

Addukte von Lewis-Säuren mit 1,2,4λ⁴,3,5-Trithiadiazol-1-oxid

Herbert W. Roesky*^a, Michael Kuhn^a und Jan W. Bats^b

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen^a,
Tammannstr. 4, D-3400 Göttingen, und

Institut für Kristallographie und Mineralogie der Universität Frankfurt am Main^b,
Senckenberganlage 30, D-6000 Frankfurt am Main

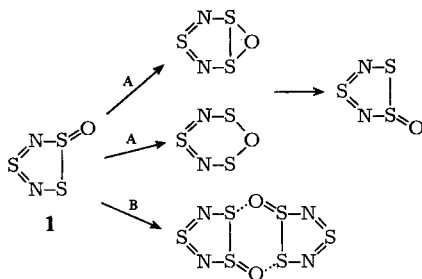
Eingegangen am 22. Januar 1982

Die Titelverbindung **1** reagiert mit den Lewis-Säuren SnCl₄ und TiCl₄ zu den 2:1-Addukten **1a** und **b** und mit AsF₅ und SbF₅ zu den 1:1-Addukten **1c** und **d**. Nach den Schwingungsspektren und einer Röntgenstrukturanalyse von **1a** erfolgt die Koordination über das Sauerstoffatom, und die Liganden in **1a** und **b** haben *cis*-Konfiguration. **1a** kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe P2₁.

Adducts of Lewis Acids with 1,2,4λ⁴,3,5-Trithiadiazole 1-Oxide

The title compound **1** reacts with the Lewis acids SnCl₄ and TiCl₄ to yield the 2:1 adducts **1a** and **b** and with AsF₅ and SbF₅ to form the 1:1 adducts **1c** and **d**. According to the vibrational spectra and an X-ray analysis of **1a** the coordination occurs via the oxygen atom. The ligands of **1a** and **b** have *cis*-configuration. **1a** crystallizes in the monoclinic space group P2₁.

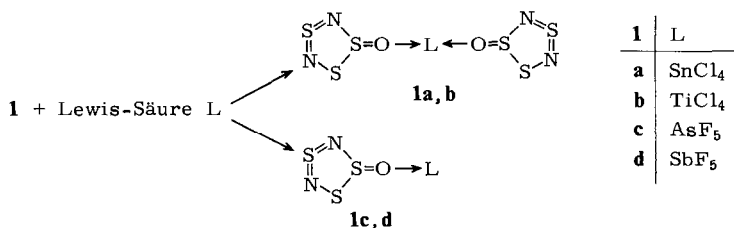
1,2,4λ⁴,3,5-Trithiadiazol-1-oxid (**1**) konnte erstmals durch Umsetzung von [S₂N₂Sn(CH₃)₂]₂ mit Thionyldifluorid gewonnen werden¹⁾ und wurde später einfacher durch Hydrolyse von Trithiadiazoyldichlorid, S₃N₂Cl₂, mit Ameisensäure hergestellt²⁾. Die Strukturen der Edukte waren bekannt, und aufgrund der Synthesen wurde **1** ein Aufbau aus einem fünfgliedrigen S₃N₂-Ring zugeschrieben.



1 ist bisher der einzige bekannte neutrale Schwefel-Stickstoffheterocyclus mit exocyclischem Sauerstoff an einem dreifach koordinierten Schwefel mit der formalen Oxidationsstufe + 4. Neben der Strukturaufklärung waren wir daran interessiert, ob entsprechend dem Formelschema ein intra- (A) oder intermolekularer (B) Austausch des exocyclischen Sauerstoffatoms stattfindet.

Synthese und Spektren

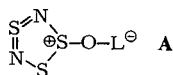
1 ist bei Raumtemperatur eine rote Flüssigkeit, die beim Kühlen glasartig erstarrt. Es ließen sich bisher keine Einkristalle gewinnen. Die Reaktion von **1** mit Lewis-Säuren führt zu 2:1- und 1:1-Addukten **1a**–**d**.



