

Organophosphorverbindungen, 53^[1]**Cyclopropenyliden-methylen-diphosphane – neue gekreuzt konjugierte Phosphapolyene^[2]****Bernhard Breit^a, Holger Memmesheimer^a, Roland Boese^b und Manfred Regitz^{*a}**Fachbereich Chemie der Universität Kaiserslautern^a,
Erwin-Schrödinger-Straße, W-6750 KaiserslauternInstitut für Anorganische Chemie der Universität Essen^b,
Universitätsstraße, W-4300 Essen

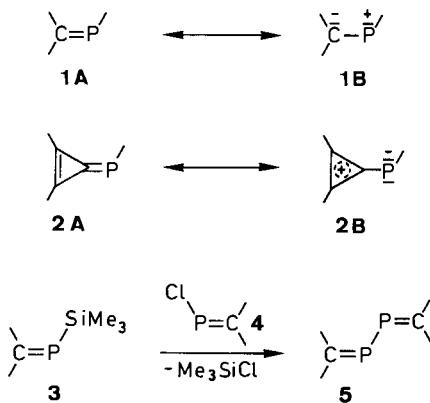
Eingegangen am 11. Oktober 1991

Key Words: Phosphaalkenes / Phosphatriafulvenes / Cross-conjugated phosphapolyenes / Diphosphanes**Organophosphorus Compounds, 53^[1]. – Cyclopropenylidene-methylene-diphosphanes – New Cross-Conjugated Phosphapolyenes^[2]**

The reaction of chloromethylenephosphanes **7** with the inverse cyclopropenylideneephosphanes **6**, **10** leads to the formation of the title compounds **8** and **11** as a new class of cross-

conjugated phosphapolyenes. The structure of compound **8a** has been confirmed by an X-ray structural analysis.

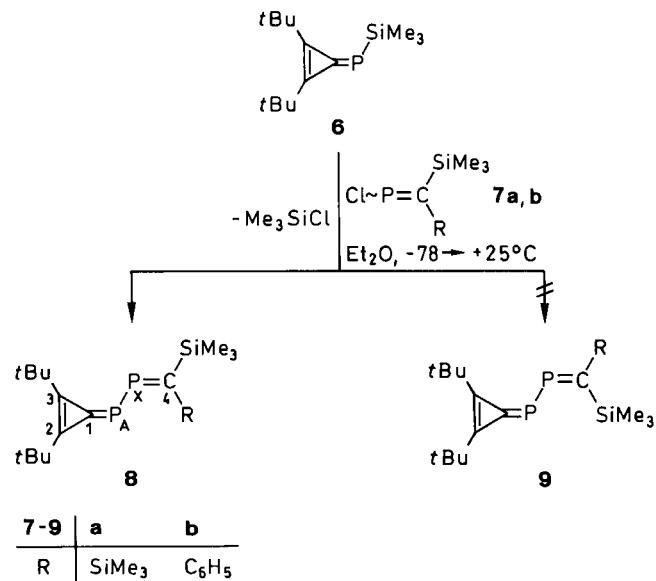
Die Entwicklung der Chemie des niederkordinierten Phosphors ist entscheidend durch Fortschritte auf dem Gebiet der Phosphaalkene (**1A** ↔ **1B**) geprägt worden^[3]. In letzteren hat der Phosphor gemäß **1B** eine positive, der Kohlenstoff eine negative Partialladung, sofern beide Atome nur C-Substituenten besitzen; dies entspricht auch den Paulingschen Elektronegativitäten beider Elemente.



Im Gegensatz dazu besitzen die von uns erstmals synthetisierten Phosphatriafulvene **2A** ↔ **2B** unter starker Beteiligung der Grenzformel **2B** am Grundzustand eine inverse Verteilung der Elektronendichten^[4,5]. Unser Ziel war nun, das gekreuzt konjugierte Bindungssystem von **2** durch eine weitere Phosphaalken-Einheit gemäß **5** zu verlängern und zu untersuchen, ob und wie weit dies Einfluß auf die Elektronenstruktur hat. Bisher ist bekannt, daß *P*-silylierte Phosphaalkene (**3**) durch Umsetzung mit *P*-halogenierten Phosphaalkenen (**4**) unter Abspaltung von Halogentrimethylsilan in 2,3-Diphospha-1,3-butadiene (**5**) umgewandelt werden können^[6,7].

