

Synthese und Struktur des ersten Heterocyclus mit Borazin- und Cyclophosphazenen-Teilstruktur**

Derek P. Gates, Ralf Ziembsinski, Arnold L. Rheingold, Brian S. Haggerty, und Ian Manners*

Anorganische Heterocyklen haben wegen ihrer Struktur, ihrer Bindungsverhältnisse und ihrer Funktion als Vorstufen für anorganische Polymere (durch Ringöffnungspolymerisation) und für Keramiken (durch Pyrolyse) beträchtliche Aufmerksamkeit auf sich gezogen^[1–3]. Borazine und Cyclophosphazene (1,3,5,2λ⁵,4λ⁵,6λ⁵-Triazatriphosphinine) gehören zu den am besten untersuchten Klassen dieser Verbindungen^[4–5]. Im Gegensatz dazu sind nur sehr wenige Beispiele von Ringverbindungen bekannt, die aus Bor-, Stickstoff- und Phosphoratomen aufgebaut sind, und keine davon kann man als ein Heterocyclus mit Borazin- und Cyclophosphazenen-Teilstruktur ansehen^[6–7].

Eine der am besten charakterisierten Bor-Stickstoff-Phosphor-Ringverbindungen ist **1**. Diese Verbindung wurde auf mehreren Wegen dargestellt, z.B. durch Umsetzung von $[\text{Cl}_3\text{P}=\text{N}=\text{PCl}_3][\text{BCl}_4]$ mit $[\text{MeNH}_3]\text{Cl}$ ^[6]. Der B,N,P-Heterocyclus **1** wurde spektroskopisch charakterisiert, und es wurde postuliert, daß **1** im festen Zustand eine zwitterionische Struktur hat. Messungen der elektrischen Leitfähigkeit ergaben jedoch, daß sich in polaren Lösungsmitteln wie Nitrobenzol durch Abspaltung eines Chlorsubstituenten vom Boratom ein Ionenpaar bildet^[8]. Um die Bindungsverhältnisse in **1** aufzuklären, wurde eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse dieser Verbindung durchgeführt, die erste kristallographische Untersuchung sechsgliedriger Ringe dieses Typs.

Durch Abkühlen einer Lösung von **1** in CH_2Cl_2 auf -30°C wurden nach einigen Tagen farblose Kristalle erhalten. Zwei Ansichten der Struktur von **1** im Kristall sind in Abbildung 1 dargestellt^[9]. Der BN_2P_2 -Ring weicht beträchtlich von der Planarität ab, die Summe der Innenwinkel beträgt $711.6(6)^\circ$ (erwartet 720°). Am stärksten ausgelenkt ist das Boratom in **1**, wie man in der Seitenansicht von **1** im unteren Teil von Abbildung 1 deutlich sehen kann. Die Abweichung von der besten Ebene durch die anderen fünf Atome beträgt $0.39(1)\text{Å}$. Die von N(3) ausgehenden P-N-Bindungen [P(1)-N(3) und P(2)-N(3)] sind kürzer (durchschn. $1.547(4)\text{Å}$) als die entsprechenden, von den methylen-substituierten Stickstoffatomen N(1) und N(2) ausgehenden Bindungen [P(1)-N(1) und P(2)-N(2)] (durchschn. $1.593(4)\text{Å}$). Dies läßt im Fall der erstgenannten Bindungen einen höheren π -Bindungsanteil vermuten, was in Einklang mit