Die Reaktionen werden in Methylchlorid oder flüssigem SO₂ durchgeführt. Bei den Addukten zeigte sich eine starke Veränderung der Farbe beim Übergang von den 2:1- zu den 1:1-Verbindungen mit stärkeren Lewis-Säuren. Während **1a** und **b** gelb sind, haben **1c** und **d** eine nahezu schwarze Farbe.

1a und **b** zeigen in ihren Schwingungsspektren im S–N-Valenzschwingungsbereich große Ähnlichkeit mit **1**. Das Trithiadiazolsystem kann daher durch die Adduktbildung nur in untergeordnetem Maße verändert worden sein, so daß eine Koordination der Lewis-Säure an N-Atome des Ringes auszuschließen ist. Die in **1** bei 1125 cm⁻¹ liegende Bande der S=O-Valenzschwingung²⁾ verschiebt sich in beiden Addukten stark nach niederen Wellenzahlen, so in **1a** um 103 und in **1b** um 102 cm⁻¹ und spaltet bei beiden in ein Dublett auf. Die Verschiebung sichert die Annahme einer Koordination über den Sauerstoff.

Die Aufspaltung der S=O-Valenzschwingung kann ein Festkörpereffekt sein oder in der Konfiguration der Addukte begründet liegen. So ist bei Ethylacetatkomplexen eine Aufspaltung der C=O-Valenzschwingung bei *cis*-Konfiguration der Diaddukte festzustellen³⁾. Die Metall-Halogen-Valenzschwingungen der Lewis-Säuren⁴⁾ werden durch die Addition der elektronenreichen Verbindung **1** geschwächt und zu niederen Frequenzen verschoben. In **1c** und **d** wird die S=O-Valenzschwingung auf 875 bzw. 943 cm⁻¹ verschoben, so daß die Bindungsordnung der SO-Gruppe fast in den Bereich einer Einfachbindung rückt. Die Absorptionen für S–O-Einfachbindungen liegen im Bereich⁴⁾ zwischen 700 und 850 cm⁻¹. Man kann weiterhin folgern, daß die Wechselwirkung zwischen **1** und AsF₅ stärker ist als die mit SbF₅. Die Komplexbildung läßt sich in **1c** und **d** durch die dipolare Grenzstruktur **A** beschreiben.



Zusammenfassend kann man feststellen, daß in der Folge SnCl₄ ≈ TiCl₄ < SbF₅ < AsF₅ eine Verschiebung der SO-Valenzschwingung nach niederen Frequenzen stattfindet.

Die Schwächung der Schwefel-Sauerstoffbindung sollte zu einem rascheren Austausch des Sauerstoffs in **1c** gegenüber **1** führen. Aufgrund von ¹⁵N-NMR-Untersu-

chungen in Abhängigkeit der Temperatur wollten wir einen Einblick gewinnen. Für **1** findet man erwartungsgemäß bei Raumtemperatur zwei Resonanzsignale. Dem Stickstoffatom, das dem unsubstituierten Schwefel benachbart ist, läßt sich das Signal bei 120.5 ppm und dem zweiten Stickstoffatom, das von der SO-Gruppe stärker entschirmt ist, die Resonanz bei 50.3 ppm zuordnen. Für **1c** haben wir kein Lösungsmittel gefunden, in dem sich die Verbindung über einen längeren Zeitraum nicht zersetzt.

