

Diaza-nido-hexaborane, eine neue Klasse von Azaboranen

Roland Boese^a, Bernd Kröckert^b und Peter Paetzold^{*b}

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen — Gesamthochschule^a,
Universitätsstr. 5–7, D-4300 Essen

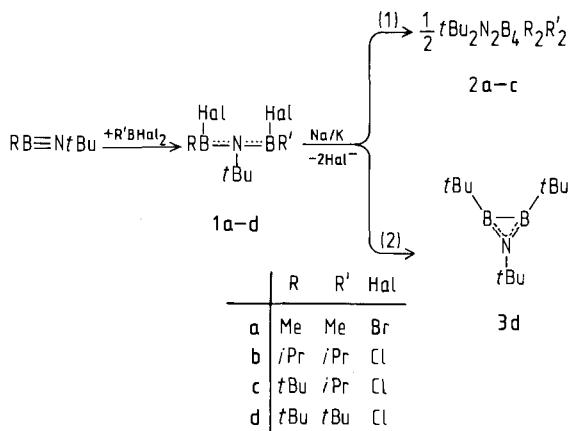
Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule Aachen^b,
Templergraben 55, D-5100 Aachen

Eingegangen am 18. Mai 1987

Diaza-nido-hexaboranes, a Novel Class of Azaboranes

Iminoboranes $RB \equiv NtBu$ ($R = Me, iPr, tBu$) are haloborated by $R'BHAl_2$ to give diborylamines $Hal-(R)B=N(tBu) \equiv B(R')-Hal$ (**1a–d**), the dehalogenation of which by Na/K-alloy yields either the novel diaza-nido-hexaboranes $tBu_2N_2B_4R_2R'_2$ (**2a–c**, $R, R' = Me/Me, iPr/iPr, tBu/tBu$) or the azadiboriridine B_2NtBu_3 (**3d**), respectively. Product **2a** crystallizes in the space group $Cmcm$, $Z = 4$. The N_2B_4 skeleton of **2a** represents the *nido*-fragment of a pentagonal bipyramid with a missing vertex at the base.

Die Iminoborane $RB \equiv NtBu$ ($R = Me, iPr, tBu$) lassen sich mit den Alkyldihalogenboranen $MeBBr_2, iPrBCl_2$ bzw. $tBuBCl_2$ zu den Diborylaminen **1a–d** haloborieren. Die Enthalogenierung von **1a–c** mit Natrium-Kalium-Legierung in Hexan liefert anstelle der erwarteten Azadiboriridine die Hexaalkyldiaza-nido-hexaborane(6) **2a–c** [Gl. (1)]. Lediglich das sterisch besonders überladene **1d** wird zum Azadiboriridin **3d** enthalogeniert [Gl. (2)].



Die Struktur von **2a** wurde röntgenographisch bestimmt. Es handelt sich um ein Diaza-nido-hexaboran, dessen Molekülstruktur sich von der zugehörigen *closo*-Heptaboran-Struktur durch die Herausnahme eines äquatorialen B-Atoms ableitet. Die kristallographisch bedingte C_{2v} -Symmetrie der Moleküle resultiert aus ihrer Punktlage in *mm*. In Lösung ergibt sich die C_{2v} -Struktur aus den jeweils einfachen Signalsätzen für die Gruppierungen MeB_{ax}, MeB_{eq} und $tBuN$ in den 1H -, ^{11}B - und ^{13}C -NMR-Spektren. — Die kristallinen Verbindungen **2b, c** liefern beim Versuch der röntgenographischen Strukturbestimmung Reflexe, die auf eine innenzentrierte Packung durch Fehlordnung wie diffuse Kugeln erscheinender Moleküle hindeuten; das Strukturproblem konnte insoweit nicht gelöst werden. Aufgrund der Ähnlichkeit der NMR-Verschie-

