

Metallorganische Lewis-Basen, XX¹⁾

Photochemisch erzwungene Häufung von Liganden: Die Kristallstruktur von $\text{Mn}_2(\text{CO})_6\text{C}_5\text{H}_5\text{As}(\text{CH}_3)_2$

Heinrich Vahrenkamp

Chemisches Laboratorium der Universität Freiburg i. Br.,
D-7800 Freiburg i. Br., Albertstr. 21

Eingegangen am 14. Juni 1974

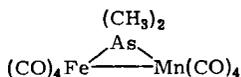
Dicarbonyl(cyclopentadienyl)- μ -(dimethylarsenido)-(tetracarbonylmanganio)mangan, $\text{Mn}_2(\text{CO})_6\text{C}_5\text{H}_5\text{As}(\text{CH}_3)_2$ (**4**), kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe *Pbca* mit acht Molekülen in der Elementarzelle. Die beiden Manganatome in **4** werden durch eine Metall-Metall-Bindung (2.91 Å) zusammengehalten, die durch eine Arsin-Brücke (Mn—As = 2.35 und 2.36 Å) unterstützt wird. Der Mn—As—Mn-Kern des Komplexes ist so dicht von Liganden umgeben, daß die Abknickung einer terminalen CO-Gruppe auf einen Mn—C—O-Winkel von 160° erzwungen wird.

Organometallic Lewis Bases, XX¹⁾

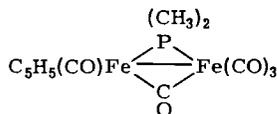
Photochemically Enforced Crowding of Ligands: The Crystal Structure of $\text{Mn}_2(\text{CO})_6\text{C}_5\text{H}_5\text{As}(\text{CH}_3)_2$

Dicarbonyl(cyclopentadienyl)- μ -(dimethylarsenido)-(tetracarbonylmanganio)manganese, $\text{Mn}_2(\text{CO})_6\text{C}_5\text{H}_5\text{As}(\text{CH}_3)_2$ (**4**), crystallizes in the orthorhombic space group *Pbca* with eight molecules in the unit cell. The two manganese atoms in **4** are held together by a metal-metal bond (2.91 Å), which is supported by an arsine bridge (Mn—As = 2.35 and 2.36 Å). The Mn—As—Mn nucleus of the complex is surrounded by ligands so densely, that bending of a terminal CO group to a Mn—C—O angle of 160° is enforced.

Bisher haben wir aus der Serie der basenverbrückten Zweikernkomplexe mit Metall-Metall-Bindung zwei Kristallstrukturbestimmungen vorgenommen. Dabei zeigte sich, daß sowohl im arsenverbrückten Komplex **1**²⁾ wie im phosphorverbrückten Komplex **2**³⁾ das Metall-Zentrum relativ dicht von Liganden umgeben ist. Diese Tatsache schien



1



2

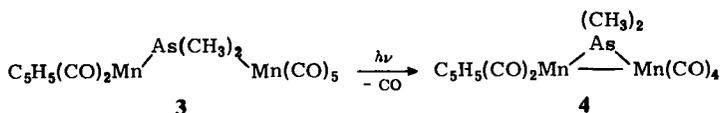
¹⁾ XIX Mitteil.: A. Mayr, W. Ehrl und H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 107, 3860 (1974), vorstehend.

²⁾ H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 106, 2570 (1973).

³⁾ H. Vahrenkamp, J. Organomet. Chem. 63, 399 (1973).

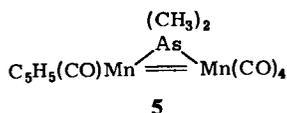
sowohl für die Stabilität der Komplexe als auch für ihre Bildungstendenz von Bedeutung zu sein, denn analoge Komplexe mit mehr⁴⁾ und mit deutlich weniger⁵⁾ Liganden ließen sich mit der verwendeten photochemischen Methode nicht darstellen.

