Journal of Organometallic Chemistry, 378 (1989) 73-79 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne – Printed in The Netherlands JOM 20182

### Chemie Polyfunktioneller Moleküle

# CV \*. Chrom-, Molybdän- und Wolframtricarbonyl-Komplexe des Bis(2-diphenylphosphinoethyl)amins

Jochen Ellermann \*, Matthias Moll und Norbert Will

Institut für Anorganische Chemie, Universität Erlangen-Nürnberg, Egerlandstr. 1, D-8520 Erlangen (B.R.D.) (Eingegangen den 12. Juni 1989)

### Abstract

 $fac-M(CO)_3(C_7H_8)$  (M = Cr, Mo, W;  $C_7H_8$  = cycloheptatriene) reacts with [(Ph<sub>2</sub>PCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]Cl (1) in the presence of n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Li to give the complexes  $fac-(OC)_3M(PPh_2CH_2CH_2)_2NH$  (3a-c; M = Cr, Mo, W) and  $mer-(OC)_3Cr(PPh_2-CH_2CH_2)_2NH$  (3a'). The compounds are characterized by their infrared, Raman, <sup>1</sup>H NMR, <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H} NMR, <sup>95</sup>Mo NMR and mass spectra.

### Zusammenfassung

 $fac-M(CO)_3(C_7H_8)$  (M = Cr, Mo, W;  $C_7H_8$  = Cycloheptatrien) reagiert mit [(Ph<sub>2</sub>PCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>]Cl (1) in Gegenwart von n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>Li zu den Komplexen  $fac-(OC)_3M(PPh_2CH_2CH_2)_2NH$  (3a-c, M = Cr, Mo, W) und mer-(OC)<sub>3</sub>Cr(PPh<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH (3a'). Die Verbindungen wurden an Hand ihrer IR-, Raman-, <sup>1</sup>H-NMR-, <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR-, <sup>95</sup>Mo-NMR- und Massen-Spektren charakterisiert.

### Einleitung

Obwohl Bis(2-diphenylphosphinoethyl)amin,  $[(C_6H_5)_2PCH_2CH_2]_2NH$  (1), bereits 1968 von Sacconi et al. [2] synthetisiert wurde, sind seine komplexchemischen Eigenschaften bislang nur wenig untersucht worden. Zwar wurden einige Nickel(II)- und Cobalt(II)-Verbindungen mit diesen Liganden bekannt [2,3], jedoch sind bisher keine Chrom-, Molybdän- und Wolframtricarbonyl-Derivate von 1 beschrieben worden. Im Zuge unserer Arbeiten über die Synthese des Diphenylphosphin-substituierten Cyclophosphamids (2) [4] waren jedoch solche Metalltri-

<sup>\*</sup> CIV. Mitteilung siehe Ref. 1.

carbonylsysteme mit dem Liganden 1 als Ausgangsmaterialien von großem Interesse [5].



### Präparative Ergebnisse

Gibt man an Stelle von 1 zum besser handhabbaren, kristallinen Hydrochlorid  $[(Ph_2PCH_2CH_2)_2NH_2]Cl$  (1a) [6], gelöst in THF, ein Äquivalent n-Butyllithium, so bildet sich 1 zurück (Gl. 1). Dazu wird eine äquimolare Lösung von fac- $M(CO)_3(C_7H_8)$  (M = Cr, Mo, W;  $C_7H_8$  = Cycloheptatrien) in THF zugetropft. Anschliessend erwärmt man und fällt schliesslich mit Methanol. Es entstehen gelbe, nadelförmige Kristalle, die anhand der IR-aktiven  $\nu(CO)$ -Schwingungsbanden als fac- $(OC)_3M(PPh_2CH_2CH_2)_2NH$  (3a-c) identifiziert werden (Gl. 2). Bei M = Cr entstehen zusätzlich zu den gelben Nadeln noch rote, rautenförmige Kristalle, die mechanisch abgetrennt werden. Das IR-Spektrum (Tab. 2) dieser roten Kristalle zeigt  $\nu(CO)$ -Banden, die beweisen, dass es sich um den zu 3a isomeren mer- $(OC)_3Cr(PPh_2CH_2CH_2)_2NH$ -Komplex (3a') handelt. Allerdings stellt man IR-spektroskopisch fest, dass eine geringe Menge der fac-Verbindung 3a in 3a' eingeschlossen ist, die sich auch säulenchromatographisch nicht vollständig abtrennen lässt.

