

Monochalkogenid-Form (B), das für eine Reihe von Verbindungen wohl dokumentiert ist¹⁻⁶, konnte im Fall der vorliegenden Systeme spektroskopisch nicht beobachtet werden.

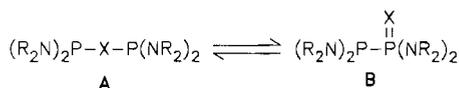


Abb. 1 und 2 geben die Molekülstruktur von **2a** und **2c** im Kristall wieder, die Wasserstoffatome sind der Übersicht halber weggelassen. Tab. 1 und 2 enthalten die Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren der Nicht-Wasserstoffatome, Tab. 3 führt ausgewählte Bindungslängen und -winkel auf.

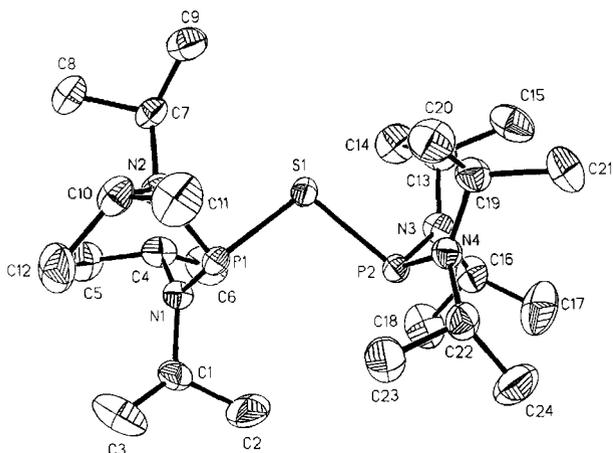


Abb. 1. Molekülstruktur von **2a** (thermische Ellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

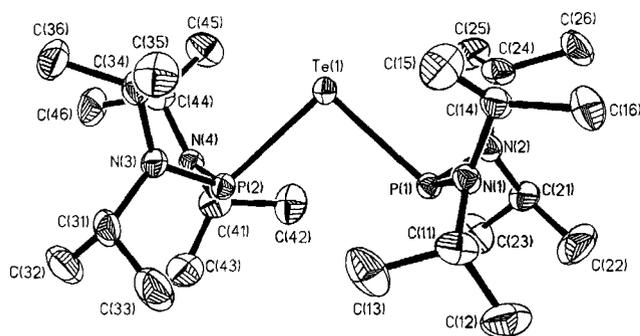


Abb. 2. Molekülstruktur von **2c** (eines der beiden unabhängigen Moleküle; thermische Ellipsoide mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

Das Tellurderivat **2c** besitzt zwei unabhängige Moleküle pro asymmetrischer Einheit, die sich hinsichtlich ihrer Struktur aber nur unwesentlich unterscheiden. Die gemittelten Phosphor-Tellur-Abstände sind mit 256 pm signifikant länger als die Summe der Kovalenzradien (245 pm¹⁵), während die Phosphor-Schwefel-Bindungsabstände mit 216 pm im Bereich des theoretischen Wertes von 214 pm¹⁵ liegen. Die vergleichsweise schwache P–Te-Bindung kann als

Folge eines hohen p-Anteils in der Bindung interpretiert werden. Auch der relativ kleine P–Te–P-Winkel von 94.5° legt im Vergleich zu 100° im entsprechenden Schwefelderivat eine derartige Interpretation nahe. Die Phosphor-Stickstoff-Bindungslängen von 167.6(2)–170.4(7) pm in **2a** und **2c** weisen diese als „normale“ Einfachbindung aus¹⁶. Die Konfiguration an den Stickstoff-Atomen ist nahezu planar, die P-Atome zeigen die erwartete pyramidale Geometrie [Winkelsummen 308° (**2a**) bzw. 312° (**2c**)]. Die Winkel zwischen den NPN-Ebenen und den P–S- bzw. P–Te-Bindungen betragen im Mittel bei 107° (**2a**) bzw. 112° (**2c**). Bemerkenswert in diesem Zusammenhang ist der unterschiedliche Winkel zwischen den freien Elektronenpaaren der Phosphoratome in beiden Verbindungen. So kommt die räumliche Anordnung der „lone pairs“ in **2c** einer syn-periplanaren Konformation ($\tau = 4$ bzw. 13°) nahe, während bei **2a** eine mehr (+)-syn-clinale Konformation (63°) zu beobachten ist (Abb. 3). Als mögliche Erklärung der in Richtung einer gauche-orientierten Konformation von **2a** kann der verringerte Phosphor-Phosphor-Abstand (P...P 332 pm in **2a** gegenüber 377 bzw. 374 pm in **2c**) und die daraus resultierende größere Abstoßung der Phosphor-„lone-pairs“ angesehen werden.

