

Beiträge zur Chemie des Bors, 171<sup>1)</sup>

## Kristall- und Molekülstruktur von 2,4-Bis(2,2,6,6-tetramethylpiperidino)-1,3,2,4-dichalcogendiboretanen

Elisabeth Hanecker, Heinrich Nöth\* und Ulrich Wietelmann

Institut für Anorganische Chemie der Universität München,  
Meiserstr. 1, D-8000 München 2

Eingegangen am 2. Dezember 1985

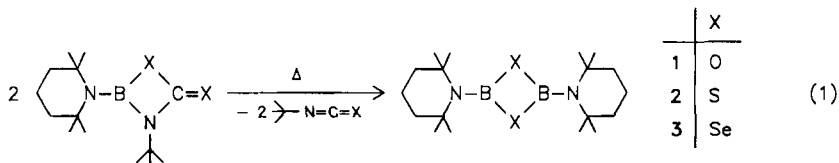
Die röntgenographisch bestimmten Molekülstrukturen des Dioxadiboretans **1** sowie des Diselenadiboretans **3** werden mit dem Dithiadiboretan **2** verglichen. Alle drei Vierringe besitzen ein kristallographisch bedingtes Inversionszentrum. Das Chalcogen beeinflusst die BN-Bindungslänge praktisch nicht; ferner sprechen auch die Ringinnenwinkel kaum auf eine Änderung des Chalcogen-Atoms an. Dies legt nahe, daß die elektronische Absättigung der Bor-Atome weitgehend von der BN-Bindung bestimmt wird. Der B···B-Abstand in **1** ist nur um  $\approx 10\%$  größer als die B–B-Einfachbindung.

Contributions to the Chemistry of Boron, 171<sup>1)</sup>

### Crystal and Molecular Structure of 2,4-Bis(2,2,6,6-tetramethylpiperidino)-1,3,2,4-dichalcogendiboretanes

The molecular structure of the dioxadiboretane **1** and the diselenadiboretane **3**, as determined by X-ray structure analysis, is compared with the structure of the dithiadiboretane **2**. All three four-membered ring systems possess a crystallographically imposed center of inversion, and are therefore planar. The group VI atom has no marked influence on the BN bond length; also, the internal ring angles are not affected by a change of these atoms. This indicates that the boron atoms are electronically saturated via the BN bonds. The intramolecular B···B distance exceeds the B–B single bond length by approximately 10%.

2,2,6,6-Tetramethylpiperidino-Derivate der 1,3,2,4-Dichalcogendiboretane erhält man durch Thermolyse oder Photolyse der [2 + 2]-Cycloaddukte von Dichalcogenkohlenstoffen mit (*tert*-Butylimino)(2,2,6,6-tetramethylpiperidino)boran nach (1)<sup>2)</sup>. Die strukturelle Charakterisierung dieser Derivate beschränkte sich bisher auf **2**. Da wir nun von **1** und **3** Einkristalle erhielten, bestimmten wir die Struktur dieser Verbindungen mittels Röntgenstrahlenbeugung, um den Einfluß der Ringglieder X auf die Ringgeometrie einerseits und die BN-Bindung andererseits kennenzulernen.



## Ergebnisse der Röntgenstrukturuntersuchung

1–3 kristallisieren isotyp in der monoklinen Raumgruppe  $P2_1/n$  mit  $Z = 2$ , d. h. allen drei Ringverbindungen kommt, kristallographisch bedingt, die Punktsymmetrie  $C_i$  zu; tatsächlich wird aber die Symmetrie der Punktgruppe  $C_{2h}$  nahezu erreicht. Die Moleküle sind in der Elementarzelle gleichartig angeordnet. Abb. 1 zeigt ein repräsentatives Beispiel. Zwischen den Molekülen finden sich nur  $H \cdots H$ -Kontaktabstände.

