

graphisch aufgeklärt wurde^[7]. Sowohl der Kupferkomplex 2 als auch der Silberkomplex 3 sind die erhofften Beispiele für metallorganische Koordinationspolymere. Zunächst überraschend unterscheiden sich die Metalle jedoch in ihrer Haptizität: Während Cu^I an die [3.3]Paracyclophan-Einheiten jeweils η^2 -gebunden ist (Abb. 1a), bevorzugt Ag^I am [2.2]Paracyclophan eine gemischte η^2 -/ η^3 -Koordination (Abb. 1b). Darüber hinaus wird in 2 die Koordinationssphäre des Kupferatoms durch ein chelatisierendes GaCl₄⁻ abgesättigt, während in 3 jedes Silberatom über zwei GaCl₄⁻ mit zwei weiteren Silberatomen verknüpft ist. 2 bildet deshalb schraubenförmig angeordnete Ketten, 3 ein zu Schichten vernetztes Gerüst, das dem bei Ga[GaCl₄]-[3.3]Paracyclophan gefundenen Strukturprinzip nicht unähnlich ist^[5c], nur sind die Ga^I-Zentren gemäß A zweifach η^6 -koordiniert.

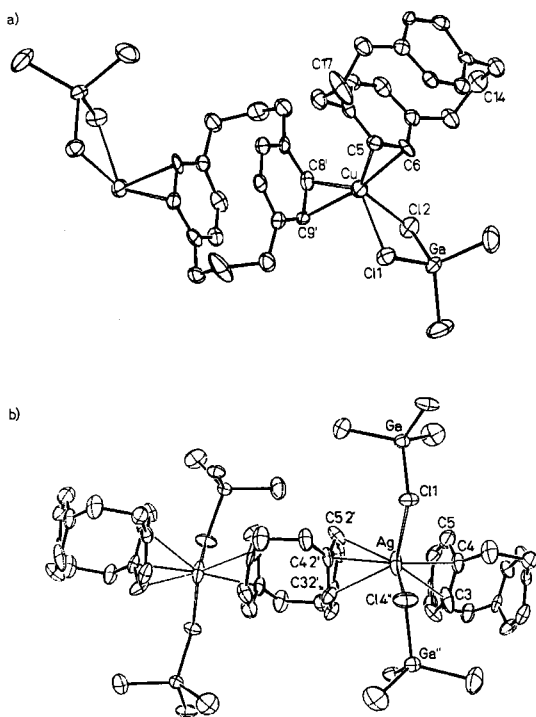


Abb. 1. Ausschnitte aus den Kristallstrukturen a) von 2 und b) von 3 (ORTEP, Schwingungsellipsoide mit 50% Wahrscheinlichkeit, ohne H-Atome; für die fehlgeordneten Atome C14/C17 in 2 ist nur eine mögliche Anordnung gezeichnet). Das Kupferatom in 2 ist jeweils über zwei nicht-verbrückende Aren-C-Atome an die Benzolringe koordiniert (η^2); in 3 dagegen sind die Silberatome auch an Brückenkopf-Atome gebunden (η^2 / η^3). Wichtige Abstände [Å]: 2: Cu-C5 2.284(7), Cu-C6 2.139(7), Cu-C8' 2.230(7), Cu-C9' 2.163(7), Cu-C11 2.706(2), Cu-C12 2.718(2); 3: Ag-C3 2.523(8), Ag-C4 2.434(7), Ag-C5 2.921(9), Ag-C32' 2.642(8), Ag-C42' 2.431(7), Ag-C52' 2.661(8), Ag-C11 2.719(2), Ag-C14' 2.837(2).

Es bleibt offen, ob die voneinander abweichende Aren-Koordination von Cu^I und Ag^I in 2 bzw. 3 auf das Metall oder auf die unterschiedlichen Cyclophane zurückzuführen ist. Man hat bereits mehrfach beobachtet, daß die Geometrie bei der Koordination von Silber an Arene variabler ist als bei der von Kupfer^[8]. In Sonderfällen ist Ag^I sogar nur η^1 -gebunden^[9]. Die in der Struktur von 3 deutlich erkennbare erhebliche Verzerrung der Benzolringe des [2.2]Cyclophans zur Bootform führt sicherlich zu anderen Donor-Eigenschaften als die besser eingehaltene Planarität der Benzolringe in 2.