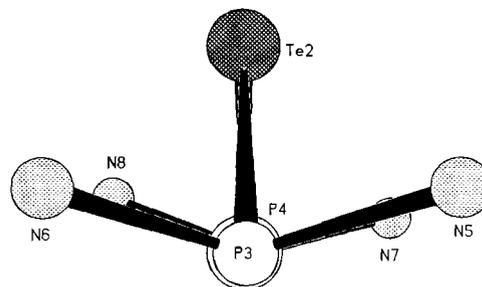
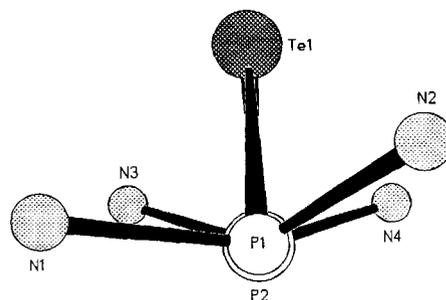
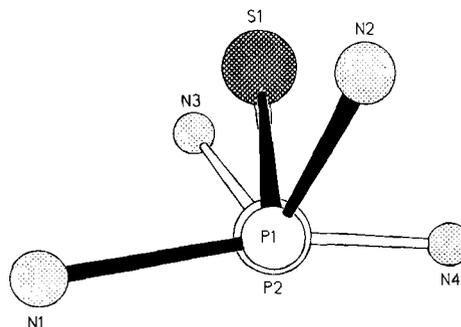


Abb. 3. Newman-Projektion von **2a** (oben) und **2c** (Mitte und unten) (ohne Isopropylgruppen; Blick entlang der P–P-Achse)

Wir danken dem *Fonds der Chemischen Industrie* für die Förderung dieser Arbeit.

Experimenteller Teil

Alle Versuche wurden unter strengem Luft- und Feuchtigkeitsausschluß unter Inertgas (Argon) durchgeführt. Die verwendeten Geräte, Chemikalien und Lösungsmittel wurden nach gängigen Methoden vorbereitet. — ³¹P-NMR: Varian FT 80A (32.2 MHz), ext. Standard 85proz. H₃PO₄. — ¹³C-NMR: Varian FT 80A (20.0 MHz). — ⁷⁷Se-NMR: Varian FT 80A (15.17 MHz), ext. Standard H₂SeO₃. ³¹P-, ¹³C- und ⁷⁷Se-NMR-Spektren wurden ¹H-breitbandentkoppelt aufgenommen; positives Vorzeichen bedeutet Tieffeldverschiebung relativ zum Standard. — MS: Varian MAT 311 A bzw. VG Instruments VG 12–250, EI, 45–70 eV, Direkteinlaß. Die angegebenen Massenzahlen beziehen sich jeweils auf das häufigste Isotop eines Elements. — Elementaranalysen: C, H und N wurden im Mikromaßstab an einem Gerät Heraeus CHN-O-Rapid sowie von der Firma Beller, Göttingen, bestimmt. — Schmelzpunkte: Büchi-Bestimmungsapparat, unkorrigiert.

*Chlorbis(diisopropylamino)phosphan*¹⁰ wurde nach der in der Literatur beschriebenen Methode erhalten; Schwefel sowie Selen- und Tellurpulver wurden ohne weitere Reinigung verwendet.