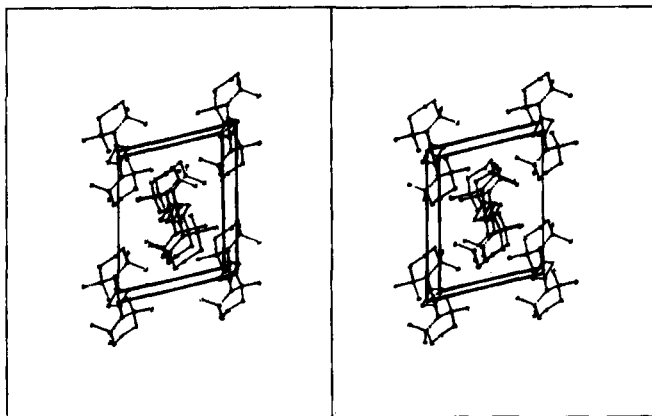


Abb. 1. Stereoplot der Elementarzelle von 1; Blick in Richtung der  $b$ -Achse. H-Atome sind nicht abgebildet

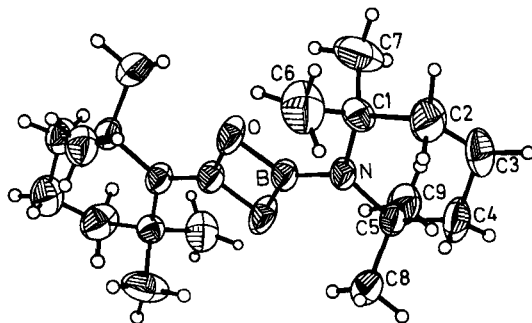


Abb. 2. ORTEP-Plot eines 2,4-Bis(2,2,6,6-tetramethylpiperidino)-1,3,2,4-dioxadiboretan-Moleküls (1). Thermische Ellipsoide mit 50proz. Wahrscheinlichkeit

Die Molekülstrukturen von 1 und 3 (vgl. Abb. 2 und 3) weisen in Übereinstimmung mit der von 2<sup>2)</sup> nicht nur planare Vierring-Systeme auf, sondern lassen auch eine nahezu koplanare Einstellung der BNC1C5-Atome zur Ringebene erkennen. Tab. 1 enthält ausgewählte Bindungslängen und -winkel, wobei zum Vergleich auch jene von 2 mitaufgeführt sind.

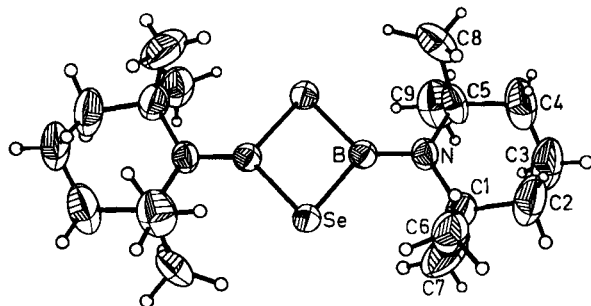


Abb. 3. ORTEP-Plot eines 2,4-Bis(2,2,6,6-tetramethylpiperidino)-1,3,2,4-diselenadiboretan-Moleküls (3). Thermische Ellipsoide mit 50proz. Wahrscheinlichkeit

Tab. 1. Ausgewählte Bindungslängen (in Å) und -winkel (in °) der Dichalcogendiboretane 1–3. Standardabweichungen in Klammern. Ohne Standardabweichungen sind die librationskorrigierten Bindungslängen aufgeführt

Bindungslängen						
	O		S		Se	
B-X	1.417(4)	1.422	1.861(2)	1.867	1.993(4)	2.005
B-X*	1.412(4)	1.416	1.856(2)	1.863	1.985(4)	1.996
B-N	1.395(4)	1.397	1.399(3)	1.402	1.401(5)	1.405
N-C1	1.498(4)	1.505	1.520(3)	1.527	1.531(5)	1.541
N-C5	1.516(4)	1.521	1.533(3)	1.540	1.514(5)	1.525
B···B*	1.866(6)		2.425		2.601	
X···X*	2.127		2.816		3.009(3)	
Bindungswinkel						
X-B-X*	97.5(2)		98.5(2)		98.3(2)	
B-X-B	82.5(2)		81.5(1)		81.7(2)	
X-B-N	131.0(3)		130.6(2)		130.6(3)	
X*-B-N	131.5(3)		130.5(2)		131.0(3)	
B-N-C1	117.9(2)		119.1(2)		119.2(3)	
B-N-C5	117.3(2)		118.8(2)		119.7(3)	
C1-N-C5	123.3(2)		121.0(2)		120.3(3)	

