

Kristallisiertes Natrium-triethylhydroborat – Bildung und Charakterisierung¹⁾

Roland Köster^{*a}, Wilhelm Schübler^a, Roland Boese^{*b} und Dieter Bläser^b

Max-Planck-Institut für Kohlenforschung^a,
Kaiser-Wilhelm-Platz 1, W-4330 Mülheim an der Ruhr

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen^b,
Universitätsstraße 5–7, W-4300 Essen

Eingegangen am 29. Mai 1991

Key Words: Hydroborate, triethyl-, sodium salt / Sodium–arene addition compound / Mesitylene / Tricoordinated H atoms / Solid-solid phase transformation

Crystalline Sodium Triethylhydroborate – Formation and Characterization¹⁾

Two equiv. of NaHBET₃ (**1**) and one equiv. of mesitylene form a crystalline compound, which is characterized by DSC and by a single-crystal X-ray structure analysis at 190 K as the solid phase **2**.

Ein präparativ und analytisch oft angewandtes Organoborolat ist das in Aliphaten oder Aromaten gleichermaßen gut lösliche Natrium-triethylhydroborat (**1**)²⁾, dessen Herstellung aus Triethylboran und Natriumhydrid lange bekannt³⁾ und eingehend beschrieben⁴⁾ ist. Auf die Gewinnung von **1** in fester Form ist bisher nur in Notizen^{4,5)} hingewiesen worden. Jetzt konnten wir aus Mesitylen eine kristallisierte Verbindung isolieren und bei 190 K als feste Phase **2** (Abb. 1) charakterisieren.

raten [R = Me^{9–13)}; CN^{14,15)}; C(SiMe₂Ph)₃¹⁶⁾]. Darüber hinaus sind Strukturanalysen der festen μ H-Organodiborate μ H-B₂H₂R₄ (R₂ = 1,4-C₄H₈)¹⁷⁾ und μ H-B₂R₄R'₂ (R = Me, R'₂ = 1,8-Naphthalindiyl)¹⁸⁾ bekannt.

Ergebnisse und Diskussion

Das bei Raumtemperatur flüssige NaHBET₃ (**1**)^{4,5)} löst sich in Mesitylen, ohne daß die ¹H-, ¹³C- und ¹¹B-NMR-Signale von **1** gegenüber denen in [D₆]Benzol verschoben sind (Tab. 1).

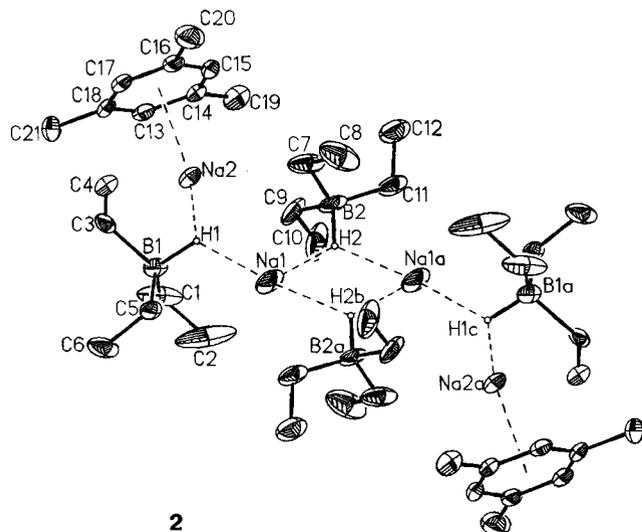
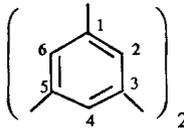
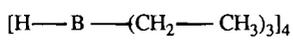


Abb. 1. Molekülstruktur von **2** mit Schwingungsellipsoiden (30%) bei 190 K

Kristallstrukturanalysen von Triethylhydroboraten (Et₃BH) liegen bisher nicht vor. Untersucht ist aber die Struktur des Natrium-hydrotrimethylborats NaHBMe₃ als festes Diethylether-Tetramer Et₂O–(NaHBMe₃)₄⁶⁾. Außerdem gibt es Kristallstrukturanalysen von wenigen H₂BR₂-Boraten (R = CN⁷⁾; R₂ = 1,5-C₈H₁₄⁸⁾) sowie zahlreichen H₃BR-Bo-