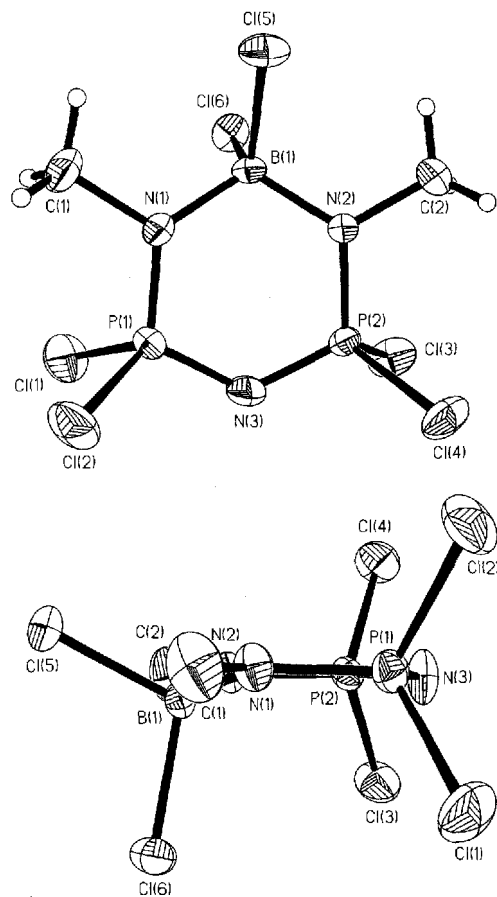


Abb. 1. Struktur von **1** im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: P(1)-N(3) 1.551(4), P(2)-N(3) 1.544(4), P(1)-N(1) 1.583(4), P(2)-N(2) 1.602(4), N(1)-B(1) 1.536(6), N(2)-B(1) 1.531(5), Cl(5)-B(1) 1.847(5), Cl(6)-B(1) 1.903(4); P(1)-N(3)-P(2) 125.7(3), N(1)-P(1)-N(3) 113.9(2), N(2)-P(2)-N(3) 113.7(2), P(1)-N(1)-N(1)-B(1) 122.2(3), P(2)-N(2)-B(1) 122.2(3), N(1)-B(1)-N(2) 113.9(3).

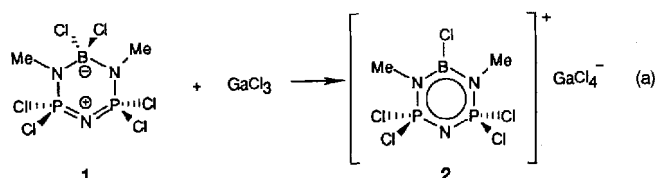
einer positiven Ladung an N(3) ist. Zum Vergleich: Die Phosphor-Stickstoff-Bindungen in $[\text{Cl}_3\text{P}=\text{N}=\text{PCl}_3]^+$ sind $1.51–1.56\text{Å}$ lang^[10]. Bezeichnenderweise jedoch ähneln die Längen der Bindungen P(1)-N(1) und P(2)-N(2) (durchschn. $1.593(4)\text{Å}$) den entsprechenden Längen in $(\text{NPCl}_2)_3$ (1.58Å)^[11], und sie sind wesentlich kürzer als eine typische P-N-Einfachbindung (ca. 1.78Å)^[12]. Das ist ein Hinweis darauf, daß die freien Elektronenpaare von N(1) und N(2) an der π -Bindung zu den Phosphoratomen der P(1)-N(3)-P(2)-Einheit beteiligt sind. Ein weiterer Beweis für eine π -Bindung sind die Umgebungen von N(1) und N(2), die eher trigonal-planar als pyramidal sind. Im Gegensatz zu den P-N-Bindungen haben die B-N-Bindungen Längen (durchschn. $1.533(5)\text{Å}$), die auf eine Bindung mit überwiegend Einfachbindungscharakter hinweisen. Beispielsweise liegt die Länge einer B-N-Einfachbindung im Bereich von ca. $1.58–1.59\text{Å}$, B-N-Doppelbindungen dagegen sind im allgemeinen ca. 1.41Å lang und in Borazinen etwas länger, nämlich ca. 1.43Å lang^[13]. Dennoch sind die B-N-Bindungen des Gerüsts immer noch deutlich kürzer als typische B-N-Einfachbindungen, was auf die Möglichkeit eines gewissen π -Bindungsanteils in der

[*] Prof. I. Manners, D. P. Gates, R. Ziembsinski, Department of Chemistry, University of Toronto, 80 St. George St., Toronto, Ontario, M5S 1A1 (Kanada), Telefax: Int. +416/978-8775

Prof. A. L. Rheingold, B. S. Haggerty, Department of Chemistry and Biochemistry, University of Delaware, Newark (USA)

[**] Diese Arbeit wurde vom kanadischen Natural Science and Engineering Research Council (NSERC) gefördert. D. P. G. dankt dem NSERC außerdem für ein Studienabschlußstipendium, R. Z. dankt dem Deutschen Akademischen Austauschdienst (DAAD) für ein Postdoktorandenstipendium, und I. M. dankt der Alfred-P.-Sloan-Stiftung für ein Stipendium (1994–1996).