O 11 1

## <sup>1</sup>H-, <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}- und <sup>95</sup>Mo-NMR-Spektren

In Tab. 1 sind die <sup>1</sup>H-, <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}- und <sup>95</sup>Mo-NMR-Daten der Verbindungen 3a-c und 3a' aufgelistet.

Die Zuordnung der einzelnen Spektren erfolgt durch Vergleich mit denen ähnlicher Aminoalkylphosphine [7]. Für die  $NCH_2$ - und  $PCH_2$ -Wasserstoffatome werden jeweils zwei eng beieinanderliegende Multipletts und für die NH-Protonen breite Singuletts beobachtet.

Die Signale der Phenylprotonen von 3a-c besitzen jeweils 4 Maxima mit Multiplettcharakter, wie dies für die Wechselwirkung von *o*-Protonen P-gebundener

| Zuordnung                     | 3a          | 3a'                   | 3b          | 3c                  |
|-------------------------------|-------------|-----------------------|-------------|---------------------|
| P-CH <sub>2</sub>             | 2.37m \ 4H  | 2.23m 4H              | 2.38m \ 4H  | 2.41m \ 4H          |
|                               | 2.47m ∫     |                       | 2.49m ∫     | 2.52m ∫             |
| N-CH <sub>2</sub>             | 2.82m ] 4H  | 3,47m ] 4H            | 2.94m       | 3.09m ] 4H          |
|                               | 3.01m ∫     | 3,58m ∫               | 3.13m∫      | 3,16m ∫             |
| NH                            | 4.08s,br 1H | 4.07s,br 1H           | 4.19s,br 1H | 4.48s,br 1H         |
| C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> | 6.85        | 6.85m )               | 6.96m       | 6.95m               |
|                               | 7.02m       | 7.02m                 | 7.16m       | 7.14m               |
|                               | 20H         | 20H                   | 20H         | 20H                 |
|                               | 7.36m       | 7.38m                 | 7.42m       | 7.39m               |
|                               | 7.82m J     | 7.78m                 | 7.80m J     | 7.80m J             |
|                               |             | 7.87m                 |             |                     |
| Р                             | 58.46s      | 81.8s,br <sup>a</sup> | 38.75s      | 32.58s <sup>b</sup> |
| Мо                            |             |                       | -1343 °     |                     |

Tabelle 1 <sup>1</sup>H-, <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}- und <sup>95</sup>Mo-NMR-Daten von 3a-c und 3a' ( $\delta$  in ppm)

<sup>*a*</sup> Zusätzliches, scharfes Signal bei ca. 58.5 ppm von **3a**, (ungefähr 10%). <sup>*b*-1</sup> $J(^{183}W-^{31}P) = 239$  Hz, Lösungsmittel **3a**: CDCl<sub>3</sub>; **3a**': Aceton- $d_6$ ; **3b**, **3c**: CD<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. <sup>*c*</sup> rel. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>/D<sub>2</sub>O.

Phenylringe mit benachbarten Donor-Gruppen, hier  $M(CO)_3$ -Gruppen charakteristisch ist [8–10] (Fig. 1). Modellbetrachtungen zeigen, dass die o-Protonen der Phenylringe (1) und (1') bei einer Rotation um die PC-Bindung mit den Carbonylgruppen, die *cis* zu den Phosphoratomen angeordnet sind, in Wechselwirkung treten können. Aus dieser Überlegung heraus sowie aus der Multiplettstruktur der Signale können die Resonanzsignale bei  $\delta = 6.85$  (**3a**), 6.96 (**3b**) und 6.95 (**3c**) den 4 o-Protonen der beiden Phenylringe (1 und 1') zugerechnet werden.