Röntgenstrukturanalyse von **1a***)

Ein Kristall mit dem Abmessungen $0.15 \times 0.17 \times 0.30$ mm wurde in eine Glaskapillare eingeschmolzen. Präzessions-Aufnahmen zeigten monokline Symmetrie, und die systematischen Auslöschungen ergaben als mögliche Raumgruppen $P2_1$ oder $P2_1/m$. Die Gitterkonstanten wurden aus 25 gut zentrierten Reflexen auf einem automatischen Enraf-Nonius-CAD4F-Diffraktometer zu $a = 814.7(3)$, $b = 1194.5(2)$, $c = 832.7(4)$ pm, $\beta = 115.45(3)^\circ$ und $V = 731.7(9) \cdot 10^6 \text{ pm}^3$ bestimmt. Die Zelle enthält zwei Formeleinheiten, und die berechnete Dichte ist 2.455 Mg m^{-3} . Die Intensitätsmessung erfolgte mit ω -scan-Technik in einer Hemisphäre bis $2\Theta = 50^\circ$ und Mo- K_α -Stahlung (Graphit-Monochromator). Insgesamt wurden 2857 Reflexe gemessen, von denen 1354 symmetrieunabhängig waren. Drei Standardreflexe zeigten einen Intensitätsabfall von 13%, wahrscheinlich wegen Strahlungsschäden des Kristalls. Die gemessenen Intensitäten wurden entsprechend renormiert. Es wurde eine empirische Absorptionskorrektur, die auf Psi-scans beruhte⁵⁾, durchgeführt. Die maximalen Unterschiede in der Transmission betragen 6%.

Die Formfaktoren und Werte für anomale Dispersion sind den Internationalen Tabellen⁶⁾ entnommen. Die Lösung der Struktur gelang durch eine Kombination von Patterson- und Fourier-Synthesen. Da sich die Struktur als nicht zentrosymmetrisch herausstellte, ist die korrekte Raumgruppe $P2_1$.

Die Verfeinerung der Struktur nach der Methode der kleinsten Quadrate ergab $R(F) = 0.019$, $R_w(F) = 0.021$ und $S = \{\sum w(F_o - F_c)^2 / (n_o - n_v)\}^{1/2} = 0.79$. Eine abschließende Differenzsynthese zeigte keine Maxima, die größer als $0.3 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ waren. Die Verfeinerung wurde anschließend wiederholt, wobei die Richtung der y -Achse umgedreht wurde, um die absolute Konfiguration zu bestimmen. Die deutlich schlechtere Übereinstimmung mit $R(F) = 0.021$ und $R_w(F) = 0.024$ bestätigt die zunächst angenommene Polarität als richtig. Die Parameter der Atomlagen sind in Tab. 1, die Winkel in Tab. 2 aufgeführt. Abb. 1 zeigt die Molekülgeometrie, Abb. 2 gibt die Numerierung der Atome und die interatomaren Abstände an.

Das Sn-Atom ist oktaedrisch von vier Cl und zwei $\text{S}_3\text{N}_2\text{O}$ -Gruppen umgeben, wobei diese Gruppen in *cis*-Stellung angeordnet sind. Die Bindung erfolgt über den exocyclischen Sauerstoff mit relativ kurzen Sn-O-Abständen von 215.6(4) und 219.7(5) pm. In der Literatur wird für diese Abstände der Bereich 214 bis 268 pm angegeben⁸⁾. Entsprechend sind die S-O-Abstände mit 150.2(5) und 148.5(5) pm beträchtlich länger als in unkoordinierten S-O-Gruppen. Wir selbst haben früher^{7,8)} Werte zwischen 140 und 145 pm gefunden. Ein Durchschnittswert von 143.4 ergab sich bei der Strukturanalyse von 15 Verbindungen⁹⁾. Die vier Sn-Cl-Abstände unterscheiden sich untereinander nicht wesentlich.

Die Konformation der S_3N_2 -Ringe läßt sich als Briefumschlag-Konformation beschreiben. Die S(1)- und S(5)-Atome liegen 45.4(5) bzw. 31.1(5) pm außerhalb der

*) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 50140, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Ebene, die durch die restlichen vier Atome gebildet wird. Die Längen der S–N-Bindungen entsprechen Zwischenwerten von Einfach- und Doppelbindungen, die häufig in Schwefel-Stickstoff-Ringen beobachtet werden^{7,8,9}. Der kürzeste Abstand entspricht jeweils der Bindung, die am entferntesten zum O-Atom liegt.