N-B-N-Einheit des Ringgerüsts hindeutet. Betrachtet man sich die Umgebung des Boratoms B(1) etwas genauer, so finden sich weitere Anhaltspunkte, die diese Annahme stützen. Bemerkenswerterweise unterscheiden sich die beiden Bor-Chlor-Bindungen deutlich voneinander. Die B(1)-Cl(5)-Bindung liegt annähernd in der besten Ebene des BN_3P_2 -Rings, 1.847(5) Å lang, und ähnelt damit der in cyclischen Chlorboran-Amin-Addukten wie dem Dimer $(\text{Cl}_2\text{BNMe}_2)_2$ (1.830(10) Å)^[14]. Im Gegensatz dazu steht die B(1)-Cl(6)-Bindung annähernd senkrecht zur besten Ebene durch den BP_2N_3 -Ring (Abb. 1 unten) und ist merklich länger (1.903(4) Å), was zusammen mit der deutlichen Verkürzung der B-N-Bindungen des Gerüsts, zur Annahme führt, daß die heterolytische Abspaltung von Cl(6), welche eine „Borazin-artige“ planare Umgebung von B(1) erzeugen würde, strukturell vorgebildet ist^[4]. Angesichts dieser Möglichkeit wurde versucht, mit GaCl_3 einen Halogenidsubstituenten abzuspalten. Zugabe von GaCl_3 in CH_2Cl_2 zu **1** im selben Lösungsmittel [Gl.(a)] führte nicht zu einem sichtbaren Farbwechsel.



Allerdings zeigte die ^{11}B -NMR-spektroskopische Analyse der Reaktionsmischung daß **1** ($\delta = 5.38$ (Triplet)) vollständig umgesetzt wurde und sich ein neues Produkt **2** (Singulett bei $\delta = 31.7$) gebildet hatte. Das ^{11}B -NMR-Signal von **2** ist wesentlich breiter als das von **1**, was eher mit einer planaren als mit einer tetraedrischen Umgebung des Boratoms vereinbar ist. Darüber hinaus ähnelt die ^{11}B -NMR chemische Verschiebung von **2** der des Borazins (ClBNMe_3) ($\delta = 31.2$) ähnlich ist^[15]. Das ^{31}P -NMR-Signal von **2** bei $\delta = 35.5$ ist im Vergleich zum entsprechenden Signal von **1** (Singulett bei $\delta = 28.2$) tieffeldverschoben. Das ^1H -NMR-Signal der Methylgruppe von **2** ist gegenüber dem von **1** ($\delta = 3.23$) leicht tieffeldverschoben und liegt bei $\delta = 3.36$. Die NMR-spektroskopischen Daten von **2** sind zwar ein deutlicher Hinweis auf die Abspaltung eines Chloridsubstituenten von **1** mit GaCl_3 , doch den endgültigen Strukturbeweis erbrachte erst eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse.

In Abbildung 2 sind zwei Ansichten der Molekülstruktur von **2**^[16] im Kristall dargestellt. Die Röntgenstrukturanalyse bestätigte, daß ein in Verbindung **1** an Bor gebundenes Chloratom abgespalten wurde und sich ein Bor-Stickstoff-Phosphor-Kation mit $[\text{GaCl}_4]^-$ als Gegenion gebildet hatte. Im Gegensatz zu **1** ist in **2** der BNP-Ring nahezu planar (Abb. 2 unten), wobei N(1) mit 0.11(1) Å am stärksten aus der besten Ebene ausgelenkt ist. Die Summe der Innenwinkel des Ringes beträgt 718(1)°. Zwischen Kation und Anion bestehen keine signifikanten Wechselwirkungen; der kürzeste Abstand zwischen B und Cl (B...Cl(6)) beträgt 3.223(3) Å, der zwischen N und Cl (N(1)...Cl(9)) 3.980(3) Å. Ein deutlicher Unterschied zwischen den Strukturen von **1** und **2** tritt beim Bindungswinkel N(2)-B-N(3) zutage. Dieser Winkel wird beim Übergang **1** nach **2** deutlich von 113.9(3)° auf 124.2(6)° vergrößert, was in Einklang mit der Erniedrigung der Koordinationszahl des Bors von vier auf drei ist. Hinzu kommt, daß die B-N-Bindungslängen in **2** (1.429(10) Å) viel kürzer als in **1** (1.533(5) Å) sind. Dies weist darauf hin, daß der π -Bindungsanteil der B-N-Bindungen in **2** dem von Borazinen ähnelt (B-N-Bindungslänge ca. 1.43 Å)^[13].