In den  ${}^{31}P{{}^{1}H}$ -NMR-Spektren von **3a-c** beobachtet man jeweils ein einziges Signal für die beiden Phosphoratome des Liganden, das in der Reihe Cr, Mo und W nach hohem Feld verschoben ist [11] und im Falle von **3c** ein symmetrisches Satellitenpaar infolge Kopplung des Phosphors mit dem  ${}^{183}$ W-Isotop aufweist. Die Grösse der Kopplungskonstante  ${}^{1}J({}^{183}W-{}^{31}P) = 239$  Hz beweist die *cis*-Anordnung [12] der beiden metallkoordinierten [13-15] Phosphoratome.

Für 3a' werden im <sup>31</sup>P-NMR-Spektrum zwei Signale (Tab. 1) im ungefähren Intensitätsverhältnis von 9/1 gefunden. Das Singulett mit der geringen Intensität bei 58.5 ppm besitzt die gleiche chemische Verschiebung wie das Signal der Phosphoratome von 3a, und wird deshalb einer Verunreinigung von 3a in 3a' zugeordnet. Das andere Signal bei 81.8 ppm besitzt eine deutlich breitere Kontur. Es wird den Phosphoratomen von 3a' zugeordnet. Eine solche Tieffeldverschiebung der Phosphor-Resonanzen für mer-M(CO)<sub>3</sub>-Phosphin-Komplexe im Vergleich zu denen der entsprechenden fac-M(CO)<sub>3</sub>-Phosphin-Verbindungen ist bereits bekannt [16,17]. Die breite Kontur des Signals lässt sich mit einer grösseren <sup>2</sup>J(P-P)-Kopplung von zwei trans zueinander stehenden Phosphoratomen, wie sie im mer-Komplex 3a' vorliegen, erklären.

Im <sup>95</sup>Mo-NMR-Spektrum von **3b** beobachtet man bei -1343 ppm lediglich ein breites Signal. Die zu erwartende Triplettstruktur mit einer <sup>1</sup>J(<sup>95</sup>Mo-<sup>31</sup>P)-Kopplung von 120--140 Hz [17--19], ist wohl infolge Quadrupolverbreiterung durch den <sup>14</sup>N-Kern des Liganden nicht zu erkennen [19]. Die <sup>95</sup>Mo-Resonanz von **3b** ist gegenüber denen vergleichbarer *fac*-Mo(CO)<sub>3</sub>(PR<sub>3</sub>)<sub>3</sub>-Komplexe deutlich nach tiefem



Fig. 1. Wechselwirkung von ortho-Protonen der Phenylringe mit den CO-Gruppen in 3a-c und 3a'.

Feld verschoben und liegt zwischen den Werten von  $Mo(CO)_3$ -Komplexen mit reinen P- bzw. N-Donatorliganden [18,19]. Somit kann zumindest für **3b** bewiesen werden, dass **1** wirklich als dreizähniger Ligand fungiert.

### Schwingungsspektren

Die wichtigsten Daten aus den Schwingungsspektren von 3a-c und 3a' sind in Tab. 2 zusammengefasst. Von 3a' konnte wegen Zersetzung im Laserstrahl kein Ramanspektrum erhalten werden.

Hochfrequente Lage und scharfe Kontur der  $\nu$ (NH)-Banden beweisen, dass in allen Verbindungen keine Wasserstoffbrückenbindungen vorliegen. Im Falle von **3b** und **3c** spalten die  $\nu$ (NH)-Banden in den Festkörperspektren, wohl infolge von Kristalleffekten, in zwei Banden auf.