Tab. 1. NMR-Daten (δ -Werte) von **2** in C₆D₆

El					
	1, 3, 5	2, 4, 6			
¹ H	2.18 (18H)	6.74 (6H)	-0.42(sbr) (4H)	0.24 (24H)	1.03 (36H)
¹¹ B	—	—	-12(d)	—	—
¹³ C	137.8 21.4	127.4	—	≈14(br)	12.7

Beim langsamen Abkühlen von **1** in Mesitylen bildet sich die feste Additionsverbindung **2** in Form von extrem luft- und wärmeempfindlichen, farblosen Kristallen. Im Vakuum verlieren diese das Solvens und bilden wieder **1**, ebenso am Schmelzpunkt bei 308 K mit einer Schmelzwärme von 560.6 mJ. Beim Abkühlen ist im DSC-Thermogramm eine reversible Fest/Fest-Phasenumwandlung bei 209 K zu beobachten, die in der Aufheizkurve bei 222 K mit einer Wärmeaufnahme von 26.8 mJ verbunden ist (Abb. 2).

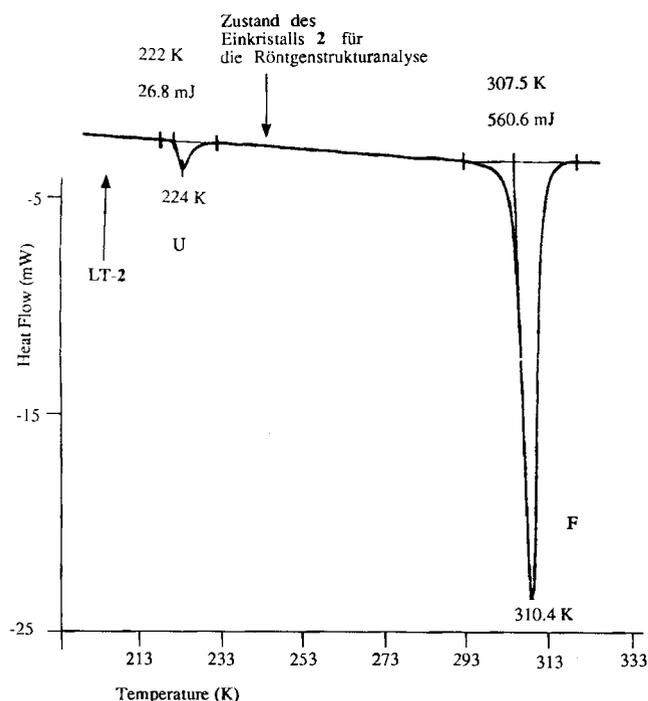


Abb. 2. DSC-Aufheizkurve der Verbindung **2** im Bereich von ca. 190 bis 320 K; U = Umwandlung Fest/Fest; F = Schmelzpunkt

Die Hysterese ist wie bei anderen Organobor-Verbindungen mit Fest/Fest-Phasenumwandlungen^{19–21} von der Vorgeschichte und der Größe der Kristalle abhängig^{19b,22}. Die auf dem Diffraktometer beim Abkühlen eines Einkristalls beobachtete Phasenumwandlung, die mit mikrokristallinem Material im DSC-Thermogramm bereits bei 209 K auftritt, wird in der Verbreiterung der Profile der Röntgenreflexe erst unterhalb 190 K erkennbar. Nach der Phasenumwandlung reicht die Kristallqualität der Niedrigtemperaturphase (LT-2) für eine Einkristallstrukturbestimmung allerdings nicht mehr aus.

