

Table 2. Bond distances (Å) and angles (°) with e.s.d.'s in parentheses

N(2)—N(1)	1.338 (3)	C(5)—O(3)	1.202 (3)
N(2)—C(3)	1.364 (3)	C(5)—O(4)	1.323 (3)
N(2)—C(8)	1.470 (3)	C(9)—O(4)	1.451 (3)
N(1)—C(4)	1.343 (3)	C(2)—O(5)	1.195 (3)
C(4)—C(1)	1.403 (3)	C(2)—O(2)	1.326 (3)
C(4)—C(5)	1.483 (3)	C(7)—O(2)	1.453 (3)
C(1)—C(3)	1.382 (3)	C(6)—O(6)	1.191 (3)
C(1)—C(2)	1.490 (3)	C(6)—O(1)	1.321 (3)
C(3)—C(6)	1.474 (3)	C(10)—O(1)	1.450 (3)
C(3)—N(2)—C(8)	128.5 (2)	C(4)—C(5)—O(3)	122.5 (2)
C(3)—N(2)—N(1)	112.0 (2)	C(4)—C(5)—O(4)	112.5 (2)
N(1)—N(2)—C(8)	119.5 (2)	O(3)—C(5)—O(4)	125.0 (2)
N(2)—N(1)—C(4)	105.3 (2)	C(5)—O(4)—C(9)	116.2 (2)
N(1)—C(4)—C(1)	111.4 (2)	C(1)—C(2)—O(5)	124.1 (2)
N(1)—C(4)—C(5)	122.5 (2)	C(1)—C(2)—O(2)	111.1 (2)
C(1)—C(4)—C(5)	126.1 (2)	O(5)—C(2)—O(2)	124.8 (2)
C(4)—C(1)—C(3)	104.4 (2)	C(2)—O(2)—C(7)	116.3 (2)
C(4)—C(1)—C(2)	128.0 (2)	C(3)—C(6)—O(6)	125.9 (2)
C(3)—C(1)—C(2)	127.5 (2)	C(3)—C(6)—O(1)	110.1 (2)
C(1)—C(3)—N(2)	107.0 (2)	O(6)—C(6)—O(1)	124.0 (2)
C(1)—C(3)—C(6)	129.7 (2)	C(6)—O(1)—C(10)	117.7 (2)
N(2)—C(3)—C(6)	123.3 (2)		

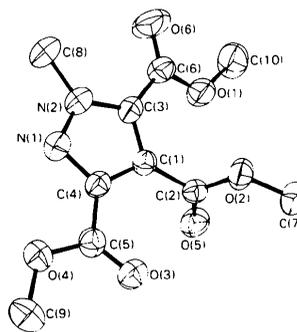


Fig. 1. ORTEP drawing (Johnson, 1965) showing 50% probability thermal ellipsoids for trimethyl 1-methyl-3,4,5-pyrazoletricarboxylate (3). H atoms have been omitted.

This work was supported by the Fonds der Chemischen Industrie. We are also indebted to Dr C. Krüger, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim/Ruhr, for the use of the diffractometer and computer programs and to Dr D. J. Brauer, Universität-Gesamthochschule Wuppertal, for instruction in the method.

References

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 GOTTHARDT, H. & REITER, F. (1981). *Chem. Ber.* **114**, 2450–2464.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Program for crystal structure determination and refinement. Univ. of Cambridge, England.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1983). **C39**, 372–375

2,6-Dithia[7]paracyclophan, $C_{11}H_{14}S_2$, und 2,6,15,19-Tetrathia[7.7]paracyclophan, $C_{22}H_{28}S_4$

VON HEIKE PFISTERER UND MANFRED L. ZIEGLER*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität, Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 25. Mai 1982; angenommen am 8. November 1982)