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope thermische Parameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **2a**. Äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	U(eq)
S(1)	-433(1)	1641(1)	1772(1)	50(1)
P(1)	-1057(1)	2625(1)	2499(1)	40(1)
P(2)	987(1)	2365(1)	1611(1)	43(1)
N(1)	-541(2)	2263(2)	3418(1)	47(1)
C(1)	114(3)	2923(2)	3975(2)	62(1)
C(2)	1075(4)	3273(4)	3689(3)	118(2)
C(3)	-527(4)	3704(3)	4195(3)	117(2)
C(4)	-564(3)	1308(2)	3700(2)	61(1)
C(5)	-1088(3)	1234(3)	4401(2)	92(2)
C(6)	533(3)	858(3)	3860(2)	91(2)
N(2)	-2354(2)	2282(2)	2263(1)	48(1)
C(7)	-2747(2)	1334(2)	2061(2)	53(1)
C(8)	-3497(3)	1003(3)	2587(2)	71(1)
C(9)	-3253(3)	1215(3)	1191(2)	76(2)
C(10)	-3175(3)	3022(2)	2094(2)	63(1)
C(11)	-3095(3)	3598(3)	1379(3)	94(2)
C(12)	-3176(3)	3630(3)	2800(3)	93(2)
N(3)	1675(2)	1421(2)	1417(2)	57(1)
C(13)	1234(3)	548(2)	1047(2)	71(1)
C(14)	1354(3)	-254(3)	1629(3)	98(2)
C(15)	1672(3)	302(3)	323(2)	97(2)
C(16)	2849(2)	1427(3)	1723(2)	68(1)
C(17)	3414(3)	2075(4)	1267(3)	128(3)
C(18)	3143(3)	1617(4)	2587(2)	108(2)
N(4)	584(2)	2944(2)	770(1)	50(1)
C(19)	-2(3)	2522(3)	38(2)	62(1)
C(20)	-1151(3)	2831(3)	-186(2)	89(2)
C(21)	586(3)	2652(3)	-639(2)	91(2)
C(22)	693(3)	3967(2)	764(2)	62(1)
C(23)	87(3)	4443(3)	1309(2)	87(2)
C(24)	1836(3)	4282(3)	918(3)	104(2)

Tetrakis(diisopropylamino)diphosphan (**1**): Eine Lösung von 8.0 g (30 mmol) $(i\text{Pr}_2\text{N})_2\text{P}(\text{Cl})$ in 50 ml THF wird mit einem Überschuß an Magnesiumspänen sowie einigen Tropfen Methylidid versetzt. Nach Abklingen der nach einigen min einsetzenden exothermen Reaktion rührt man ca. 12 h nach, engt ein, rührt den Rückstand mit 150 ml Pentan auf, filtriert und engt das Filtrat bis zur beginnenden Trübung ein. Man läßt bei -30°C auskristallisieren und trennt den ausgefallenen farblosen Feststoff ab. Ausb. 3.9 g (57%) **1**, Schmp. 141–143°C. — ³¹P-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 83.0$ (s). — ¹³C-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 25.1$ (t, $J = 3.0$ Hz), 25.7 (t, $J = 4.2$ Hz), PNCC; 50.5 (t, $J = 9.5$ Hz) PNC. — ¹H-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 1.3$ (dd, $J = 2.9/6.7$ Hz) PNCCH₃; 3.6 (dsept, $J = 4.9/6.5$ Hz)

PNCH. — MS: m/z (%) = 231 $[(i\text{Pr}_2\text{N})_2\text{P}]^+$ (62), 132 $[(i\text{Pr}_2\text{NPH}]^+$ (100), 100 $[(i\text{Pr}_2\text{N})_2]^+$ (15) und weitere Fragmente.

