchromatographie; [b] Rohausbeute.

Schema 1. Asymmetrische nucleophile Glyoxylierung von Nitroalkenen. a) ClCH_2CN , Et_3N , THF, Rückfluss, 5 h; b) Boc_2O , THF, -78°C , dann LDA, 3 h; c) KDA, THF, -78°C , dann 3; d) 2.0 N AgNO_3 , THF/ H_2O , RT, 7 d.

Michael-Addukte **4** in hohen Ausbeuten (69–84 %) und mit exzellenten Diastereomerüberschüssen (75–96 % *de*) ergibt; die *de*-Werte konnten durch Säulenchromatographie noch auf $\geq 98\%$ *de* gesteigert werden (Schema 1, Tabelle 1).

Tabelle 1: Synthese der Michael-Addukte **4**.

4	R	Ausb. [%]	<i>de</i> [%] ^[a]	$[\alpha]_D^{20}$ (c, CHCl_3)
a	Me	84	96 (>98)	+42.3 (1.48)
b	Et	81	96 (>98)	+47.5 (1.00)
c	<i>i</i> Pr	69	75 (>98)	+49.1 (1.00)
d	<i>c</i> - C_6H_11	75	92 (>98)	+32.1 (1.00)
e	BnOCH_2	78	96 (>98)	+33.9 (1.38)

[a] Durch ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektroskopie bestimmt. In Klammern: *de*-Wert nach Säulenchromatographie. Bn = Benzyl.

Das metallierte Aminonitril **2** ist damit ein effizientes asymmetrisches nucleophiles Glyoxylierungsreagens, das hohe asymmetrische Induktionen ergibt. Als sehr wichtig erwies sich eine konstante Reaktionstemperatur von -78°C , da ein Auftauen der Reaktionsmischung zu einer deutlichen Abnahme von Diastereoselektivität und Ausbeute führte. Für dieses Phänomen könnte die bei höheren Temperaturen auftretende *retro*-Michael-Addition verantwortlich sein. Eine weitere interessante Beobachtung war die Tatsache, dass dem sterischen Anspruch der Substituenten R klare Grenzen gesetzt sind: Führt der Wechsel von der Ethyl- zur Isopropylgruppe noch zu einer nur geringen Abnahme von Ausbeute und Diastereomerüberschuss, so kann im Fall von $\text{R} = t\text{Bu}$ bereits überhaupt kein Produkt mehr detektiert werden. Das metallierte Aminonitril **B** ist offensichtlich sterisch sehr anspruchsvoll, was aber andererseits die hohen asymmetrischen Induktionen ermöglicht.

Die Konfiguration der beiden neu entstandenen Stereozentren wurde durch Röntgenstrukturanalyse am Beispiel des Michael-Addukts **4e** zu *S,S* bestimmt (Abbildung 2).^[23] Da von einem einheitlichen Reaktionsmechanismus ausgegan-

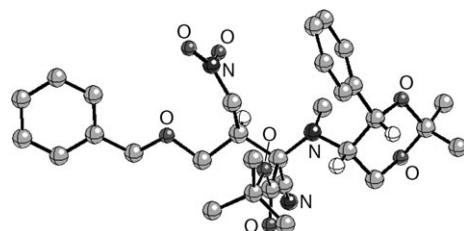


Abbildung 2. Struktur von **4e** im Kristall.

gen werden kann, sollten alle beschriebenen Verbindungen **4a–e** diese Konfiguration aufweisen. Erstaunlich ist die Tatsache, dass sich die relative Topizität umgekehrt zu den bisher bekannten Fällen verhält.^[13c,d] Mögliche Erklärungen hierfür sind die relativ geringe Größe des Nitrosubstituenten und die stark elektronenziehende Reaktivität der Nitroalkene.^[21a]

Zur Isolierung der α -Ketoester **5a–e** wurden die Michael-Addukte **4a–e** gespalten. Erste Versuche wurden mit Kupfersulfat durchgeführt, das bereits in verschiedenen asymmetrischen nucleophilen Aroylierungen eingesetzt worden war,^[15] sich jedoch als zu mildes Reagens für die Aminonitril-Spaltung erwies. Silbernitrat ergab hingegen einen fast quantitativen Umsatz zu den α -Ketoestern. Nach einer Reaktionsdauer von sieben Tagen wurden die glyoxylierten Produkte **5a–e** in sehr guten Rohausbeuten (89–94 %) erhalten, die nach Säulenchromatographie in guten Ausbeuten von 59–74 % isoliert wurden (Schema 1, Tabelle 2). Die

Tabelle 2: Spaltung der Michael-Addukte **4** zu den Ketoestern **5**.