Es war daher eine Überraschung, als uns analog zur Darstellung von **1** die Synthese der Titel-Verbindung **4** gelang, ausgehend von dem einfach verbrückten Zweikernkomplex **3**⁶⁾. **3** ist ein räumliches und isoelektronisches Analogon von $(\text{CO})_5\text{Cr}-\text{As}(\text{CH}_3)_2-\text{Mn}(\text{CO})_5$ ⁴⁾, welches sich nicht durch Bestrahlung in einen mit **4** verwandten Komplex umwandeln ließ. Weiterhin ist **4** verwandt mit **2**, enthält jedoch eine CO-Gruppe mehr.



Die Frage nach der Stellung dieser zusätzlichen CO-Gruppe im Molekül war Anlaß zu der vorliegenden Strukturuntersuchung. Denn an Hand von Modellzeichnungen, die aus den Molekülstrukturen von **1** und **2** gewonnen wurden, ließ sich vorhersagen, daß im Molekül von **4** kein Raum für eine weitere terminale CO-Gruppe war. Ein Brücken-CO zeigten die IR-Spektren dagegen nicht an.

Als irreführend erwiesen sich die Massenspektren von **4**. Sie zeigten nämlich als massenhöchstes Fragment unter allen Bedingungen nur ein Ion, das eine CO-Gruppe weniger enthielt als **4**. Das ermöglichte den Schluß, daß nicht **4**, sondern der sterisch günstigere Komplex **5** vorlag, der wegen des Fehlens der zusätzlichen CO-Gruppe eine Mangan-Mangan-Doppelbindung haben sollte.



Von den Elementaranalysen unterscheidet nur die Sauerstoff-Analyse eindeutig zwischen den Möglichkeiten **4** und **5**. Da diese aber in Gegenwart von Mangan unzuverlässig ist, konnte nur eine Kristallstrukturanalyse das aufgeworfene Strukturproblem lösen.

Beschreibung der Struktur

4 kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe *Pbca* mit den Gitterkonstanten $a = 11.157(8) \text{ \AA}$, $b = 12.665(8) \text{ \AA}$, $c = 22.507(14) \text{ \AA}$. Die Dichtebestimmung war das erste eindeutige Indiz für die Formulierung des Komplexes als **4**: der für acht Moleküle von **4** pro Elementarzelle berechneten Dichte von 1.88 entsprach eine gemessene von 1.86 g/cm^3 . Die Struktur wurde mit Hilfe der Patterson-Synthese gelöst. Die Vollmatrix-Kleinste-Quadrate-Verfeinerung konvergierte bei einem *R*-Wert von 3.9%.

4) W. Ehrl und H. Vahrenkamp, Chem. Ber. **104**, 3261 (1971).

5) W. Ehrl und H. Vahrenkamp, J. Organomet. Chem. **63**, 389 (1973).

6) W. Ehrl, P. Vedder und H. Vahrenkamp, unveröffentlicht.

Die Tabellen 1, 2 und 3 geben Atomparameter, Atomabstände und Bindungswinkel des Moleküls wieder.

Tab. 1 Atomare Lageparameter von **4**

Atom	X	Y	Z	B
As	0.4956(2)	0.1395(1)	0.3721(1)	a)
Mn1	0.4769(2)	0.3185(2)	0.3441(1)	a)
Mn2	0.6834(2)	0.2121(2)	0.3957(1)	a)
C11	0.6259(17)	0.3761(16)	0.3349(8)	4.8(5)
O11	0.7011(13)	0.4322(11)	0.3188(7)	6.3(5)
C12	0.4891(19)	0.2785(14)	0.2710(8)	4.6(5)
O12	0.4996(14)	0.2546(10)	0.2205(6)	6.6(4)
C13	0.4259(20)	0.4402(18)	0.4110(10)	6.5(7)
C14	0.4106(22)	0.4779(20)	0.3492(11)	8.2(8)
C15	0.3258(24)	0.4134(20)	0.3219(12)	7.7(8)
C16	0.2867(20)	0.3302(18)	0.3615(11)	7.6(8)
C17	0.3547(21)	0.3487(19)	0.4183(10)	7.3(7)
C21	0.7295(17)	0.1735(15)	0.3195(9)	4.6(5)
O21	0.7529(12)	0.1503(11)	0.2718(5)	5.6(4)
C22	0.8148(18)	0.2928(15)	0.4039(8)	4.8(5)
O22	0.9028(12)	0.3429(12)	0.4107(6)	6.6(4)
C23	0.6254(17)	0.2598(16)	0.4643(9)	5.0(6)
O23	0.5922(12)	0.2932(12)	0.5106(7)	7.1(5)
C24	0.7448(20)	0.0977(16)	0.4314(8)	4.9(6)
O24	0.7850(13)	0.0241(12)	0.4534(7)	7.0(5)
C1	0.4816(19)	0.0264(14)	0.3117(8)	4.7(5)
C2	0.3937(20)	0.0760(17)	0.4364(10)	6.2(6)