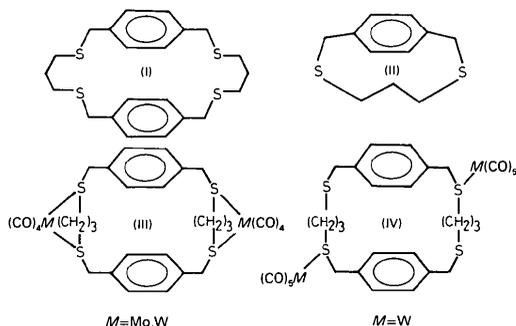
Abstract. $C_{11}H_{14}S_2$: $M_r = 210.4$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 6.886$ (1), $b = 10.852$ (3), $c = 14.461$ (6) Å, $\beta = 90.34$ (3)°, $V = 1080.53$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.293$, $D_m = 1.31$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 0.426$ mm⁻¹, $F(000) = 448$, $R_w = 0.035$ for 888 observed reflections ($R = 0.075$); $C_{22}H_{28}S_4$: $M_r = 420.7$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 12.057$ (3), $b = 5.589$ (1), $c = 16.215$ (5) Å, $\beta = 92.74$ (2)°, $Z = 2$, $V = 1091.38$ Å³, $D_x = 1.28$, $D_m = 1.30$ Mg m⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 0.422$ mm⁻¹, $F(000) = 448$, $R_w = 0.034$ for 1456 observed reflections ($R = 0.070$). In the former a benzene

ring is substituted by a 1,3-dithiapropane chain in the 1,4 position. The latter molecule, which is formally the dimer of the former, has a center of symmetry with two dithiapropane chains connecting two benzene rings.

Einleitung. Mitchell & Boekelheide (1969) sowie Vögtle (1970) erhielten durch Cyclisierung von 1,4-Bis(brommethyl)benzol mit 1,3-Propandithiol unter Anwendung des Verdünnungsprinzips 2,6,15,19-Tetrathia[7.7]paracyclophan (TTPH,I). Haenel (1977) konnte bei der gleichen Umsetzung neben (I) auch noch 2,6-Dithia[7]paracyclophan (DTPH,II) isolieren und charakterisieren. Vor allem (I) war von uns hinsichtlich

* Korrespondenzautor.

seiner Ligandeneigenschaften gegenüber Metallcarbonylen untersucht worden (Balbach, Koray, Okur, Wülknitz & Ziegler, 1981; Koray & Ziegler, 1979, 1980a,b). Dabei wurde festgestellt, dass (I) als Ligand eine oder zwei Carbonylgruppen in den Hexacarbonylen $M(\text{CO})_6$ ($M=\text{Mo}, \text{W}$) ersetzen kann. So entstehen Verbindungen der Zusammensetzung $[(\text{TTPH})M(\text{CO})_4]_2$ (III) und $[(\text{TTPH})W(\text{CO})_5]_2$ (IV), in denen der Ligand über die Schwefelatome gebunden ist.



Röntgenstrukturuntersuchungen an (IIIa) ($M=\text{Mo}$), (IIIb) ($M=\text{W}$) und (IV) haben gezeigt, dass (I) als Ligand sich weitgehend den sterischen Erfordernissen der Reaktionspartner anpasst (Balbach, Koray, Okur, Wülknitz & Ziegler, 1981). Es schien uns deshalb interessant, die Strukturen der nicht-komplexierten Liganden (I) und (II) zu untersuchen und somit Konformationsänderungen zu erkennen, die durch Komplexierung bedingt sind.