In der Reihe  $1 < 2 < 3$  werden naturgemäß nicht nur die BX-Bindungen länger, sondern man erkennt auch eine systematische, wenngleich sehr geringe Aufweitung der BN-Bindung. Allerdings sind unter Berücksichtigung des  $3\sigma$ -Kriteriums die BN-Bindungen in allen drei Verbindungen als gleich lang anzusehen. Ferner weisen in den drei Verbindungen die Bor-Atome Winkelsummen von  $360^\circ$  auf, während diese bei den N-Atomen von  $358.5^\circ$  (1) über  $358.9^\circ$  (2) nach  $359.2^\circ$  (3) zunehmen. Verbunden damit ist eine geringfügige Zunahme der NC-Bindungslängen, die sich bei librationskorrigierten Werten noch verstärkt. Da sich die Parameter der anisotropen Temperaturfaktoren von N, C1 und C5 nahezu gleichen und die größten Unterschiede an der Signifikanzgrenze liegen, kann man dem Gang in den Werten kein größeres Gewicht beimessen. Allerdings fällt beim Vergleich mit den  $\delta^{13}\text{C}$ -Daten für diese Atome<sup>2)</sup> auf, daß sie, im Gegensatz etwa

zum C3-Atom, mit schwerer werdendem Chalcogen einen geringfügigen Abschirmungsverlust erfahren.

Der wohl überraschendste Befund ist sicher, daß die Ringinnenwinkel praktisch unabhängig vom Chalcogen-Atom sind und an diesem Atom spitzere Winkel als am Bor-Atom gefunden werden. Ferner kann man den in Tab. 2 aufgeführten Interplanarwinkeln entnehmen, daß die Einstellung der Tetramethylpiperidino-Gruppe zum  $B_2X_2$ -Vierring praktisch unabhängig vom Chalcogen-Atom ist und das Sechsringsystem weitgehend die gleiche Halbsesselkonformation besitzt.

Tab. 2. Ausgewählte Interplanarwinkel von **1**, **2** und **3** (die Werte sind jeweils in dieser Reihenfolge angegeben)

Ebene	BXB*X*	BNC1C5	C1C2C4C5
BNC1C5	4.8, 5.4, 4.9	-	-
C1C2C4C5	5.1, 5.8, 6.3	8.6, 10.4, 7.0	-
C2C3C4	46.6, 48.7, 48.3	41.8, 43.7, 47.6	51.6, 54.1, 54.5