Die reine Kupfer(I)-Verbindung 2 ist nicht elektrisch leitend, aber an Luft tritt eine leichte Verfärbung auf, und das Material wird leitend. Man kann eine partielle Oxi-

tion zu Cu^{II} annehmen, die zu einem gemischtvalenten metallorganischen Polymer führt^[10]. Erst eine genaue Kenntnis der Phänomene jedoch wird eine zuverlässige Kontrolle der Eigenschaften solcher Polymere erlauben.

Arbeitsvorschriften

M[GaX₄]: Eine Lösung von wasserfreiem GaCl₃ oder GaBr₃ in Benzol wird mit CuCl, AgCl bzw. AgBr (ca. 10% Überschuß) versetzt und 10 h unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Filtrieren der noch heißen Lösung fallen beim Abkühlen des Filtrats die Benzolkomplexe M[GaX₄]-C₆H₆ aus, die beim Trocknen im Vakuum in die arenfreien Salze übergehen.

1-4: Lösungen von M[GaX₄] in Toluol werden mit Lösungen äquimolarer Mengen Cyclophan in Toluol versetzt. Dabei fallen bei Raumtemperatur die Komplexe 1-4 als farblose, mikrokristalline, feuchtigkeits- und lichtempfindliche Pulver nahezu quantitativ aus, die mit Toluol gewaschen und im Vakuum getrocknet werden. Durch langsames Abkühlen (1°C/h) klarer Lösungen von 100°C auf Raumtemperatur entstehen Einkristalle.

Eingegangen am 24. Juli,
ergänzte Fassung am 19. August 1986 [Z 1875]

- [1] P. M. Keehn, S. M. Rosenfeld (Hrsg.): *Cyclophanes, Vol. I + II*, Academic Press, New York 1983.
- [2] H. Hope, J. Bernstein, K. N. Trueblood, *Acta Crystallogr. Sect. B* 28 (1972) 1733.
- [3] E. Heilbronner, Z. Z. Yang, *Top. Curr. Chem.* 115 (1984) 1; F. Gerson, *ibid.* 115 (1984) 57.
- [4] E. D. Laganis, R. G. Finke, V. Boekelheide, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 78 (1981) 2657; R. T. Swann, A. W. Hanson, V. Boekelheide, *J. Am. Chem. Soc.* 108 (1986) 3324, zit. Lit.
- [5] a) H. Schmidbaur, *Angew. Chem.* 97 (1985) 893; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 893; unveröffentlichte Ergebnisse 1986; b) H. Schmidbaur, W. Bublak, B. Huber, G. Müller, *Organometallics* 5 (1986) 1647; c) *Helv. Chim. Acta* 69 (1986), im Druck.
- [6] *Gmelin Handbuch der Anorganischen Chemie*, 8. Aufl., Silber (Teil B5, Silberorganische Verbindungen), Springer, Berlin 1975.
- [7] 2: monoklin, $P2_1/c$, $a = 12.087(2)$, $b = 11.537(2)$, $c = 13.848(1)$ Å, $\beta = 93.00(1)^\circ$, $V = 1928.4$ Å³, $\rho_{\text{ber}} = 1.761$ g cm⁻³; $Z = 4$, $F(000) = 1024$, $\mu(\text{MoK}\alpha) = 30.6$ cm⁻¹; 3025 unabhängige Reflexe gemessen, davon 2341 beobachtet mit $I \geq 2.0\sigma(I)$ (ω -Scan, $\Delta\omega = 0.8^\circ$, $(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0.572$, hkl: +13, +13, ± 15 , MoK α -Strahlung, $\lambda = 0.71069$ Å, Graphit-Monochromator, $T = -40^\circ\text{C}$, Syntex P2₁); Lp und empirische Absorptionskorrektur (relative Transmission: 0.63–1.00). Lösung durch Patterson-Methoden (SHELXS-86), $R = 0.052$, $R_w = 0.057$, $w = 1/\sigma^2(F_o)$ (anisotrop, H konstant, 235 Parameter, SHELX-76). $\Delta\rho_{\text{fin}} = +0.63/-0.61$ e Å⁻³, -3: orthorhombisch, $P2_12_12_1$, $a = 11.363(2)$, $b = 11.767(2)$, $c = 13.766(2)$ Å, $V = 1840.6$ Å³, $\rho_{\text{ber}} = 1.904$ g cm⁻³; $Z = 4$, $F(000) = 1032$, $\mu(\text{MoK}\alpha) = 30.9$ cm⁻¹; 3233 unabhängige Reflexe, 2687 beobachtet (ω -Scan, $\Delta\omega = 0.9^\circ$, $(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0.595$, hkl: +13, +13, +16 und Friedel-Reflexe, $T = -35^\circ\text{C}$); Lp und empirische Absorptionskorrektur (relative Transmission: 0.68–1.00). Patterson-Methoden, $R = 0.043$, $R_w = 0.037$, $w = 1/\sigma^2(F_o)$ (anisotrop, H konstant, 199 Parameter, $R_w = 0.046$ für inversen Koordinatensatz). $\Delta\rho_{\text{fin}} = +1.67/-1.20$ e Å⁻³ an Ag. Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52059, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [8] R. W. Turner, E. L. Amma, *J. Am. Chem. Soc.* 85 (1963) 4046; 88 (1966) 1877.
- [9] K. Shelly, D. C. Finster, Y. J. Lee, W. R. Scheidt, C. A. Reed, *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 5955.
- [10] Wir danken Herrn Dipl.-Chem. M. Weis, Garching, für erste Messungen.