Die IR-Spektren von 3a-c zeigen die typischen  $\nu(CO)$ -Bandenmuster von fac-M(CO)<sub>3</sub>-Anordnungen, wobei durch Symmetrieerniedrigung von  $C_{3v}$  nach  $C_s$  die Schwingungsbanden der Rasse E in zwei der Rassen A' und A'' aufgespalten sind. Im Fall von 3a' ist die Intensitätsverteilung der drei  $\nu(CO)$ -Banden zwar nicht so, wie sie für mer-M(CO)<sub>3</sub>-Komplexe mit drei gleichartigen Donatoren angegeben wird [20], stimmt aber gut mit der anderer mer-M(CO)<sub>3</sub>-Derivate mit PNP-Liganden und  $C_{2v}$ -Symmetrie überein [21]. Zusätzlich zu den charakteristischen  $\nu(CO)$ -Banden beobachtet man noch mit geringer Intensität zwei  $\nu(CO)$ -Absorptionen von 3a. Dieses, wie schon aus den <sup>1</sup>H- und <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektren ersichtlich, kristallisiert als "Verunreinigung" mit 3a' aus und ist auch durch Chromatographie nicht abzutrennen.

Die  $\delta(MCO)$ - und  $\nu(MC)$ -Schwingungen von  $3\mathbf{a}-\mathbf{c}$  und  $3\mathbf{a}$  werden anhand der IR- und Raman-Spektren in Anlehnung an eine frühere Arbeit [22] zugeordnet.

| gunu   | <b>3a</b>                   |                      |                              | 3a′                                       |                                 | 3b                              |                                 |                              | સ                    |                                 |                          |
|--------|-----------------------------|----------------------|------------------------------|---|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|------------------------------|----------------------|---------------------------------|--------------------------|
|        | IR                          |                      | Raman                        | IR  |                                 | IR                              |                                 | Raman                        | IR                   |                                 | Raman                    |
|        | KBr                         | $CH_2CI_2$           | fest                         | KBr                                       | CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> | KBr                             | CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> | fest                         | KBr                  | CH <sub>2</sub> CI <sub>2</sub> | fest                     |
| (HN)   | 3310s-m                     | 3300s                | 3310s,br                     | 3255s-m                                   | 3280s                           | 3285s<br>3243s-m                | 3300ss                          | 3293s-m                      | 3285s<br>3235s-m     | 3350s,br                        |                          |
| ₽(CO)  | 1902sst                     | 1909m-st             | 1900m                        | 1941s-m<br>1910sSch <sup>a</sup>          | 1947s<br>1917ss <sup>a</sup>    | 1912st                          | 1922st                          | 1912m                        | 1908st               | 1922m                           | 1906m                    |
|        | 1805sst<br>1795sst          | 1820stSch<br>1785sst | 1814s<br>1792s-m             | 1823sst<br>1803ss <sup>a</sup><br>1780sst | 1835sst<br>1795m                | 1815st<br>1790sst               | 1820stSch<br>1803sst            | 1812m-st<br>1792m            | 1806st<br>1782sst    | 1820m<br>1800m                  | 1806m-st<br>1785s-m      |
| δ(MCO) | 663s-m<br>640m-st<br>573s-m |                      | 667s<br>643s<br>576s         | 673s<br>665s-m<br>650m-st                 |                                 | 635m<br>605Sch<br>599m<br>530ss |                                 | 634s<br>607s<br>592s<br>528s | 600m<br>593m         |                                 | 607s<br>598s<br>533s     |
| µ(MC)  | 553m<br>518Sch<br>485ss     |                      | 556m-st<br>514sst<br>489m-st | 548s                                      |                                 | 473m<br>450ss                   |                                 | 480Sch<br>474sst<br>449m–st  | 476m<br>462s<br>440s |                                 | 482sst<br>465m<br>445s-m |

77

Tabelle 2

### **Experimenteller Teil**

Bis(2-diphenylphosphinoethyl)amin-hydrochlorid (1) wurde nach [6],  $M(CO)_3$ -( $C_7H_8$ ) (M = Cr, Mo, W;  $C_7H_8$  = Cycloheptatrien) nach [23] synthetisiert. n-Butyllithium wurde als 1.6 molare Lösung in n-Hexan von der Fa. Merck, Darmstadt, bezogen. Alle Arbeiten wurden unter N<sub>2</sub> als Schutzgas ausgeführt. Die Lösungsmittel waren getrocknet und N<sub>2</sub>-gesättigt. C, H und N wurden mikroanalytisch bestimmt. <sup>1</sup>H [270 MHz]-, <sup>31</sup>P [109.4 MHz]- und <sup>95</sup>Mo [17.6 MHz]-NMR: JEOL FT-JNM-GX 270. IR: Zeiss IMR 16 und 25, Perkin–Elmer 580 B und 983. Raman: Varian Cary 82, Kryptonlaser (Erregerlinie 647.1 nm) der Fa. Spectra Physics. MS: Varian Mat 212 (IXE-5 Quelle, FD, EI). Schmelzpunkte wurden in abgeschmolzenen Kapillaren ermittelt und sind unkorrigiert.