Im Kristall von **2** (Abb. 1) sind bei 190 K zwei NaHBET₃-Moleküle über ein Inversionszentrum miteinander so verknüpft, daß die an die Bor-Atome gebundenen Wasserstoff-Atome mit zwei Natrium-Atomen einen Rhombus mit Winkeln von 106.5° (Na1–H2–Na1a) und 73.5° (H2–Na1–H2a) einschließen. Die Natrium-Atome des zentralen Ringes sind jeweils über zwei hydridische Wasserstoff-Atome weiterer NaHBET₃-Moleküle mit Natrium-Atomen verbrückt, die ihrerseits nahezu zentral über den η⁶-gebundenen Mesitylen-Ringen stehen. Die NaCx-Abstände betragen zwischen 2.85 Å (Na2–C16) und 3.05 Å (Na2–C13) (Tab. 2). Somit befinden sich die Natrium-Atome in zwei unterschiedlichen Koordinationssphären mit variierenden NaH-Abständen zwischen 2.14 und 2.51 Å.

Wir vermuten, daß sich in der flüssigen, viskosen Verbindung **1**, die in reiner Form bisher nicht kristallisierbar war, Zick-Zack-Ketten von Natrium- und HBET₃-Einheiten mit unterschiedlicher Länge aufbauen. Diese werden durch den Aren-Kohlenwasserstoff aufgebrochen und in kürzere, tetramere Einheiten übergeführt, welche dann kristallisierbar sind. – Das mit Cyclohexan verdünnte **2** hat eine breite

Tab. 2. Ausgewählte Atomabstände und Winkel von **2** bei 190 K

Abstände (Å) im (C ₆) ₂ -(BHNa) ₄ -Gerüst ohne Ethylgruppen			
Na1 - Na2	3.973(4)	B1 - H1	1.236(46)
Na1 - B1	3.011(9)	B1 - C1	1.612(9)
Na1 - B2	3.133(9)	B2 - H2	1.127(54)
Na1 - H1	2.229(43)	B2 - Na1a	3.013(9)
Na1 - H2	2.367(66)	H2 - Na1a	2.296(66)
Na1 - Na1a	3.736(7)	Na2 - C13	3.048(7)
Na1 - B2a	3.013(9)	Na2 - C14	3.027(6)
Na1 - H2a	2.296(66)	Na2 - C15	2.897(6)
Na2 - H1	2.137(35)	Na2 - C16	2.846(6)
Na2 - H1a	2.512	Na2 - C17	2.879(7)
Na2 - B1	2.745(7)	Na2 - C18	3.003(7)
Winkel (°) im (BHNa) ₄ -Gerüst ohne Ethylreste			
Na1 - Na2 - B1	49.2(2)	B1 - Na1 - H2a	164.8(14)
Na1 - Na2 - H1	25.1(13)	B2 - Na1 - B2a	146.6(2)
Na1 - Na2 - H1a	75.1(2)	B2 - H2 - Na1a	119.3(48)
Na1 - H1 - Na2	131.0(22)	B2 - Na1 - H1	83.9(11)
Na1 - B2 - Na1a	74.8(2)	B2 - Na1 - H2	17.5(14)
Na1 - H2 - Na1a	106.5(21)	B2 - Na1 - Na1a	51.1(2)
Na1 - H2 - B2	123.5(45)	B2 - Na1 - H2a	87.8(16)
Na2 - H1 - B1	105.8(25)	B2 - Na1 - N2a	105.2(2)
Na2 - Na1 - B1	43.6(1)	H1 - Na2 - H1a	64.7(10)
Na2 - Na1 - B2	59.9(2)	H1 - Na1 - H2	98.2(18)
Na2 - Na1 - H1	24.0(11)	H1 - Na1 - Na1a	134.3(11)
Na2 - Na1 - H2	74.7(15)	H1 - Na1 - H2a	171.7(19)
Na2 - Na1 - Na1a	110.6(1)	H1 - Na1 - B2a	167.7(10)
Na2 - Na1 - H2a	147.7(15)	H2 - B2 - Na1a	41.6(37)
Na2 - Na1 - B2a	163.3(2)	H2 - Na1 - Na1a	36.1(15)
B1 - Na2 - H1	25.7(13)	H2 - Na1 - H2a	73.5(21)
B1 - Na2 - H1a	47.7(2)	H2 - Na1 - B2a	89.4(15)
B1 - Na1 - B2	102.2(2)	Na1a - Na1 - H2a	37.4(15)
B1 - Na1 - H1	21.3(10)	Na1a - Na1 - B2a	54.0(2)
B1 - Na1 - H2	113.9(15)	B2a - Na1 - H2a	19.0(15)
B1 - Na1 - Na1a	148.2(2)		
Abstände (Å) und Winkel (°) der B-Ethylreste (Mittelwerte)			
B - C	1.630(8);	C - C	1.517(9);
B - C - C	115.7(5)		