Hexahydrido(pentamethylcyclopentadienyl)rhenium, [(C₅Me₅)ReH₆]⁺

Von Wolfgang A. Herrmann* und Jun Okuda

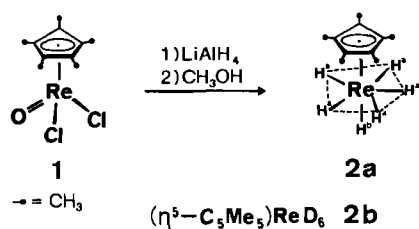
Bei der Entwicklung der Übergangsmetallpolyhydrid-Chemie^[1] haben die Rhenium-Komplexe K₂[ReH₉] sowie [ReH₇(PR₃)₂] eine überragende Rolle gespielt^[2,3]. In neue-

[*] Prof. Dr. W. A. Herrmann, Dr. J. Okuda
Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Universität München
Lichtenbergstraße 4, D-8046 Garching

[**] Diese Arbeit wurde vom Hauptlaboratorium der Hoechst Aktiengesellschaft gefördert.

rer Zeit gewinnen vor allem Komplexe des letztgenannten Typs zusätzlich an Attraktivität, weil sie CH-Bindungen in gesättigten Verbindungen aktivieren^[4] und weil sie mit η^2 -koordiniertem molekularem Wasserstoff als $[\text{ReH}_5(\eta^2\text{-H}_2)(\text{PR}_3)_2]$ formuliert werden können^[5]. Während die Mehrzahl der Metallpolyhydride durch Triorganophosphane stabilisiert wird, bleibt die Zahl der durch π -aromatische Stützliganden stabilisierten Hydrido-Komplexe (z. B. Cyclopentadienyl-Derivate) noch auf wenige Beispiele beschränkt^[6]. Wir haben nun bei Untersuchungen zur Koordinationschemie des $(\text{C}_5\text{Me}_5)\text{Re}$ -Fragments mit Rhenium in höheren Oxidationsstufen überraschend das neue Polyhydrid $[(\text{C}_5\text{Me}_5)\text{ReH}_6]$ **2a** synthetisiert.

Die Titelverbindung **2a** wird durch Einwirkung von LiAlH_4 auf den Re^{V} -Komplex **1** in Diethylether und nachfolgende, äußerst vorsichtige Methanolyse des intermediär gebildeten Aluminopolyhydrids synthetisiert. **2a** bildet kaum luftempfindliche, bei Normaltemperatur im Hochvakuum zügig und unzersetzt sublimierbare, schon in unpolaren (!) Kohlenwasserstoffen vorzüglich lösliche, farblose Kristalle.



