

Darstellung und Eigenschaften Heterobimetallischer Komplexe — Kristallstruktur von [(acac)₃Zr–OCCo₃(CO)₉]

Katy Kluwe ^a, Karl-Heinz Thiele ^a, Angela Sorkau ^a, Attila Sisak ^{b,*},
Bernhard Neumüller ^c

^a Institut für Anorganische Chemie der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Kurt-Mothe-Straße 2, D-6099 Halle, Germany

^b Forschungsgruppe für Petrochemie der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Egyetem u. 10, H-8200 Veszprém, Hungary

^c Fachbereich Chemie der Philipps-Universität Marburg, Hans-Meerwien-Str., D-35032 Marburg, Germany

Eingegangen am 25 Februar 2000

Abstract

'Early-late' bimetallic complexes of the type [(acac)₃M–OCCo₃(CO)₉] (M = Zr (1), Hf (2)) are formed in reactions between (acac)₃MCl and NaCo(CO)₄. These complexes exhibit a remarkable stability. They were characterized by their IR, ¹H- and ¹³C-NMR spectra. The crystal structure of 1 was determined.

Zusammenfassung

'Early-late'-bimetallische Komplexe des Typs [(acac)₃M–OCCo₃(CO)₉] (M = Zr (1), Hf (2)) entstehen bei Reaktionen von (acac)₃MCl mit NaCo(CO)₄. Es handelt sich um stabile Komplexe, die durch ihre IR-, ¹H- und ¹³C-NMR-Spektren charakterisiert wurden. Die Kristallstruktur von 1 wurde ermittelt. © 2000 Elsevier Science S.A. All rights reserved.

Schlüsselwörter: Bimetallic complexes; Acetylacetonato zirconium complexes; Hafnium complexes; Cobalt carbonyl cluster; X-ray structure

1. Einleitung

Heterobimetallische Komplexe mit unverbrückten Kombinationen von elektronenarmen und elektronenreichen Elementen wurden bereits mehrfach beschrieben [1]. Ein besonderes Interesse fanden in den letzten Jahren Vertreter dieser Stoffklasse, in denen M–Co-Bindungen (M = Ti, Zr, Hf) vorliegen. Diese Verbindungen lassen sich für das Studium des SMSI-Effekts (Strong Metal Support Interaction) [2] heranziehen sowie zur Aufklärung der Bindungsverhältnisse zwischen ungleich 'elektronenreichen' Übergangsmetallatomen. Als erster Komplex mit einer unverbrückten Titan–Cobalt-Bindung wurde erstmalig [(CO)₉Co₃CO]₂(η⁵-C₅H₅)Ti–Co(CO)₄ durch Umsetzung von CpTiCl₃ mit NaCo(CO)₄ isoliert [3]. Darüberhinaus sind in dem entstandenen Komplex zwei OCCo₃–

(CO)₉-Cluster mit dem elektronenarmen Metallatom verknüpft. Bei einigen der früheren Untersuchungen wurde aufgrund IR-spektroskopischer Befunde auf das Vorliegen von M–Co-Bindungen in Reaktionsprodukten aus Tetrabenzyltitan bzw. -zirconium und HCo(CO)₄ sowie aus Benzylmetallhalogeniden und NaCo(CO)₄ geschlossen [4]. Zu ähnlichen Schlußfolgerungen gelangte man bei den Produkten aus Umsetzungen von Metall-tetrakis(dialkylamiden) M[R₂N]₄ (M = Ti, Zr, Hf) als elektronenarmen Metallverbindungen [5]. Durch Kristallstrukturuntersuchungen wurde die Ausbildung von M^E–M^L-Bindungen im Fall von Komplexen des Typs L₃Ti–Co(CO)₄ (L = O-ⁱPr, O-^tBu [6]; L = Tripodliganden [7]) bewiesen.