Experimentelles. Die verwendeten Kristalle von (I) und (II) waren beide deutlich kleiner [(I) $0,15 \times 0,15 \times 0,20$, (II) $0,15 \times 0,15 \times 0,25$ mm] als die optimale Kristalldicke [(I) $0,474$, (II) $0,469$ cm]. Die Bestimmung der Gitterkonstanten erfolgte über eine Gittermatrix berechnet aus den Einstellwinkeln von 25 diffraktometrisch zentrierter Reflexe (Syntex R3; monochromatisierte $\text{Mo K}\alpha$ -Strahlung), die der Reflexintensitäten durch $\theta-2\theta$ Abstufung [drei-Wertmessung; (I) $2^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$, (II) $3^\circ \leq 2\theta \leq 55^\circ$]. Nur Reflexe mit einer Intensität $I > 2,5\sigma(I)$ wurden für die Rechnungen herangezogen und mit Gewichtsfaktoren $w = 1/\sigma^2(F)$ versehen. Es wurden sowohl LP-als auch Absorptionskorrekturen (empirisch, ψ -scans von sieben Reflexen) durchgeführt.*

(I) und (II) kristallisieren in der Raumgruppe $P2_1/n$. Bei einer Besetzungszahl $Z=2$ für (I) musste das Molekül selbst ein Symmetrieelement besitzen; als

* Tabellen der Strukturdaten, der anisotropen Temperaturfaktoren, der Bindungsabstände und -winkel einschliesslich der Wasserstoffatome und der Daten von besten Ebenen und Geraden in (I) und (II) sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38234: 23 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

solches kam nur ein Symmetriezentrum infrage. Die Lageparameter für die Schwefelatome wurden einer 3D-Patterson-Synthese entnommen, die Parameter der restlichen Atome—einschliesslich der Wasserstoffatome—ergaben sich aus Differenzfourier-Synthesen. Bei (II) wurden die Lagenparameter der beiden Schwefelatome und aller C-Atome durch direkte Vorzeichenbestimmung (SOLV; Sheldrick, 1980) ermittelt, die der H-Atome ergaben sich aus Differenzfourier-Synthesen. Strukturverfeinerung erfolgte nach der Methode der kleinsten Quadrate. Alle Rechnungen basieren auf dem Programmsystem SHELXTL (Sheldrick, 1980), die Atomformfaktoren wurden den *International Tables for X-ray Crystallography* (1962) entnommen.

Diskussion. Die Atomkoordinaten für (I) und (II) sind in Tabelle 1, Abstände und Winkel in Fig. 1 und 2 zusammengefasst. In den Fig. 1 und 2 sind die Molekülstrukturen von (I) und (II) aufgezeigt.

In (I) und (II) liegen diskrete Moleküle vor.

(II) besitzt eine Spiegelebene, die nicht kristallographisch bedingt ist, sie halbiert die Bindungen C(2)—C(3) und C(5)—C(6). Beide Cyclophane enthalten eine (II) bzw. zwei (I) $\text{CH}_2\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{SCH}_2$ -Gruppen. Diese 1,3-Dithiopropan-Ketten können die in Fig. 3 angegebenen Konformationen annehmen.

Konformation (b) wurde bei (IIIa) und (IIIb) beobachtet, Konformation (a) wird annähernd in (IV) erreicht (Balbach, Koray, Okur, Wülknitz & Ziegler, 1981), die Konformation für (I) liegt zwischen (a) und (b), die für (II) ist durch (c) gegeben. Die 'Zick-Zack-Anordnung' für (II) war aufgrund von $^1\text{H-NMR}$ -Untersuchungen vorausgesagt worden (Haenel, 1977). Offensichtlich erzwingen die Metallcarbonylfragmente in den Spezies (III) die Konformation (b), wie überhaupt (I) sich den Erfordernissen seiner Reaktionspartner anpasst. So sind die beiden Benzolringe in (I) nur um $2,09$ (1) Å in Richtung der 1,4-Längsachse des Benzolrings gegenüber der ekliptischen Stellung verschoben, während die entsprechende Abweichung bei (IV) $3,13$ (1) Å beträgt [Ringdurchmesser $2,81$ (1) Å].