Bei unvorsichtiger Methanolyse entsteht als Nebenprodukt der dunkelrote, zweikernige Hydrido-Komplex $[(\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5)\text{ReH}_3]_2$ ^[7]. Das Hexadeuterid **2b** (Deuteriumgehalt $\geq 97\%$, $^1\text{H-NMR}$) erhält man analog aus **1** mit LiAlD_4 und CH_3OD . Die denkbar einfache Zusammensetzung von **2a** ist durch Elementaranalyse, dampfdruckosmometrische Molmassebestimmung sowie FD-Massenspektrum belegt. Die Struktur eines Halbsandwich-Komplexes mit π -koordiniertem Pentamethylcyclopentadienyl-Liganden geht aus den IR- und NMR-spektroskopischen Daten hervor: Im IR-Spektrum beobachtet man neben dem typischen Bandenmuster für das $(\pi\text{-C}_5\text{Me}_5)\text{Re}$ -Fragment fünf vergleichsweise intensive Banden bei 2018, 980, 822, 620 und 458 cm^{-1} . Im Deuterio-Derivat **2b** verschieben sich diese Banden zu 1453, 704, 600, 458 bzw. 345 cm^{-1} und legen somit ihre Zuordnung als ReH -Valenzschwingung (2018 cm^{-1}) bzw. Deformationsschwingungen nahe. Die Frequenzen entsprechen durchaus jenen anderer Rheniumpolyhydride^[2,3]. Während das $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR-Spektrum bei Raumtemperatur die η^5 -Koordination des C_5Me_5 -Liganden an das formal siebenwertige Rhenium bestätigt, geben sich die sechs Hydrid-Liganden im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum bei 60°C als scharfes Singulett neben dem Singulett für die CH_3 -Gruppen zu erkennen^[9]. Die Zahl der Hydrid-Liganden haben wir auch durch interne Standardisierung mit $[(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{MoH}_2]$ bestätigt^[8]. Beim Abkühlen verbreitert sich das Hochfeld-Singulett merklich, und bei -90°C erreicht man als Tieftemperaturgrenze ein Spektrum, das neben dem praktisch unveränderten Singulett der CH_3 -Gruppen ein binominales Sextett der relativen Intensität 1 ($\delta = -5.04$) sowie ein Dublett der relativen Intensität 5 ($\delta = -6.90$) aufweist (Abb. 1)^[9].

Diese Daten zeigen, daß der Austausch der sechs Hydrid-Liganden bei tiefer Temperatur zwischen zwei stereochemisch unabhängigen Positionen auf der NMR-Zeitskala eingefroren ist. Ordnet man dem C_5Me_5 -Liganden

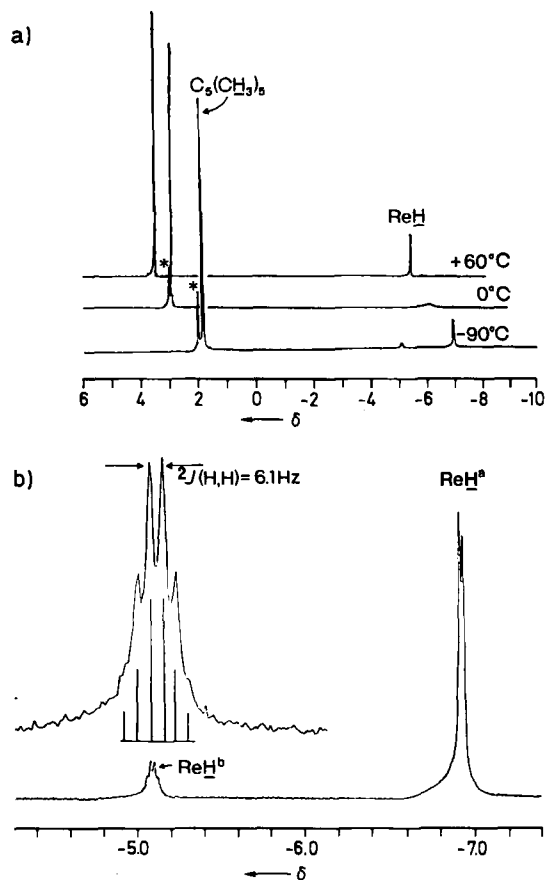


Abb. 1. a) $^1\text{H-NMR}$ -Spektren der Titelverbindung **2a** bei -90 , 0 und 60°C (gemessen in $[\text{D}_6]\text{Toluol}$; 270 MHz, int. TMS); b) ReH -Bereich bei -90°C , vergrößert. Die Sternchen kennzeichnen Lösungsmittelsignale.