5	R	Ausb. [%] ^[a]	<i>ee</i> [%] ^[b]	$[\alpha]_D^{20}$ (c, CHCl_3)	Konfig.
a	Me	70 (92)	91	-54.8 (0.80)	S
b	Et	63 (92)	96	-59.4 (0.50)	S
c	<i>i</i> Pr	74 (90)	94	-65.9 (0.70)	S
d	<i>c</i> - C_6H_11	62 (94)	98	-55.4 (1.00)	S
e	BnOCH_2	59 (89)	95	+17.7 (0.89)	R

[a] Ausbeute nach Säulenchromatographie. In Klammern: Rohausbeute.

[b] Durch CSP-HPLC bestimmt.

niedrigere Ausbeute ist auf die Bildung von β,γ -ungesättigten α -Ketoestern durch HNO_2 -Eliminierung auf Kieselgel zurückzuführen. Aus diesem Grund wurden keine aromatischen Nitroalkene eingesetzt. Die besten Ergebnisse wurden bei einer schnellen Reinigung über eine kurze Säule mit wenig Kieselgel erzielt (Schema 1, Tabelle 2).

HPLC-Messungen zufolge verläuft die Spaltung mit Silbernitrat fast ohne Racemisierung (91–98 % *ee*). Die Produkte **5a–e** sind, einmal isoliert, über einen größeren Zeitraum konfigurationsstabil. Die absolute Konfiguration der Ketoester **5** basiert auf der Röntgenstrukturanalyse von **4e** und ist *S* im Falle der Verbindungen **5a–d** und *R* für **5e**.

Zusammengefasst haben wir die erste asymmetrische nucleophile Glyoxylierungsmethode entwickelt, die auf dem Einsatz metallierter enantiomerenreiner Aminonitrile beruht. Diese Methode eröffnet einen neuen Zugang zu chiralen γ -Nitro- α -ketoestern in guten Ausbeuten und mit sehr guten Enantiomerüberschüssen. Diese sind präparativ

wichtige, trifunktionelle Bausteine sowie mögliche Vorstufen von γ -Amino- α -ketoestern. Die Ausweitung dieser Methode auf andere Michael-Acceptoren wird zurzeit von uns untersucht.

Experimentelles

(S,S,S/R)-2: In einem ausgeheizten Dreihalskolben wurden das Amin (S,S)-**1** (1.0 Äquiv.; 442.3 mL, 2.0 mmol), Chloracetonitril (1.2 Äquiv.; 0.15 mL, 2.4 mmol) und Triethylamin (1.3 Äquiv.; 0.37 mL, 2.6 mmol) in Tetrahydrofuran (3 mL mmol⁻¹) vorgelegt. Nach 5 h Sieden unter Rückfluss wurde der farblose Niederschlag aus Ammoniumchlorid abfiltriert und das Filtrat im Vakuum eingeengt. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch gereinigt (SiO₂, Pentan/Diethylether 1:1) und als farbloser Feststoff in 82 % Ausbeute (426.4 mg, 1.64 mmol) isoliert.

Zu einer Lösung des resultierenden Aminonitrils (1.0 Äquiv.; 390.0 mg, 1.5 mmol) in Tetrahydrofuran (10 mL mmol⁻¹) wurde Boc₂O (1.1 Äquiv.; 360.1 mg, 1.65 mmol) gegeben. Die Mischung wurde auf -78°C gekühlt und langsam tropfenweise mit einer Lösung von LDA (2.0 Äquiv.; 214.3 mg, 3.0 mmol) in Tetrahydrofuran (1 mL mmol⁻¹) versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde 3 h gerührt, wobei es sich auf -50°C erwärmt. Nach dem Versetzen mit gesättigter NH₄Cl-Lösung wurde die Reaktionsmischung dreimal mit Diethylether extrahiert, und die vereinigten organischen Phasen wurden mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen, über MgSO₄ getrocknet und im Vakuum eingeengt. Das Rohprodukt wurde durch Säulenchromatographie (SiO₂, Pentan/Diethylether 4:1) gereinigt; **2** wurde als farbloser Feststoff in 90 % Ausbeute (648.3 mg, 1.8 mmol) isoliert.

