

CHEMISCHE BERICHTE

FORTSETZUNG DER
BERICHTE DER DEUTSCHEN CHEMISCHEN GESELLSCHAFT

HERAUSGEGEBEN VON DER
GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER

114. JAHRGANG · HEFT 7 · SEITE 2369–2668

Dieses Heft wurde am 3. Juli 1981 ausgegeben.

Synthese und Struktur eines sechsgliedrigen Ringes mit den Elementen Schwefel, Stickstoff und Zinn

Hartmut Fuess^{*a}, *Jan W. Bats*^a, *Manfred Diehl*^b, *Lothar Schönfelder*^b und *Herbert W. Roesky*^b

Institut für Kristallographie und Mineralogie der Universität Frankfurt/Main^a,
Senckenberganlage 30, D-6000 Frankfurt/Main 1, und
Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen^b,
Tammannstr. 4, D-3400 Göttingen

Eingegangen am 28. November 1980

Ein neuer anorganischer sechsgliedriger Ring **3**, der aus den Elementen Schwefel, Stickstoff und Zinn besteht, wird durch Reaktion von $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}=\text{S}=\text{O}$ mit $[\text{CF}_3\text{SO}_2\text{NSn}(\text{CH}_3)_2]_3$ (**2a**) dargestellt. Die Konstitution von **3** wird durch die Röntgenstrukturanalyse bestätigt.

Synthesis and Structure of a Six-membered Ring with the Elements Sulfur, Nitrogen, and Tin

A new inorganic six-membered ring **3**, containing the elements sulfur, nitrogen, and tin, is prepared by the reaction of $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}=\text{S}=\text{O}$ with $[\text{CF}_3\text{SO}_2\text{NSn}(\text{CH}_3)_2]_3$ (**2a**). **3** was characterized on the basis of an X-ray analysis.

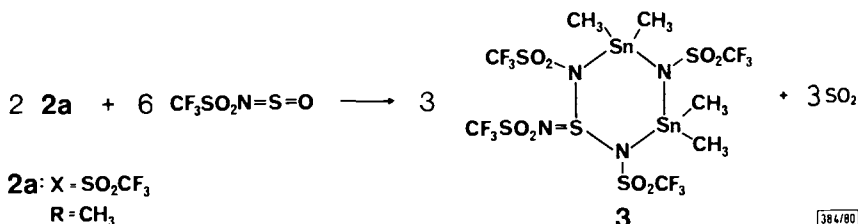
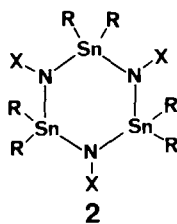
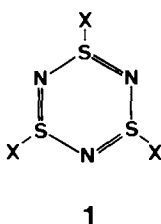
Verbindungen, die die trimere Einheit $(\text{SNX})_3$ (**1**) enthalten¹⁾, sind lange bekannt. Über Triazatrinstannine **2** haben wir berichtet^{2,3)}. Im Rahmen unserer Untersuchungen über anorganische Ringsysteme erschien es uns interessant, nach Synthesemöglichkeiten zu suchen, um in **2** ein oder zwei Zinnatome durch Schwefel zu ersetzen. Dazu haben wir zwei Möglichkeiten verfolgt: Einmal die Reaktion von Schwefelhalogeniden mit Zinn-Stickstoff-Verbindungen; sie führte ausschließlich zu $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}[\text{Sn}(\text{CH}_3)_3]\text{-SCH}_3\text{NSO}_2\text{CF}_3$ ³⁻⁵⁾. Zum anderen die Umsetzung von $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}=\text{S}=\text{O}$ ⁶⁾ mit Hexa-

Chem. Ber. **114**, 2369–2374 (1981)

© Verlag Chemie GmbH, D-6940 Weinheim, 1981
0009–2940/81/0707–2369 \$ 02.50/0

hydro-2,2,4,4,6,6-hexamethyl-1,3,5-tris(trifluormethylsulfonyl)-1,3,5,2,4,6-triazatri-stannin³⁾ (**2a**), die in 38proz. Ausbeute die gewünschte Verbindung **3** ergab.