a) die anisotropen Temperaturfaktoren sind ($\times 10^4$)

As	29(1)	40(1)	37(1)	-5(1)	0(1)	0(1)
Mn1	29(2)	40(2)	36(2)	5(2)	3(2)	-1(1)
Mn2	28(2)	34(2)	38(2)	-3(2)	-3(2)	-1(2)

Die Kristallstrukturanalyse beweist die Zusammensetzung von **4**. Gleichzeitig bestätigt sie unsere Voraussage bezüglich der sterischen Hinderung der Carbonylgruppen: der Komplex enthält eine geknickte Mn—C—O-Einheit (s. u.).

Die übrigen Bindungsmerkmale von **4** sind gut mit der Erfahrung in Einklang zu bringen. Das erkennt man am besten daran, daß man die rechte Hälfte des Moleküls **4** (siehe Abb.) gut mit der rechten Hälfte von **1**²⁾ und die linke Hälfte von **4** gut mit der linken Hälfte von **2**³⁾ zur Deckung bringen kann. Als wesentliche Abweichung ergibt sich, daß die Carbonylgruppe C11—O11 in **4** im Gegensatz zu der entsprechenden Gruppe in **2** keine Brücken-CO-Gruppe ist und daß die Carbonylgruppe C22—O22 in **4** im Vergleich zu der entsprechenden Gruppe in **1** etwas mehr von der Molekülmitte weggebogen ist. Das verdeutlicht aufs neue, daß für Komplexe dieser Art ^{2,3)} keine starren Ligandenanordnungen gegeben sind, sondern daß die Abstoßung der Liganden gleichmäßig um den ganzen Komplex verteilt wird. Dementsprechend gilt für beide Manganatome in **4**, daß die Metall-Metall-Bindung keine typische Koordinationsstelle besetzt.

Die terminalen CO-Gruppen in **4** zeigen normales Verhalten (außer C11—O11). Sie sind nicht mehr als die normalen Werte von der Linearität entfernt.

Tab. 2 Atomabstände in 4

Abstand	Länge (Å)
<u>1. Bindungslängen</u>	
As-Mn1	2.362(4)
As-Mn2	2.350(4)
Mn1-Mn2	2.912(4)
As-C1	1.98(2)
As-C2	2.01(2)
Mn1-C11	1.83(2)
Mn1-C12	1.73(2)
Mn1-C13	2.23(2)
Mn1-C14	2.15(3)
Mn1-C15	2.13(3)
Mn1-C16	2.16(2)
Mn1-C17	2.19(2)
Mn2-C21	1.86(2)
Mn2-C22	1.80(2)
Mn2-C23	1.78(2)
Mn2-C24	1.79(2)
C11-O11	1.16(2)
C12-O12	1.18(2)
C13-O13	1.14(2)
C14-O14	1.18(2)
C15-O15	1.18(2)

Abstand	Länge (Å)
C23-O23	1.18(3)
C24-O24	1.15(2)
C13-C14	1.48(3)
C14-C15	1.39(3)
C15-C16	1.45(3)
C16-C17	1.50(3)
C17-C13	1.42(3)