Die Benzolringe in (I) sind symmetriebedingt parallel zueinander, sie sind innerhalb der Fehlergrenzen eben. So beträgt die maximale Abweichung aus der Benzolringebene $0,006$ (4) Å [C(3)]. Eine Faltung der Ringe längs der 1,4-Achse der Benzolringe sowie eine 'out of plane' Deformation der Kohlenstoffatome C(1) und C(4), wie sie im [3.3]Paracyclophan (V) (Gantzel & Trueblood, 1965) und im $(\eta^{12}$ -[3.3]Paracyclophan) chrom(I)triiodid (VI) (Blank, Haenel, Koray, Weidenhammer & Ziegler, 1980) beobachtet wurde, liegt bei (I) nicht vor. Zwar sind auch bei (I) die Kohlenstoffatome C(1) und C(4) um $0,009$ (2) bzw. $0,002$ (2) Å nach innen abgewinkelt; diese Werte sind jedoch nur bei C(1) signifikant. Das

Tabelle 1. Atomkoordinaten und isotrope Temperaturfaktoren äquivalent den verfeinerten anisotropen Parametern (für H werden die verfeinerten isotropen Werte angegeben) von (I) und (II)

Die Werte der Lageparameter der S-Atome sind mit 10^3 , die der C-Atome mit 10^4 , die der H-Atome mit 10^3 multipliziert. $U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} U^*$
 \bar{U} = Spur der diagonalisierten U-Matrix.

$C_{22}H_{28}S_4$ (I)					$C_{11}H_{14}S_2$ (II)				
	x	y	z	$U_{\text{äq}}, U$		x	y	z	$U_{\text{äq}}, U$
S(1)	14035 (7)	12992 (17)	70930 (6)	527 (3)*	S(1)	72229 (20)	1336 (13)	77111 (9)	569 (5)*
S(2)	37914 (6)	24809 (17)	53597(5)	474 (4)	S(2)	86578 (22)	32305 (14)	6769 (9)	615 (6)
C(1)	-496 (2)	-1592 (6)	6955 (2)	36 (1)	C(1)	943 (6)	1020 (4)	8011 (3)	41 (2)
C(2)	-1294 (3)	160 (6)	7063 (2)	39 (1)	C(2)	1058 (7)	2279 (5)	7889 (3)	45 (2)
C(3)	2347 (2)	53 (6)	3316 (2)	39 (1)	C(3)	1433 (7)	3040 (4)	8632 (3)	42 (2)
C(4)	2627 (2)	1985 (5)	3820 (2)	36 (1)	C(4)	1675 (7)	2558 (4)	9518 (3)	45 (2)
C(5)	-1836 (3)	-3736 (6)	6074 (2)	45 (1)	C(5)	1957 (7)	1298 (5)	9597 (4)	45 (2)
C(6)	-779 (3)	-3545 (6)	6456 (2)	45 (1)	C(6)	1586 (7)	535 (4)	8853 (3)	46 (2)
C(7)	655 (2)	-1376 (6)	7360 (2)	50 (1)	C(7)	9769 (9)	262 (6)	7339 (4)	56 (2)
C(8)	3767 (3)	2155 (7)	4243 (2)	51 (1)	C(8)	1235 (10)	3329 (6)	357 (4)	63 (2)
C(9)	3249 (3)	-371 (6)	5698 (2)	51 (1)	C(9)	7282 (8)	3099 (5)	9584 (4)	52 (2)
C(10)	1997 (3)	-734 (6)	5586 (2)	50 (1)	C(10)	7111 (8)	1774 (5)	9225 (3)	43 (2)
C(11)	1310 (3)	1171 (7)	5981 (2)	50 (1)	C(11)	6627 (7)	1643 (5)	8199 (3)	49 (2)
H(2)	-108 (2)	155 (5)	744 (2)	48 (9)	H(2)	68 (6)	262 (3)	734 (2)	35 (14)
H(3)	-285 (2)	115 (5)	678 (1)	37 (8)	H(3)	134 (6)	383 (3)	862 (2)	19 (15)
H(5)	-201 (2)	-515 (5)	571 (2)	49 (9)	H(5)	211 (5)	94 (3)	17 (2)	28 (12)
H(6)	-23 (2)	-489 (5)	635 (2)	67 (10)	H(6)	160 (5)	-24 (3)	890 (2)	33 (10)
H(71)	61 (2)	-116 (5)	797 (2)	74 (10)	H(71)	986 (7)	66 (4)	675 (3)	73 (18)
H(72)	106 (2)	-254 (5)	726 (2)	46 (7)	H(72)	16 (8)	-49 (4)	734 (3)	74 (20)
H(81)	-416 (2)	-352 (5)	594 (1)	51 (8)	H(81)	151 (7)	409 (4)	24 (3)	59 (17)
H(82)	-417 (2)	-98 (6)	589 (2)	60 (12)	H(82)	225 (7)	306 (4)	88 (3)	90 (18)
H(91)	361 (2)	-163 (5)	544 (2)	61 (11)	H(91)	779 (6)	355 (4)	918 (2)	39 (16)
H(92)	348 (2)	-30 (5)	636 (2)	89 (11)	H(92)	585 (5)	339 (3)	986 (2)	57 (12)
H(101)	182 (2)	-240 (5)	582 (2)	56 (8)	H(101)	837 (5)	133 (3)	935 (2)	28 (11)
H(102)	180 (2)	-81 (5)	499 (2)	52 (8)	H(102)	613 (5)	139 (3)	959 (2)	21 (11)
H(111)	57 (2)	98 (5)	584 (2)	54 (9)	H(111)	739 (6)	221 (3)	788 (2)	45 (14)
H(112)	154 (2)	281 (5)	583 (2)	57 (10)	H(112)	522 (5)	177 (3)	810 (2)	33 (9)