Absorptionsbande bei 1835 cm⁻¹⁴, was für die Erhaltung der BHNa-Brückenbindungen²³ in Lösung spricht.

In der festen Trimethylbor-Verbindung Et₂O-(NaHBMe₃)₄⁶ übernimmt ein Ethermolekül die gleiche Funktion wie die beiden Aren-Moleküle in **2**. Die relativ kleinen HBMe₃-Einheiten bilden jedoch eine vergleichsweise geschlossene, Cuban-ähnliche Struktur mit vierfach koordinierten Brückenwasserstoff-Atomen und NaH-Abständen zwischen 2.25 und 2.42 Å.

Wie im festen Hydrotrimethylborat sind die Bor-Atome von **2** nahezu tetraedrisch umgeben, wobei der mittlere H–B–C-Winkel 107° beträgt. Die B–C–C-Winkel haben einen Mittelwert von 115.7(5)°, sind somit wie im Natriumtetraethylborat²⁴ stark aufgeweitet und entsprechen den berechneten Werten im Ethyltrihydroborat-Anion²⁴. Die anisotropen Versetzungsfaktoren (Abb. 1) lassen auf starke Fehlorderungen der Ethylgruppen schließen. Ob die Fest/Fest-Phasenumwandlung von **2** in LT-2 auf eine Fehlorderungs/Ordnungs-Umwandlung zurückzuführen ist oder auf eine vollkommene Umstrukturierung mit Änderung der Koordination, ist aufgrund der vorliegenden Daten nicht zu entscheiden.

Es ist zu erwarten, daß Hydroborate mit verschiedenen Aren-Kohlenwasserstoffen oder Ethern kristallisiert, ähnlich wie **2**, einfachere oder noch komplexere Strukturen mit ei-

Tab. 3. Daten zur Kristallstrukturanalyse von **2**

Summenformel $C_{21}H_{44}B_2Na_2$, Molmasse 364.2, Kristalldaten:
 Größe 0.58 x 0.32 x 0.24 mm, System triklin, Farbe weiß,
 $a = 10.144(4)$, $b = 11.435(4)$, $c = 11.708(4)$ Å, $\alpha = 79.99(3)$,
 $\beta = 72.24(3)$, $\gamma = 73.94(3)^\circ$, $V = 1236.7(8)$ Å³, $d_{\text{ber.}} = 0.972$ g cm⁻³,
 Raumgruppe $P\bar{1}$ (Nr. 2), $Z = 2$, $\mu = 0.08$ mm⁻¹,
 Vierkreisdiffraktometer Nicolet R3m/V, $\lambda = 0.71069$ Å,
 $T = 190$ K, $F(000) = 400$, unabhängige Reflexe 3194,
 davon beobachtet 2139 [$F_o \geq 4\sigma(F)$], $\sin \Theta/\lambda_{\text{max}} = 0.481$,
 verfeinerte Parameter 252, $R = 0.0873$, $R_w = 0.0955$,
 max. Restelektronendichte 0.397 eÅ⁻³ (0.61 Å von C2).