Allgemeine Arbeitsvorschrift für die Darstellung der Komplexe fac-[Bis(2-diphenylphosphinoethyl)amin-P,P',N]-[tricarbonyl-metall(0)] (3a-c) (Metall = Cr: 3a; = Mo: 3b; = W: 3c)

Zu einem Äquivalent Bis(2-diphenylphosphinoethyl)ammoniumchlorid (1a), suspendiert in 15 ml THF, wird ein Äquivalent n-Butyllithium, gelöst in n-Hexan, unter Rühren zugetropft. Es wird 20 min gerührt und dann tropfenweise eine Lösung von einem Äquivalent  $M(CO)_3(C_7H_8)$  in 20 ml THF zugegeben. Sodann erhitzt man 2 h unter Rückfluss und entfernt anschliessend das Lösungsmittel unter vermindertem Druck vollständig. Das Rohprodukt wird in möglichst wenig THF aufgenommen und mit 15 ml Methanol überschichtet. Innerhalb von 1–2 d entstehen gelbe Nadeln, die abfiltriert und 2 h im Vakuum getrocknet werden.

Im Fall von M = Cr entstehen zusammen mit den gelben Nadeln von 3a rote, rautenförmige Kristalle, die von Hand ausgelesen und IR-spektroskopisch als *mer*-[Bis(2-diphenylphosphinoethyl)amin-*P*, *P'*, *N*]-[tricarbonyl-chrom(0)] (3a') identifiziert werden; sie enthalten noch in geringen Mengen 3a. Auch die Chromatographie einer Lösung von 3a/3a' [Silicagel Aktivität I, Säule  $1.5 \times 30$  cm, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>: Methanol = 195 (ml):5 (ml)] erbringt keine vollständige Trennung der beiden Isomeren. Alle Verbindungen sind in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, Aceton und THF gut, in Methanol und Ether kaum löslich.

### Weitere Daten

**3a**: Ansatz: 1.21 mmol. Gesamtausb.: 475 mg (68%) davon **3a** 290 mg (41%). Rotfärbung 178°C, Zers. 235°C. MS (EI, 70 eV, Einlasstemp. 250°C, Quellentemp. 150°C, bez. auf <sup>52</sup>Cr): m/z (rel. Int.) = 577 (12%,  $M^+$ ), 493 (100, M - 3CO); (FD, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, bez. auf <sup>52</sup>Cr): m/z = 577 ( $M^+$ ). Analyse: Gef.: C, 64.40; H, 5.24; N, 2.13. C<sub>31</sub>H<sub>29</sub>CrNO<sub>3</sub>P<sub>2</sub> (577.52) ber.: C, 64.47; H, 5.06; N, 2.43%.

3a': Ausb.: Nach Chromatographie 180 mg (26%). Zers. 235°C. MS (EI, 70 eV, Einlasstemp. 250°C, Quellentemp. 150°C, bez. auf  ${}^{52}$ Cr): m/z (rel. Int.) = 577 (8%,  $M^+$ ), 493 (100, M - 3CO); (FD, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, bez. auf  ${}^{52}$ Cr): m/z = 577 ( $M^+$ ).