S(6) weist einen kurzen intramolekularen Kontaktabstand zu Cl(2) auf, der mit 334.6(3) pm etwa 30 pm kürzer ist als die Summe der van der Waals-Radien. Die Packung im Kristall wird durch eine Reihe von intermolekularen van der Waals-Kontakten gewährleistet. Sie sind meist Cl...S Kontakte und sind in Tab. 3 zusammengestellt.

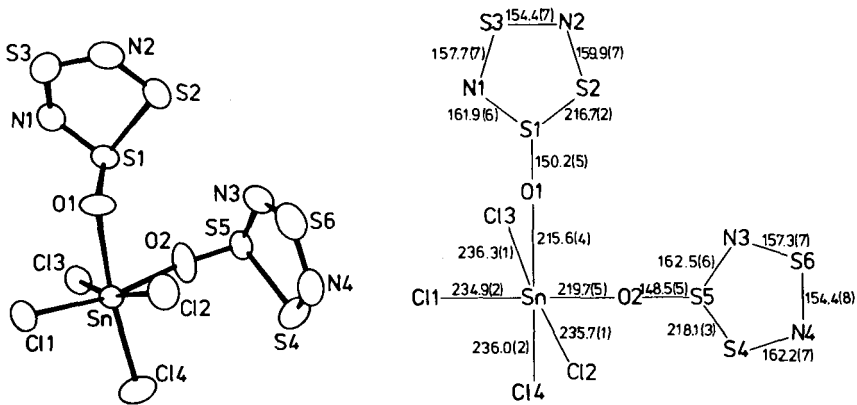


Abb. 1 (links). Molekülgeometrie und Numerierung der Atome von **1a**

Abb. 2 (rechts). Bindungsabstände (pm) in **1a**. Standardabweichungen in Klammern

Tab. 1. Parameter der Atomlagen und Temperaturfaktoren von **1a**. Die Temperaturfaktoren sind definiert als $\exp[-2\pi^2(h^2a^*{}^2U_{11} + \dots + 2hka^*b^*U_{12} + \dots)]$

Atom	x	y	z	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Sn	0.96657(3)	0.2500(0)	0.71274(3)	0.02676(9)	0.0305(1)	0.02736(9)	-0.0020(2)	0.01054(7)	0.0018(2)
Cl1(1)	1.0347(2)	0.0617(1)	0.7957(2)	0.0545(6)	0.0356(6)	0.0508(6)	0.0031(6)	0.0189(5)	0.0107(6)
Cl1(2)	0.6698(1)	0.2398(2)	0.6935(2)	0.0361(4)	0.0529(7)	0.0646(5)	-0.0006(6)	0.0391(3)	0.0081(7)
Cl1(3)	1.2268(1)	0.2852(1)	0.6637(2)	0.0298(4)	0.0543(8)	0.0511(6)	-0.0011(5)	0.0192(4)	0.0066(5)
Cl1(4)	1.0901(2)	0.3312(1)	0.9988(2)	0.0750(8)	0.0613(8)	0.0425(5)	-0.0200(7)	0.0272(5)	-0.0183(6)
S(1)	0.8543(1)	0.2420(2)	0.2793(1)	0.0406(4)	0.0476(6)	0.0300(4)	-0.0046(7)	0.0119(3)	0.0030(7)
S(2)	0.5718(2)	0.2651(2)	0.0946(2)	0.0514(6)	0.070(1)	0.0463(6)	0.0235(8)	0.0068(5)	0.0018(8)
S(3)	0.7061(2)	0.0673(1)	0.0501(2)	0.0680(8)	0.0533(8)	0.0467(6)	0.0034(8)	0.0179(6)	-0.0067(7)
S(4)	0.6910(2)	0.5676(2)	0.7180(2)	0.0647(8)	0.068(1)	0.0577(7)	-0.0045(8)	0.0290(5)	-0.0193(7)
S(5)	0.7738(2)	0.5137(1)	0.5136(2)	0.0423(5)	0.0315(6)	0.0494(6)	0.0040(5)	0.0219(4)	0.0101(5)
S(6)	0.4230(2)	0.4554(1)	0.4545(2)	0.0360(6)	0.0571(9)	0.0629(8)	0.0022(7)	0.0112(5)	0.0077(8)
O(1)	0.8377(5)	0.1957(4)	0.4394(4)	0.049(2)	0.063(2)	0.025(1)	-0.021(2)	0.010(1)	-0.002(2)
O(2)	0.8945(5)	0.4150(3)	0.5847(5)	0.044(1)	0.041(2)	0.092(2)	0.009(2)	0.037(1)	0.021(2)
N(1)	0.8814(6)	0.1347(5)	0.1743(6)	0.049(2)	0.063(3)	0.043(2)	0.012(2)	0.020(1)	0.004(2)
N(2)	0.5386(7)	0.1423(5)	0.0103(6)	0.052(2)	0.072(3)	0.033(2)	-0.003(3)	0.009(2)	-0.001(2)
N(3)	0.5701(6)	0.4724(4)	0.3813(6)	0.054(2)	0.050(3)	0.036(2)	0.007(2)	0.012(2)	0.006(2)
N(4)	0.4923(6)	0.5088(5)	0.6409(7)	0.053(2)	0.056(3)	0.072(2)	0.014(2)	0.038(2)	0.011(2)