bungen von **2a–c** besteht allerdings kein Zweifel daran, daß den Produkten **2b, c** dasselbe N_2B_4 -Clustergerüst zugrundeliegt wie **2a**. — Im Falle von **2c** kommt es großenteils zu einer Verdoppelung der NMR-Signale, die auf eine Nichtäquivalenz der beiden axialen und der beiden äquatorialen Boratome hinweisen und auf die daraus folgenden Diastereotopie-Effekte. Offenbar liegt von den drei denkbaren Verteilungen der beiden tBu -Gruppen in **2c** diejenige vor, bei der diese Gruppen an B_{ax}, B_{eq} (Punktkuppe C_1) gebunden sind, und nicht an B_{ax}, B_{ax} (C_{2v}) oder B_{eq}, B_{eq} (C_{2v}). Unter Zugrundelegung der Strukturparameter von **2a** haben wir maßstabgetreue Modelle von **2c** angefertigt, die veranschaulichen, daß sich die Wirkungssphären benachbarter tBu -Gruppen beim C_1 -Modell am wenigsten überlappen.

Die Verbindung **3d** gehört als erstes Trialkyl-Derivat zur Familie der Azadiboriridine, in der ein 2,3-Diamino-Derivat wohlbekannt ist¹⁾. Ebenso wie diejenigen offenkettigen Diboran(4)-Derivate, die an jedem B-Atom eine Alkyl- und eine Aminogruppe tragen, ist auch **3d** oxidationsempfindlich; mit milden Oxidationsmitteln wie $SnCl_4$ oder $TiCl_4$ erhält man das Diborylamin **1d** zurück. Die röntgenographische Strukturbestimmung von **3d** konnten wir wegen einer Fehlordnung der Atome im Dreiring nicht verfeinern. Sowohl die erhaltenen groben Strukturdaten als auch die NMR- und MS-Daten lassen an der Dreiring-Konstitution von **3d** keinen Zweifel. Wir vermuten, daß auch im Zuge der Reaktion (1) die hypothetischen Azadiboriridine **3a–c** auftreten, um sich rasch zu **2a–c** zu dimerisieren. Daß sich **3d** nicht zum Cluster **2d** assoziieren kann, überrascht nicht, da die sperrigen tBu -Gruppen bei koplanarer Anordnung in der Dreiringebene von **3d** den Raum optimal beanspruchen können, während sie sich bei der Clusterbildung relativ zu den trigonalen Cluster-Begrenzungsfächen aufrichten müßten und damit näher aneinanderrückten. Vier tBu -Gruppen am CCCC- oder BNBN-Vierringgerüst sind ebenfalls möglich^{2,3)}, nicht aber fünf tBu -Gruppen an Fünf- oder sechs solcher Gruppen an Sechsringgerüsten; im hypothetischen **2d** wären vier tBu -Gruppen an ein trapezartiges Fünfringfragment gebunden.

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope U von **2a**, berechnet als ein Drittel des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors

Atom	x/a	y/b	z/c	U
N1	0	2037(3)	3141(2)	49(1)
B1	0	360(5)	2970(2)	53(1)
B2	940(4)	1821(5)	2500	51(1)
C1	0	-1023(6)	3528(3)	79(2)
C2	2313(4)	2125(7)	2500	79(2)
C3	0	2874(5)	3875(2)	70(2)
C4	0	4544(6)	3661(4)	114(3)
C5	-1102(3)	2490(5)	4330(2)	110(2)

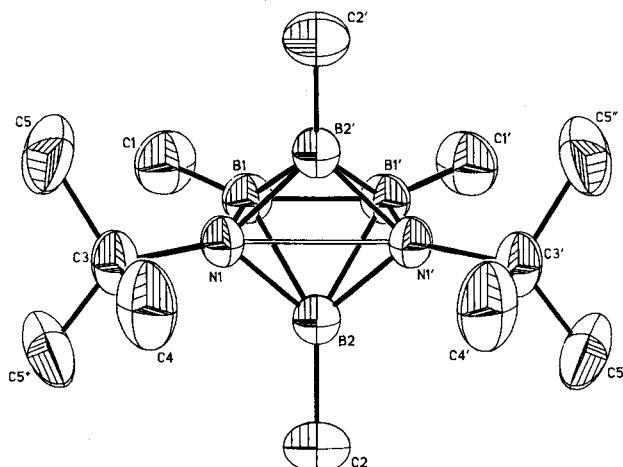


Abb. 1. Darstellung der Struktur von **2a**. Die Ellipsoide umfassen 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen, die Wasserstoffatome wurden der Übersicht halber weggelassen