Tab. 4. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) (mit Standardabweichungen in Klammern) und thermische Parameter (Å² $\times 10^3$) von dimerem **2** bei 190 K

	x	y	z	U_{eq}
Na(1)	-1338(3)	-576(3)	4597(2)	107(2)*
Na(2)	-2971(3)	1781(2)	2176(2)	78(1)*
B(1)	-2776(8)	-683(6)	2729(6)	73(4)*
B(2)	-585(9)	1979(7)	3854(7)	91(4)*
C(1)	-1428(10)	-813(6)	1553(6)	130(5)*
C(2)	47(10)	-1339(9)	1779(8)	181(6)*
C(3)	-4322(9)	-105(5)	2394(7)	97(4)*
C(4)	-5570(8)	341(6)	3397(9)	125(5)*
C(5)	-2822(7)	-1965(5)	3577(5)	69(3)*
C(6)	-2894(10)	-3010(6)	2976(7)	134(5)*
C(7)	-2275(8)	2298(6)	4580(5)	96(4)*
C(8)	-2611(12)	2271(7)	5953(6)	130(5)*
C(9)	-344(7)	1969(7)	2415(5)	85(3)*
C(10)	1175(8)	1828(9)	1641(7)	132(5)*
C(11)	278(8)	2847(6)	4139(6)	100(4)*
C(12)	-166(8)	4188(7)	3670(6)	104(4)*
C(13)	-3437(7)	3529(5)	-26(6)	63(3)*
C(14)	-3028(7)	4201(5)	633(6)	63(3)*
C(15)	-3872(8)	4418(5)	1778(7)	68(3)*
C(16)	-5114(7)	4005(5)	2272(5)	61(3)*
C(17)	-5473(7)	3340(5)	1568(6)	59(3)*
C(18)	-4650(6)	3087(5)	420(5)	54(3)*
C(19)	-1718(8)	4684(6)	116(7)	96(4)*
C(20)	-6033(8)	4260(6)	3520(6)	94(4)*
C(21)	-5051(7)	2380(6)	-339(5)	76(3)*

* Äquivalente isotrope U , berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors.

nem großen Spektrum unterschiedlicher Koordinationspolyeder der Kationen und Verbrückungen der hydridischen Wasserstoff-Atome bilden können.

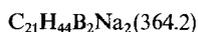
Experimenteller Teil

Sämtliche Prozeduren sind unter striktem Luft- und Feuchtigkeitsausschluß mit Argon als Schutzgas durchgeführt worden. Die Elementaranalysen (C, H, B, Na) wurden bei Dornis und Kolbe in

Mülheim an der Ruhr angefertigt. Die Hydridbestimmung erfolgte durch volumetrische Messung des mit 2-Ethylhexanol bis maximal 50°C abgespaltenen H₂ (MS). — DSC: DuPont 9090. — IR: Nicolet 7000^{25a)}. — ¹H-NMR^{25b)}: Bruker AC 200. — ¹¹B-NMR^{25b)}: AC 200 (64.2 MHz), Et₂O—BF₃, extern. — ¹³C-NMR^{25b)}: Bruker AC 200 (50.2 MHz), Me₄Si extern. — Kristallstrukturanalyse²⁶⁾ (Daten Tab. 3) unter Verwendung einer speziellen Apparatur für die Kristallpräparation²⁷⁾.

Ausgangsverbindung: NaHBEt₃ (**1**) wurde nach Literaturangaben^{4,5)} hergestellt. — Mesitylen und die Lösungsmittel (Pentan, C₆D₆, CDCl₃) sind vor Gebrauch luft- und wasserfrei gemacht und unter Schutzgas (Ar) aufbewahrt worden.