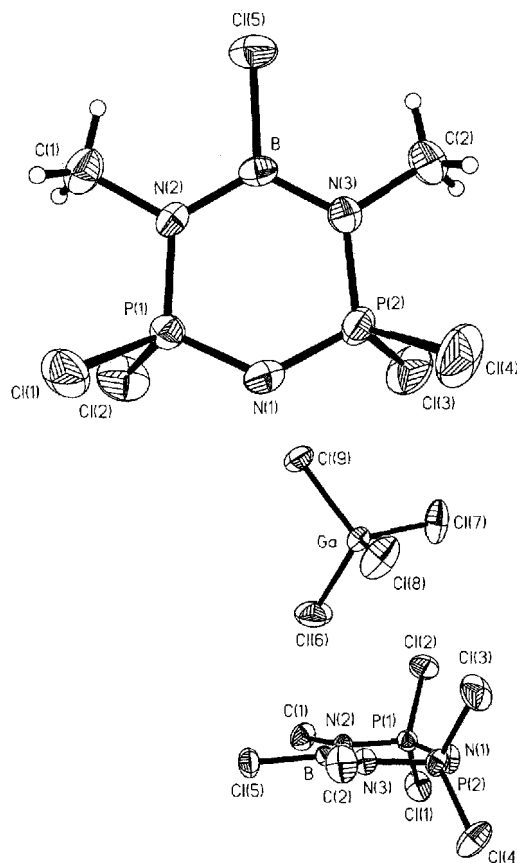


Abb. 2. Zwei Ansichten der Struktur von **2** im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: P(1)-N(1) 1.551(7), P(2)-N(1) 1.551(6), P(1)-N(2) 1.623(6), P(2)-N(3) 1.625(7), N(2)-B 1.436(9), N(3)-B 1.422(10); P(1)-N(1)-P(2) 125.4(4), N(1)-P(1)-N(2) 112.2(3), N(1)-P(2)-N(3) 112.0(4), P(1)-N(2)-B 121.5(5), P(2)-N(3)-B 122.2(4), N(2)-B-N(3) 124.2(6).

Im Gegensatz zu denen der koordinativen Umgebung des Boratoms sind die Bindungswinkel und Längen im Phosphazenen-Teil des Rings praktisch mit denen in **1** identisch. Dennoch sind die Bindungen P(1)-N(2) und P(2)-N(3) in **2** (durchschn. 1.624(6) Å) länger als die analogen Bindungen in **1** (durchschn. 1.593(5) Å), was auf größeren π -Bindungsanteil zwischen Stickstoff und Bor in **2** zurückgeführt werden kann. Wir setzen unsere Studien zur Reaktivität von **1** und **2** fort und untersuchen den potentiellen Nutzen dieser Verbindungen als Vorstufen für Polymere und keramische Materialien auf BN-PN-Basis.