Tab. 2. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel ($^{\circ}$) von **2a**

B1(B1') - N1(N1')	152.3(5)
B1 - B1'	164.3(8)
B1(B1') - B2(B2')	186.4(5)
N1(N1') - B2(B2')	154.9(3)
N1 - N1'	224.4(4)
B1 - C1 (B1' - C1')	157.1(7)
B2 - C2 (B2' - C2')	156.0(6)
N1 - C3 (N1' - C3')	148.2(5)
N1-B1-B1' (N1'-B1'-B1)	101.3(2)
B1-N1-N1' (B1'-N1'-N1)	78.6(2)
B1-N1-B2 (B2') (B1'-N1'-B2(B2'))	74.7(2)
B1-B2(B2')-N1 (B1'-B2(B2')-N1')	52.0(2)
B1-B2(B2')-B1'	52.3(3)
N1-B2(B2')-N1'	92.7(3)
B2(B2')-N1-N1' (B2(B2')-N1'-N1)	43.6(3)
B2-B1(B1')-B2'	68.7(3)
B2-N1(N1')-B2'	74.7(2)
N1-B1-C1 (N1'-B1'-C1')	130.3(4)
B1-B1'-C1 (B1-B1'-C1')	145.2(1)
B1-N1-C3 (B1'-N1'-C3')	131.5(3)
N1-N1'-C3' (N1'-N1-C3')	149.8(3)
B1(B1')-B2-C2 (B1(B1')-B2'-C2')	132.6(3)
N1(N1')-B2-C2 (N1(N1')-B2'-C2')	130.3(2)
B2(B2')-B1-C1 (B2(B2')-B1'-C1')	145.2(1)
B2(B2')-N1-C3 (B2(B2')-N1'-C3')	135.5(2)

Die Molekülstruktur von **2a** findet man in Abb. 1, die Lageparameter der Atome in Tab. 1 und ausgewählte Abstände und Winkel in Tab. 2. Die Gerüststruktur weicht vom *nido*-Fragment einer pentagonalen Bipyramide deutlich ab. Die Winkel im Basistrapez von 101.3° und 78.7° (ideal 108° und 72°) bewegen sich auf Rechteckswinkel zu, und dementsprechend nahe kommen sich die N-Atome, so daß der NN-Abstand von 224.4 pm zwar nicht für eine volle chemische Bindung, aber doch für gewisse Wechselwirkungen zwischen den N-Atomen spricht. Von den beiden BB-Abständen liegt $d(B_{eq}B_{eq})$ mit 164.3 pm im untersten, $d(B_{ax}B_{eq})$ mit 186.4 pm

mehr im oberen Bereich der für Borhydrid-Cluster gefundenen Werte⁴. Die beiden BN-Abstände liegen mit 154.9 und 152.3 pm für $d(B_{eq}B_{eq})$ bzw. $d(B_{ax}B_{eq})$ in demselben Bereich wie in den beiden bisher strukturell charakterisierten Azaboranen, *arachno*-NB₉H₁₃⁵ und *arachno*-NB₉H₁₂[CN(C₆H₁₁)]⁶. In diesen beiden Molekülen und in **2a** sind die N-Atome im Gegensatz zu den B-Atomen vierfach koordiniert, widersprechen also vom Standpunkt der Koordinationszahl aus nicht den klassischen Zweielektronen-Zweizentren-Bindungen. Dasselbe ist übrigens auch der Fall für die strukturell wohlcharakterisierten Azametallaboran-Cluster vom Typ (OC)₄CrB₂N₂R₄ etc.⁷.