## Diskussion

Die Bor-Sauerstoff-Bindung bei neutralen Verbindungen des Bors der Koordinationszahl 3 variiert zwischen 1.33 und 1.38 Å. Typische Beispiele dafür sind  $B(OCH_3)_3$  (1.38 Å)<sup>3)</sup> oder  $PhB(OH)_2$  (1.354 Å<sup>4a)</sup>). Strukturell am nächsten kommt **1** das Trimethylboroxin  $(MeBO)_3$ , dessen BO-Abstände durch Elektronenbeugung zu 1.38(2) Å bestimmt wurden<sup>3)</sup>. In anderen Sechsringen, die über ein  $BO_2$ -Strukturelement verfügen, wurden BO-Abstände von 1.39(1)<sup>4b)</sup>, 1.396(10) Å<sup>4c)</sup> bzw. 1.401(1) Å<sup>4d)</sup> bestimmt. Die BO-Bindung in **1** ist somit vergleichsweise lang. Das System weicht damit offenbar dem Zwang aus, der durch zwei sich gegenüberstehende, stark elektronegative Sauerstoff-Atome erzeugt wird. Dafür sprechen auch die spitzen Bindungswinkel an den O-Atomen, wodurch ein  $O \cdots O$ -Abstand von 2.127 Å resultiert. Konsequenterweise kommen sich die beiden Bor-Atome mit 1.866 Å daher sehr nahe. In Diboran(4)-Verbindungen vom Typ  $B_2X_4$  liegt die B-B-Bindung im Bereich 1.67–1.75 Å<sup>5)</sup> und in Verbindungen vom Typ  $Me_3P \cdot X_2B-BX_2 \cdot PMe_3$  bei 1.76–1.800 Å<sup>6)</sup>. In Diboran, den Methylidiboranen und den Polyboranen wurden B-B-Abstände typischerweise von 1.8–1.9 Å ermittelt<sup>7)</sup>, die Mehrzentrenbindungen charakterisieren. Während in diesen Verbindungen die Bor-Atome Koordinationszahlen >4 aufweisen, enthält **1** dreifach koordiniertes Bor. Der in **1** vorliegende  $B \cdots B$ -Abstand übertrifft die in Diboran(4)-Derivaten ermittelten nur um 5–10% und legt damit eine elektronische Wechselwirkung nahe<sup>8)</sup>.

In **2** weitet sich der transannulare  $B \cdots B$ -Abstand als Folge der längeren BS-Bindungen bei nahezu gleicher Ringgeometrie auf 2.425 Å auf. Im 1,3,2,4-Dithiadiboretan  $[(C_2H_5)_2NBS]_2$ <sup>9)</sup> ist der  $B_2S_2$ -Vierring stärker rautenförmig verzerrt als in **2**. Der zugehörige  $S \cdots S$ -Abstand beträgt 3.0 Å, der  $B \cdots B$ -Abstand 2.24 Å. Ein  $B_2S_2$ -Vierring ist auch Teil der Struktur von  $B_2S_3$ . Mit 1.807 und 1.838 Å

liegen ebenfalls kürzere BS-Bindungen als in **2** vor<sup>10)</sup>, wobei die transannularen B ··· B- und S ··· S-Abstände 2.237 bzw. 2.878 Å betragen. Der S—B—S-Ringinnenwinkel ist im Vergleich zu **2** mit 104.3° wesentlich aufgeweitet, der B—S—B-Winkel verengt sich dadurch auf 75.7°. Dementsprechend sind die transannularen S ··· S-Wechselwirkungen in **2** stärker, die B ··· B-Wechselwirkungen aber schwächer als in [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NBS]<sub>2</sub> oder B<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. Als Ursache dafür sehen wir den sterischen Effekt der Tetramethylpiperidino-Gruppe an, der eine Verengung des S—B—S-Bindungswinkels bewirkt.

Selenoborane sind strukturell noch wenig untersucht worden. Die mittels Elektronenbeugung in B(SeCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> ermittelte BSe-Bindungslänge beträgt 1.936 Å<sup>11)</sup>. Erst in jüngster Zeit haben Krebs et al.<sup>12)</sup> eine Reihe von Selenoboraten und BSe<sub>2</sub> röntgenographisch untersucht und 1.92–1.95 Å als „Normalwert“ für die B(sp<sup>2</sup>)-Se-Bindung mit pp(π)-Bindungsanteilen ermittelt.

Verglichen mit diesen Daten sind die BSe-Abstände in **3** relativ lang, in Analogie zu **1** und **2**; darin drückt sich einerseits wohl die Ringspannung aus, die durch den B—Se—B-Ringinnenwinkel von 81.7° gekennzeichnet ist, als andererseits auch der Einfluß der Amino-Gruppe, die das Bor elektronisch weitgehend absättigt, d. h. die erhöhte Elektronendichte am Bor-Atom führt zu einer schwächeren Bindung mit dem im Vergleich zu Bor elektronegativeren Selen. Diese Folgerung bedarf der weiteren experimentellen Prüfung, zu der man einerseits Strukturuntersuchungen an (R<sub>2</sub>NBX)<sub>3</sub> (X = O, S, Se) heranziehen kann, besser aber noch (RBX)<sub>2</sub>-Derivate mit nicht zur π-Rückbindung fähigen Substituenten R. Derartige Verbindungen sind allerdings noch unbekannt.