Die Mehrzahl der beschriebenen Verbindungen zerfällt bereits bei recht tiefen Temperaturen, z. T. bereits oberhalb von –30°C. Wir versuchten zu thermisch stabileren 'early-late'-Komplexen vergleichbaren Typs mit Acetylacetonatgruppen als Liganden am elektronenarmen Metallatom zu gelangen. Über die erzielten Ergebnisse wird im folgenden berichtet.

* Corresponding author. Tel.: +36-88-422022.

E-mail address: sisoiy@almos.vein.hu (A. Sisak).

2. Ergebnisse und Diskussion

Die aus präparativer Sicht geeignetste Methode zur Synthese von Verbindungen mit M–Co-Bindungen (M = Ti, Zr, Hf) besteht in der Umsetzung von Verbindungen des Typs L_3MCl mit Alkalimetall-tetracarbonylcobaltaten. Auf entsprechende Weise wurde $(\text{acac})_3\text{ZrCl}$ mit $\text{NaCo}(\text{CO})_4$ in Toluol als Lösungsmittel bei tiefer Temperatur umgesetzt. Eine sichtbare Reaktion beginnt oberhalb von -30°C , erkennbar an einer intensiven Gelbfärbung des Reaktionsgemisches. Bei der IR-spektroskopischen Verfolgung der angeführten Reaktion treten im Carbonylbereich des Spektrums mit beginnender Rotfärbung der Lösung Banden bei 2085 (s), 2029 (vs), 2015 (vs) und 1995 (m) auf. Dieses Bandenmuster ist typisch für Verbindungen mit einer $[\mu_3\text{-}(\text{Oxymethylidyn})\text{-tricobaltonacarbonyl}]$ -Einheit [3]. Aus der Lösung ließ sich eine schwarzrote kristalline Substanz isolieren, die kurzfristig an der Luft handhabbar ist und die sich bei einer Temperatur von

Tabelle 1

Kristalldaten, Angaben zur Messung der Reflexintensitäten und zur Strukturbestimmung von $[(\text{acac})_3\text{Zr-OCOC}_3(\text{CO})_9]$

| | |
|---|---|
| Formel | $\text{C}_{25}\text{H}_{21}\text{O}_{16}\text{Co}_3\text{Zr}$ |
| Molmasse (g mol^{-1}) | 845,44 |
| Kristallabmessungen (mm) | $0.55 \times 0.45 \times 0.35$ |
| Kristallsystem | Monoklin |
| Raumgruppe | $P2_1/c$ (Nr. 14 [9]) |
| Gitterkonstanten | |
| a (pm) | 1301.6(1) |
| b (pm) | 923.7(1) |
| c (pm) | 2653.0(2) |
| β ($^\circ$) | 90.81(1) |
| Zellvolumen (nm^3) | 3189.4(5) |
| Z | 4 |
| $d_{\text{rönt}}$ (g cm^{-3}) | 1.761 |
| Meßtemperatur (K) | 213 |
| empirische | $\mu_{\text{Mo-K}\alpha}$ (cm^{-1}) = 19.2 |
| Absorptionskorrektur | |
| Meßbereich ($^\circ$) | $4.4 < 2\theta < 54$ |
| gemessener Bereich des reziproken Raumes | $-15 \leq h \leq 15; -10 \leq k \leq 0; -31 \leq l \leq 0$ |
| Scanmodus, Scanbreite ($^\circ$) | ω -scan; $0.59 + 0.43 \text{ tg}\theta$ |
| symmetrieunabhängige Reflexe | 5599 |
| Meßwerte $F_o > 4\sigma(F_o)$ für R_1 | 4564 |
| Strukturlösung und -verfeinerung | direkte Methoden (SHELXT-Plus), SHELXL-93 |
| Die Positionen der H-Atome wurden für eine ideale Geometrie berechnet und mit einem gemeinsamen Auslenkungsparameter verfeinert | |
| verwendete Programme | SHELXT-Plus [10], SHELXL-93 [11] PLATON [12], ORTEP [13] |
| R_1^a | 0.0263 |
| W_r2^b | 0.0709 |

$$^a \sum F_o - F_c / \sum F_o$$

$$^b \{ \sum w[(F_o^2 - F_c^2)^2] / \sum [w(F_o^2)] \}^{1/2} \text{ und } w = 1 / [\sigma^2(F_o^2) + (0.0406P)^2 + 0.94P] \text{ mit } P = [\max(F_o^2, 0) + 2F_c^2] / 3.$$