Die für **2a** gefundene Struktur erfüllt die Clusterelektronen-Regeln für den *nido*-Typ⁸. Daß bezüglich der zugehörigen *closo*-Struktur eine äquatoriale und nicht eine axiale Ecke fehlt, ist ungewöhnlich. Bedenkt man die oben erwähnten NN-Wechselwirkungen, so könnte man das Gerüst von **2a** auch als stark verzerrtes Oktaeder, als *closo*-Gerüst also, beschreiben.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Förderung dieser Arbeit.

Experimenteller Teil

NMR-Spektren: in CDCl₃, Bruker WP 80 (¹H), Jeol JNM PS 100 (¹¹B), Bruker WH 270 (¹³C).

Bis(brommethylboryl)-tert-butylamin (**1a**): Aus 4.1 g (19.9 mmol) Cl(Me)BN(tBu)SiMe₃ gewinnt man auf bekanntem Wege das Iminoboran MeB≡NtBu⁹, das man ohne Entfernung von ClSiMe₃ in 10 ml Hexan löst. Hierzu gibt man bei -70°C im Verlauf von 30 min 3.9 g (21.0 mmol) MeBBr₂, röhrt 1 h bei Raumtemp. und destilliert bei 40°C/0.002 Torr 4.3 g (76%) **1a**. — ¹H-NMR: δ = 1.20 (s, 6 H, Me), 1.47 (s, 9 H, tBu). — ¹¹B-NMR: δ = 47.1. — MS: m/z (%) = 281 (7, M⁺), 266 (29, M - Me), 224 (60, M - C₄H₉), 202 (100, M - Br) u.a.

C₆H₁₅B₂Br₂N (282.6) Ber. C 25.50 H 5.35 N 4.96
Gef. C 25.45 H 5.48 N 4.45

tert-Butylbis(chlorisopropylboryl)amin (**1b**): Zu 4.8 g (38.4 mmol) des Iminoborans iPrB≡NtBu¹⁰ in 10 ml Hexan von -70°C gibt man 5.0 g (40.1 mmol) iPrBCl₂¹¹, röhrt 1 h bei Raumtemp. und destilliert bei 53°C/0.003 Torr 4.2 g (44%) **1b**. — ¹H-NMR: δ = 1.07 (d, J = 7.1 Hz, Me von iPr), 1.43 (s, 9 H, tBu). — ¹¹B-NMR: δ = 50.4. — MS: m/z (%) = 234 (17, M - Me), 206 (100, M - C₃H₇), 150 (75, M - C₃H₇ - C₄H₈) u.a.

C₁₀H₂₃B₂Cl₂N (249.8) Ber. C 48.08 H 9.38 N 5.61
Gef. C 47.83 H 9.49 N 5.83

tert-Butyl(tert-butylchlorboryl)(chlorisopropylboryl)amin (**1c**): Ebenso erhält man aus 6.0 g (43.2 mmol) des Iminoborans tBuB≡NtBu³ und 5.6 g (44.9 mmol) iPrBCl₂ bei 53°C/0.005 Torr 7.8 g (68%) **1c**. — ¹H-NMR: δ = 0.84 (d, J = 7.6 Hz, 6 H, Me von iPr), 1.13 (s, 9 H, tBu), 1.47 (s, 9 H, NtBu). — ¹¹B-NMR: δ = 46.9. — MS: m/z (%) = 263 (11, M⁺), 248 (17, M - Me), 206 (100, M - C₄H₉) u.a.