Für die Förderung unserer Arbeiten danken wir der *Deutschen Forschungsgemeinschaft*, dem *Fonds der Chemischen Industrie*, der *BASF Aktiengesellschaft* sowie der *Chemetall GmbH*.

## Experimenteller Teil

Die Verbindungen **1** und **3** wurden nach Lit.<sup>2)</sup> erhalten. — Röntgenstrukturbestimmungen: Syntex R3-Vierkreisdiffraktometer, SHELXTL-Programmpaket zur Strukturlösung (Version 81 für **1** bzw. 84 für **3**) und für Plot-Routinen. NOVA-3-Rechner.

*Röntgenstrukturanalysen:* Einkristalle, die aus Hexan-Lösungen anfielen, wurden unter Argon-Schutzgas in Lindemann-Röhrchen montiert, am Diffraktometer optisch justiert und 10 bzw. 15 einer Rotationsaufnahme entnommene Reflexe automatisch zentriert. Zur genauen Bestimmung der Zellparameter dienten die Daten von 24 automatisch zentrierten Reflexen im Bereich 20-2θ-28°. Die Reflexintensitäten von **1** wurden nach der Wyckoff-Methode, die von **3** nach der Peak-Profile-Methode<sup>13)</sup> gemessen. Bei den Intensitäten der Reflexe von **3** führten wir eine empirische Absorptionskorrektur (φ-scan) aus. Nach je 48 Messungen wurden 2 Kontrollreflexe angesteuert. Zur Strukturlösung von **1** dienten direkte Methoden, während die Struktur von **3** nach der Schweratom-Methode gelöst wurde. In die abschließende Verfeinerung gingen die Nichtwasserstoff-Atome mit anisotropen Temperaturfaktoren, die H-Atome mit U<sub>i</sub>-Werten ein, die etwa dem 1.2-fachen des U<sub>eq</sub>-Wertes des betreffenden C-Atoms entsprachen. Die wichtigsten Daten zur Strukturbestimmung sind nachfolgend aufgeführt<sup>14)</sup>.

1:  $C_{18}H_{36}B_2N_2O_2$ ,  $M_r = 334.10$ ;  $a = 8.794(4)$ ,  $b = 10.834(5)$ ,  $c = 10.958(5)$  Å,  $\beta = 103.49(4)^\circ$ ,  $V = 1015.3(8)$  Å<sup>3</sup>,  $d_r = 1.093$  g/cm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ; Raumgruppe  $P2_1/n$ . Einkristallgröße:  $0.2 \times 0.3 \times 0.45$  mm;  $\mu = 0.64$  cm<sup>-1</sup>;  $2\Theta$ -Bereich:  $2-48^\circ$ ,  $h \pm k \pm l$ ; Reflex/Untergrund:  $0.8/0.8^\circ$ , Meßgeschwindigkeit:  $2-29.3^\circ/\text{min}$  für  $150-2500$  c/s; 3451 gemessene Intensitäten, nach Mittelung: 1428 symmetrieunabhängige mit  $I > 2.5 \sigma(I)$ ,  $R = 0.072$ ,  $R_w = 0.082$ ,  $g = 0.0003$ ; 157 verfeinerte Parameter; größte Restelektronendichte:  $0.36 e/\text{Å}^3$ . Dabei ist  $R = \Sigma |\Delta F|/\Sigma |F_o|$ ;  $R_w = \Sigma \sqrt{w} |\Delta F|/\Sigma \sqrt{w} |F_o|$  mit  $w = (\sigma F + gF^2)^{-1}$ .