Tabelle 2

Atomkoordinaten und isotrope Temperaturfaktoren von $[(\text{acac})_3\text{Zr-OCOC}_3(\text{CO})_9]$

| Atom | x | y | z | $U_{\text{eq}}/U_{\text{iso}}$ |
|------|------------|-------------|------------|--------------------------------|
| Zr1 | 0.23511(2) | 0.05637(3) | 0.44473(1) | 0.0228(1) |
| Co1 | 0.34123(3) | -0.05591(4) | 0.26925(1) | 0.0285(1) |
| Co2 | 0.29110(3) | 0.20215(4) | 0.27114(1) | 0.0270(1) |
| Co3 | 0.15589(3) | 0.01127(4) | 0.27197(1) | 0.0253(1) |
| O1 | 0.2690(1) | 0.0382(2) | 0.36742(6) | 0.0286(6) |
| O2 | 0.3387(2) | -0.1299(3) | 0.1608(1) | 0.071(1) |
| O3 | 0.5485(2) | 0.0412(3) | 0.2956(1) | 0.061(1) |
| O4 | 0.3392(2) | -0.3430(3) | 0.3148(1) | 0.075(1) |
| O5 | 0.3838(3) | 0.2280(3) | 0.1712(1) | 0.076(1) |
| O6 | 0.1291(2) | 0.4131(3) | 0.2537(1) | 0.074(1) |
| O7 | 0.4147(2) | 0.3541(3) | 0.3473(1) | 0.060(1) |
| O8 | -0.0111(2) | 0.1727(3) | 0.3191(1) | 0.0533(8) |
| O9 | 0.0883(2) | -0.2772(3) | 0.3009(1) | 0.056(1) |
| O10 | 0.1140(2) | 0.0191(3) | 0.16231(8) | 0.0495(8) |
| O11 | 0.1780(2) | -0.0563(2) | 0.50832(7) | 0.0342(6) |
| O12 | 0.0919(1) | -0.0279(2) | 0.41772(7) | 0.0324(6) |
| O13 | 0.2451(2) | 0.2040(2) | 0.50664(7) | 0.0328(6) |
| O14 | 0.1703(2) | 0.2512(2) | 0.41497(7) | 0.0334(6) |
| O15 | 0.3913(1) | 0.1198(2) | 0.44713(7) | 0.0334(6) |
| O16 | 0.3121(1) | -0.1490(2) | 0.44400(7) | 0.0322(6) |
| C1 | 0.2628(2) | 0.0448(3) | 0.3205(1) | 0.0241(8) |
| C2 | 0.3421(2) | -0.0994(4) | 0.2022(1) | 0.043(1) |
| C3 | 0.4682(2) | 0.0020(3) | 0.2851(1) | 0.039(1) |
| C4 | 0.3403(3) | -0.2310(4) | 0.2974(1) | 0.044(1) |
| C5 | 0.3464(3) | 0.2165(3) | 0.2097(1) | 0.045(1) |
| C6 | 0.1909(3) | 0.3290(4) | 0.2616(1) | 0.046(1) |
| C7 | 0.3686(2) | 0.2946(3) | 0.3173(1) | 0.036(1) |
| C8 | 0.0539(2) | 0.1101(3) | 0.3010(1) | 0.035(1) |
| C9 | 0.1156(2) | -0.1656(3) | 0.2892(1) | 0.034(1) |
| C10 | 0.1286(2) | 0.0169(3) | 0.2045(1) | 0.033(1) |
| C11 | 0.1148(3) | -0.2319(4) | 0.5648(1) | 0.051(1) |
| C12 | 0.1118(2) | -0.1570(3) | 0.5146(1) | 0.034(1) |
| C13 | 0.0381(2) | -0.1943(3) | 0.4788(1) | 0.040(1) |
| C14 | 0.0285(2) | -0.1232(3) | 0.4329(1) | 0.033(1) |
| C15 | -0.0614(2) | -0.1545(4) | 0.3984(1) | 0.045(1) |
| C16 | 0.2797(3) | 0.4013(4) | 0.5610(1) | 0.047(1) |
| C17 | 0.2422(2) | 0.3417(3) | 0.5114(1) | 0.032(1) |
| C18 | 0.2056(2) | 0.4328(3) | 0.4742(1) | 0.039(1) |
| C19 | 0.1704(2) | 0.3844(3) | 0.4274(1) | 0.033(1) |
| C20 | 0.1305(3) | 0.4887(4) | 0.3888(1) | 0.053(1) |
| C21 | 0.5675(2) | 0.1531(4) | 0.4303(1) | 0.054(1) |
| C22 | 0.4750(2) | 0.0577(4) | 0.4344(1) | 0.038(1) |
| C23 | 0.4830(2) | -0.0905(4) | 0.4261(1) | 0.043(1) |
| C24 | 0.4033(2) | -0.1873(3) | 0.4328(1) | 0.038(1) |
| C25 | 0.4227(3) | -0.3474(4) | 0.4300(2) | 0.058(1) |