$\text{C}_{24}\text{H}_{56}\text{N}_4\text{P}_2$ (462.7) Ber. C 62.30 H 12.20 N 12.11
 Gef. C 62.32 H 12.12 N 12.14

Phosphorigsäure-bis(diisopropylamid)-thioanhydrid (**2a**): Zu einer auf -30°C gekühlten Lösung von 0.84 g (1.81 mmol) **1** in 10 ml Toluol werden 0.058 g (1.81 mmol) Schwefel gegeben. Man läßt auf Raumtemp. erwärmen, rührt noch 30 min nach und engt die Lösung zur Trockne ein. Der Rückstand wird in wenig Ether gelöst und bei -6°C zur Kristallisation gebracht. Man erhält so 0.74 g (82%) **2a**, Schmp. 134–136°C. — ³¹P-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 87.3$ (s). — ¹³C-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 24.2$ (d, $J = 8.1$ Hz), 24.4 (d, $J = 5.1$ Hz), PNCC; 47.9 (t, $J = 5.9$ Hz) PNC. — ¹H-NMR (C_6D_6 , 25°C): $\delta = 1.4$ (dd, $J = 6.6/14.1$ Hz) PNCCH₃; 3.8 (sept, $J = 9.0$ Hz) PNCH. — MS: m/z (%) = 263 $[(i\text{Pr}_2\text{N})_2\text{PS}]^+$ (13), 231 $[(i\text{Pr}_2\text{N})_2\text{P}]^+$ (62), 132 $[(i\text{Pr}_2\text{NPH}]^+$ (100), 100 $[(i\text{Pr}_2\text{N})_2]^+$ (15) und weitere Fragmente.

Tab. 2. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope thermische Parameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **2c**. Äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	U(eq)
Te(1)	0	1574(1)	0	44(1)
Te(2)	358(1)	5782(1)	1667(1)	44(1)
P(1)	960(1)	979(1)	1305(1)	36(1)
P(2)	-554(1)	1197(1)	1069(1)	38(1)
P(3)	928(1)	6316(1)	794(1)	36(1)
P(4)	-566(1)	6471(1)	624(2)	39(1)
N(1)	1463(2)	1549(2)	1997(4)	42(2)
N(2)	1114(3)	675(3)	313(5)	45(2)
N(3)	-789(3)	1870(3)	1372(5)	48(3)
N(4)	-1181(2)	848(2)	21(5)	42(2)
N(5)	1553(2)	6545(2)	1998(5)	44(2)
N(6)	1123(2)	5733(2)	209(5)	41(2)
N(7)	-637(3)	6816(3)	1709(5)	49(3)
N(8)	-1113(2)	5932(2)	32(5)	48(2)
C(11)	1691(4)	1606(3)	3248(6)	61(4)
C(12)	2100(5)	1085(5)	3954(8)	96(5)
C(13)	1202(5)	1691(5)	3550(8)	95(6)
C(14)	1594(3)	2067(3)	1413(6)	53(3)
C(15)	1365(4)	2688(4)	1578(9)	80(5)
C(16)	2257(4)	2087(5)	1785(9)	85(5)
C(21)	1350(3)	32(3)	524(7)	56(3)
C(22)	1956(5)	-22(5)	1536(10)	107(6)
C(23)	932(5)	-433(4)	603(11)	91(7)
C(24)	976(4)	945(3)	-822(6)	54(3)
C(25)	482(4)	574(4)	-1830(7)	76(5)
C(26)	1520(5)	1008(5)	-969(9)	83(5)
C(31)	-806(3)	1888(4)	2477(7)	59(4)
C(32)	-1251(5)	1440(5)	2485(9)	92(6)
C(33)	-203(4)	1797(6)	3543(8)	102(6)
C(34)	-924(3)	2445(3)	732(6)	54(3)
C(35)	-462(4)	2959(4)	1371(9)	78(5)
C(36)	-1560(4)	2680(5)	348(9)	81(5)
C(41)	-1173(4)	159(3)	3(7)	61(4)
C(42)	-644(4)	-101(4)	-75(9)	81(5)
C(43)	-1221(4)	-108(4)	1010(9)	81(5)
C(44)	-1630(3)	1166(4)	-1006(6)	56(3)
C(45)	-1619(4)	1016(5)	-2122(7)	81(4)
C(46)	-2254(3)	1046(5)	-1158(9)	82(5)
C(51)	1829(3)	7133(3)	1884(7)	54(3)
C(52)	2056(4)	7086(4)	1013(9)	76(5)
C(53)	1418(4)	7690(3)	1615(7)	66(4)
C(54)	1858(3)	6252(3)	3148(6)	52(3)
C(55)	1808(5)	6649(5)	4051(7)	79(5)
C(56)	2505(3)	6087(4)	3557(8)	78(4)
C(61)	785(3)	5656(3)	-1062(6)	54(3)
C(62)	112(3)	5617(4)	-1533(7)	68(4)
C(63)	938(4)	6172(4)	-1681(7)	76(5)
C(64)	1512(3)	5199(3)	851(7)	53(3)
C(65)	1169(4)	4599(3)	644(8)	68(4)
C(66)	2031(3)	5138(4)	619(9)	79(5)
C(71)	-669(4)	6502(4)	2650(7)	60(4)
C(72)	-120(4)	6538(4)	3805(7)	74(5)
C(73)	-1235(5)	6716(6)	2697(10)	107(7)
C(74)	-495(4)	7481(3)	1896(8)	68(4)
C(75)	131(5)	7629(4)	2084(11)	100(7)
C(76)	-982(6)	7873(5)	919(11)	114(7)
C(81)	-1136(3)	5322(3)	504(7)	62(4)
C(82)	-1099(5)	4784(4)	-233(11)	106(6)
C(83)	-1674(4)	5230(5)	658(11)	99(6)
C(84)	-1619(3)	6075(4)	-1115(7)	65(4)
C(85)	-1995(5)	6598(5)	-1093(12)	119(7)
C(86)	-1422(5)	6183(6)	-2012(8)	111(6)