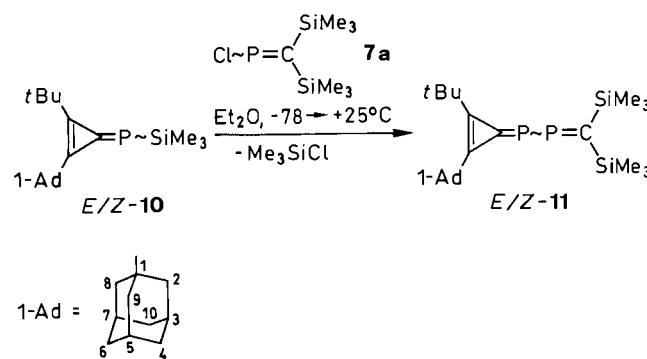
Synthese der gekreuzt konjugierten Polyene **8 und **11****

Geeignete Ausgangsverbindungen zur Realisierung unseres Vorhabens sind die kürzlich von uns synthetisierten Phosphatriafulvene **6**, **10**^[5] und die literaturbekannten Phosphaalkene **7a**^[8] sowie **7b**^[9].



Äquimolare Mengen beider Reaktanden reagieren zwischen -78 und $+25^\circ\text{C}$ in Diethylether quantitativ unter Chlortrimethylsilan-Abspaltung zu den Zielmolekülen **8a, b**. Innerhalb der ^{31}P -NMR-spektroskopischen Erfassungsgrenze kann die Bildung der Diastereomeren **9a, b** nicht nachgewiesen werden.

Führt man ein analoges Experiment mit dem 1:1-Ge misch der *E/Z*-Isomeren **10** (die bisher nicht getrennt werden



konnten^[5] aus, entsteht gleichfalls ein Gemisch aus den gekreuzt konjugierten Polymeren *E/Z*-11 (1:1; ^{31}P -NMR-spektroskopisch). Auch hier gelang die Isomerentrennung bisher nicht^[10].

Erwartungsgemäß beobachtet man für die 2,3-Diphosphabutadiene **8a,b** und **11** (*E/Z*) im ^{31}P -Kernresonanzspektrum ein AX-System (P-A: $\delta = 23.1 - 67.8$, P-X: 363.3 bis 466.2, $J_{\text{P},\text{P}} = 336 - 363.3$ Hz). Die dramatische Hochfeldlage des Phosphorsignals im A-Teil von **8a,b** und **11** ist eigentlich nur mit inversen Elektronendichten im Phosphatriafulven- und Phosphaalken-Einheit stattzufinden.

Mit dieser Vorstellung harmonieren auch die ^{13}C -Resonanzsignale der Dreiringkohlenstoffatome von **8a,b** und *E/Z*-**11**, die weitgehenden Cyclopropenylium-Charakter aufweisen^[5], d. h. bei reichlich tiefem Feld auftreten [C-1: $\delta = 175.6 - 176.8$ ($J_{\text{P},\text{C}} = 102.1 - 103.1$, $J_{\text{P},\text{C}} = 30.2$ bis 34.4 Hz); C-2/C-3: $\delta = 162.0 - 164.4$]. Der Kohlenstoff C-4 absorbiert bei $\delta = 191.4 - 195.6$ ($J_{\text{P},\text{C}} = 72.2$ bis 88.7, $J_{\text{P},\text{C}} = 0 - 6.0$ Hz), was im Bereich „normaler“ Phosphaalkene liegt^[11]. In den Verbindungen **8a,b** und *E/Z*-**11** scheint also keine Wechselwirkung zwischen Phosphatriafulven- und Phosphaalken-Einheit stattzufinden.

Ein wichtiger Hinweis auf die Konfiguration an der P/C-Doppelbindung von **8b** ergibt sich aus dessen ^1H -NMR-Spektrum. Die Wasserstoffatomsignale der Silylgruppe erscheinen als Dublett mit $^4J_{\text{P},\text{H}} = 1.2$ Hz. Dies ist nur einsichtig, wenn Trimethylsilylrest und Elektronenpaar am Phosphor *cis*-Anordnung zueinander haben^[12]. Hiermit harmoniert auch die Tatsache, daß nur ein Trimethylsilylgruppensignal von **8a** durch P-Kopplung (1.5 Hz) aufgespalten ist.