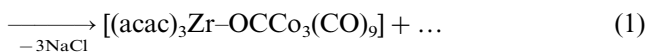
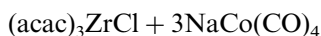
103°C zersetzt. Die Verbindung ist in aromatischen Kohlenwasserstoffen recht gut, in aliphatischen schwer löslich.

Durch Abkühlen einer Lösung des erhaltenen Komplexes in Toluol auf eine Temperatur von -20°C konnten monokline schwarze Kristalle erhalten werden. Die Kristalldaten und Angaben zur Röntgenkristallstrukturanalyse sind in Tabelle 1, die Atomkoordinaten und äquivalenten isotropen Temperaturfaktoren in Tabelle 2 und ausgewählte Bindungslängen und -winkel in Tabelle 3 zusammengestellt [8]. Die Molekülstruktur des Komplexes veranschaulicht Abb. 1.

Tabelle 3
Ausgewählte Bindungslängen und -winkel von **1**

| Bindungslängen (pm) | | Bindungswinkel (°) | |
|---------------------|-----------|--------------------|-----------|
| Zr1–O1 | 211.1(2) | O1–Zr1–O11 | 144.37(7) |
| Zr1–O11 | 212.5(2) | O1–Zr1–O12 | 80.70(7) |
| Zr1–O12 | 213.4(2) | O1–Zr1–O13 | 141.82(7) |
| Zr1–O13 | 213.8(2) | O1–Zr1–O14 | 78.14(7) |
| Zr1–O14 | 213.4(2) | O1–Zr1–O15 | 80.62(7) |
| Zr1–O15 | 211.5(2) | O1–Zr1–O16 | 79.45(7) |
| Zr1–O16 | 214.6(2) | Zr1–O1–C1 | 162.60(2) |
| O1–C1 | 124.7(3) | O11–Zr1–O12 | 76.95(7) |
| Co1–Co2 | 247.21(6) | O12–Zr1–O13 | 122.28(7) |
| Co1–Co3 | 249.30(6) | O13–Zr1–O14 | 76.44(7) |
| Co2–Co3 | 249.15(6) | O13–Zr1–O14 | 76.44(7) |
| Co1–C1 | 194.8(3) | O14–Zr1–O15 | 98.74(8) |
| Co2–C1 | 199.5(3) | O15–Zr1–O16 | 78.25(7) |
| Co3–C1 | 190.8(3) | | |

Der Komplex enthält einen $\text{Co}_3(\text{CO})_9$ -Cluster, der über eine weitere CO-Gruppe mit dem Zirconiumatom verknüpft ist. Es handelt sich demnach bei der erhaltenen Substanz um das Tris(acetylacetonato)-[μ_3 -(oxymethylidyn)-tricobaltnonacarbonyl]-zirconium, $[(\text{acac})_3\text{Zr}-\text{OCCo}_3(\text{CO})_9]$ (**1**), das gemäß Gl. (1) gebildet wird.