Tab. 2. Bindungswinkel (°) von **1a**

A - B - C	(°)	A - B - C	(°)
Cl(1) - Sn - Cl(2)	94.39(7)	Sn - O(1) - S(1)	129.6(3)
Cl(1) - Sn - Cl(3)	96.02(6)	O(1) - S(1) - S(2)	101.8(2)
Cl(1) - Sn - Cl(4)	98.76(7)	O(1) - S(1) - N(1)	105.9(3)
Cl(1) - Sn - O(1)	88.21(15)	S(2) - S(1) - N(1)	93.9(2)
Cl(1) - Sn - O(2)	169.11(16)	S(1) - S(2) - N(2)	97.0(2)
Cl(2) - Sn - Cl(3)	165.48(6)	N(1) - S(3) - N(2)	108.2(4)
Cl(2) - Sn - Cl(4)	94.00(7)	S(1) - N(1) - S(3)	117.6(4)
Cl(2) - Sn - O(1)	83.84(13)	S(2) - N(2) - S(3)	118.1(4)
Cl(2) - Sn - O(2)	87.75(13)	Sn - O(2) - S(5)	153.9(3)
Cl(3) - Sn - Cl(4)	94.38(6)	O(2) - S(5) - S(4)	107.3(2)
Cl(3) - Sn - O(1)	86.39(12)	O(2) - S(5) - N(3)	109.8(3)
Cl(3) - Sn - O(2)	80.16(12)	S(4) - S(5) - N(3)	92.9(3)
Cl(4) - Sn - O(1)	172.86(15)	S(5) - S(4) - N(4)	98.9(3)
Cl(4) - Sn - O(2)	91.73(16)	N(3) - S(6) - N(4)	109.0(4)
O(1) - Sn - O(2)	81.40(21)	S(5) - N(3) - S(6)	120.2(4)
		S(4) - N(4) - S(6)	115.6(4)

Tab. 3. Kurze Kontaktabstände (pm) in **1a**

A ... B	Intermolekular d[pm]	Symmetrie-Code		
Cl(1) ... S(5)	358.4(2)	2-x	- $\frac{1}{2}$ +y	1-z
Cl(1) ... S(6)	363.1(2)	1-x	- $\frac{1}{2}$ +y	1-z
Cl(2) ... Cl(3)	355.0(2)	-1+x	y	z
Cl(2) ... S(3)	352.1(2)	x	y	1+z
Cl(2) ... S(6)	358.3(3)	1-x	- $\frac{1}{2}$ +y	1-z
Cl(3) ... S(2)	348.8(2)	1+x	y	1+z
Cl(3) ... S(5)	356.2(2)	2-x	- $\frac{1}{2}$ +x	1-z
Cl(3) ... S(6)	348.1(3)	1+x	y	z
Cl(4) ... S(3)	338.5(3)	2-x	$\frac{1}{2}$ +y	1-z
S(5) ... N(1)	323.4(6)	2-x	$\frac{1}{2}$ +y	1-z
Intramolekular				
Cl(2) ... S(6)	334.6(3)			
Summe der van der Waals-Radien in pm (nach Pauling)				
Cl ... Cl 360	S ... S 370	Cl ... N 320		
Cl ... S 365	S ... N 325			