4a–e: In einem ausgeheizten Schlenk-Kolben wurde Kalium *tert*-butylat (1.2 Äquiv.; 134.7 mg, 1.2 mmol) vorgelegt und vorsichtig unter Vakuum erwärmt, um eine Sublimation zu vermeiden. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur sowie Zugabe von Tetrahydrofuran (5 mL mmol⁻¹) und Diisopropylamin (1.2 Äquiv.; 0.17 mL, 1.2 mmol) wurde das Gemisch auf -78°C abgekühlt und langsam tropfenweise mit *n*BuLi (1.2 Äquiv.; 0.48 mL (2.5 M), 1.2 mmol) versetzt. Die Reaktionsmischung wurde 30 min gerührt und dann mit einer Lösung des Aminonitrils **2** (1.0 Äquiv.; 360.2 mg, 1.0 mmol) in Tetrahydrofuran (10 mL mmol⁻¹) versetzt. Nach einer Deprotonierungszeit von 1 h wurden die Nitroalkene **3a–e** (1.3 Äquiv., 1.3 mmol) in Tetrahydrofuran (2 mL mmol⁻¹) bei -78°C langsam tropfenweise zugegeben. Die Reaktionsmischung wurde 3 h gerührt und dann mit gesättigter NH₄Cl-Lösung bei -78°C versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde dreimal mit Diethylether extrahiert, die vereinigten organischen Phasen wurden mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen, über MgSO₄ getrocknet und im Vakuum eingeengt. Die Michael-Addukte **4a–e** wurden säulenchromatographisch gereinigt (SiO₂, Pentan/Diethylether 4:1) und als farblose Feststoffe isoliert.

5a–e: In einem mit Aluminiumfolie umwickelten Einhalskolben wurden das Michael-Addukt **4a–e** (1.0 Äquiv., 0.5 mmol) in Tetrahydrofuran (10 mL mmol⁻¹) und vier Äquivalente einer wässrigen 2.0 N AgNO₃-Lösung vorgelegt. Die Reaktionsmischung wurde sieben Tage gerührt, anschließend mit Diethylether (20 mL mmol⁻¹) versetzt und weitere 30 min gerührt. Der kolloidale Silber-Niederschlag wurde durch Filtration entfernt und mit Diethylether und Wasser gewaschen. Nach Phasentrennung wurde die wässrige Phase dreimal mit Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen, über MgSO₄ getrocknet und im Vakuum eingeengt. Die α -Ketoester wurden säulenchromatographisch gereinigt (SiO₂, Pentan/Diethylether 4:1) und als farblose Öle isoliert.

Eingegangen am 27. November 2006
Online veröffentlicht am 15. Februar 2007

Stichwörter: Aminonitrile · Asymmetrische Synthesen · Ketoester · Michael-Additionen · Umpolung