2. intramolekulareKontaktabstände

Abstand	Länge (Å)
As-C12	2.88(2)
As-C21	2.90(2)
As-C23	2.95(2)
Mn2-C11	2.57(2)
C11-C13	2.93(3)
C11-C14	2.75(3)
C11-C21	2.84(3)
C11-C22	2.82(3)
O11-C21	3.29(3)
O11-C22	2.90(3)
C12-C15	2.75(3)
C1-C2	3.04(3)

Tab. 3 Bindungswinkel in 4

Winkel	Grad
<u>1. am Arsen</u>	
Mn1-As-Mn2	76.3(1)
Mn1-As-C1	120.3(5)
Mn1-As-C2	121.8(6)
Mn2-As-C1	120.6(6)
Mn2-As-C2	119.9(6)
C1-As-C2	99.2(8)

2. an Mn1

Winkel	Grad
As-Mn1-Mn2	51.6(1)
As-Mn1-C11	109.4(6)
As-Mn1-C12	88.0(6)
Mn2-Mn1-C11	60.7(6)
Mn2-Mn1-C12	100.5(7)
C11-Mn1-C12	86.4(9)

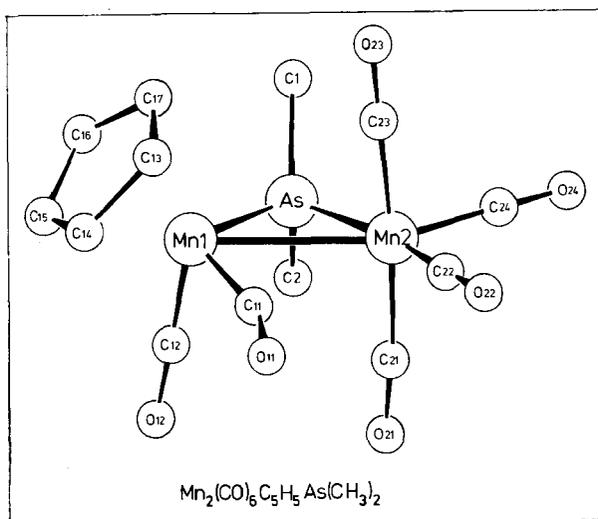
3. an Mn2

Winkel	Grad
As-Mn2-Mn1	52.0(1)
As-Mn2-C21	86.2(6)
As-Mn2-C22	166.8(6)
As-Mn2-C23	90.3(6)
As-Mn2-C24	97.3(7)

Winkel	Grad
Mn1-Mn2-C21	88.4(6)
Mn1-Mn2-C22	115.0(6)
Mn1-Mn2-C23	84.3(6)
Mn1-Mn2-C24	148.8(7)
C21-Mn2-C22	91.1(9)
C21-Mn2-C23	172.6(9)
C21-Mn2-C24	95.5(9)
C22-Mn2-C23	90.9(9)
C22-Mn2-C24	95.7(9)
C23-Mn2-C24	91.4(9)

4. an den C-Atomen

Winkel	Grad
Mn1-C11-O11	160.0(1.7)
Mn1-C12-O12	177.5(1.6)
Mn2-C21-O21	177.1(1.7)
Mn2-C22-O22	177.4(1.7)
Mn2-C23-O23	176.8(1.7)
Mn2-C24-O24	178.9(1.8)
C13-C14-C15	107.7(2.1)
C14-C15-C16	111.1(2.2)
C15-C16-C17	105.0(2.0)
C17-C13-C14	108.0(2.0)



[C234/N.1]

Struktur von Dicarbonyl(cyclopentadienyl)- μ -(dimethylarsenido)-(tetracarbonylmanganio)mangan (4)

Der Cyclopentadienylring ist planar. Die maximale Abweichung eines seiner Atome von der „besten“ Ebene beträgt 0.02 Å. Die unterschiedlichen Abstände der Cyclopentadienyl-C-Atome von Mn1 müssen auf sterische Hinderung mit den anderen

Liganden zurückgeführt werden. Die Schwankung der C—C-Abstände im C₅H₅-Ring erscheint nach neueren Untersuchungen von *Bernal* und *Watkins*⁷⁾ möglicherweise durch die nicht starre Lage des Ringes vorgetäuscht zu sein.