Kristallstrukturanalyse von **8a**

Von **8a** konnte eine Kristallstrukturanalyse bei -170°C angefertigt werden. Aus der ORTEP-Zeichnung ergibt sich eindeutig die *s-trans*-Anordnung in der 2,3-Diphospho-1,3-butadien-Einheit (Abb. 1). Die Atomkoordinaten sind in Tab. 1 aufgelistet.

Die P(1)–P(2)-Bindung ist mit 216.5(2) pm gegenüber der P–P-Einfachbindung, deren Mittelwert 225 pm beträgt^[13], leicht verkürzt. Die P(1)–C(4)-Bindung variiert mit 167.8(4) pm nur unwesentlich vom Mittelwert normaler Phosphaalkene (167 pm)^[14]. Ähnliche Bindungslängen [P–P-Einfachbindung: 217.51(5), P=C-Doppelbindung: 168.4(5) pm] wurden für das strukturverwandte 1,2-Bis[2,2-dimethyl-1-(trimethylsiloxy)propyliden]diphosphan gefunden^[6]. Ver-

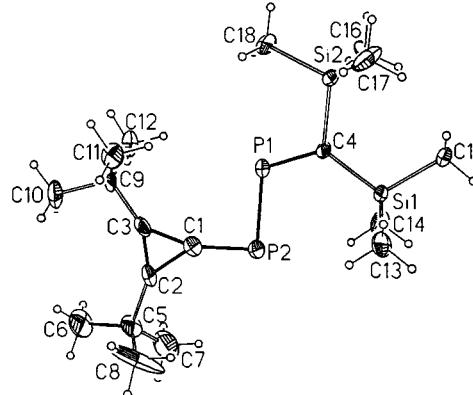
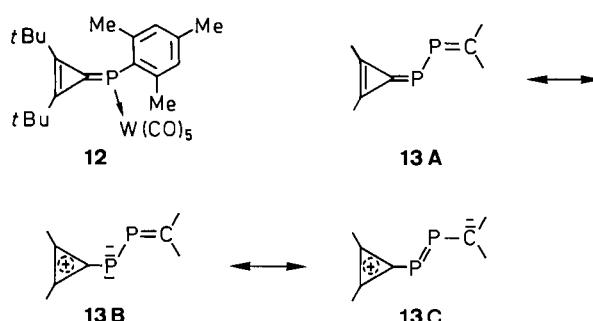


Abb. 1. Darstellung der Molekülstruktur von **8a**, ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel [$^\circ$]: P(1)–P(2) 216.4(2), P(1)–C(4) 167.8(4), P(2)–C(1) 173.2(5), Si(1)–C(4) 187.0(4), Si(2)–C(4) 187.1(5), C(1)–C(2) 140.3(6), C(1)–C(3) 142.2(7), C(2)–C(3) 133.1(7), C(2)–C(5) 149.7(7), C(3)–C(9) 148.9(7); P(2)–P(1)–C(4) 111.6(2), P(1)–P(2)–C(1) 93.8(2), P(2)–C(1)–C(2) 144.3(5), P(2)–C(1)–C(3) 156.4(7), C(2)–C(1)–C(3) 56.3(3), C(1)–C(2)–C(3) 62.6(4), C(1)–C(3)–C(2) 61.1(4), P(1)–C(4)–Si(1) 126.3(3), P(1)–C(4)–Si(2) 112.4(2), Si(1)–C(4)–Si(2) 121.2(2)