eine Ecke des Koordinationspolyeders zu, so läßt sich die Koordinationssphäre um das Rheniumatom als pentagonale Bipyramide auffassen. Man kann den Ringliganden jedoch auch als dreizählig ansehen und von einem Polyeder mit neun Ecken ausgehen. Dabei ist hier nicht die im $[\text{ReH}_5]^{2-}$ -Ion angetroffene 3/3/3-Koordination (dreifach überdachtes trigonales Prisma) bevorzugt, sondern eine 3/5/1-Koordination, die sich vom überdachten quadratischen Antiprisma ableitet.

Da für das Iridiumhydrid $[(\text{PiPr}_3)_2\text{IrH}_3]$ jüngst durch Neutronenbeugung die Struktur einer pentagonalen Bipyramide mit fünf Wasserstoffatomen in der äquatorialen Ebene gefunden worden ist^[10], halten wir die obige „klassische“ Beschreibung der Koordinationsgeometrie des Komplextyps **2** für sinnvoll.

Arbeitsvorschrift

Eine Suspension von 200 mg (0.49 mmol) **1** in 35 mL wasserfreiem Diethylether wird bei -95°C unter gutem Rühren portionsweise mit 190 mg (5.0 mmol) festem LiAlH_4 versetzt. Nach 2 h hat sich eine fast farblose Mischung gebildet, die langsam auf 25°C erwärmt wird. Dann tropft man zu der wieder auf -95°C abgekühlten Lösung im Verlaufe einer Stunde 1.0 mL (24.8 mmol) Methanol in 10 mL Diethylether (heftige Gasentwicklung). Das Reaktionsgemisch wird anschließend 1 h bei -95°C gerührt und dann auf 25°C erwärmt. Nach Beendigung der Gasentwicklung zieht man alles flüchtige im Vakuum ab, extrahiert den weißen, pulverigen Rückstand mit $3 \times 10 \text{ mL}$ Toluol und filtriert die Extrakte durch eine mit ausgeheiztem Kieselgur belegte Glasfritte. Nach Entfernen des Solvens im Vakuum vom gelblichen Filtrat kristallisiert man das Rohprodukt aus wenig Hexan bei -30°C um; farblose Plättchen, $\text{Fp} = 192^\circ\text{C}$ (Zers.), Ausbeute 120 mg (75%). – Das Derivat $[(\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_4\text{Et})\text{ReH}_6]$ ($\text{Fp} = 108^\circ\text{C}$, Zers. ab 170°C) wird analog dargestellt.

Eingegangen am 6. August 1986 [Z 1894]