Die Bildung von **3** kann man sich so erklären, daß zunächst aus $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}=\text{S}=\text{O}$ unter SO_2 -Abspaltung $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}=\text{S}=\text{NSO}_2\text{CF}_3$ entsteht. Diese Reaktion ist bekannt⁷⁾. Unter Ringöffnung des dimeren $[(\text{CH}_3)_2\text{SnNSO}_2\text{CF}_3]_2$, welches wahrscheinlich im Gleichgewicht mit dem Trimeren steht, erfolgt eine 1,2-dipolare Addition an eine Schwefel-Stickstoff Bindung des Schwefeldiimids. Nach Untersuchungen von *Hänssgen et al.*⁸⁾ erfolgt mit Cyclodistannazanen und Schwefeldiimiden keine Ringerweiterung. **3** ist nicht sublimierbar und zersetzt sich beim Erwärmen.



384780

Röntgenstrukturanalyse von **3**

3 kristallisiert aus CH_2Cl_2 in farblosen Kristallen. Da die Verbindung an Luft unbeständig ist, wurden geeignete Kristalle in Glaskapillaren eingeschmolzen. Präzessions-Aufnahmen ergaben tetragonale Symmetrie und als Raumgruppe $I4_1/a$. Die Intensitätsmessungen erfolgten mit einem automatischen Syntex-P₂-Diffraktometer mit Nb-gefilterter Mo- K_α -Strahlung. Die Verfeinerung der Gitterkonstanten aus beobachteten Winkelpositionen ergab $a = b = 1667.6$ (6) pm, $c = 4104.9$ (2.2) pm, $V = 11415 \cdot 10^6$ pm³, $Z = 16.4737$ (davon 2667 symmetrieunabhängige) Reflexe wurden an einem Kristall mit den Abmessungen $0.30 \times 0.30 \times 0.40$ mm bis zu einem Grenzwinkel von $2\Theta = 40^\circ$ gemessen. Die Untergrundkorrektur erfolgte durch Profilanalyse nach einer von *Blessing, Coppens* und *Becker*⁹⁾ vorgeschlagenen Methode. Die Absorptionskorrektur ($\mu = 2.33 \text{ mm}^{-1}$) ergab Transmissionsfaktoren zwischen 0.645 und 0.713. Drei Standardreflexe, die nach jeweils 60 Beobachtungen gemessen wurden, zeigten einen Intensitätsabfall von etwa 10%, wahrscheinlich wegen Strahlungsschäden des Kristalls. Die beobachteten Intensitäten wurden entsprechend renormiert. Nach Mittelung äquivalenter Reflexe ($R(I) = \sum |I - \langle I \rangle| / \sum I = 0.033$) hatten 236 Beobachtungen $I \leq 0$, die bei der anschließenden Verfeinerung nicht berücksichtigt wurden. Die Position der Sn-Atome ergab sich mit dem Programm MULTAN 80¹⁰⁾. Anschließende Fourier-Synthesen zeigten die Positionen der leichten Atome.

In den abschließenden Differenzsynthesen konnte ein Lösungsmittelmolekül CH_2Cl_2 lokalisiert werden, das über intermolekulare Kontakte nur lose mit den Seitenketten verbunden ist. Diese lo-

Tab. 1. Parameter der Atomlagen und Temperaturfaktoren von 3. Die Temperaturfaktoren ($\times 10^4$) sind definiert als $\exp[-2\pi^2 (\sum_{i,j} U_{ij} h_i h_j a_i^* a_j^*)]$