Der Winkel $\text{Zr1}-\text{O1}-\text{C1}$ ist nahezu linear. Das Zr-Atom ist 7fach koordiniert. Die Koordinationsverhältnisse sind damit ähnlich denen im ZrO_2 . Bei der Seitenansicht erkennt man, daß das Zr-Atom mit den sechs O-Atomen der drei Acetylacetonat-Liganden ein

leicht verzerrtes trigonales Prisma bildet, dessen eine quadratische Seitenfläche durch den $\text{OC}(\text{CO})_9\text{Co}_3$ -Liganden überkappt wird.

Analog zur Bildung von **1** reagiert $(\text{acac})_3\text{HfCl}$ mit $\text{NaCo}(\text{CO})_4$ zum $[(\text{acac})_3\text{Hf}-\text{OCCo}_3(\text{CO})_9]$ (**2**). Die Verbindung bildet ebenfalls schwarze Kristalle. Nach Ausweis des IR- sowie des ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektrums entspricht der Aufbau von **2** demjenigen der Zirconiumverbindung.

Der Mechanismus der Bildung von **1** und **2** wurde bis jetzt noch nicht aufgeklärt. Neuerdings fanden wir daß reaktive Substanzen (z. B. Oxirane) unter 0°C mit dem $(\text{acac})_3\text{MCl} + \text{NaCo}(\text{CO})_4$ ($\text{M} = \text{Zr}, \text{Hf}$) Gemisch in Reaktion treten. Das Produkt — im Falle des Methyl-oxirans größtenteils $(\text{acac})_3\text{MOCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{C}(\text{O})-\text{Co}(\text{CO})_4$ — kann nur von einem Zwischenprodukt mit $\text{M}-\text{Co}$ -Bindung abgeleitet werden [14]. Wir sind der Auffassung, daß in der Bildung der Cluster $\text{L}_3\text{M}^E-\text{OCCo}_3(\text{CO})_9$ ein solches Zwischenprodukt existiert.

3. Experimenteller Teil

Die untersuchten Verbindungen sind luft- und feuchtigkeitsempfindlich. Deshalb wurden alle Operationen unter Argon als Schutzgas durchgeführt. Die verwendeten Lösungsmittel wurden nach den gebräuchlichen Methoden getrocknet und unter Inertgas destilliert. Die Aufnahme der NMR-Spektren erfolgte bei Raumtemperatur in C_6D_6 an einem Gerät Gemini 300 BB der Firma Varian; Die IR-Spektren wurden mit einem Spektrometer des Typs IFS 28 der Firma Bruker