- [1] Neuere Übersichten: A. P. Borisov, V. D. Makhaev, K. N. Semenenko, *Sov. J. Coord. Chem.* 6 (1980) 549; D. S. Moore, S. D. Robinson, *Chem. Soc. Rev.* 12 (1983) 415; G. G. Hlatky, R. H. Crabtree, *Coord. Chem. Rev.* 65 (1985) 1.
- [2] S. C. Abrahams, A. P. Ginsberg, K. Knox, *Inorg. Chem.* 3 (1964) 558.
- [3] J. Chatt, R. S. Coffey, *J. Chem. Soc. A* 1969, 1963.
- [4] D. Baudry, M. Ephritikhine, H. Felkin, *J. Organomet. Chem.* 224 (1982) 363.
- [5] R. H. Crabtree, 191th National ACS Meeting, New York, April 1986; referiert in: *Chem. Eng. News* 64 (1986) Nr. 18, S. 26. – Vgl. R. H. Crabtree, D. G. Hamilton, *J. Am. Chem. Soc.* 108 (1986) 3124; R. H. Crabtree, M. Lavin, L. Bonneviot, *ibid.* 108 (1986) 4032.
- [6] J. Okuda, R. C. Murray, J. C. Dewan, R. R. Schrock, *Organometallics*, im Druck; T. M. Gilbert, R. G. Bergman, *ibid.* 2 (1983) 1458; *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 3502; T. M. Gilbert, F. J. Hollander, R. G. Bergman, *ibid.* 107 (1985) 3508.
- [7] W. A. Herrmann, J. Okuda, E. Voss, unveröffentlichte Ergebnisse; vgl. W. A. Herrmann, *J. Organomet. Chem.* 300 (1986) 111.
- [8] R. H. Crabtree, B. E. Segmüller, R. J. Uriarte, *Inorg. Chem.* 24 (1985) 1949.
- [9] Spektroskopische Daten von **2a**: ¹H-NMR (270 MHz, [D₈]Toluol, 60°C): δCH₃ = 2.00 (s, 15H), δReH = -6.94 (s, 6H). – ¹H-NMR (270 MHz, [D₈]Toluol, -90°C): δCH₃ = 1.86 (s, 15H), δReH^b = -5.04 (Sextett, 1H; ²J(H,H) = 6.1 Hz), δReH^a = -6.90 (d, 5H, ²J(H,H) = 6.1 Hz). – ¹³C{¹H}-NMR (C₆D₆, 28°C): δC₂Me₃ = 98.66, δCH₃ = 12.07. – IR (KBr): ν̄ = 2068 m, 2018 sh, 2008 s [ν(ReH)]; 980 s, 837 (sh), 822 vs, 620 ms, 458 m [δ(ReH)]; weitere Banden: 2985 mw, 2962 mw, 2915 m, 2850 w [ν(CH₃)]; 1486 ms, 1454 mw, 1430 w, 1380 ms [δ(CH₃)]; 1077 w, 1033 m, 397 w cm⁻¹. – FD-MS: m/z 328 (M⁺, ¹⁸⁷Re). – M_r = 330 (dampfdruckosmetrisch in Benzol).
- [10] L. Garlaschelli, S. I. Khan, R. Bau, G. Longoni, T. F. Koetzle, *J. Am. Chem. Soc.* 107 (1985) 7212.

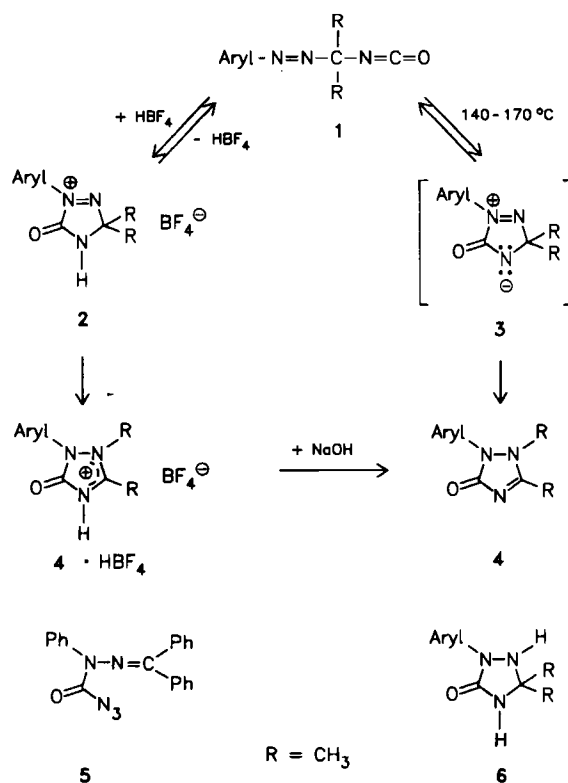


Tabelle 1. 1-Aryl-4,5-dihydro-3,3-dimethyl-5-oxo-3H-1,2,4-triazolium-tetrafluoroborate **2a–d**.

2	Aryl	Ausb. [%]	Fp [°C]	IR [cm ⁻¹] [a]	UV/VIS [b]
a	C ₆ H ₅	96	146 (Zers.)	1860	346 (3.97)
b	4-ClC ₆ H ₄	86	130 (Zers.)	1860	364 (3.98)
c	3-ClC ₆ H ₄	45	125 (Zers.)	1860	336 (3.87)
d	4-CH ₃ OC ₆ H ₄	95	147–148	1850	423 (4.15)

[a] KBr-Preßling. [b] Acetonitril.