Das Mn—As—Mn-Dreieck

Die Mangan-Mangan-Bindung in **4** ist 2.91 Å lang. Das entspricht fast exakt dem Wert von 2.92 Å in Mn₂(CO)₁₀⁸⁾. Diesen Wert für den typischen Mangan-Mangan-Abstand zu halten, erscheint aber riskant, denn es sind auch wesentlich kürzere Mn—Mn-Bindungslängen, etwa 2.57 Å im Komplex [C₅H₅Mn(CO)(NO)]₂⁹⁾ bekannt. Hier wie in anderen Fällen^{3, 10)} scheint das Brückenatom von entscheidendem Einfluß auf die Metall-Metall-Bindungslänge zu sein.

Das Brückenatom in **4** ist Arsen. Sein Bindungsabstand zum Mangan scheint im Gegensatz zum Mn—Mn-Abstand relativ konstant bei 2.35—2.40 Å zu liegen^{2, 11)}. Und da auch die Valenzwinkel an den Brückenatomen in basenverbrückten Zweikernkomplexen mit etwa 74 ± 2 Grad recht konstant sind³⁾, scheint die Metall-Metall-Bindungslänge fast nur eine Konsequenz des verbrückenden Systems zu sein.

Im Vergleich zum Komplex **2** mit Fe—Fe = 2.63 Å ist Mn—Mn in **4** um knapp 0.3 Å länger. Dies läßt sich in der geschilderten Weise auf den Ersatz des Phosphoratoms in **2** durch das Arsenatom in **4** sowie auf die verstärkte gegenseitige Abstoßung der Liganden in **4** zurückführen. Eine genauere Separierung der beiden Effekte ist angesichts des geringen Vergleichsmaterials schwierig, doch bietet der Komplex **1** mit Fe—Mn = 2.85 Å einen Anhalt. Das Brückensystem ist in **1** und **4** gleich, die Geometrie beider Komplexe ist recht verschieden. Sieht man die Abstoßung der CO-Gruppen, die auch die ungewöhnliche Abknickung von C11—O11 bewirkt, als den entscheidenden geometrischen Unterschied von **1** und **4** an, dann wirkt sich diese mit 0.06 Å auf den Metall-Metall-Abstand aus. Mithin kann auch starke sterische Hinderung nicht den Effekt einer Variation des Brückenatoms erreichen.

Es ist noch verfrüht, eindeutige Aussagen über die Variabilität von Metall-Metall-Bindungslängen unter dem Einfluß sterischer Faktoren zu machen. Doch es muß nunmehr als sicher gelten, daß sich Metall-Metall-Bindungslängen nicht aus konstanten Bindungsradien zusammensetzen lassen.

Die geknickte CO-Gruppe

Die Carbonylgruppe C11—O11 unterliegt starker sterischer Spannung. Das zeigen die Kontaktabstände zu den Gruppen C21—O21 und C22—O22, vgl. Tab. 2. Wäre Mn—C11—O11 linear, dann würden diese Kontaktabstände unter die bekannten Mindestabstände sinken. Eine Abwinkelung an C11 auf einen Valenzwinkel von 160° ist damit unvermeidbar.

Gewinkelte terminale CO-Gruppen sind unseres Wissens unbekannt, und aus diesem Grunde sollte **4** stark destabilisiert sein. Es liegt daher auf der Hand, nach

7) *I. Bernal* und *S. F. Watkins*, Chem. Eng. News **51**, Nr. 52, 27 (1973).