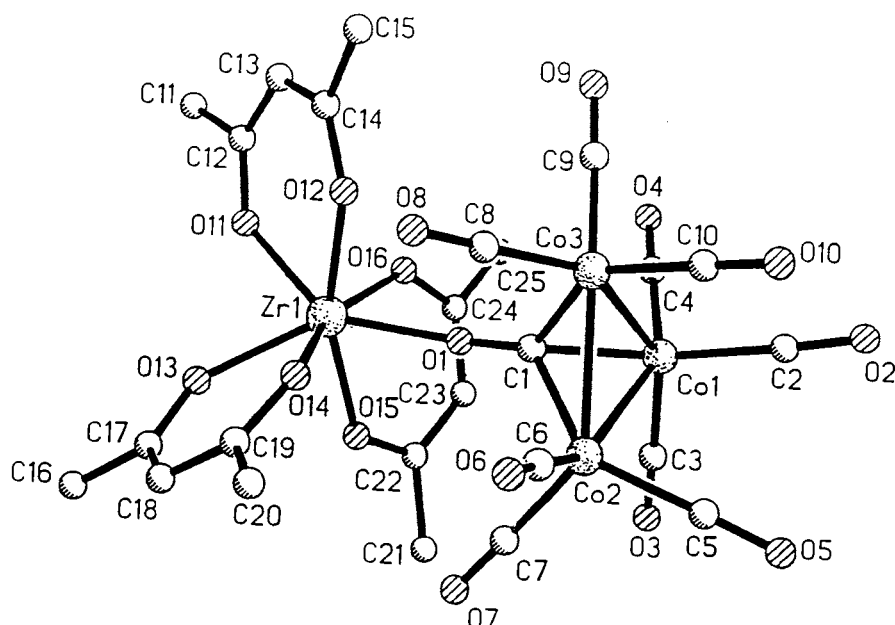


Abb. 1. Kristallstruktur von $[(\text{acac})_3\text{Zr}-\text{OCCo}_3(\text{CO})_9]$ (**1**).

(KBr-Küvetten, 0.13 mm Schichtdicke) aufgenommen. Die C-, H-Analysen erfolgten nach Routinemethoden. Zirconium, Hafnium und Cobalt wurden absorptionspektrometrisch mit einem PU 7000 ICP Spectrometer der Firma Unicam bestimmt. Die Bestimmung der Kristallstruktur von **1** erfolgte auf einem CAD4-Vierkreisdiffraktometer der Firma Enraf Nonius (Mo-K α -Strahlung; Graphitmonochromator).

Die für die Reaktionen verwendeten Ausgangsstoffe (acac) $_3$ MC1 (M = Zr, Hf) [15] wurden gemäß Literaturangaben hergestellt.

3.1. Darstellung von [(acac) $_3$ Zr-OCCo $_3$ (CO) $_9$] (**1**)

Zu einer Lösung von 848 mg (2 mmol) (acac) $_3$ ZrCl in 30 ml Toluol gibt man bei einer Temperatur von -45°C unter Rühren 1.164 g (6 mmol) NaCo(CO) $_4$. Man rührt 3 h bei -20°C, während sich die Lösung gelb färbt. Anschließend wird 5 h bei 0°C und danach 1 h bei Raumtemperatur gerührt. Die Farbe der Lösung wechselt von Orangefarben nach Dunkelrot. Vom abgeschiedenen Niederschlag wird filtriert und das Lösungsmittel im Vakuum vollständig entfernt. Der ölige Rückstand wird zweimal mit Hexan gewaschen und anschließend wieder in 10 ml Toluol aufgenommen. Nach 2–3 Tagen bei einer Temperatur von -20°C kristallisiert der Komplex in schwarzen Kristallen aus. Ausbeute: 1.02 g (60%), bezogen auf das eingesetzte NaCo(CO) $_4$.

1: Elementaranalyse: C $_{25}$ H $_{21}$ Co $_3$ O $_{16}$ Zr (845.44 g mol $^{-1}$): Ber.: C, 35.52%; H, 2.50%; Zr:Co = 1:3. Gef.: C, 36.01%; H, 2.48%; Zr:Co = 1:2.78. 1 H-NMR (300 MHz, C $_6$ D $_6$, RT): δ = 1.75 (s, 18 H, CH $_3$ -), 5.28 (s, 3 H, -CH-). 13 C{ 1 H}-NMR (75 MHz, C $_6$ D $_6$, RT): δ = 26.19 (s, 6 C, CH $_3$ -), 104.63 (s, 3 C, -CH-), 191.00 (s, 6 C, -C(O)-), 203.20 (s, 9 C, -CO). IR (Toluol, ν (CO), cm $^{-1}$): 2085 (s), 2029 (vs), 2015 (vs), 1995 (m).