* Die Werte sind mit 10^4 (S), 10^3 (C) bzw. 10^3 (H) multipliziert.

System ist flexibel und kann sterische Zwänge ausgleichen, (II) dagegen gehört zur Klasse der gespannten Phane. Hier tritt sowohl die Faltung des Ringes längs der 1,4-Achse als auch die 'out of plane' Deformation auf. So beträgt der Winkel zwischen den Ebenen C(1), C(2), C(3), C(4) und C(4), C(5), C(6), C(1) $12,9 (4)^\circ$, die Deformationswinkel α , $10,7 (4)$ und $11,9 (4)^\circ$ (Fig. 4).

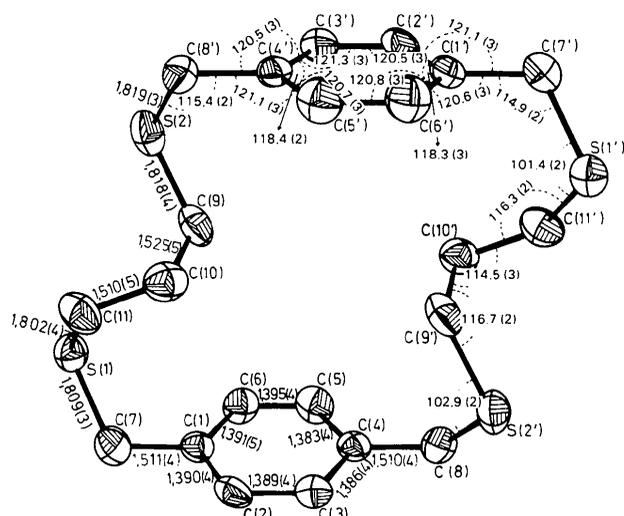


Fig. 1. Darstellung der Molekülstruktur von (I) mit Bindungslängen (Å) und -winkeln ($^\circ$); die thermischen Ellipsoide entsprechen einer Wahrscheinlichkeit von 50%.