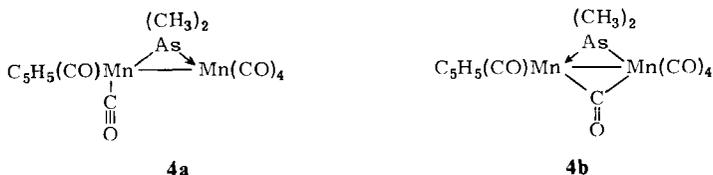
8) *L. F. Dahl* und *R. E. Rundle*, Acta Crystallogr. **16**, 419 (1963).

9) *R. M. Kirchner*, *T. J. Marks*, *J. S. Kristoff* und *J. A. Ibers*, J. Amer. Chem. Soc. **95**, 6602 (1973).

10) *L. F. Dahl*, *E. Rodulfo de Gil* und *R. D. Feltham*, J. Amer. Chem. Soc. **91**, 1653 (1969).

11) *L. Y. Y. Chan* und *F. W. B. Einstein*, J. C. S. Dalton **1973**, 111.

einer zusätzlichen Stabilisierung dieser CO-Gruppe zu fragen. Eine solche Stabilisierung könnte in der Funktion von C11—O11 als Brücken-Carbonyl liegen. **4** läßt sich ohne Verletzung der 18-Elektronen-Regel mit verbrückender CO-Gruppe formulieren. In Valenzbindungsschreibweise wird das etwa durch die tautomeren Formen **4a** und **4b** wiedergegeben.



In **4** läge demnach eine extrem unsymmetrische CO-Brücke vor. Gestützt wird dies durch den Mn2—C11-Abstand von 2.57 Å, der deutlich kürzer als ein van der Waals-Abstand ist, und den Mn1—C11-Abstand, der um 0.10 Å länger ist als der Mn1—C12-Abstand.

Andererseits ist bei Komplexen mit symmetrischer CO-Brücke der Unterschied der Bindungslängen Mn—C_{terminal} und Mn—C_{Brücke} 0.2–0.3 Å und die Brücken-C-Atome sind 1.9–2.1 Å von den Manganatomen entfernt^{9,12}. Dazu kommt, daß in anderen Komplexen mit unsymmetrischer CO-Brücke, wie H₂Ru₄(CO)₁₃¹³, Fe₄(CO)₁₃^{2–14} oder (C₅H₅)₂Rh₂Fe₂(CO)₈¹⁵ die Asymmetrie der Brücken weniger ausgeprägt ist und dementsprechend die Valenzwinkel an den Brücken-C-Atomen bei 150° liegen.

Man muß C11—O11 in **4** daher als weitgehend terminale CO-Gruppe mit geringem Brückencharakter klassifizieren, ein Zustand, der durch Valenzstriche und Elektronenformeln nicht auszudrücken ist. Das IR-Spektrum von **4** gibt keinen Hinweis auf das Vorliegen einer Brücken-CO-Gruppe.

Am ähnlichsten mit **4** ist noch die Situation in den Zweikernkomplexen (C₅H₅)₂V₂(CO)₅¹⁶ und (Bipy)Fe₂(CO)₇¹⁷, für die Cotton eine qualitative Bindungsbeschreibung gibt. Doch auch hier sind die „nicht bindenden“ Metall—C-Abstände der Brücken mit durchschnittlich 2.4 Å noch wesentlich kürzer als in **4**. Der sterische Zwang, der die CO-Gruppe abknickt, ist von den genannten Komplexen bei **4** am größten. Da man aber bei all diesen Komplexen die sterischen Verhältnisse nicht aus der Betrachtung eliminieren kann, ist es schwer zu sagen, ob eine CO-Gruppe jeweils terminal oder verbrückend sein „möchte“. Die vergleichende Betrachtung zeigt jedoch, daß alle Übergänge zwischen brücken- und endständigem CO im starren kristallisierten Komplex möglich sind. Diese Erkenntnis gewinnt zunehmende Bedeutung beim Verständnis des dynamischen Verhaltens von mehrkernigen Metall-Carbonyl-Komplexen¹⁸.

12) M. D. Curtis, Privatmitteilung, Struktur von Mn₂(CO)₉Ge(CH₃)₂.