	x	y	z	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Sn (1)	0.09125 (4)	0.97474 (4)	0.10857 (2)	37 (1)	45 (1)	46 (1)	04 (1)	-01 (1)	03 (1)
Sn (2)	0.44428 (4)	0.41073 (4)	0.08617 (2)	38 (1)	47 (1)	47 (1)	05 (1)	03 (1)	02 (1)
S (1)	0.4172 (2)	0.6005 (2)	0.08238 (9)	47 (2)	49 (2)	73 (3)	-01 (2)	12 (2)	1062
S (2)	0.2767 (2)	0.5288 (2)	0.10548 (6)	37 (2)	38 (2)	38 (2)	03 (1)	00 (2)	-01 (2)
S (3)	0.1451 (2)	0.5074 (2)	0.06800 (7)	37 (2)	55 (2)	42 (2)	02 (2)	00 (2)	00 (2)
S (4)	0.7313 (2)	0.5167 (2)	0.07692 (7)	47 (2)	47 (2)	39 (2)	-01 (2)	-00 (2)	-03 (2)
S (5)	0.6561 (2)	0.2534 (2)	0.08692 (7)	59 (2)	37 (2)	50 (2)	03 (2)	-04 (2)	-01 (2)
N (1)	0.3663 (4)	0.5176 (4)	0.0872 (2)	31 (5)	32 (5)	40 (6)	-01 (4)	07 (5)	09 (5)
N (2)	0.2198 (5)	0.4688 (4)	0.0858 (2)	32 (6)	42 (6)	49 (6)	02 (5)	-12 (5)	-02 (5)
O (4)	0.1409 (4)	0.5916 (4)	0.0711 (2)	44 (5)	43 (5)	88 (6)	09 (4)	-06 (5)	-17 (5)
O (5)	0.0752 (4)	0.4588 (4)	0.0737 (2)	40 (5)	91 (6)	60 (5)	-11 (5)	01 (5)	12 (5)
N (3)	0.2913 (5)	0.4752 (4)	0.1396 (2)	48 (6)	27 (5)	22 (5)	-01 (4)	07 (5)	01 (5)
O (1)	0.3990 (5)	0.6606 (4)	0.1057 (2)	98 (7)	52 (6)	85 (6)	-30 (5)	21 (6)	-17 (5)
O (2)	0.4968 (4)	0.5732 (4)	0.0768 (2)	41 (5)	63 (6)	113 (7)	-14 (4)	19 (5)	10 (5)
F (1)	0.3888 (4)	0.5844 (5)	0.0195 (2)	93 (6)	89 (6)	58 (5)	06 (5)	15 (5)	05 (5)
F (2)	0.3068 (4)	0.6603 (4)	0.0452 (2)	64 (5)	78 (5)	101 (6)	16 (5)	02 (5)	33 (5)
F (3)	0.4253 (4)	0.7011 (4)	0.0347 (2)	115 (6)	96 (6)	123 (7)	-29 (5)	16 (6)	53 (6)
C (1)	0.3809 (9)	0.6365 (8)	0.0427 (4)	71 (11)	46 (10)	85 (13)	-19 (9)	00 (10)	28 (9)
C (2)	0.1642 (9)	0.4906 (9)	0.0254 (4)	61 (11)	85 (13)	62 (11)	-11 (10)	-10 (9)	05 (10)
F (4)	0.1694 (5)	0.4140 (5)	0.0181 (2)	162 (9)	98 (7)	72 (6)	27 (7)	-11 (6)	-40 (6)
F (5)	0.2323 (5)	0.5236 (6)	0.0165 (2)	112 (7)	207 (10)	65 (6)	-57 (7)	35 (6)	-26 (6)