3:  $C_{18}H_{36}B_2N_2Se_2$ ,  $M_r = 460.04$ ;  $a = 8.773(3)$ ;  $b = 11.326(4)$ ,  $c = 11.379(4)$  Å;  $\beta = 103.78(3)^\circ$ ,  $V = 1098.1(6)$  Å<sup>3</sup>,  $d_r = 1.39$  g/cm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ; Raumgruppe  $P2_1/n$ . Einkristallgröße:  $0.3 \times 0.2 \times 0.3$  mm;  $\mu = 33.35$  cm<sup>-1</sup>;  $2\Theta$ -Bereich:  $2-50^\circ$ ,  $h \pm k \pm l$ ; Reflex/Untergrund:  $0.8/0.8^\circ$ ; Meßgeschwindigkeit:  $2-29.3^\circ/\text{min}$  bei  $150-2500$  c/s; 2859 gemessene Intensitäten; nach Datenreduktion und Intensitätsmittelung: 1651 Intensitäten symmetrieunabhängiger Reflexe mit  $I > 3\sigma(I)$ ;  $R = 0.0364$ ,  $R_w = 0.0378$ ,  $g = 0.00047$ , 163 Parameter, größte Restelektronendichte:  $0.37 e/\text{Å}^3$ .

Tab. 3. Ortskoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente Temperaturparameter ( $\text{Å}^2 \times 10^3$ ) von 1.  $U_{eq}$  ist definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten  $U_{ij}$ -Tensors

atom	x	y	z	$U_{eq}$
N	5340(2)	1494(2)	6567(2)	45(1)*
O	5894(2)	420(2)	4636(2)	55(1)*
C(1)	4199(3)	1521(2)	7390(2)	43(1)*
B	5137(3)	595(3)	5631(3)	46(1)*
C(5)	6449(3)	2546(2)	6490(2)	46(1)*
C(4)	6697(4)	3387(3)	7656(3)	71(1)*
C(2)	4609(4)	2484(3)	8437(3)	76(1)*
C(3)	5256(4)	3656(3)	8094(3)	76(1)*
C(8)	8063(3)	2026(3)	6504(3)	58(1)*
C(6)	4202(5)	252(3)	8025(3)	79(1)*
C(9)	5841(4)	3262(3)	5284(4)	70(1)*
C(7)	2569(4)	1784(4)	6611(3)	86(1)*

Tab. 4. Ortskoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente Temperaturparameter  $U_{eq}$  ( $\text{Å}^2 \times 10^3$ ) von 3

	x	y	z	$U_{eq}$
Se	1235(1)	5604(1)	9498(1)	52
B	174(4)	5788(3)	10853(3)	42(1)
N	337(3)	6658(2)	11749(2)	49(1)
C1	1435(5)	7704(3)	11726(4)	63(1)
C2	1666(7)	8496(5)	12857(5)	96(2)
C3	231(7)	8735(5)	13272(5)	102(2)
C4	-311(6)	7557(5)	13635(4)	97(2)
C5	-765(4)	6667(3)	12591(3)	58(1)
C6	3104(5)	7247(4)	11769(4)	79(2)
C7	817(8)	8417(4)	10582(5)	101(2)
C8	-745(9)	5441(5)	13215(5)	98(3)
C9	-2411(5)	6917(5)	11888(5)	97(2)

CAS-Registry-Nummern

1: 99475-27-1 / 2: 99475-28-2 / 3: 99475-29-3

Chem. Ber. 119 (1986)