Experimentelles

2: Bei Raumtemperatur wurde eine Lösung von GaCl_3 (0.26 g, 1.5 mmol) in CH_2Cl_2 (20 mL) zu einer schwach gelben Lösung von **1** (0.47 g, 1.4 mmol) in CH_2Cl_2 (20 mL) in einem im Vakuum ausgeheizten Reaktionsgefäß [17] gegeben. Die Farbe des Reaktionsgemisches änderte sich beim Rühren nicht, die ^{31}P -NMR-spektroskopische Untersuchung zeigte jedoch quantitativen Umsatz. Das Lösungsmittel wurde innerhalb von vier Stunden im Vakuum durch langsames Abdampfen in einen Kolben, der mit flüssigem Stickstoff gekühlt wurde, entfernt. Es verblieben beigefarbene, faserige Nadeln, die aus CH_2Cl_2 durch langsame Entfernung des Lösungsmittels im Vakuum umkristallisiert wurden. Die so erhaltenen farblosen Kristalle wurden dreimal mit kaltem Hexan gewaschen. Ausbeute: 0.33 g (47%). ^{31}P -NMR (CDCl_3 , H_3PO_4 ext.): $\delta = 35.0$; ^{11}B -NMR ($\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{D}_2\text{O}$, $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ ext.): $\delta = 31.7$; ^1H -NMR (CDCl_3 , TMS ext.): $\delta = 3.36$ (m). Elementaranalyse: $\text{C}_2\text{H}_6\text{BCl}_2\text{GaN}_3\text{P}_2$; ber. C 4.50, H 1.13, N 7.87; gef. C 4.50, H 1.12, N 7.72.

Eingegangen am 6. Juni 1994 [Z 7004]

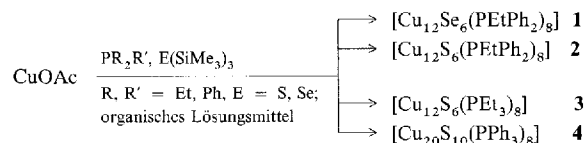
[1] Beispielsweise H. W. Roesky, K. V. Katti, U. Seseke, M. Witt, E. Egert, R. Herbst, G. Sheldrick, *Angew. Chem.* **1986**, *88*, 447; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1986**, *25*, 477; R. Hasselbring, H. W. Roesky, A. Heine, D. Stalke, G. Sheldrick, *Z. Naturforsch. B* **1993**, *48*, 43; K. Waggoner, H. Hope, P. P. Power, *Angew.*

[Cu₄₄Se₂₂(PEt₂Ph)₁₈] und [Cu₄₄Se₂₂(PnBuBu₂)₁₂]: Synthese und Struktur zweier Clusterverbindungen mit isomeren Cu-Se-Gerüsten**

Stefanie Dehnen und Dieter Fenske*

Professor Larry Dahl zum 65. Geburtstag gewidmet

Bei der Umsetzung von Kupfer(I)-acetat mit tertiären Phosphanen und E(SiMe₃)₂ (E = S, Se) erhielten wir kürzlich die neuen Schwefel- und Selen-verbrückten Kupfercluster **1–3** und **4** mit 12 bzw. 20 Kupferatomen (Schema 1). Die Strukturen all dieser Clusterverbindungen konnten durch Röntgenstrukturanalysen ermittelt werden^[1].

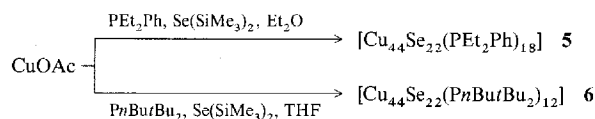


Schema 1.

Bei analogen Reaktionen von E(SiMe₃)₂ mit CuCl anstelle von CuOAc als Edukt konnten bislang ausschließlich Selen-verbrückte Kupfercluster synthetisiert werden^[2], die jedoch deutlich größere [Cu₂Se]_n-Clustergerüste aufweisen. Als Beispiele wären [Cu₃₀Se₁₅(PPr₃)₁₂], [Cu₇₀Se₃₅(PEt₃)₂₂] und [Cu₁₄₆Se₇₃(PPh₃)₃₀]^[2] zu nennen.

Offensichtlich beeinflusst das Anion der eingesetzten Kupfer(I)-Verbindung die Clusterbildung, womit es möglich wurde, bislang nicht beobachtete, kleinere Clusterkomplexe sowie Schwefel-verbrückte Kupfercluster in kristalliner Form zu isolieren. Möglicherweise kann man **1–4** als Zwischenstufen bei der Entstehung größerer Clusterverbindungen ansehen^[1, 2].