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

Experimenteller Teil

Die Reaktionen wurden in sorgfältig getrockneten Lösungsmitteln unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit durchgeführt. – ^{15}N -NMR-Spektren: Varian XL-100 mit externem ^{15}N -Lock mit dem Nitratstickstoff von NH_4NO_3 in D_2O als externem Standard. – IR-Spektren: Perkin Elmer 735 B. Es werden nur die starken und sehr starken Banden angegeben. – Massenspektren: MAT CH5 Varian. **1a–d** zerfallen beim Übergang in die Gasphase in ihre Edukte.

1,2,4λ⁴,3,5-Trithiadiazol-1-oxid (1) wurde nach Literaturangaben²⁾ dargestellt. – ^{15}N -NMR: $\delta = 50.3$ (s), 120.5 (s) im Intensitätsverhältnis 1:1. Positives Vorzeichen bedeutet Verschiebung zu höherem Feld. – IR: Die Banden bei 980, 910, 734 und 666 cm^{-1} ordnen wir versuchsweise den S–N-Valenzschwingungen und die bei 580 der N–S–N-Deformationschwingung des S_3N_2 -Ringes zu. Das von Chivers et al.¹⁰⁾ veröffentlichte IR-Spektrum von **1** stimmt mit unseren Ergebnissen nicht überein.

Tetrachlorobis(1,2,4λ⁴,3,5-trithiadiazol-1-oxid-O)zinn (1a): 1.52 g (10.8 mmol) **1** werden in 50 ml Methylenchlorid gelöst. Unter Rühren läßt man eine Lösung von 1.55 g (5.9 mmol) SnCl_4 in 20 ml Methylenchlorid zutropfen. Die tiefrote Lösung wird dabei orange. Man läßt nach erfolgter Zugabe noch 4 h bei Raumtemp. rühren und zieht dann das Lösungsmittel i. Vak. ab. Ein orangegelber Feststoff bleibt zurück, der sich aus flüssigem SO_2 umkristallisieren läßt. Zers.-P. $82–83^\circ\text{C}$, Ausb. 2.8 g (95%). – IR: 1027 sst, 1012 sst, 994 st, 962 sst, 914 sst, 737 st, 718 st, 532 st, 347 st, 329 cm^{-1} st. – UV (CH_2Cl_2): 250 und 379 nm.

$\text{Cl}_4\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_6\text{Sn}$ (540.9) Ber. Cl 26.22 N 10.36 S 35.57 Gef. Cl 26.2 N 10.3 S 34.5

Tetrachlorobis(1,2,4λ⁴,3,5-trithiadiazol-1-oxid-O)titan (1b): Zu 1.37 g (9.7 mmol) **1**, gelöst in 50 ml CH_2Cl_2 , gibt man tropfenweise 1.01 g (5.3 mmol) TiCl_4 in 20 ml CH_2Cl_2 . Die tiefrote Lösung wird dabei orange. Nach erfolgter Zugabe läßt man noch 4 h bei Raumtemp. rühren und zieht dann die Hälfte des Lösungsmittels ab. Durch Kühlen auf -20°C fällt **1b** als orangefarbene Kristallmasse aus. Zers.-P. 93°C , Ausb. 1.4 g (63%). – IR (Nujol): 1030 sst, 1014 sst, 998 st, 972 sst, 913 sst, 739 st, 719 st, 528 st, 375 st, 363 cm^{-1} sst.