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Versetzungs faktoren ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **8a**; äquivalente isotrope *U*-Werte definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U_{\text{eq}/\text{iso}}$
P(1)	4137(1)	0	7925(1)	31(1)*
P(2)	3151(1)	-3(7)	9196(1)	41(1)*
Si(1)	689(1)	18(7)	6687(1)	29(1)*
Si(2)	3617(1)	2(6)	5728(1)	28(1)*
C(1)	4893(6)	135(15)	10064(4)	33(2)*
C(2)	5634(5)	44(20)	11084(3)	36(2)*
C(3)	6496(5)	8(17)	10436(3)	37(2)*
C(4)	2792(4)	-24(13)	6839(3)	24(1)*
C(5)	5390(6)	54(19)	12117(3)	38(2)*
C(6)	6838(8)	468(14)	12897(5)	83(6)*
C(7)	4196(15)	1150(18)	12173(10)	76(5)*
C(8)	4757(21)	-1247(14)	12246(9)	118(9)*
C(9)	7998(5)	-1(17)	10189(3)	38(2)*
C(10)	9292(6)	1(23)	11160(4)	53(2)*
C(11)	8105(13)	-1219(11)	9583(10)	36(4)*
C(12)	8127(14)	1320(13)	9582(10)	55(5)*
C(13)	96(15)	-1517(16)	7262(9)	59(6)*
C(14)	134(11)	1579(13)	7262(9)	43(4)*
C(15)	-409(5)	111(19)	5336(3)	38(2)*
C(16)	3044(15)	1544(15)	4956(9)	52(5)*
C(17)	2977(13)	-1531(15)	4939(11)	50(5)*
C(18)	5741(5)	53(17)	6114(3)	44(2)*

gleicht man schließlich die P(2)–C(1)-Bindungslänge von **8a** [173.1(5) pm] mit der des Phosphatriafulvenwolframpentacarbonyl-Komplexes **12** [167.7(5) pm]^[5], so fällt eine Aufweitung um 5.4 pm auf.



Im Dreiring sind die Bindungen C(1)–C(2) und C(1)–C(3) [140.3(6) bzw. 142.2(7) pm] markant länger als die C(2)–C(3)-Bindung [133.1(7)], was auch für **12** zutrifft. Die Verhältnisse sind denen des Diphenylcyclopropenons [141.7 (Mittelwert) und 134.9 pm]^[15] sehr ähnlich.

Die Diskussion der Bindungslängen im gekreuzt konjugierten Polyensystem von **8a** gestattet den Schluß, daß Grenzformel **13C** nur unwesentlich zur Beschreibung des Grundzustandes beiträgt; **8a** ist vielmehr als Resonanzhybrid gemäß **13A** ↔ **13B** aufzufassen, wobei der Beitrag der Grenzformel **13B** ungleich größer ist. Die stark unterschiedlichen ³¹P-Resonanzen (s. dort) führen zum gleichen Schluß.

Schließlich sei erwähnt, daß der Polyenteil von **8a** weitgehend planar ist. Die Abweichungen von der Least-Squares-Ebene durch die Atome C(1), C(2), C(3), P(2), P(1) und C(4) betragen +9.0, -2.0, -3.4, -3.8, +0.4 und -2.0 pm, der Torsionswinkel C(4)–P(1)–P(2)–C(1) beträgt -176.3°.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für großzügige finanzielle Förderung. B. B. und H. M. sind dem Fonds der Chemischen Industrie für Promotionsstipendien zu Dank verpflichtet.

Experimenteller Teil

Schmelzpunkte: Mettler FP 61 (Aufheizrate 3°C/min). — **Elementaranalysen:** Perkin-Elmer Elemental Analyzer 240. — **IR:** Perkin-Elmer 710B, Perkin-Elmer IR 394. — **¹H-NMR:** Varian EM 360; Varian EM 390, Bruker AM 400 (Tetramethylsilan als interner Standard). — **¹³C-NMR:** Bruker AM 400 (Tetramethylsilan als interner Standard). — **³¹P-NMR:** Bruker WP 200, Bruker AM 400 (85proz. H₃PO₄ als externer Standard). — Alle Umsetzungen wurden unter getrocknetem, sauerstofffreiem Argon ausgeführt; die Reaktionsgefäße wurden vor Gebrauch mehrmals evakuiert, ausgeheizt und mit Argon belüftet. — Die Lösungsmittel waren wasserfrei und wurden unter Argon destilliert sowie aufbewahrt.