Dimeres Mesitylen—bis(Natrium-triethylhydroborat) [Mesitylen-(NaHBEt₃)₂]₂ (**2**): Man vermischt 26.7 g (222 mmol) Mesitylen und 24.7 g (202.5 mmol) **1** bei Raumtemp., unterkühlt an der äußeren Kolbenwand mit einem Stück festen Kohlendioxids und erzeugt damit einen Kristallkeim, von dem aus langsam Kristalle wachsen. Nach ca. 3stdg. Stehenlassen bei Raumtemp. werden die Kristalle von der Flüssigkeit abgetrennt und mit kaltem (Aceton/CO₂-gekühltem) Pentan gewaschen. Nach Entfernen von allem Flüchtigen i. Vak. (12 Torr) erhält man 15.5 g weißes bis farbloses, vollkommen klares **2**, Schmp. 308 K [DSC (vgl. Abb. 2): F = 308 K (u. Zers.); U = 222 K (reversibel)]. Aus der Mutterlauge läßt sich beim Abkühlen mit festem CO₂ noch weiteres festes **2** gewinnen. Die Kristalle lassen sich i. Vak. (5 h, 0.001 Torr) vom Mesitylen befreien und gehen dabei in eine farblose, klare, viskose Flüssigkeit über, die auch beim Abkühlen auf 195 K nicht mehr kristallisiert. Nach Zugabe von Mesitylen und Abkühlen auf ca. 273 K wird wieder festes **2** gebildet. — DSC: Abb. 2. — IR (Cyclohexan): $\tilde{\nu} = 1835$ cm⁻¹ (BH)⁴⁾. — NMR-Daten von **2**: Tab. 1. — Kristallstrukturanalyse^{26,27)}: Abb. 1 und Tab. 2—4.



Ber. C 69.25 H 12.18 B 5.94 Na 12.63 H⁻ 0.55

Gef. C 69.56 H 12.10 B 5.65 Na 11.97 H⁻ 0.54

- 1) ^{1a)} Herrn Professor Dr. Kurt Schaffner zum 60. Geburtstag gewidmet. — ^{1b)} 100. Mitteilung über Borverbindungen: 99. Mitteilung: R. Köster, G. Seidel, G. Müller, *Chem. Ber.* **124** (1991) 1071.
- 2) ^{2a)} R. Köster, Bibliographie der Hydro-triorgano-borate, in *Methoden der organischen Chemie* (Houben-Weyl-Müller), 4. Aufl., Bd. XIII/3c (R. Köster, Ed.), S. 633—634, Thieme, Stuttgart 1984. — ^{2b)} W. V. Dahlhoff, A. Geisheimer, G. Schroth, R. Mynott, *Z. Naturforsch., Teil B*, **39** (1984) 1004. — ^{2c)} H. Bönnemann, W. Brijoux, Th. Joußen, *Angew. Chem.* **102** (1990) 324; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **29** (1990) 273. — ^{2d)} W. V. Dahlhoff, G. Schroth, B. Gabor, *Z. Naturforsch., Teil B*, **45** (1990) 1669.
- 3) ^{3a)} H. C. Brown, H. I. Schlesinger, I. Sheft, D. M. Ritter, *J. Am. Chem. Soc.* **75** (1953) 192. — ^{3b)} A. Khuri, Ph. D. Thesis, Purdue University 1960, *Diss. Abst.* **21** (1960) 55. — ^{3c)} J. B. Honeycutt Jr., J. M. Riddle, *J. Am. Chem. Soc.* **83** (1961) 369. — ^{3d)} H. C. Brown, A. Khuri, S. C. Khim, *Inorg. Chem.* **16** (1977) 2229.
- 4) P. Binger, G. Benedikt, G. W. Rotermund, R. Köster, *Liebigs Ann. Chem.* **717** (1968) 21. — ^{4b)} P. Binger, R. Köster, *Inorg. Synth.* **15** (1974) 136.
- 5) R. Köster, Hydro-triorgano-borate, in *Methoden der organischen Chemie* (Houben-Weyl-Müller), 4. Aufl., Bd. XIII/3b (R. Köster, Ed.), S. 806, Thieme Stuttgart 1983.
- 6) ^{6a)} N. A. Bell, H. M. M. Shearer, C. B. Spencer, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1980**, 711. — ^{6b)} N. A. Bell, H. M. M. Shearver, C. B. Spencer, *Acta Crystallogr., Sec. C*, **39** (1983) 694. — ^{6c)} N. A. Bell, G. E. Coates, J. A. Heslop, *J. Organomet. Chem.* **329** (1987) 287.
- 7) K. W. Morse, D. G. Holah, M. Shimoi, *Inorg. Chem.* **25** (1986) 3113.
- 8) P. Zanella, F. Ossola, M. Porchia, G. Rossetto, A. Chiesi Villa, C. Guastini, *J. Organomet. Chem.* **323** (1987) 295.
- 9) R. Shinomoto, E. Gamp, N. M. Edelstein, D. H. Templeton, A. Zalkin, *Inorg. Chem.* **22** (1983) 2351.