$\text{Cl}_4\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_6\text{Ti}$ (470.1) Ber. Cl 30.17 N 11.92 S 40.92 Gef. Cl 29.9 N 12.1 S 41.9

Pentafluoro(1,2,4λ⁴,3,5-trithiadiazol-1-oxid-O)arsen (1c): In einer 250-ml-Steckfalle mit Teflonventil und Rührkern werden 1.43 g (10.2 mmol) **1** in 50 ml CH_2Cl_2 gelöst. Die intensiv rote Lösung wird mit flüssigem Stickstoff abgekühlt und die Falle auf 0.1 mbar evakuiert. Anschließend werden 1.73 g (10.2 mmol) AsF_5 einkondensiert. Unter Rühren erwärmt man auf Raumtemp. Nach 16 h wird das CH_2Cl_2 i. Vak. abgezogen. **1c** bleibt als Festkörper zurück und läßt sich aus flüssigem SO_2 umkristallisieren. Zers.-P. $85–86^\circ\text{C}$, Ausb. 3.1 g (97%). – IR (Nujol): 941 st, 875 sst, 752 st, 710 sst, 559 st, 382 cm^{-1} sst.

$\text{AsF}_5\text{N}_2\text{OS}_3$ (310.2) Ber. F 30.62 N 9.03 S 31.01 Gef. F 31.3 N 9.2 S 31.1

Pentafluoro(1,2,4λ⁴,3,5-trithiadiazol-1-oxid-O)antimon (1d): 1.61 g (11.5 mmol) **1** werden in eine modifizierte Schlenkapparatur mit Fritte gegeben. Der gefüllte Schenkel wird mit flüssigem Stickstoff gekühlt und die Apparatur evakuiert. Danach werden 20 ml SO_2 und 2.55 g (11.8 mmol) SbF_5 einkondensiert. Man läßt das Reaktionsgemisch auf Raumtemp. kommen und rührt eine weitere h. Die Lösung wird über die Fritte dekantiert, danach das SO_2 durch Kühlen zurückkondensiert und anschließend i. Vak. abgezogen. Dabei bleibt **1d** als dunkelgrüner Feststoff zurück. Zers.-P. 81°C , Ausb. 4.0 g (98%). – IR (Nujol): 943 sst, 744 st, 725 st, 671 sst, 657 st, 508 cm^{-1} st.

$\text{F}_5\text{N}_2\text{OS}_3\text{Sb}$ (356.9) Ber. F 26.61 N 7.85 S 26.95 Gef. F 25.0 N 7.7 S 26.4

- 1) *H. W. Roesky* und *H. Wiezer*, *Angew. Chem.* **87**, 254 (1975); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **14**, 258 (1975).
- 2) *H. W. Roesky*, *W. Schaper*, *O. Petersen* und *T. Müller*, *Chem. Ber.* **110**, 2695 (1977).
- 3) *M. F. Lappert*, *J. Chem. Soc. A* **1962**, 542.
- 4) *H. Siebert*, *Anwendungen der Schwingungsspektroskopie in der anorganischen Chemie*, Springer Verlag, Berlin 1966.
- 5) *A. C. T. North*, *D. C. Phillips* und *F. S. Mathews*, *Acta Cryst., Sect. A* **24**, 351 (1968).
- 6) *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. III, Kynoch Press, Birmingham 1968.
- 7) *J. W. Bats*, *H. Fuess*, *M. Diehl* und *H. W. Roesky*, *Inorg. Chem.* **11**, 3031 (1978).
- 8) *J. W. Bats* und *H. Fuess*, *Acta Cryst., Sect. B* **35**, 692 (1979).
- 9) *A. Gieren*, *C. Hahn*, *B. Dederer*, *H. W. Roesky* und *N. Amin*, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **447**, 179 (1978).
- 10) *T. Chivers* und *J. Proctor*, *Can. J. Chem.* **57**, 1286 (1979).

[14/82]