Durch Protonierung stabilisierte Valenzisomere von Verbindungen mit geminaler Aryldiazen- und Isocyanatfunktion**

Von Hubert Gstach*, Patrick Seil, Joachim G. Schantl, Alfred Gieren, Thomas Hübner und Jin Wu

In Sonderfällen erhält man durch eine Röntgen-Strukturanalyse nicht nur Aussagen zur Molekülstatik, sondern auch zur Moleküldynamik^[1,2]. 1-Aryl-2-(1-isocyanato-1-methylethyl)diazene **1a–d**^[3] reagieren unter Einwirkung von HBF₄ zu stabilen 1-Aryl-4,5-dihydro-3,3-dimethyl-5-oxo-3H-1,2,4-triazolium-tetrafluorboraten **2a–d** (Tabelle 1). Die Struktur der Verbindungen **2**, die einer protonierten Form der zu **1** valenzisomeren, nicht isolierbaren, hochreaktiven Zwischenstufe **3** entsprechen, wurde durch eine Röntgen-Strukturanalyse von **2a**^[4] gesichert. **2a** läßt sich als durch Protonierung stabilisierte Zwischenstufe **3a** beschreiben.

Die durch IR-Spektren belegte Isocyanatfunktion von **1** (ν(NCO) ≈ 2200 cm⁻¹) ist durch eine außergewöhnliche Reaktionsträgheit gegenüber O- und C-Nucleophilen gekennzeichnet. Eine zu **3** führende Wechselwirkung zwischen geminaler Aryldiazen- und Isocyanatfunktion erklärt sowohl die verminderte Bereitschaft der Isocyanatgruppe zu Additionsreaktionen^[5,6] als auch die erhöhte Elektrophilie der Diazengruppe^[7]. **3** wird vermutlich bei der Thermolyse der Verbindungen **1**^[8] und der N-Aryl-N-

azidocarbonylhydrazone wie **5**^[9] zu 1,5-disubstituierten 2-Aryl-1,2-dihydro-1,2,4-triazol-3-onen **4** durchlaufen. Es ist auch als Zwischenstufe bei der Darstellung von **1** durch Oxidation von **6** zu diskutieren^[5,6].

In Lösung (z. B. in Acetonitril) lagern die Triazoliumsalze **2a–c** bei Raumtemperatur langsam, beim Erwärmen auf 70°C innerhalb weniger Minuten unter 1,2-Verschiebung einer Methylgruppe in die Salze **4a–c**·HBF₄ um. Das donorsubstituierte 4-Methoxyphenyl-Derivat **2d** ist dagegen in Lösung bei Raumtemperatur stabil. Die Carbonylfunktion von **2** wird in Wasser oder 2N NaOH nicht nucleophil angegriffen, vielmehr findet nur eine Deprotonierung unter Verschiebung des Gleichgewichtes von **2** nach **1** statt.

Das Kation von **2a** (Abb. 1) ist annähernd planar. Der ebene Fünfring und der Phenylrest bilden einen Winkel von nur 17°. Die Molekülstruktur ist charakterisiert durch eine extrem lange CN-Bindung zwischen CO- und Diazengruppe (C1–N2: 1.547(6) Å), die um 0.08 Å länger als die C2–N1-Einfachbindung ist, und eine extrem kurze C=O-Bindung (1.183(6) Å). Diese Bindungsgeometrie rückt das Molekül – im Zusammenhang mit der sich in den Bindungswinkeln an C1 ausdrückenden Tendenz des Isocyanatfragments zur Linearität – in die Nähe des Übergangszustands der nucleophilen Addition eines Diazenstickstoffs an den elektrophilen Kohlenstoff einer N-protonierten Isocyanatgruppe. Die beschriebene Geometrie ist

[*] Dr. H. Gstach, P. Seil, Prof. Dr. J. G. Schantl
Institut für Organische und Pharmazeutische Chemie der Universität
Innrain 52a, A-6020 Innsbruck (Österreich)

Prof. Dr. A. Gieren [*], Dr. T. Hübner, Dr. J. Wu
Max-Planck-Institut für Biochemie
Arbeitsgruppe für Chemische Kristallographie
Am Klopferstspitz, D-8033 Martinsried

[*] Neue Adresse:
Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Universität
Innrain 52a, A-6020 Innsbruck (Österreich)

[**] Diese Arbeit wurde von der Sparkasse Innsbruck-Hall gefördert.