F (6)	0.1083 (5)	0.5202 (5)	0.0072 (2)	116 (7)	172 (9)	69 (6)	51 (7)	-39 (6)	-00 (6)
O (3)	0.6592 (4)	0.4711 (4)	0.0815 (2)	44 (5)	60 (5)	58 (5)	-20 (4)	-10 (4)	00 (4)
O (7)	0.7940 (4)	0.4898 (4)	0.0558 (2)	64 (6)	74 (6)	47 (5)	07 (5)	14 (5)	-19 (5)
O (8)	0.7049 (4)	0.2973 (4)	0.1100 (2)	66 (5)	40 (5)	62 (5)	-01 (4)	-08 (5)	-12 (4)
N (4)	0.6543 (5)	0.1644 (4)	0.0996 (2)	57 (6)	28 (5)	48 (6)	04 (5)	04 (5)	11 (5)
O (6)	0.5801 (4)	0.2863 (4)	0.0767 (2)	63 (5)	55 (5)	85 (6)	29 (4)	-22 (5)	11 (5)
C (3)	0.7176 (9)	0.2540 (8)	0.0504 (3)	93 (11)	56 (9)	60 (8)	-10 (8)	-15 (8)	22 (9)
F (7)	0.7898 (5)	0.2304 (5)	0.0563 (2)	64 (5)	164 (5)	82 (6)	-09 (6)	20 (5)	18 (6)
F (8)	0.7199 (5)	0.3250 (4)	0.0373 (2)	179 (8)	66 (6)	94 (6)	-21 (6)	29 (6)	32 (5)
F (9)	0.6886 (5)	0.2035 (4)	0.0281 (2)	128 (7)	105 (6)	65 (5)	-32 (5)	16 (5)	-14 (5)
C (4)	0.6968 (8)	0.6121 (7)	0.0582 (3)	53 (10)	55 (9)	47 (9)	-07 (8)	09 (8)	14 (8)
F (10)	0.6569 (4)	0.6541 (4)	0.0802 (2)	62 (5)	73 (5)	81 (5)	17 (4)	04 (4)	11 (5)
F (11)	0.7594 (4)	0.6558 (4)	0.0499 (2)	60 (5)	70 (5)	102 (6)	-06 (4)	02 (5)	35 (5)
F (12)	0.6530 (4)	0.5966 (4)	0.0335 (2)	75 (5)	101 (6)	68 (5)	-00 (4)	-35 (5)	06 (5)
C (5)	0.0796 (6)	1.0995 (5)	0.1156 (3)	86 (9)	14 (6)	86 (10)	12 (6)	-05 (8)	-04 (7)
C (6)	0.0583 (5)	0.8951 (6)	0.0708 (2)	37 (7)	87 (9)	37 (7)	12 (6)	-02 (6)	-25 (7)
C (7)	0.4724 (6)	0.4018 (6)	0.0362 (2)	48 (8)	67 (8)	47 (8)	12 (6)	-01 (6)	-08 (7)
C (8)	0.5119 (6)	0.4234 (6)	0.1298 (2)	47 (8)	71 (9)	50 (7)	-01 (7)	-21 (6)	-01 (7)
C (9)	0.0312 (24)	0.1813 (17)	0.0207 (9)	251 (46)	55 (23)	128 (30)	-71 (26)	47 (32)	-41 (22)
Cl (1)	-0.0646 (8)	0.2740 (7)	-0.0094 (3)	293 (16)	157 (11)	168 (11)	-13 (10)	23 (11)	17 (10)
Cl (2)	0	1/4	0.0494 (4)	270 (14)	357 (18)	414 (20)	31 (13)	0	0