Tab. 3. Ausgewählte Bindungslängen und -winkel der Bis(phosphino)chalkogenide **2a** und **2c**

M =	2a S	2c ^{a)} Te	
M–P(1) [pm]	216.3(1)	255.9(1)	[254.0(2)]
M–P(2) [pm]	216.2(1)	257.6(2)	[255.8(2)]
P(1)–M–P(2) [°]	100.1(1)	94.4(1)	[94.5(1)]
P(1)···P(2) [pm]	331.7	376.9	(374.4)
τ [°] ^{b)}	63	4	(13)

^{a)} Zwei unabhängige Moleküle in der asymmetrischen Einheit. –
^{b)} τ = Diederwinkel zwischen den freien Elektronenpaaren der Phosphoratome.

N₂P⁺ (35), 132 [(iPr₂N)PH]⁺ (100), 100 [NiPr₂]⁺ (16), 63 [PS]⁺ (11) sowie weitere Fragmente.

C₂₄H₅₆N₄P₂S (494.7) Ber. C 58.26 H 11.32 N 11.24
Gef. C 56.99 H 11.07 N 11.59

Phosphorigsäure-bis(diisopropylamid)-selenoanhydrid (2b): Zu einer auf 0°C gekühlten Lösung von 2.31 g (5.0 mmol) **1** in 30 ml CH₂Cl₂ werden 0.045 g (5.0 mmol) Selenpulver gegeben. Man läßt auf Raumtemp. kommen und rührt 3 d nach. Die Lösung wird i. Vak. bis zur beginnenden Trübung eingengt und bei –6°C zur Kristallisation belassen. Man erhält 1.9 g (70%) **2b**, Schmp. 105–107°C. – ³¹P-NMR (CD₂Cl₂, 25°C): 97.9 (s), $J^{77}\text{Se}, ^{31}\text{P}$ = 264 Hz. – ⁷⁷Se-NMR (CD₂Cl₂, 25°C): δ = 224.5 (s), $J^{77}\text{Se}, ^{31}\text{P}$ = 264 Hz. – ¹H-NMR (CD₂Cl₂, 25°C): δ = 1.1 (dd, J = 6.6/2.4 Hz) PNCCH₃; 3.5 (m) PNCH. – MS: m/z (%) = 311 [(iPr₂N)₂PSe]⁺ (1), 231 [(iPr₂N)₂P]⁺ (56), 132 [(iPr₂N)PH]⁺ (100), 111 [PSe]⁺ (16), 88 [(iPrN)PH]⁺ (58) sowie weitere Fragmente.