- ¹⁰⁾ ^{10a)} R. Shinomoto, J. G. Brennan, N. M. Edelstein, A. Zalkin, *Inorg. Chem.* **24** (1985) 2896. — ^{10b)} R. Shinomoto, A. Zalkin, N. M. Edelstein, *Inorg. Chem. Acta* **139** (1987) 91. — ^{10c)} R. Shinomoto, A. Zalkin, N. M. Edelstein, *Inorg. Chim. Acta* **139** (1987) 97. — ^{10d)} R. Shinomoto, A. Zalkin, N. M. Edelstein, *Inorg. Chem.* **26** (1987) 2868.
- ¹¹⁾ S. J. Andrews, A. J. Welch, *Inorg. Chim. Acta* **105** (1985) 89.
- ¹²⁾ W. K. Kot, N. M. Edelstein, A. Zalkin, *Inorg. Chem.* **26** (1987) 1339.
- ¹³⁾ M. Adam, K. Yünlü, R. D. Fischer, *J. Organomet. Chem.* **387** (1990) C 13.
- ¹⁴⁾ Md. N. I. Khan, C. King, J.-C. Wang, S. Wang, J. P. Fackler Jr., *Inorg. Chem.* **28** (1989) 4656.
- ¹⁵⁾ H. J. Bestmann, T. Röder, M. Bremer, D. Löw, *Chem. Ber.* **124** (1991) 199.
- ¹⁶⁾ C. Eaborn, M. N. A. El-Kheli, P. B. Hitchcock, J. D. Smith, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1984**, 1673.
- ¹⁷⁾ D. J. Saturnino, M. Yamauchi, W. R. Clayton, R. W. Nelson, S. G. Shore, *J. Am. Chem. Soc.* **97** (1975) 6063.
- ¹⁸⁾ ^{18a)} H. E. Katz, *J. Org. Chem.* **50** (1985) 5027. — ^{18b)} H. E. Katz, *J. Am. Chem. Soc.* **107** (1985) 1420.
- ¹⁹⁾ 1,2:1,2-Bis(organoborandiyl)dioxyfumarate: ^{19a)} M. Yalpani, R. Boese, D. Bläser, *Chem. Ber.* **116** (1983) 3338. — ^{19b)} M. Yalpani, W. R. Scheidt, K. Seevogel, *J. Am. Chem. Soc.* **107** (1985) 1684.
- ²⁰⁾ Triethylboroxin: R. Boese, M. Polk, D. Bläser, *Angew. Chem.* **99** (1987) 239; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **26** (1987) 245.
- ²¹⁾ N-Lewisbase-Bis(1,5-cyclooctandiyl)diboroxane: M. Yalpani, R. Köster, R. Boese, M. Sulkowski, *Chem. Ber.* **122** (1989) 9.
- ²²⁾ M. Yalpani, W. E. Klotzbücher, *Z. Naturforsch., Teil B*, **40** (1985) 222.
- ²³⁾ B. Wrackmeyer, R. Köster, Analytik der Tetraorgano- und Hydro-organo-borate, in *Methoden der organischen Chemie* (Houben-Weyl-Müller), 4. Aufl., Bd. XIII/3c (R. Köster, Ed.), S. 552, Thieme, Stuttgart 1984.
- ²⁴⁾ R. Boese, D. Bläser, M. Bühl, P. v. R. Schleyer, unveröffentlichte Ergebnisse.
- ²⁵⁾ ^{25a)} IR-Messung: K. Seevogel, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim an der Ruhr. — ^{25b)} NMR-Kartei, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim an der Ruhr.
- ²⁶⁾ Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse von **2** können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-320269, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- ²⁷⁾ R. Boese, D. Bläser, *J. Appl. Crystallogr.* **22** (1989) 394.

[218/91]