se Bindung führt zu erheblicher thermischer Bewegung und zu einer Unordnung des CH_2Cl_2 -Moleküls mit Positionen, die durch eine zweizählige Achse verbunden sind. Die Verfeinerung mit anisotropen thermischen Parametern ergab $R(F) = 0.065$, $R_w(F) = 0.059$ und $S = [\sum w |F_{\text{obs}} - F_{\text{cal}}|^2 / (n_o - n_v)]^{1/2} = 1.86$. Extinktionseffekte konnten vernachlässigt werden. Die Formfaktoren sind den Internationalen Tabellen¹¹⁾ entnommen, Korrekturwerte für Sn und S für anomale Dispersion sind von Cromer und Liberman¹²⁾. Die Rechnungen wurden am UNIVAC 1108-

Tab. 2. Mokolgeometrie von 3. Bindungswinkel (°)

A	-	B	-	C	(°)	A	-	B	-	C	(°)
N (3)	-	Sn (1)	-	N (4)	87.2 (3)	O (4)	-	S (3)	-	C (2)	104.6 (6)
N (3)	-	Sn (1)	-	C (5)	101.8 (3)	O (5)	-	S (3)	-	C (2)	102.4 (6)
N (3)	-	Sn (1)	-	C (6)	102.0 (3)	N (3)	-	S (4)	-	O (3)	113.6 (4)
N (4)	-	Sn (1)	-	C (5)	116.0 (4)	N (3)	-	S (4)	-	O (7)	105.6 (4)
N (4)	-	Sn (1)	-	C (6)	103.9 (4)	N (3)	-	S (4)	-	C (4)	105.9 (5)
C (5)	-	Sn (1)	-	C (6)	134.1 (4)	O (3)	-	S (4)	-	O (7)	121.7 (4)
N (1)	-	Sn (2)	-	N (4)	90.9 (3)	O (3)	-	S (4)	-	C (4)	104.4 (5)
N (1)	-	Sn (2)	-	C (7)	101.9 (3)	O (7)	-	S (4)	-	C (4)	104.2 (5)
N (1)	-	Sn (2)	-	C (8)	102.5 (3)	N (4)	-	S (5)	-	O (6)	116.0 (4)
N (4)	-	Sn (2)	-	C (7)	112.3 (3)	N (4)	-	S (5)	-	O (8)	105.7 (4)
N (4)	-	Sn (2)	-	C (8)	104.4 (3)	N (4)	-	S (5)	-	C (3)	106.7 (6)
C (7)	-	Sn (2)	-	C (8)	135.1 (4)	O (6)	-	S (5)	-	O (8)	119.4 (4)
N (1)	-	S (1)	-	O (1)	113.9 (5)	O (6)	-	S (5)	-	C (3)	104.8 (6)
N (1)	-	S (1)	-	O (2)	103.4 (4)	O (8)	-	S (5)	-	C (3)	102.7 (6)
N (1)	-	S (1)	-	C (1)	102.2 (5)	S (1)	-	N (1)	-	Sn (2)	112.0 (4)
O (1)	-	S (1)	-	O (2)	122.3 (5)	S (1)	-	N (1)	-	Sn (2)	112.0 (4)
O (1)	-	S (1)	-	C (1)	107.4 (6)	S (2)	-	N (1)	-	Sn (2)	128.4 (4)
O (2)	-	S (1)	-	C (1)	105.6 (6)	S (2)	-	N (2)	-	S (3)	116.5 (5)
N (1)	-	S (2)	-	N (2)	103.4 (4)	S (2)	-	N (3)	-	S (4)	115.9 (4)
N (1)	-	S (2)	-	N (3)	100.7 (4)	S (2)	-	N (3)	-	Sn (1)	122.6 (4)
N (2)	-	S (2)	-	N (3)	100.0 (4)	S (4)	-	N (3)	-	Sn (1)	112.9 (4)
N (2)	-	S (3)	-	O (4)	113.7 (4)	S (5)	-	N (4)	-	Sn (1)	107.7 (4)
N (2)	-	S (3)	-	O (5)	109.5 (4)	S (5)	-	N (4)	-	Sn (2)	118.8 (5)
N (2)	-	S (3)	-	C (2)	104.2 (6)	Sn (1)	-	N (4)	-	Sn (2)	128.2 (4)
O (4)	-	S (3)	-	O (5)	120.4 (4)						

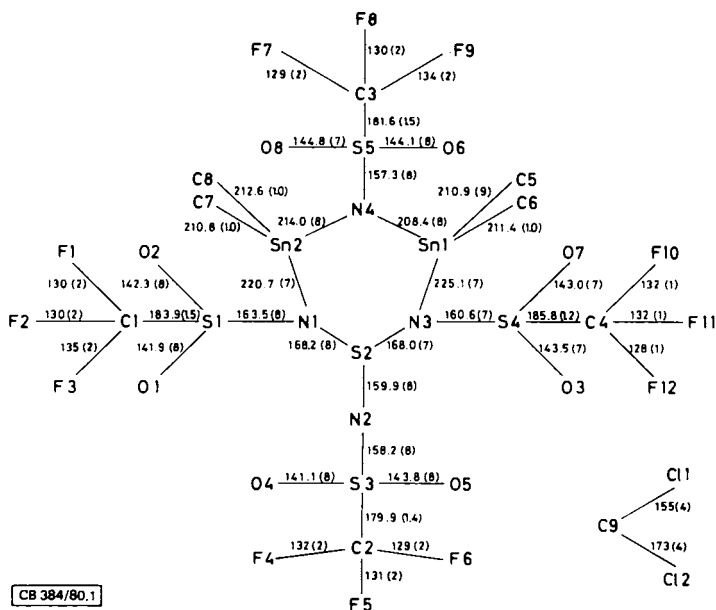


Abb. 1. Numerierung der Atome und Atomabstände (pm) von 3

Rechner des HRZ der Universität Frankfurt mit dem X-Ray-System¹³⁾ durchgeführt. Die Parameter der Atomlagen und der thermischen Bewegung sind in Tab. 1, die Bindungswinkel in Tab. 2 gegeben. Abb. 1 zeigt die interatomaren Abstände und die Numerierung der Atome, Abb. 2 eine stereoskopische Darstellung der Molekülgeometrie.