Allgemeine Vorschrift zur Herstellung der 2,3-Diphospho-1,3-butadiene **8, **11**:** Zu der Lösung der Phosphatriafulvene **6**, **10** in 20 ml Ether tropft man bei -78°C die Lösung des Phosphaalkens **7** in 5 ml Ether und röhrt weitere 30 min bei -78°C. Nach Auftauen wird das Lösungsmittel bei 20°C/5 · 10⁻² Torr entfernt. Umkristallisieren des Rückstandes aus *n*-Pentan liefert die analysenreinen 2,3-Diphosphabutadiene.

1-[Bis(trimethylsilyl)methylen]-2/[2,3-di-tert-butyl-2-cyclopropenyliden]diphosphan (8a**):** Aus 0.57 g (2.2 mmol) **6**^[5] und 0.5 g (2.2 mmol) **7a**^[8] erhält man 0.72 g (88%) **8a** als gelbe Kristalle vom Schmp. 115°C. — **IR (KBr):** $\tilde{\nu}$ = 2968, 1685, 1479, 1397, 1366, 1254, 1203, 1046, 840, 686 cm⁻¹. — **¹H-NMR (C₆D₆):** δ = 0.59 [d, ⁴J_{P,H} = 1.5 Hz, 9H, *trans*-Si(CH₃)₃], 0.81 [s, 9H, *cis*-Si(CH₃)₃], 1.10, 1.38 (jeweils s, jeweils 9H, tBu). — **¹³C-NMR (C₆D₆):** δ = 2.5 [d, ³J_{P,C} = 13.4 Hz, *trans*-Si(CH₃)₃], 2.9 [d, ³J_{P,C} = 10.3 Hz, *cis*-Si(CH₃)₃], 27.5 [s, C(CH₃)₃], 27.8 [d, ⁴J_{P,C} = 7.8 Hz, C(CH₃)₃], 32.6, 33.3 [jeweils s, C(CH₃)₃], 163.6 (dd, ²J_{P,C} = 25.0, ³J_{P,C} = 6.0 Hz, C-2), 164.3 (dd, ²J_{P,C} = 13.0, ³J_{P,C} = 10.0 Hz, C-3), 176.8 (dd, ²J_{P,C} = 103.1, ³J_{P,C} = 33.5 Hz, C-1), 192.4 (d, ¹J_{P,C} = 88.4 Hz, C-4). — **³¹P-NMR (C₆D₆):** δ = 23.1 (d, ¹J_{P,P} = 337.1 Hz, P-A), 390.8 (d, ¹J_{P,P} = 337.1 Hz, P-X).

C₁₈H₃₆P₂Si₂ (370.6) Ber. C 58.34 H 9.72 Gef. C 58.0 H 9.7

2-[2,3-Di-tert-butyl-2-cyclopropenyliden]-1-[(trimethylsilyl)-benzylidene]diphosphan (8b**):** Aus 0.5 g (2.2 mmol) **6**^[5] und 0.5 g (2.2 mmol) **7b**^[9] erhält man 0.7 g (84%) **8b** als gelbe Kristalle vom Schmp. 105°C. — **IR (KBr):** $\tilde{\nu}$ = 2955, 1790, 1586, 1475, 1460, 1395,

1362, 1281, 1265, 1230, 1200, 1140, 1040, 915, 865, 835, 755, 705, 680, 640 cm⁻¹. — **¹H-NMR (C₆D₆):** δ = 0.47 [d, ⁴J_{P,H} = 1.2 Hz, 9H, Si(CH₃)₃], 0.98, 1.35 (jeweils s, jeweils 9H, tBu), 7.23 (m, 5H, Aromaten-H). — **¹³C-NMR (C₆D₆):** δ = 0.1 [d, ³J_{P,C} = 8.0 Hz, Si(CH₃)₃], 27.4, 27.9 [jeweils s, C(CH₃)₃], 32.5, 33.1 [jeweils s, C(CH₃)₃], 125.3, 126.6, 128.6, 128.7 (s, Aromaten-C), 148.8 (dd, ²J_{P,C} = 25.3, ³J_{P,C} = 12.6 Hz, *ipso*-Aromaten-C), 162.0 (d, ²J_{P,C} = 26.0 Hz, C-2), 163.1 (d, ²J_{P,C} = 11.9 Hz, C-3), 175.6 (dd, ¹J_{P,C} = 102.1, ¹J_{P,C} = 30.2 Hz, C-1), 195.6 (dd, ¹J_{P,C} = 72.2, ²J_{P,C} = 3.8 Hz, C-4). — **³¹P-NMR (C₆D₆):** δ = 29.9 (d, ¹J_{P,P} = 317.0 Hz, P-A), 363.0 (d, ¹J_{P,P} = 317.0 Hz, P-X).