C₂₄H₅₆N₄P₂Se (541.2) Ber. C 53.26 H 10.35 N 10.35
Gef. C 53.54 H 10.26 N 10.46

Phosphorigsäure-bis(diisopropylamid)-telluroanhydrid (2c): Zu einer Lösung von 3.70 g (8.0 mmol) **1** in 20 ml Toluol werden 1.02 g (8.0 mmol) Tellurpulver gegeben. Man läßt bis zur vollständigen Umsetzung bei Raumtemp. rühren (ca. 6 d, ³¹P-NMR-Kontrolle), filtriert und entfernt alle flüchtigen Produkte i. Vak. Der gelbe Rückstand wird in CH₂Cl₂ gelöst und bei –6°C umkristallisiert. Man erhält 2.1 g (44%) **2c**, Schmp. 127°C (Zers.). – ³¹P-NMR (CDCl₃, –70°C): δ = 91.2, $J^{125}\text{Te}, ^{31}\text{P}$ = 562 Hz. – ¹H-NMR (CDCl₃, 25°C): δ = 1.3 (dd, J = 6.6/12.5 Hz) PNCCH₃; 3.6 (sept, J = 9.6 Hz) PNCH. – MS: m/z (%) = 361 [(iPr₂N)₂PTe]⁺ (1), 261 [(iPr₂N)PTe]⁺ (3), 231 [(iPr₂N)₂P]⁺ (37), 161 [PTe]⁺ (10), 132 [(iPr₂N)PH]⁺ (86), 100 [NiPr₂]⁺ (64) und weitere Fragmente.

C₂₄H₅₆N₄P₂Te (589.9) Ber. C 48.86 H 9.49 N 9.50
Gef. C 49.82 H 8.87 N 9.83

Röntgenstrukturanalyse von **2a, b**¹⁷⁾

Ein farbloser (**2a**) bzw. gelber (**2c**) Kristall wurde auf einem Nicolet-R3m-Vierkreisdiffraktometer mit graphitmonochromatisierter Mo-K α -Strahlung (λ = 0.71073 Å) vermessen (ω -Scans).

2a: Von 5447 Symmetrie-unabhängigen Reflexen wurden 3986 Reflexe mit $|F| > 4\sigma(F)$ zur Strukturlösung (Direkte Methoden) und -verfeinerung verwendet. Die Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop, die H-Atome, durch Differenzelektronendichte-Bestimmung lokalisiert, mit einem Reiter-Modell verfeinert. Strukturlösung und -verfeinerung wurden mit dem SHELXTL-PLUS Programm-System¹⁸⁾ durchgeführt.

Kristallgröße 0.4 × 0.6 × 0.8 mm; monoklin; Raumgruppe P2₁/n (Nr. 14); Summenformel C₂₄H₅₆N₄P₂S; Molekülmasse 494.7; a = 12.769(2), b = 14.476(3), c = 17.421(4) Å, β = 101.83(2)°; V =

3.152 nm³; Z = 4; $\mu(\text{Mo-K}\alpha)$ = 0.24 mm⁻¹; $\rho_{\text{ber.}}$ = 1.04 g cm⁻³; $2\Theta_{\text{max.}}$ = 50°; 280 verfeinerte Parameter; Restelektronendichte 0.22 e/Å³; R = 0.051; R_w = 0.054 (w^{-1} = $\sigma^2(F) + 0.0003 F^2$).

2c: Es wurde eine empirische Absorptionskorrektur auf der Basis von Ψ -Scans durchgeführt ($T_{\text{max./min.}}$ = 0.944/0.763, R_{INT} = 0.048). Von 5891 Symmetrie-unabhängigen Reflexen wurden 5262 Reflexe mit $|F| > 4\sigma(F)$ zur Strukturlösung (Patterson-Methode) und -verfeinerung verwendet. Die Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop, die H-Atome, durch Differenzelektronendichte-Bestimmung lokalisiert, mit einem Reiter-Modell verfeinert. Strukturlösung und -verfeinerung wurden mit dem SHELXTL-Programm-System¹⁹⁾ durchgeführt.