C₁₁H₂₅B₂Cl₂N (263.9) Ber. C 50.07 H 9.55 N 5.31
Gef. C 49.71 H 9.75 N 5.06

tert-Butylbis(tert-butylchlorboryl)amin (**1d**): Ebenso gewinnt man aus 1.35 g (9.7 mmol) des Iminoborans tBuB≡NtBu und 1.4 g (10.1 mmol) tBuBCl₂¹¹ bei 56°C/0.002 Torr 2.5 g (33%) **1d**. — ¹H-NMR: δ = 1.13 (s, 18 H, tBu), 1.46 (s, 9 H, NtBu). — ¹¹B-NMR: δ = 46.0. — MS: m/z (%) = 262 (5, M - Me), 220 (76, M - C₄H₉), 164 (100, M - C₄H₉ - C₄H₈) u.a.

C₁₂H₂₇B₂Cl₂N (277.9) Ber. C 51.87 H 9.79 N 5.04
Gef. C 51.63 H 9.94 N 5.07

2,4-Di-tert-butyl-1,5,6,7-tetramethyl-2,4-diaza-3-debor-closophetaboran(6) (2a): 1.0 g (3.5 mmol) **1a** und 6.0 g einer Natrium-Kalium-Mischung (1:2) werden in 50 ml Hexan 1.5 h unter Rückfluß erhitzt. Nach Filtrieren und Entfernen des Lösungsmittels i. Vak. destilliert man bei 150°C (Badtemp.)/0.002 Torr 0.30 g (70%) **2a** als farbloses Öl; bei -70°C erhält man aus wenig Ether farblos kristallines **2a**. — $^1\text{H-NMR}$: $\delta = 0.17$ (breit, 6H, BMe I), 0.45 (breit, 6H, BMe II), 1.22 (s, 18H, *t*Bu). — $^{11}\text{B-NMR}$: $\delta = -17.4$, 1.2. — $^{13}\text{C-NMR}$ (-40°C): $\delta = 6$ (breit, BMe I), 12 (breit, BMe II), 32.7 (q, NCMe_3), 52.3 (s, NCMe_3). — MS: m/z (%) = 246 (55, M^+), 220 (73, $\text{M} - \text{BMe}$), 205 (64, $\text{M} - \text{BMe} - \text{Me}$), 189 (100, $\text{M} - \text{C}_4\text{H}_9$) u. a.

$\text{C}_{12}\text{H}_{30}\text{B}_4\text{N}_2$ (245.6) Ber. C 58.68 H 12.31 N 11.40
Gef. C 58.65 H 12.46 N 10.83

2,4-Di-tert-butyl-1,5,6,7-tetraisopropyl-2,4-diaza-3-debor-closophetaboran(6) (2b): Aus 2.4 g (9.6 mmol) **1b** und 10.0 g Na/K-Legierung in 60 ml Hexan gewinnt man nach Filtrieren und Entfernen des Lösungsmittels i. Vak. bei 100–150°C (Badtemp.)/0.002 Torr 0.70 g (41%) **2b** zunächst als farbloses Öl und aus Ether in kristalliner Form (Zers. > 240°C). — $^1\text{H-NMR}$ (Bruker WH 270): $\delta = 1.07$ (s, 14H, *i*Pr I), 1.16 (d, $J = 7.3$ Hz, 12H, Me von *i*Pr II), 1.63 (sept, $J = 7.3$ Hz, 2H, CH von *i*Pr II), 1.31 (s, 18H, *t*Bu). — $^{11}\text{B-NMR}$: $\delta = -15.1$, 4.0. — $^{13}\text{C-NMR}$: $\delta = 12$ (breit, C-1 von *i*Pr), 22.7 (q, C-2 von *i*Pr), 31.0 (q, C-2 von *t*Bu), 53.6 (s, C-1 von *t*Bu). — MS: m/z (%) = 358 (36, M^+), 315 (100 – C_3H_7), 258 (43, $\text{M} - \text{C}_3\text{H}_7 - \text{C}_4\text{H}_9$) u. a.