3.2. Darstellung von [(acac) $_3$ Hf-OCCo $_3$ (CO) $_9$] (**2**)

Entsprechend der Verfahrensweise bei der Darstellung von **1** wurden 0.97 g (1.9 mmol) (acac) $_3$ HfCl mit 1.106 g (5.7 mmol) NaCo(CO) $_4$ umgesetzt. Ausbeute: 996 mg (56%), bezogen auf das eingesetzte NaCo(CO) $_4$.

2: Elementaranalyse: C $_{25}$ H $_{21}$ Co $_3$ HfO $_{16}$ (932.68 g mol $^{-1}$): Ber.: C, 32.19%; H, 2.27%; Hf:Co = 1:3. Gef.: C, 32.81%; H, 2.04%; Hf: Co = 1:2.81. 1 H-NMR (300 MHz,

C $_6$ D $_6$, RT): δ = 1.74 (s, 18 H, CH $_3$ -), 5.30 (s, 3 H, -CH-). 13 C{ 1 H}-NMR (75 MHz, C $_6$ D $_6$, RT): δ = 26.48 (s, 6 C, CH $_3$ -), 105.15 (s, 3 C, -CH-), 190.94 (s, 6 C, -C(O)-), 203.20 (s, 9 C, -CO). IR (Toluol, ν (CO), cm $^{-1}$): 2086 (s), 2029 (vs), 2015 (vs), 1994 (m).

Anerkennung

Die Autoren danken der Volkswagenstiftung, der Ungarischen Akademie der Wissenschaften und dem Ungarischen Nationalfonds der Wissenschaftlichen Forschung (OTKA T 017350/1995) für die finanzielle Unterstützung der Arbeit.

Literatur

- [1] (a) D.W. Stephan, Coord. Chem. Rev. 95 (1989) 41. (b) C.P. Casey, J. Organomet. Chem. 400 (1990) 205.
- [2] (a) S.J. Tauster, Acc. Chem. Res. 20 (1987) 389. (b) M. Vannice, J. Mol. Catal. 59 (1990) 165.
- [3] G. Schmid, B. Stutte, R. Boese, Chem. Ber. 111 (1978) 1239.
- [4] (a) T. Bartik, B. Happ, A. Sorkau, K.-H. Thiele, G. Pályi, Organometallics 8 (1989) 558. (b) T. Bartik, B. Happ, A. Sieker, S. Stein, A. Sorkau, K.-H. Thiele, Ch. Kriebel, G. Pályi, Z. Anorg. Allg. Chem. 608 (1992) 173.
- [5] T. Bartik, H. Windisch, A. Sorkau, K.-H. Thiele, Ch. Kriebel, A.M. Tschoerner Herfurth, C. Zucchi, G. Pályi, Inorg. Chim. Acta 227 (1994) 201.
- [6] (a) D. Selent, R. Beckhaus, T. Bartik, J. Organomet. Chem. 405 (1991) C15. (b) D. Selent, R. Beckhaus, J. Pickardt, Organometallics 12 (1993) 2857.
- [7] S. Friedrich, H. Memmler, L.H. Gade, W.-S. Li, M. McPartlin, Angew. Chem. 106 (1994) 705.
- [8] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [9] International Tables for Crystallography, 2. Aufl., Bd. A, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1989.
- [10] G.M. Sheldrick, SHELXTL-Plus, Release 4.2 for Siemens R3 Crystallographic Research Systems, Siemens Analytical X-Ray Instruments Inc., Madison, WI 1990.
- [11] G.M. Sheldrick, SHELXL-93, Göttingen, 1993.
- [12] A.L. Spek, PLATON-94, Utrecht, 1994.
- [13] C.K. Johnson, ORTEP, ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, 1965.
- [14] A. Sisak, unpublizierte Ergebnisse.
- [15] R.B. VonDreele, J.J. Stezowski, R.C. Fay, J. Am. Chem. Soc. 93 (1971) 2887.