C₂₁H₃₂P₂Si (374.5) Ber. C 67.35 H 8.61 Gef. C 66.9 H 8.5

(E/Z)-2-[2-(1-Adamantyl)-3-tert-butyl-2-cyclopropenyliden]-1-[bis(trimethylsilyl)methylen]diphosphan (E/Z-11**):** Aus 0.38 g (1.14 mmol) **10**^[5] und 0.25 g (1.14 mmol) **7a**^[8] erhält man 0.46 g (90%) **E/Z-11** als gelbe Kristalle vom Schmp. 98°C. — **IR (KBr):** $\tilde{\nu}$ = 2800, 1450, 1360, 1250, 1020, 835, 690 cm⁻¹. — **¹H-NMR (C₆D₆):** δ = 0.52 [d, ⁴J_{P,H} = 1.5 Hz, 9H, *cis*-Si(CH₃)₃], 0.7 [s, 9H, *trans*-Si(CH₃)₃], 1.10, 1.37 (jeweils s, 18H, tBu), 1.5–2.3 (m, 30H, Adamantyl-H). — **¹³C-NMR (C₆D₆):** δ = 2.5 [d, ³J_{P,C} = 13.3 Hz, Si(CH₃)₃], 2.9 [d, ³J_{P,C} = 10.3 Hz, Si(CH₃)₃], 27.7, 28.1 [jeweils s, C(CH₃)₃], 27.8 (s, Ad-C-3, -5, -7), 28.1 [s, C(CH₃)₃], 32.6, 33.3 [jeweils s, C(CH₃)₃], 35.1, 35.7 (jeweils s, Ad-C-1), 36.2, 36.4 (jeweils s, Ad-C-4, -6, -10), 39.6, 39.7 (jeweils s, Ad-C-2, -8, -9), 162.8–164.4 (m, C-2, -3), 176.5 (dd, ¹J_{P,C} = 102.8, ²J_{P,C} = 33.5 Hz, C-1), 176.6 (dd, ¹J_{P,C} = 102.6, ²J_{P,C} = 34.4 Hz, C-1), 191.7 (dd, ¹J_{P,C} = 88.7, ²J_{P,C} = 6.0 Hz, C-4). — **³¹P-NMR (C₆D₆):** δ = 63.2 (d, ¹J_{P,P} = 336.0 Hz, P-A), 67.8 (d, ¹J_{P,P} = 336.0 Hz, P-A), 465.8 (d, ¹J_{P,P} = 336.0 Hz, P-X), 466.2 (d, ¹J_{P,P} = 336.0 Hz, P-X).

Kristallstrukturanalyse von **8a:** Die Strukturbestimmung erfolgte an einem Kristall der Größe ca. 0.43 · 0.21 · 0.18 mm mit einem R3m/V-Nicolet-Vierkreisdiffraktometer (Mo-K_α-Strahlung, Graphitmonochromator) bei 103 K. Das Kristallsystem ist monoklin, die Zelldimensionen, verfeinert aus den Diffraktometerwinkeln von 44 zentrierten Reflexen im 2θ-Bereich 20–25° ergaben a = 908.9(2), b = 990.5(3), c = 1381.1(4) pm, α = γ = 90°, β = 104.70(2)°, V = 1.2026(5) · 10⁹ pm³, Raumgruppe P2₁ (Nr. 4), Z = 2, $Q_{\text{ber}} = 1.023$ g cm⁻³, μ = 0.27 mm⁻¹. Die Datensammlung erfolgte bis 2θ_{max} = 45°C und erbrachte 1702 unabhängige Intensitäten, davon wurden 1422 als beobachtet eingestuft [$F_0 \geq 4\sigma(F)$]. Die Strukturlösung erfolgte mit direkten Methoden und die Strukturverfeinerung nach dem Kleinste-Quadrat-Versfahren in der vollen Matrix nach F mit dem SHELLXTL-Plus Programmpaket (Vers. 4.11/V). Es wurden 210 Parameter bei der Verwendung anisotroper Versetzungs faktoren für alle Atome außer Wasserstoff verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden als starre Gruppen in berechneten Atompositionen (C–H-Abstand 96 pm, H–C–H-Winkel 109°) mit gruppenweise gleichen isotropen Versetzungs faktoren in die Verfeinerung einbezogen. Die anisotropen Versetzungs faktoren der Methyl-Kohlenstoffatome an C(5) deuten auf Fehlordnungen hin, die jedoch nicht aufgelöst werden konnten. Die Residualwerte betragen $R = 0.0435$, $R_w = 0.0510$, $w^{-1} = [\sigma^2(F_0) + 0.005 \cdot F_0^2]$, die maximale Restelektronendichte 0.33 · 10⁶ e pm⁻³^[16].