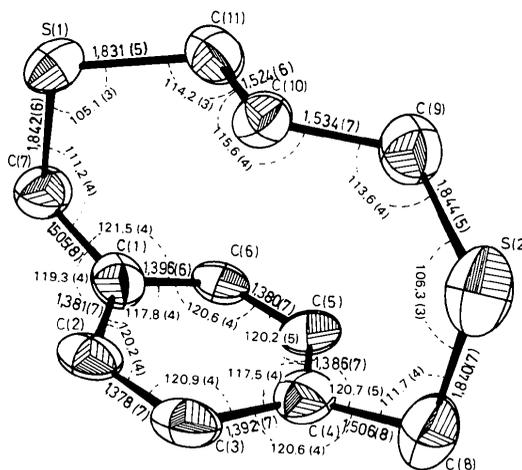


Fig. 2. Darstellung der Molekülstruktur von (II) mit Bindungslängen (Å) und -winkeln ($^\circ$); die thermischen Ellipsoide entsprechen einer Wahrscheinlichkeit von 50%.

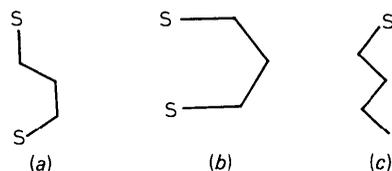


Fig. 3. Mögliche Konformationen der 1,3-Dithiapropankette.

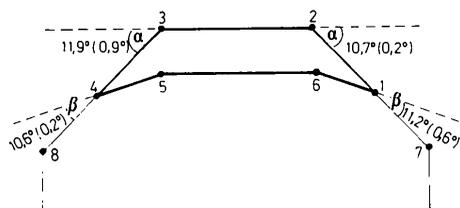


Fig. 4. 'Out-of-plane' Deformation der aromatischen Ringe in (I) und (II); die Werte für (I) stehen in ().

Die Winkel β (Fig. 4), d.h. die Winkel zwischen den Ebenen C(1), C(2), C(6) bzw. C(3), C(4), C(5) und den Geraden C(1), C(7) bzw. C(4), C(8), belegen eine zusätzliche Abwinkelung der Methylen-Ringkohlenstoff-Bindung in Richtung der 1,3-Dithiapropankette hin, wobei die Unterschiede in den Winkeln β nicht signifikant sind; dies gilt auch für die Winkel α , die innerhalb 2σ übereinstimmen ($\sigma \sim 0,4-0,6^\circ$). Ebenso wie die Methylenkohlenstoffe sind auch die Ringwasserstoffatome sämtlich in Richtung auf die Dithiakette hin abgewinkelt, die Abweichungen aus der Ebene C(2), C(3), C(5), C(6) liegen zwischen 0,010 (1) [H(6)] und 0,100 (1) Å [H(5)]. Ebenso wie in (V) und (VI) ist diese Verschiebung signifikant. Die Erklärung hierfür könnte in der abtossenden Wechselwirkung zwischen den π -Elektronen des Benzolringes und den C-H-Bindungselektronen und/oder in der Faltung des Ringes und der damit verbundenen Torsion um die C-C-Bindungen liegen (Gantzel & Trueblood, 1965; Blank, Haenel, Koray, Weidenhammer & Ziegler, 1980).

Der mittlere Kohlenstoff C(10) der Dithiapropankette in (II) liegt ziemlich genau über dem Zentrum des Benzolringes, dieser Sachverhalt geht aus den nichtbindenden Abständen C(10) zu den Ringkohlenstoffatomen hervor, die zwischen 3,281 (6) Å [C(10)-C(2), C(10)-C(5)] und 3,416 (7) Å [C(10)-C(6)] liegen. Ein Vergleich der Bindungsparameter von (I) und (II) ist anhand der Fig. 1 und 2 möglich. Die C-S-Abstände in (II) sind zwar durchweg länger als die in (I), sie sind jedoch innerhalb 3σ identisch; eine Verlängerung der Abstände in (II) wäre aufgrund der Spannung im $\text{CH}_2\text{-S-(CH}_2\text{)}_3\text{-S-CH}_2$ -Henkel plausibel. Parallel dazu verläuft die Aufweitung der Winkel C-S-C in (II), die mit $106,3 (3)^\circ$ [C(8)-S(2)-C(9)] und $105,1 (3)^\circ$ [C(7)-S(1)-C(11)] deutlich über den entsprechenden Werten in (I) [C(7)-S(1)-C(11): $101,4 (2)^\circ$, C(8)-S(2)-C(9): $102,9 (2)^\circ$] liegen. Hier ist offensichtlich die Spannung im Henkel ausschlag-