Die Sn-Atome des sechsgliedrigen Rings haben je einen kurzen Abstand zum Stickstoffatom N4 und einen längeren zu den Atomen N1 und N3. Die kurzen Abstände sind dabei deutlich geringer als in $(\text{CH}_3)_3\text{SnN}_3\text{S}_3\text{O}_2$ ¹⁴⁾, bei dem eine $\text{Sn}(\text{CH}_3)_3$ -Gruppe über N und O zwei S-N-Sechsringe verbindet. Die Stickstoffatome im Ring sind dreifach koordiniert. Die beiden S-N-Bindungslängen zum dreifach koordinierten Schwefel S2 betragen 168 pm. Deutlich kürzer sind die S-N-Abstände in den Seitenketten (157–164 pm). Dies entspricht Werten, die wir bereits für ähnliche Konfigurationen an $\text{CF}_3\text{SO}_2\text{N}[\text{Sn}(\text{CH}_3)_3]\text{SCH}_3\text{NSO}_2\text{CF}_3$ beobachtet haben. Alle CF_3 -Gruppen sind durch starke thermische Bewegung gekennzeichnet.

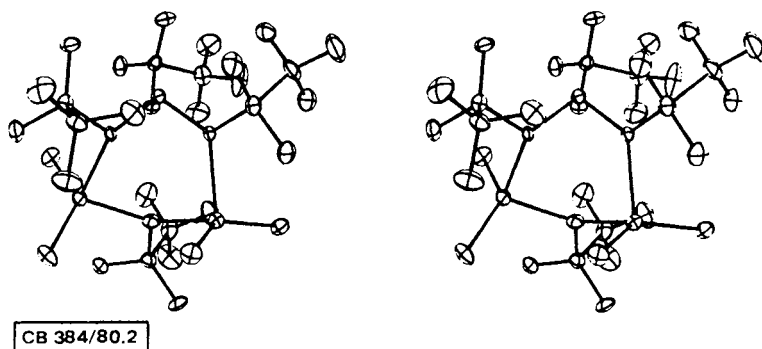


Abb. 2. Stereographische Darstellung der Molekülgeometrie von 3

Tab. 3. Kurze Kontaktabstände (pm)

Intramolekular			Intermolekular		
A	B	d [pm]	A	B	d [pm]
Sn(1)	O(7)	295.0(7)	Sn(1)	O(5) ^{a)}	331.4(7)
Sn(1)	O(8)	266.7(7)	Sn(2)	O(6) ^{b)}	309.6(7)
Sn(2)	O(2)	287.3(7)	Cl(1)	F(6) ^{c)}	351 (2)
Sn(2)	O(6)	333.4(7)	Cl(2)	F(7) ^{d, e)}	353 (2)

a) $-x, \frac{1}{2} - y, z$; b) x, y, z ; c) $-x, 1 - y, -z$

d) $-1 + x, y, z$ e) $1 - x, \frac{1}{2} - y, z$

Die gesamte Stabilität des Moleküls wird durch intramolekulare Kontaktstrecken zwischen den beiden Sn- und O-Atomen der Sulfonylgruppen verstärkt. Diese Distanzen betragen für Sn(1) 266.7 und 295.0 pm für Sn(2) 287.2 und 333.4 pm. Die Kontaktstrecken scheinen allerdings keinen Einfluß auf die S-O-Bindungslängen zu haben, die zwischen 141.1 und 144.8 pm liegen und mit den Längen in anderen Sulfonylgruppen vergleichbar sind.

Der Zusammenhalt der Moleküle wird durch intermolekulare Sn – O-Kontakte gewährleistet, die in Tab. 3 angegeben sind. Diese Abstände sind länger als in den beiden früher von uns beschriebenen Verbindungen^{5,14}, aber kürzer als die van-der-Waals-Radiensumme.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und der Hoechst AG danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

Experimenteller Teil

CF₃SO₂NSO⁶) und **2a**³⁾ wurden nach Literaturangaben dargestellt.