CAS-Registry-Nummern

6: 126688-81-1 / **7a:** 79454-85-6 / **7b:** 74483-17-3 / **8a:** 138387-07-2 / **8b:** 138387-08-3 / (**E**)-**10:** 136546-18-4 / (**Z**)-**10:** 136546-17-3 / (**E**)-**11:** 138387-09-4 / (**Z**)-**11:** 138387-10-7

^[11] 52. Mitteilung: E. Fuchs, B. Breit, H. Heydt, U. Bergsträßer, J. Hoffmann, M. Regitz, *Synthesis* 1991, 1099–1107.

^[12] Herrn Professor Michael Hanack zum 60. Geburtstag gewidmet.

- [³] Übersicht: R. Appel in *Multiple Bonds and Low Coordination in Phosphorus Chemistry* (Hrsg.: M. Regitz, O. J. Scherer), 1. Aufl., Thieme, Stuttgart, 1990, S. 157.
- [⁴] Kurzmitteilung: E. Fuchs, H. Heydt, M. Regitz, W. Schoeller, T. Busch, *Tetrahedron Lett.* **1989**, *30*, 5111–5114.
- [⁵] E. Fuchs, B. Breit, H. Heydt, W. Schoeller, T. Busch, C. Krüger, P. Betz, M. Regitz, *Chem. Ber.* **1991**, *124*, 2843–2855.
- [⁶] R. Appel, W. Barth, F. Knoch, *Chem. Ber.* **1983**, *116*, 938–950.
- [⁷] L. N. Markovskii, V. D. Romanenko, L. S. Kachkovskaya, M. J. Povolotskii, I. I. Patsanovskii, Y. Z. Stepanova, E. A. Ishmaeva, *Zh. Obsch. Khim.* **1987**, *57*, 901; *Chem. Abstr.* **1988**, *108*, 204691j.
- [⁸] R. Appel, A. Westerhaus, *Tetrahedron Lett.* **1981**, *22*, 2159–2160; E. Fuchs, M. Hermesdorf, W. Schnurr, W. Rösch, H. Heydt, M. Regitz, P. Binger, *J. Organomet. Chem.* **1988**, *338*, 329–340.
- [⁹] R. Appel, *Inorg. Synthesis* **1986**, *24*, 110–113.
- [¹⁰] Fraktionierende Kristallisation aus *n*-Pentan führt zur Anreicherung eines Isomers. Wegen der Hydrolyseempfindlichkeit

kommen chromatographische Trennungen z.B. an Kieselgel nicht in Frage.

- [¹¹] Übersicht: K. Karaghiosoff in Lit. [³], S. 463.
- [¹²] W. Schnurr, M. Regitz, *Tetrahedron Lett.* **1989**, *30*, 3951–3954; dort weitere Literatur.
- [¹³] F. H. Allen, O. Kennard, D. G. Watson, L. Brammer, A.-G. Orpen, R. Taylor, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2* **1987**, *1*–19.
- [¹⁴] S. Lit. [³], S. 160.
- [¹⁵] Übersicht: T. Eicher, J. L. Weber, *Top. Curr. Chem.* **1975**, *57*, 1–109.
- [¹⁶] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-320341, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[384/91]