- [1] Übersichtsartikel: a) A. J. L. Cooper, J. Z. Ginos, A. Meister, *Chem. Rev.* **1983**, *83*, 321–358; b) L. Kovacs, *Recl. Trav. Chim. Pays-Bas* **1993**, *112*, 471–496.
- [2] a) T. D. Ocaïn, D. H. Rich, *J. Med. Chem.* **1992**, *35*, 451–456; b) D. V. Patel, K. Rielly-Gauvin, D. E. Ryono, C. A. Free, S. A. Smith, E. W. Petrillo, *J. Med. Chem.* **1993**, *36*, 2431–2447; c) A. E. P. Adang, A. P. A. de Man, G. M. T. Vogel, P. D. J. Grootenhuis, M. J. Smit, C. A. M. Peters, A. Visser, J. B. M. Rewinkel, T. van Dinther, H. Lucas, J. Kelder, S. van Aelst, D. G. Meuleman, C. A. A. van Boeckel, *J. Med. Chem.* **2002**, *45*, 4419–4432.
- [3] a) W. Yuan, C.-H. Wong, J. Z. Haeggström, A. Wetterholm, B. Samuelsson, *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 6552–6553; b) W. Yuan, B. Munoz, C.-H. Wong, J. Z. Haeggström, A. Wetterholm, B. Samuelsson, *J. Med. Chem.* **1993**, *36*, 211–220.
- [4] Übersichtsartikel: M. J. Kiefel, M. von Itzstein, *Chem. Rev.* **2002**, *102*, 471–490.
- [5] a) D. M. Gordon, G. M. Whitesides, *J. Org. Chem.* **1993**, *58*, 7937–7938; b) T.-H. Chan, M.-C. Lee, *J. Org. Chem.* **1995**, *60*, 4228–4232; c) S. Jiang, A. D. Rycroft, G. Singh, X.-Z. Wang, Y.-L. Wu, *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 3809–3812.
- [6] a) S. D. Burke, G. M. Sametz, *Org. Lett.* **1999**, *1*, 71–74; b) L.-S. Li, Y.-L. Wu, Y.-K. Wu, *Org. Lett.* **2000**, *2*, 891–894.
- [7] A. Kuboki, T. Tajimi, Y. Tokuda, D. Kato, T. Sugai, S. Ohira, *Tetrahedron Lett.* **2004**, *45*, 4545–4548.
- [8] Übersichtsartikel: a) D. Seebach, *Angew. Chem.* **1969**, *81*, 690–700; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1969**, *8*, 639–649.
- [9] a) T. Takahashi, T. Okano, T. Harada, K. Imamura, H. Yamada, *Synlett* **1994**, 121–122; b) H. Tsukamoto, T. Takahashi, *Tetrahedron Lett.* **1997**, *38*, 6415–6418.
- [10] M. Reiner, F. Stoltz, R. R. Schmidt, *Eur. J. Org. Chem.* **2002**, 57–60.
- [11] Einige Beispiele: a) M. Amat, M. Pérez, N. Llor, J. Bosch, *Org. Lett.* **2002**, *4*, 2787–2790; b) M. Cushman, D. Yang, S. Gerhardt, R. Huber, M. Fischer, K. Kis, A. Bacher, *J. Org. Chem.* **2002**, *67*, 5807–5816; c) I. Coldham, K. M. Crapnell, J.-C. Fernández, J. D. Moseley, R. Rabot, *J. Org. Chem.* **2002**, *67*, 6181–6187.
- [12] a) D. Enders, H. Dyker, G. Raabe, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 649–651; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, *31*, 618–620; b) E. Tyrell, G. A. Skinner, J. Janes, G. Milsom, *Synlett* **2002**, 1073–1076; c) L. Abraham, M. Körner, P. Schwab, M. Hiersemann, *Adv. Synth. Catal.* **2004**, *346*, 1281–1294.
- [13] Struktur und Anwendungen metallierter chiraler Aminonitrile: a) D. Enders, H. Lotter, *Nouv. J. Chim.* **1984**, *8*, 747–750; b) G. Raabe, E. Zobel, J. Fleischhauer, P. Gerdes, D. Mannes, E. Müller, D. Enders, *Z. Naturforsch. A* **1991**, *46*, 275–288; c) D. Enders, J. Kirchhoff, P. Gerdes, D. Mannes, G. Raabe, J. Rumsink, G. Boche, M. Marsch, H. Ahlbrecht, H. Sommer, *Eur. J. Org. Chem.* **1998**, 63–72; d) D. Enders, J. P. Shilcock, G. Raabe, *J. Chem. Soc. Perkin 1* **1999**, 1617–1620; e) Übersichtsartikel: D. Enders, J. P. Shilcock, *Chem. Soc. Rev.* **2000**, *29*, 359–373.
- [14] Übersichtsartikel: a) D. Seebach, *Angew. Chem.* **1979**, *91*, 259–285; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1979**, *18*, 239–264; b) D. J. Ager in *Umpoled Synthons* (Hrsg.: T. A. Hase), Wiley, New York, **1987**, S. 19–72.
- [15] a) D. Enders, D. Mannes, G. Raabe, *Synlett* **1992**, 837–839; b) D. Enders, J. Kirchhoff, D. Mannes, G. Raabe, *Synthesis* **1995**, 659–666; c) D. Enders, J. Kirchhoff, V. Lausberg, *Liebigs Ann.* **1996**, 1361–1366; d) D. Enders, V. Lausberg, G. D. Signore, O. M. Berner, *Synthesis* **2002**, 515–522; e) D. E. Enders, G. D. Signore, O. M. Berner, *Chirality* **2003**, *15*, 510–513; f) D. Enders, M. Milovanovic, E. Voloshina, G. Raabe, J. Fleischhauer, *Eur. J.*

Org. Chem. **2005**, 1984–1990; g) D. Enders, M. Milovanovic, *Z. Naturforsch. B* **2007**, 62b, 117–120.

[16] a) D. Enders, P. Gerdes, H. Kipphardt, *Angew. Chem.* **1990**, *102*, 226–228; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1990**, *29*, 179–181.

[17] Ein Kurzaufsatz über Eigenschaften und Anwendungen von Glyoxylaten in der Chemie: W. J. N. Meester, J. H. van Maarseveen, H. E. Schoemaker, H. Hiemstra, F. P. J. T. Rutjes, *Eur. J. Org. Chem.* **2003**, 2519–2529.

[18] H. Kipphardt, Dissertation, RWTH Aachen, **1986**.

[19] J. P. Albarella, *J. Org. Chem.* **1977**, *42*, 2009–2010.

[20] Übersichtsartikel: O. M. Berner, L. Tedeschi, D. Enders, *Eur. J. Org. Chem.* **2002**, 1877–1894.

[21] a) D. Seebach, E. W. Colvin, F. Lehr, T. Weller, *Chimia* **1979**, *33*, 1–18; b) G. Calderari, D. Seebach, *Helv. Chim. Acta* **1995**, *78*, 1592–1604.

[22] a) D. Förster, unveröffentlichte Ergebnisse; b) D. Enders, D. Förster, G. Raabe, J. W. Bats, Manuskript in Vorbereitung.

[23] CCDC 290371 enthält die ausführlichen kristallographischen Daten zu dieser Veröffentlichung. Die Daten sind kostenlos beim Cambridge Crystallographic Data Centre über www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif erhältlich.