**3b**: Ansatz: 2.12 mmol. Ausb.: 865 mg (65.5%). Zers. 178°C. MS (EI, 70 eV. Einlasstemp. 240°C, Quellentemp. 100°C, bez. auf <sup>98</sup>Mo): m/z (rel. int.) = 622 (14%, M - H), 538 (43, M - H, -3CO sukz.); 510 (5, M - H, -3CO,  $-C_2H_4$ ) (FD, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, bez. auf <sup>98</sup>Mo): m/z = 623 ( $M^+$ ). Analyse: Gef.: C, 59.96; H, 4.65; N, 2.23.  $C_{31}H_{29}MoNO_3P_2$  (621.47) ber.: C, 59.91; H, 4.70; N, 2.25%.

3c: Ansatz: 0.92 mmol. Ausb.: 470 mg (72.0%). Zers. 238°C. MS (EI, 70 eV,

Einlasstemp. 250 °C, Quellentemp. 150 °C, bez. auf <sup>184</sup>W): m/z (rel. int.) = 708 (42%, M - H), 624 (52, M - H, -3CO sukz.); (FD, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, bez. auf <sup>184</sup>W): m/z = 709 ( $M^+$ ). Analyse: Gef.: C, 52.55; H, 4.15; N, 1.91. C<sub>31</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>3</sub>P<sub>2</sub>W (709.38) ber.: C, 52.49; H, 4.12; N, 1.97%.

### Dank

Dem Fonds der Chemischen Industrie, Frankfurt/Main und der Deutschen Forschungsgmeinschaft danken wir für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit.

### Literatur

- 1 J. Ellermann und N. Will, Z. Naturforsch. B, 44 (1989) 127.
- 2 L. Sacconi und R. Morassi, J. Chem. Soc. (A), (1968) 2997.
- 3 L. Orioli und C.A. Ghilardi, J. Chem. Soc. (A), (1970) 1511.
- 4 J. Ellermann, M. Moll und N. Will, Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.
- 5 Norbert Will, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg (1989).
- 6 M.E. Wilson, K.G. Nuzzo und G.M. Whitesides, J. Am. Chem. Soc., 100 (1978) 2269.
- 7 R.C. Taylor und D.B. Walters, Tetrahedron Lett., (1972) 63.
- 8 J. Ellermann und W. Wend, J. Organomet. Chem., 258 (1983) 21.
- 9 J. Ellermann, K. Geibel, L. Mader und M. Moll, Chem. Ber., 114 (1981) 2322.
- 10 J. Ellermann, E.F. Hohenberger, W. Kehr, A. Pürzer und G. Thiele, Z. Anorg. Allg. Chem., 464 (1980) 45.
- 11 P.E. Garrou, Chem. Rev., 81 (1981) 229.
- 12 S.O. Grim, D.A. Wheatland, Inorg. Chem., 8 (1969) 1717.
- 13 S.O. Grim, D.A. Wheatland und W. McFarlane, J. Am. Chem. Soc., 89 (1967) 5573.
- 14 M. Baudler, F. Salzer und J. Hahn, Z. Naturforsch. B, 37 (1982) 1529 und die dort zit. Lit.
- 15 J. Ellermann und A.A.M. Demuth, J. Organomet. Chem., 309 (1986) 307.
- 16 E.E. Isaacs und W.A.G. Graham, Inorg. Chem., 14 (1975) 2560.
- 17 S. Affandi, J.H. Nelson, N.W. Alcock, O.W. Howarth, E.C. Alyea und G.M. Sheldrick, Organometallics, 7 (1988) 1724.
- 18 E.C. Alyea, R.E. Lenkinski und A. Somogyvari, Polyhedron, 1 (1982) 130.
- 19 A.F. Masters, G.E. Bossard, T.A. George, R.T.C. Brownlee, M.J. O'Connor und A.G. Wedd, Inorg. Chem., 22 (1983) 908.
- 20 D.M. Adams, Metal-Ligand and Related Vibrations, S. 101, Edward Arnold Publishers, London 1967.
- 21 W. Schirmer, U. Flörke und H.-J. Haupt, Z. Anorg. Allg. Chem., 545 (1987) 83.
- 22 J. Ellermann, H. Gäbelein und W. Uller, Z. Anorg. Allg. Chem., 416 (1975) 117.
- 23 G. Brauer, Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, 3. Aufl., Bd. 3, S. 1885, F. Enke Verlag, Stuttgart, 1981.