Die Reaktion wurde in sorgfältig getrockneten Lösungsmitteln unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit durchgeführt. – ¹H-NMR-Spektrum: Varian XL-100 mit TMS als interner Standard. – ¹⁹F-NMR-Spektrum: CFCI₃ als externer Standard. – IR-Spektrum: Perkin Elmer 157. – Massenspektrum: Varian CH₇. – Elementaranalysen: Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen.

Hexahydro-3,3,5,5-tetramethyl-2,4,6 tris(trifluormethylsulfonyl)-1-(trifluormethylsulfonylimino)-1λ⁴,2,4,6,3,5-thiatriazadistannin (3): 4.4 g (5.0 mmol) **2a** werden mit einem Überschuß CF₃SO₂N=S=O 15 h in CH₂Cl₂ unter Rückfluß gekocht. Das überschüssige CF₃SO₂NSO und das Lösungsmittel werden im Ölpumpenvak. abgezogen, und das zurückbleibende weiße Pulver wird aus CH₂Cl₂ umkristallisiert. Schmp. 118–119 °C (Zers.), Ausb. 2.6 g (38%). – IR (Nujol bzw. CCl₄): 3020 (s), 2950 (s), 1405 (st), 1393 (st), 1357 (st), 1308 (m), 1272 (m), 1230 (sst), 1219 (sst), 1155 (m), 1128 (sst), 1048 (st), 995 (m), 941 (st), 892 (st), 875 (m), 808 (st), 779 (s), 770 (s), 763 (s), 756 (s), 739 cm⁻¹ (s). – ¹H-NMR (CH₂Cl₂): δ = 1.49 (s; SnCH₃), J(¹H-¹¹⁷Sn) = 64, J(¹H-¹¹⁹Sn) = 72 Hz. – ¹⁹F-NMR (CH₂Cl₂): δ = 76.10 (s; CF₃). – Aufgrund der Zeretzlichkeit der Verbindung wird im Massenspektrum kein Molekül-Ion beobachtet.

C₈H₁₂F₁₂N₄O₈S₃Sn₂ (917.9) Ber. C 10.46 H 1.32 N 6.10 S 17.46
Gef. C 10.6 H 1.4 N 5.8 S 18.3

- ¹) H. W. Roesky, Cyclic Sulfur-Nitrogen Compounds in Adv. Inorg. Chem. Radiochem. **22**, 239 (1979).
- ²) H. W. Roesky und H. Wiezer, Chem. Ber. **107**, 1153 (1974).
- ³) H. W. Roesky, M. Diehl, B. Krebs und M. Hein, Z. Naturforsch., Teil B **34**, 814 (1979).
- ⁴) H. W. Roesky, L. Schönfelder, B. Krebs und G. Henkel, Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.
- ⁵) J. W. Bats, H. Fuess, M. Diehl und H. W. Roesky, Inorg. Chem. **17**, 3031 (1978).
- ⁶) H. W. Roesky, G. Holtschneider und H. H. Giere, Z. Naturforsch., Teil B **25**, 252 (1970).
- ⁷) H. W. Roesky und G. Holtschneider, Z. Anorg. Allg. Chem. **378**, 168 (1970).
- ⁸) D. Hänssgen und I. Pohl, Chem. Ber. **112**, 2798 (1979).
- ⁹) R. H. Blessing, P. Coppens und P. Becker, J. Appl. Crystallogr. **7**, 488 (1974).
- ¹⁰) G. Germain, P. Main und M. M. Woolfson, Acta Crystallogr., Sect. A **27**, 368 (1971). – P. Main, MULTAN 80 – a system of computer programs for the automatic solution of crystal structures from X-ray diffraction data. University of York, England (1980).
- ¹¹) International Tables for X-ray Crystallography, Vol. IV, Kynoch Press, Birmingham 1974.
- ¹²) D. T. Cromer und D. Liberman, J. Chem. Phys. **53**, 1891 (1970).
- ¹³) J. M. Stewart, G. J. Kruger, H. L. Ammon, C. Dickinson und S. R. Hall, The X-RAY system – version of June 1972, Techn. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland 1972.
- ¹⁴) H. W. Roesky, M. Witt, M. Diehl, J. W. Bats und H. Fuess, Chem. Ber. **112**, 1372 (1979).

[384/80]