bend und nicht der Raumbedarf der beiden freien Elektronenpaare an den Schwefelatomen. Bei der Komplexierung von (I) in den Komplexen (III) und (IV) (Balbach, Koray, Okur, Wülknitz & Ziegler, 1981) sind die Bindungsverhältnisse hinsichtlich der C-S-C-Winkel erhalten geblieben, während die C-S-Bindungslängen in (IIIa), (IIIb) und (IV) einen Bereich von 1,76 (4) bis 1,84 (1) Å überstreichen.

Die Abstände der Methylenkohlenstoffatome in der Dithiapropankette sind für (I) und (II) im Bereich von $\text{C}_{sp^3}\text{-C}_{sp^3}$ -Einfachbindungen und auch die Bindungsabstände $\text{C}(sp^2; \text{Benzolring})\text{-C}(sp^3; \text{Methylenr.})$ entsprechen den Erwartungen. Dies gilt auch für die – aus Differenzfourier-Synthesen erhaltenen – C-H-Bindungslängen.

Die mittlere C-C-Bindungslänge im Benzolring beträgt bei (I) 1,389 (4), bei (II) 1,385 (7) Å, dies stimmt gut mit den Werten im Benzol überein. Interessant sind die Bindungswinkel in den Ringen. Bei beiden Spezies sind die Innenwinkel an den Kohlenstoffatomen [C(1) und C(4)] kleiner als die an den übrigen Ringkohlenstoffen. Es handelt sich um die C_{Ring} -Atome, an die die $\text{CH}_2\text{S(CH}_2\text{)}_3\text{SCH}_2$ -Henkel gebunden sind. So sind die Winkel C(2)-C(1)-C(6) und C(3)-C(4)-C(5) bei (I) $118,3 (3)$ bzw. $118,4 (2)^\circ$, bei (II) $117,8 (4)$ bzw. $117,5 (4)^\circ$. Dies ist sicherlich durch die 'out of plane' Deformation und den 'Zug' der Henkel am Benzolring bedingt, folgerichtig ist der Winkel bei (II) auch spitzer als in (I).

Dem Fonds der Chemischen Industrie sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Gewährung von Sach- und Personalmitteln.

Literatur

- BALBACH, B., KORAY, A. R., OKUR, A., WÜLKKNITZ, P. & ZIEGLER, M. L. (1981). *J. Organomet. Chem.* **212**, 77–94.
 BLANK, N. E., HAENEL, M. W., KORAY, A. R., WEIDENHAMMER, K. & ZIEGLER, M. L. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2054–2059.
 GANTZEL, P. K. & TRUEBLOOD, K. N. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 958–968.
 HAENEL, M. W. (1977). Univ. Heidelberg, persönliche Mitteilung. *International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Bd. III. Birmingham: Kynoch Press.
 KORAY, A. R. & ZIEGLER, M. L. (1979). *J. Organomet. Chem.* **169**, C34–C36.
 KORAY, A. R. & ZIEGLER, M. L. (1980a). *J. Organomet. Chem.* **202**, 13–20.
 KORAY, A. R. & ZIEGLER, M. L. (1980b). *Z. Naturforsch. Teil B*, **35**, 1193–1195.
 MITCHELL, R. H. & BOEKELHEIDE, J. (1969). *J. Heterocycl. Chem.* **6**, 981–985.
 SHELDRIK, G. M. (1980). *SHELXTL* Programm, Version 1980. Anorganisch/Chemisches Institut, Univ. Göttingen.
 VÖGTLE, F. (1970). *Chem. Ztg.* **94**, 313–317.