Bei einem weiteren Versuch, entsprechende Intermediate auf dem Weg zu großen Kupferclustern darzustellen, setzten wir CuOAc mit Se(SiMe₃)₂ in Gegenwart der Phosphane PEt₂Ph oder PnBuBu₂ in Diethylether bzw. THF um (Schema 2). Da-



Schema 2.

bei konnten die Verbindungen **5** bzw. **6** in hohen Ausbeuten (80–85%) isoliert und mit Hilfe der Kristallstrukturanalyse charakterisiert werden^[3]. Es gibt keine Hinweise dafür, daß andere Cluster bei den Reaktionen gebildet werden.

Die Struktur von **5** im Kristall ist in Abbildung 1 oben gezeigt. Im Vergleich zu anderen bekannten Selen-verbrückten Kupferclustern mit 36 und mehr Kupferatomen lassen sich deutliche Unterschiede im Aufbau erkennen. Anders als bei [Cu₇₀Se₃₅(PEt₂Ph)₂₃] oder [Cu₁₄₆Se₇₃(PPh₃)₃₀]^[2], deren Struk-

* Prof. Dr. D. Fenske, Dipl.-Chem. S. Dehnen
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Engesserstraße, Geb.-Nr. 30.45, D-76131 Karlsruhe
Telefax: Int. + 721/661921

** Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (SFB 195) und dem Land Baden-Württemberg gefördert.

- Chem.* **1988**, *100*, 1765; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1988**, *12*, 1699; H. V. R. Dias, P. P. Power, *ibid.* **1987**, *99*, 1320 bzw. **1987**, *26*, 1270; J. C. van de Grampel, *Coord. Chem. Rev.* **1992**, *112*, 247; N. Burford, T. Chivers, M. Hojo, W. G. Laidlaw, J. F. Richardson, M. Trisc, *Inorg. Chem.* **1985**, *24*, 709; T. Chivers, K. S. Dhathathreyan, S. W. Liblong, T. Parks, *ibid.* **1988**, *27*, 1305; N. Burford, T. M. Parks, B. W. Royan, B. Borecka, T. S. Cameron, J. F. Richardson, E. J. Gabe, R. Hynes, *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 8147; P. Paetzold, C. von Plotho, G. Schmid, R. Boese, *Z. Naturforsch. B* **1984**, *39*, 1069.
- [2] Beispielsweise H. R. Allcock, *Adv. Mater.* **1994**, *6*, 106; I. Manners, H. R. Allcock, G. Renner, O. Nuyken, *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, *111*, 5478; J. A. Dodge, I. Manners, H. R. Allcock, G. Renner, O. Nuyken, *ibid.* **1990**, *112*, 1268; H. W. Roesky, M. Lücke, *Angew. Chem.* **1989**, *101*, 480; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1989**, *28*, 493; F. Sauls, L. V. Interrante, *Coord. Chem. Rev.* **1993**, *128*, 193; W. Schnick, *Angew. Chem.* **1993**, *105*, 846; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1993**, *32*, 806; A. H. Cowley, R. A. Jones, *ibid.* **1989**, *28*, 1208. bzw. **1989**, *101*, 1235.
- [3] I. Manners, *Adv. Mater.* **1994**, *6*, 68; M. Liang, I. Manners, *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 4044; D. A. Foucher, A. J. Lough, I. Manners, *Inorg. Chem.* **1992**, *31*, 3034.
- [4] W. Maringgele in *The Chemistry of Inorganic Homo and Heterocycles*, Vol. 1 (Hrsg.: I. Haiduc, D. B. Sowerby), Academic Press, London, **1987**, Kap. 2.
- [5] H. R. Allcock, *Phosphorus-Nitrogen Compounds*, Academic Press, New York, **1972**; C. W. Allen, *Coord. Chem. Rev.* **1994**, *130*, 137.
- [6] H. Binder, *Z. Naturforsch. B* **1971**, *26*, 616; H. Binder, J. Palmtag, *ibid.* **1979**, *34*, 179; F. G. Schrif, C. D. Schmulbach, *Inorg. Chem.* **1966**, *5*, 322.
- [7] P. Paetzold, C. von Plotho, E. Niecke, R. Rüger, *Chem. Ber.* **1983**, *116*, 1678.
- [8] H. Becke-Goehring, H. J. Müller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1968**, *362*, 51.
- [9] Kristallstrukturdaten von C₂H₆BCl₆N₃P₂ **1**: *P*2₁/c, *a* = 9.119(2), *b* = 7.765(2), *c* = 18.862(4) Å, β = 103.50(3)°, *V* = 1298.7(5) Å³, *Z* = 4, μ = 15.34 cm⁻¹, MoKα (λ = 0.71073 Å), δ_{ber.} = 1.834 g cm⁻³, 298 K, Siemens-P4-Diffraktometer mit Graphitmonochromator, farblos Kristall (0.38 × 0.40 × 0.46 mm) in Kapillare. Von 3246 gesammelten Reflexen (4 ≤ 2θ ≤ 55°) waren 2946 unabhängig (*R*_{merge} = 0.0252) 2242 Reflexe mit *F*₀ ≥ 4σ(*F*₀) wurden beobachtet. Strukturlösung mit direkten Methoden, damit wurden die Cl-Atome lokalisiert. Die Nichtwasserstoffatome wurden mit anisotropen thermischen Parametern verfeinert, H-Atome auf fixierten und idealisierten Positionen (*d*_{CH} = 0.960 Å, *U* auf 0.0800 Å²), festgelegt *R* = 0.0482, *wR* = 0.0509%, *GOF* = 1.50, *N*_o/*N*_e = 17.2, und Δρ_{max} = 0.43 e Å⁻³ [18].
- [10] R. Faggiani, R. J. Gillespie, J. F. Sawyer, J. D. Tyrer, *Acta Crystallogr. Sect. B* **1980**, *36*, 1014.
- [11] G. J. Bullen, *J. Chem. Soc.* **1971**, 1450.
- [12] D. E. C. Corbridge, *Phosphorus: An Outline of its Chemistry, Biochemistry and Technology*, Elsevier, Amsterdam, **1990**.
- [13] P. Paetzold, *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **1987**, *31*, 123 (S. 137).
- [14] H. Hess, *Acta Crystallogr.* **1963**, *16*, A 74.
- [15] B. Wrackmeyer, H. Nöth, *Chem. Ber.* **1976**, *109*, 3480.
- [16] Kristallstrukturdaten von C₂H₆BCl₆GaN₃P₂ **2**: *P*1̄, *a* = 8.613(2), *b* = 9.259(3), *c* = 12.712(3) Å, α = 93.34(2), β = 100.96(2), γ = 112.71(2)°, *V* = 908.3(4) Å³, *Z* = 2, μ = 29.98 cm⁻¹, MoKα (λ = 0.71073 Å), δ_{ber.} = 1.951 g cm⁻³, 297 K, Siemens-P4-Diffraktometer mit Graphitmonochromator farblos Kristall (0.10 × 0.36 × 0.41 mm) in einer Kapillare. Von 5504 gesammelten Reflexen (4 ≤ 2θ ≤ 60°) waren 5285 unabhängig *R*_{int} = 0.0165, 2419 Reflexe mit *F*₀ ≥ 5σ(*F*₀) wurden beobachtet. Strukturlösung mit Direkten Methoden; damit wurden die Ga- und Cl-Atome lokalisiert. Die Nichtwasserstoffatome wurden mit anisotropen thermischen Parametern verfeinert, H-Atome auf fixierten und idealisierten Positionen (*d*_{CH} = 0.960 Å, *U* auf 0.0800 Å² festgelegt), *R* = 0.0479, *wR* = 0.0597%, *GOF* = 1.23, *N*_o/*N*_e = 14.8, und Δρ_{max} = 0.69 e Å⁻³ [18].
- [17] Das verwendete Reaktionsgefäß war eine Modifikation des in N. Burford, T. M. Parks, J. Müller, *J. Chem. Educ.* **1994**, *71*, 807, beschrieben.
- [18] Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-58352 angefordert werden.