$\text{C}_{20}\text{H}_{46}\text{B}_4\text{N}_2$ (357.8) Ber. C 67.13 H 12.96 N 7.83
Gef. C 66.67 H 13.05 N 7.86

1,2,4,5-Tetra-tert-butyl-6,7-diisopropyl-2,4-diaza-3-debor-closophetaboran(6) (2c): Ebenso erhält man durch Reduktion von 3.2 g (12.1 mmol) **1c** mit 10.0 g Na/K-Legierung 0.90 g (39%) öliges Produkt **2c**, das aus Ether kristallisiert; Schmp. 230–232°C. — $^1\text{H-NMR}$ (Bruker WH 270): $\delta = 1.02$ (s, 9H, BtBu I), 1.05–1.17 (12H, C-2 von *i*Pr I und II), 1.19 (s, 9H, BtBu II), 2.06 (mc, 2H, C-1 von *i*Pr I und II), 1.19 (s, 9H, BtBu II), 2.06 (mc, 2H, C-1 von *i*Pr I und II). — $^{11}\text{B-NMR}$: $\delta = -16.9$ (1B), -15.5 (1B), 6.2 (2B). — $^{13}\text{C-NMR}$: $\delta = 12$ (breit, BC), 19 (breit, BC), 22.4, 22.7, 23.9, 24.3 (4 q, diastereotope C-2-Atome von *i*Pr I und II), 32.3 (q, C-2 von NtBu I und II), 32.8 und 33.9 (2 q, C-2 von BtBu I und II), 54.0 und 54.5 (2 s, C-1 von NtBu I und II). — MS: m/z (%) = 386 (25, M^+), 343 (34, $\text{M} - \text{C}_3\text{H}_7$), 329 (100, $\text{M} - \text{C}_4\text{H}_9$) u. a.

$\text{C}_{22}\text{H}_{50}\text{B}_4\text{N}_2$ (385.9) Ber. C 68.47 H 13.06 N 7.26
Gef. C 68.35 H 13.05 N 7.26

Tri-tert-butylazadiboriridin (3d): 2.8 g (10.1 mmol) **1d** und 10.0 g Na/K-Legierung werden in 60 ml Hexan 4 h unter Rückfluß erhitzt. Nach Filtrieren wird bei Raumtemp. zunächst bei 15 Torr das Lösungsmittel entfernt, dann bei 0.002 Torr **3d** destilliert; in der gekühlten Vorlage sammeln sich 0.70 g (33%), Schmp. -7°C. — $^1\text{H-NMR}$: $\delta = 1.07$ (s, 18H, BtBu), 1.36 (s, 9H, NtBu). — $^{11}\text{B-NMR}$: $\delta = 51.9$. — $^{13}\text{C-NMR}$: $\delta = 18.7$ (s, C-1 von BtBu), 29.2 (q, C-2 von BtBu), 32.0 (q, C-2 von NtBu), 56.0 (s, C-1 von NtBu). — MS: m/z (%) = 207 (14, M^+), 150 (98, $\text{M} - \text{C}_4\text{H}_9$), 108 (100, $\text{M} - \text{C}_4\text{H}_9 - \text{C}_3\text{H}_6$) u. a.

$\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{B}_2\text{N}$ (207.9) Ber. C 69.64 H 13.15 N 6.77
Gef. C 69.60 H 13.32 N 6.32