Kristallgröße 0.3 × 0.3 × 0.7 mm; monoklin; Raumgruppe Cc (Nr. 9); Summenformel C₂₄H₅₆N₄P₂Te; Molekülmasse 590.3; a = 25.649(11), b = 21.579(11), c = 13.229(5) Å, β = 119.16(3)°; V = 6.394 nm³; Z = 8; $\mu(\text{Mo-K}\alpha)$ = 1.05 mm⁻¹; $\rho_{\text{ber.}}$ = 1.23 g cm⁻³; $2\Theta_{\text{max.}}$ = 50°; 557 verfeinerte Parameter; Restelektronendichte 1.40 e/Å³ in der Nähe der Te-Atome; R = 0.037; R_w = 0.037 (w^{-1} = $\sigma^2(F) + 0.0008 F^2$).

CAS-Registry-Nummern

1: 128388-72-7 / **2a:** 128388-73-8 / **2b:** 128388-74-9 / **2c:** 128388-75-0 / (iPr₂N)₂PCL: 56183-63-2

- W.-W. Du Mont, R. Hensel, S. Kubiniok, L. Lange, T. Severnig, *Phosphorus Sulfur* **30** (1987) 373.
- V. L. Foss, Y. A. Veit, P. L. Kukhmisterov, V. A. Solodenko, I. F. Lutsenko, *Zh. Obshch. Khim.* **47** (1977) 477.
- W.-W. Du Mont, R. Hensel, W. McFarlane, I. J. Colquhoun, M. L. Ziegler, O. Serhadli, *Chem. Ber.* **122** (1989) 37.
- W.-W. Du Mont, R. Hensel, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **579** (1989) 134.
- I. F. Lutsenko, V. L. Foss, *Pure Appl. Chem.* **52** (1980) 917.
- E. P. Lebedev, M. D. Mizhiritskii, V. A. Baburina, E. N. Ofitserov, *Zh. Obshch. Khim.* **49** (1979) 1730.
- V. L. Foss, Yu. A. Veits, N. V. Lukashev, I. F. Lutsenko, *J. Organomet. Chem.* **121** (1976) C27.
- H. Westermann, *Dissertation*, Univ. Bielefeld, 1989.
- E. Irmer, *Staatsexamensarbeit*, Univ. Göttingen, 1987.
- W. Zeiß, C. Feldt, J. Weis, G. Dunkel, *Chem. Ber.* **93** (1981) 902.
- H. P. Fritz, T. Schöttle, *J. Organomet. Chem.* **265** (1984) 175.
- 3a:** ³¹P-NMR: δ = 107.2 (d, J = 75 Hz) N₂P(S); δ = 78.1 (d, J = 75 Hz) N₂P. **3b:** ³¹P-NMR: δ = 130.7 (d, J = 74 Hz) N₂P(Se); δ = 51.7 (d, J = 74 Hz) N₂P. **4a:** ³¹P-NMR: δ = 71.6 (s); vgl. auch D. Troy, J. P. Legros, *Inorg. Chim. Acta* **58** (1982) 217.
- I. J. Colquhoun, H. C. E. Mc Farlane, W. Mc Farlane, J. A. Nash, R. Keat, D. S. Rycroft, D. G. Thompson, *Org. Magn. Reson.* **12** (1979) 473.
- W.-W. Du Mont, H.-J. Kroth, *Z. Naturforsch., Teil B*, **36** (1981) 332.
- R. T. Sanderson, *Chemical Bonds and Bond Energy*, 2. Aufl., Academic Press, New York 1976.
- J. C. Clardy, R. L. Kolpa, J. G. Verkade, *Phosphorus* **4** (1974) 133.
- Weitere Einzelheiten zu der Kristallstrukturanalyse können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-54647, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- G. M. Sheldrick, SHELXTL-PLUS, Siemens Analytical X-ray Instruments, Inc., Madison/Wisconsin 1988.
- G. M. Sheldrick, SHELXTL. *An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data*, Univ. Göttingen, 1978; G. M. Sheldrick, *SHELXTL User Manual*, Nicolet XRD Corp., Fremont/California 1981.

[161/90]