13) D. B. W. Yawney und R. J. Doedens, Inorg. Chem. **11**, 838 (1972).

14) R. J. Doedens und L. F. Dahl, J. Amer. Chem. Soc. **88**, 4847 (1966).

15) M. R. Churchill und M. V. Veidis, J. Chem. Soc. A **1971**, 2170.

16) F. A. Cotton, B. A. Frenz und L. Kruczynski, J. Amer. Chem. Soc. **95**, 951 (1973).

17) F. A. Cotton und J. M. Troup, J. Amer. Chem. Soc. **96**, 1233 (1974).

18) R. D. Adams und F. A. Cotton, J. Amer. Chem. Soc. **95**, 6589 (1973).

Die Existenz von **4** widerlegt unsere Annahme, daß die Entstehung und Stabilität solcher basenverbrückter Zweikernkomplexe auf Grund von sterischen Betrachtungen allein vorherzusagen sei. Es bleibt zunächst die Erkenntnis, daß die Photochemie, wie in der organischen Chemie geläufig, ungewöhnliche Struktur- und Bindungssysteme erzwingen kann.

Die vorliegende Arbeit wurde vom *Fonds der Chemischen Industrie* unterstützt. Herrn Dr. *W. Littke* gilt mein besonderer Dank dafür, daß er die kristallographische Messung durchführte. Die Benutzung des X-RAY-Programmsystems wurde durch die Mitarbeiter des Freiburger Kristallographischen Instituts und durch das Freiburger Rechenzentrum ermöglicht.

Experimenteller Teil

Dicarbonyl(cyclopentadienyl)- μ -(dimethylarsenido)-(tetracarbonylmanganio)mangan (**4**) wurde nach der bewährten Methode¹⁹⁾ dargestellt⁶⁾: Eine Lösung von 1.19 g (2.5 mmol) **3** in Benzol wurde in einem Duranglasgefäß 1 h mit einem Hanau-TQ 150-Brenner bestrahlt. Dann wurde filtriert und eingedampft. Umkristallisation aus wenig n-Hexan ergab 0.33 g (29%) **4** vom Schmp. 187–188°C in kleinen roten Kristallen, die wie Oktaeder mit zwei abgeschnittenen Spitzen aussehen.

IR in Cyclohexanlösung: 2062 st, 1975 st, 1958 sst, 1947 sst, 1937 cm⁻¹ m.

C₁₃H₁₁AsMn₂O₆ (448.0) Ber. C 34.85 H 2.48 Mn 24.53 Gef. C 34.99 H 2.65 Mn 22.77

Von einem Kristall der ungefähren Größe 0.1 × 0.1 × 0.1 mm wurden diffraktometrisch die Gitterkonstanten bestimmt. Die systematischen Auslöschungen legten eindeutig die Raumgruppe *Pbca* fest. Auf dem Nonius-CAD4-Diffraktometer wurden sodann bis zu einem Θ -Wert von 23° zwei Oktanten vermessen. Nach Datenreduktion, Mittelung und Aussortieren der nicht signifikant über dem Untergrund liegenden Reflexe verblieb die relativ geringe Zahl von 730 unabhängigen Reflexen. Mit ihnen wurden die Rechnungen durchgeführt.

Eine Patterson-Synthese ergab die Lage der Schweratome. Nach drei Fouriersynthesezyklen waren alle Leichtatome lokalisiert. Die Vollmatrix-Kleinste-Quadrate-Verfeinerung mit Einheits-Wichtung konvergierte bei einem *R*-Wert von 3.9%. Dabei wurden die Schweratome anisotrop behandelt. Auf die Lokalisation der Wasserstoffatome wurde verzichtet. Die abschließende Differenz-Fouriersynthese zeigte Extremwerte der Elektronendichte unter +0.5 und -0.4 e/Å³.

Die gedruckte Strukturfaktorliste ist auf Wunsch beim Autor erhältlich.

¹⁹⁾ *W. Ehrl* und *H. Vahrenkamp*, Chem. Ber. **106**, 2563 (1973).