- <sup>1</sup>) 170. Mitteil.: P. Kölle, H. Nöth und R. T. Paine, Chem. Ber. **119** (1986), im Druck.
- <sup>2</sup>) D. Männig, Ch. K. Narula, H. Nöth und U. Wietelmann, Chem. Ber. **118**, 3748 (1985).
- <sup>3</sup>) S. H. Bauer und J. Y. Beach, J. Am. Chem. Soc. **63**, 1394 (1961).
- <sup>4</sup>) <sup>4a</sup>) Z. V. Zvonkova und V. P. Gluskova, Kristallografija SSSR **3**, 559 (1958); Physics Crystallography **3**, 564. — <sup>4b</sup>) S. R. Rettig und J. Trotter, Can. J. Chem. **55**, 3071 (1977). — <sup>4c</sup>) W. Fenzl, C. Krüger und R. Köster, unveröffentlicht (1978), zitiert in Methoden der organischen Chemie (Houben-Weyl), Bd. 13, 3c, S. 475, Thieme (1984). — <sup>4d</sup>) M. Yalpani, R. Boese und D. Bläser, Chem. Ber. **116**, 3338 (1983).
- <sup>5</sup>) <sup>5a</sup>) K. Hedberg und V. Schomaker, California Institute of Technology, Technical Report 1 (1951) ( $B_2Cl_4$ : 1.751 Å). — <sup>5b</sup>) M. Atoji, P. J. Wheatley und W. N. Lipscomb, J. Chem. Phys. **27**, 196 (1957). — <sup>5c</sup>) L. Trefonas und W. N. Lipscomb, J. Chem. Phys. **28**, 54 (1958) ( $B_2F_4$ : 1.67(7) Å). — <sup>5d</sup>) H. Fußstetter, J. C. Huffmann, H. Nöth und R. Schaeffer, Z. Naturforsch., Teil B **31**, 1441 (1976) ( $(CH_2NMe)_2B-B(MeNCH_2)_2$ : 1.69 Å). — <sup>5e</sup>) H. Nöth, Z. Naturforsch., Teil B **39**, 1463 (1984) ( $(Me_2C_2O_2)B-B(O_2C_2Me_4)$ : 1.711(6) Å).
- <sup>6</sup>) W. van Doorne, A. W. Cordes und G. W. Hunt, Inorg. Chem. **12**, 1686 (1973).
- <sup>7</sup>) K. Hedberg und R. V. Schomaker, J. Am. Chem. Soc. **73**, 1482 (1951); S. H. Bauer und K. P. Coffin, Second International Congress of Crystallography, Stockholm, Abstracts of Papers, E. D. **16**, 38 (1951); K. Hedberg, V. Schomaker und M. E. Jones, ebenda E. D. **17**, 39 (1981); S. H. Bauer, J. Am. Chem. Soc. **59**, 1096 (1937); S. H. Bauer, Chem. Rev. **31**, 43 (1942); M. E. Dyatkina und J. K. Syrkin, C. R. Acad. Sci. URSS **35**, 180 (1942); V. Schomaker und W. Shand jr., Chem. Engng. News **25**, 2970, 3045 (1947); B. L. Carroll und L. S. Bartell, Inorg. Chem. **7**, 219 (1968); K. Hedberg, M. E. Jones und V. Schomaker, J. Am. Chem. Soc. **73**, 3538 (1951); W. J. Dulmage und W. N. Lipscomb, ebenda **73**, 3539 (1951).
- <sup>8</sup>) MO-Rechnungen an diesem System werden zur Ermittlung dieser Wechselwirkung von P. von R. Schleyer durchgeführt.
- <sup>9</sup>) G. W. Bushnell und G. A. Rivett, Can. J. Chem. **55**, 3294 (1977), BS = 1.89(4) Å, Winkel S-B-S: 105(3)°; B-S-B 76(2)°.
- <sup>10</sup>) W. Diercks und B. Krebs, Angew. Chem. **89**, 327 (1977); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **16**, 313 (1977).
- <sup>11</sup>) S. Lindsay, H. M. Seip und W. Siebert, Acta Chem. Scand., Ser. A **29**, 265 (1975).
- <sup>12</sup>) B. Krebs (Privatmitteil. 1985) danken wir für die Übermittlung der an der Universität Münster durchgeführten Strukturuntersuchungen. Vgl. auch B. Krebs und H.-U. Hürter, Acta Cryst., Sect. A **37** (1981), C-163.
- <sup>13</sup>) W. Clegg, Acta Cryst. Sect. A **37**, 22 (1981).
- <sup>14</sup>) Weitere Angaben zur Kristallstrukturbestimmung sind beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Autoren und des Literaturzitats unter CSD 51 727 abrufbar.

[275/85]