Röntgenstrukturanalyse von 2a: Von einem größeren Kristall konnte ein Bruchstück mit den ungefähren Dimensionen $0.08 \times 0.05 \times 0.05$ nm³ isoliert werden, das nicht wie andere Bruchstücke in der 010-Ebene verzwilligt war. Es wurde in einer Glaskapillare unter Inertgas eingeschmolzen und auf einem R3-Nicolet Vierkreisdiffraktometer mit Mo-K α -Strahlung und Graphitmonochromator bei Raumtemperatur vermessen. Die Zelldimensionen ergaben sich aus den verfeinerten Diffraktometerwinkel von 25 zentrierten Reflexen im Bereich von 10–20° in 2Θ : $a = 1118.9(2)$, $b = 890.7(1)$, $c = 1747.2(2)$ pm, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, $V = 1.7414(4) \cdot 10^9$ pm³, $Z = 4$, $D_s = 1.3651$ g/cm³, $\mu = 0.48$ cm⁻¹, Raumgruppe *Cmcm* (Nr. 63), ω -scan Datensammlung ($2\Theta_{\max} = 45^\circ$) von 1499 Intensitäten, die zu 708 gemittelt wurden, von denen 488 als beobachtet galten [$F_0 \geq 3.5\sigma(F)$]. Die Strukturlösung mit direkten Methoden, die Strukturverfeinerung mit der Block-Kaskaden-Methode und die Darstellung erfolgte mit dem SHELXTL-Programm¹²⁾ auf NOVA 3/12-Rechnern. Die Lagen der Wasserstoffatome wurden aus einer Differenz-Fourier-Synthese ermittelt und frei verfeinert, mit Ausnahme der Methylgruppe in allgemeiner Lage (C5), die als starre Gruppe (C–H-Abstand 96 pm, H–C-Winkel 109.5°, isotroper Temperaturfaktor als 1.2-faches des orthogonalisierten äquivalenten U_{ij} -Wertes des C5-Atoms) in die Verfeinerung einbezogen wurde. $R = 0.058$, $R_w = 0.060$, $w^{-1} = \sigma^2(F) + 7 \cdot 10^{-4} \cdot F^2$, maximale Restelektronendichte 0.147 e/pm⁻³ · 10⁶¹³⁾.

CAS-Registry-Nummern

1a: 101518-96-1 / **1b:** 101518-94-9 / **1c:** 109996-11-4 / **1d:** 109975-99-7 / **2a:** 109976-01-4 / **2b:** 109976-02-5 / **2c:** 109996-12-5 / **3d:** 109976-00-3 / $\text{MeB} \equiv \text{NtBu}$: 96609-48-2 / $\text{iPrB} \equiv \text{NtBu}$: 93109-71-8 / $\text{tBuB} \equiv \text{NtBu}$: 89786-99-2 / MeBr_2 : 17933-16-3 / iPrBCl_2 : 7680-99-1 / tBuBCl_2 : 76873-78-4

- ¹⁾ F. Dirschl, H. Nöth, W. Wagner, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1984**, 1533.
- ²⁾ G. Maier, S. Pfriem, U. Schäfer, R. Matusch, *Angew. Chem.* **90** (1978) 552, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **17** (1978) 520.
- ³⁾ P. Paetzold, C. von Pllotho, G. Schmid, R. Boese, B. Schrader, D. Bougeard, U. Pfeiffer, R. Gleiter, W. Schäfer, *Chem. Ber.* **117** (1984) 1089.
- ⁴⁾ L. Barton, *Top. Curr. Chem.* **100** (1982) 169.
- ⁵⁾ K. Baše, J. Plešek, S. Heřmánek, J. Hufmann, P. Ragatz, R. Schaeffer, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1975**, 934.
- ⁶⁾ A. Arafat, J. Baer, J. C. Huffman, L. J. Todd, *Inorg. Chem.* **25** (1986) 3757.
- ⁷⁾ P. Paetzold, *Adv. Inorg. Chem.* **31** (1987) 123.
- ⁸⁾ K. Wade, *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **18** (1976) 1.
- ⁹⁾ K. Delphy, H.-U. Meier, P. Paetzold, C. von Pllotho, *Z. Naturforsch.*, Teil B, **39** (1984) 1696.
- ¹⁰⁾ P. Paetzold, C. von Pllotho, G. Schmid, R. Boese, *Z. Naturforsch.*, Teil B, **39** (1984) 1069.
- ¹¹⁾ P. A. Mc Cusker, E. C. Ashby, H. S. Makowski, *J. Am. Chem. Soc.* **79** (1957) 5182.
- ¹²⁾ G. M. Sheldrick, *SHELXTL*, ein komplettes Programmsystem zum Lösen, Verfeinern und Darstellen von Kristallstrukturen aus Beugungsdaten (Rev. 4.1) (1983).
- ¹³⁾ Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52449, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[155/87]