

Preliminary Communication

Cyclooctatetraenyl-Komplexe der frühen Übergangsmetalle und Lanthanoide

V *. Synthese und Struktur von Monocyclooctatetraenyl-Komplexen des dreiwertigen Titans

Ulrike Kilimann, Mathias Noltemeyer,
Martina Schäfer, Regine Herbst-Irmer,
Hans-Georg Schmidt und Frank T. Edelmann

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen,
Tammannstr. 4, D-37077 Göttingen (Deutschland)

(Eingegangen den 18. Oktober 1993)

Abstract

$[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]_2$ (**1**) reacts with $\text{K}[\text{HBpz}_3]$ or $\text{K}[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]$ to give the new monocyclooctatetraenyl half-sandwich complexes $(\text{COT})\text{Ti}[\text{HBpz}_3]$ (**2**) and $(\text{COT})\text{Ti}[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]$ (**3**) respectively, as dark green, air-sensitive solids (COT = η^8 -cyclooctatetraenyl(2-)). The molecular structure of **2** has been determined by an X-ray diffraction study. The monomeric organotitanium(III) complexes $(\text{COT})\text{Ti}[\text{PhC}(\text{NSiMe}_3)_2](\text{THF})$ (**4**), $(\text{COT})\text{Ti}[\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2](\text{THF})$ (**5**) and $(\text{COT})\text{Ti}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]$ (**6**) have been prepared by treatment of $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]_2$ (**1**) with the corresponding heteroallylic ligands.

Key words: Titanium; Lanthanides; Early transition metals; Cyclooctatetraenyl; Half-sandwich complexes; Pyrazolylborate

Titan(III)-Komplexe mit Cyclooctatetraenyl-Liganden bilden eine kleine, aber interessante Gruppe von niederwertigen Titanverbindungen [2]. Die wichtigste Verbindung ist das dimere Monocyclooctatetraenyl-titan(III)chlorid $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]_2$ (**1**), das nach de Liefde Meijer *et al.* direkt aus $\text{TiCl}_3(\text{THF})_3$ und K_2COT erhältlich ist [3]. Die dimere, chlorüberbrückte Struktur von **1** wurde röntgenographisch ermittelt [3]. Durch wiederholtes Waschen von **1** mit Ether gelangt man zu einer THF-freien Verbindung der Zusammensetzung $(\text{COT})\text{TiCl}$. Deren Röntgenstrukturanalyse ergab das Vorliegen des tetrameren Moleküls $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu_3\text{-Cl})_4]$ mit Cubanstruktur [3]. $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu_3\text{-Cl})_4]$ entsteht auch bei der Reaktion von $\text{Ti}(\text{COT})_2$ [4,5] mit wasserfreiem Chlorwasserstoff [6]. Das THF-Addukt **1** diente als Ausgangsmaterial für eine Reihe von $(\text{COT})\text{Ti}^{\text{III}}$ -Komplexen mit η^3 -Allyl- [7] und η^5 -Cyclopentadienyl-Liganden [8]. Wir beschreiben hier die Synthese und Charakterisierung neuer Monocyclooctatetraenyl-Titan(III)-Komplexe mit Pyrazolylborat- und Heteroallyl-Liganden sowie die Röntgenstrukturbestimmung des Halbsandwich-Komplexes $(\text{COT})\text{Ti}[\text{HBpz}_3]$.

Die Umsetzung von **1** mit $\text{K}[\text{HBpz}_3]$ (Molverhältnis 1:2) in THF führte zu einer dunkelgrünen Lösung, aus der sich nach Kristallisation aus Toluol luftempfindliche grüne Kristalle von $(\text{COT})\text{Ti}[\text{HBpz}_3]$ (**2**) isolieren ließen (Ausbeute 76%). Analog erhält man mit dem sperrigen Pyrazolylborat-Anion $[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]^-$ den ebenfalls grünen Komplex **3**. Hier lag die Ausbeute bei über 90%.

1. Ergebnisse und Diskussion

Die Verbindungen **2** und **3** wurden durch Elementaranalysen sowie IR- und Massenspektren charakterisiert. Brauchbare NMR-Spektren konnten aufgrund des Paramagnetismus des dreiwertigen Titans nicht erhalten werden. In den EI-Massenspektren beider Komplexe wurde jeweils der Molekülpeak beobachtet, dessen Isotopenmuster exakt mit dem berechneten übereinstimmte.

Auch die Reaktion von **1** mit raumerfüllenden Heteroallyl-Liganden führt zu monomeren $(\text{COT})\text{Ti}^{\text{III}}$ -Komplexen. Wir konnten dies am Beispiel der N-silylierten Benzamidinat-Anionen $[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]^-$ und des Phosphazenen-Anions $[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]^-$ zeigen. Umsetzungen von **1** mit den Lithiumsalzen der jeweiligen Liganden führten in glatter Reaktion (Ausbeuten: 77–90%) zu den neuen Organotitan(III)-Komplexen **4–6**.

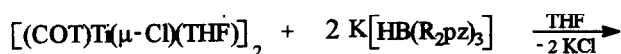
Die Komplexe **4** und **6** fallen als grüne, sehr luftempfindliche Kristalle an, während das *p*-Methoxyderivat **5** dunkelbraun gefärbt ist. Alle drei Komplexe sind gut löslich in Toluol und THF. Insbesondere **6** ist unzersetzt verdampfbar und liefert im EI-Massenspektrum den Molekülpeak mit 100% relativer Intensität.

Am Beispiel der Komplexe **2** und **5** wurde versucht, durch Oxidation mit PbCl_2 zu den neuen Titan(IV)-Komplexen $(\text{COT})\text{TiCl}[\text{HBpz}_3]$ bzw. $(\text{COT})\text{TiCl}[\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ zu gelangen. Im Falle des

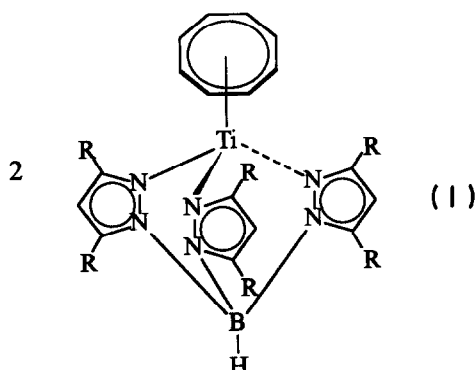
Am Beispiel der Komplexe **2** und **5** wurde versucht, durch Oxidation mit PbCl_2 zu den neuen Titan(IV)-Komplexen $(\text{COT})\text{TiCl}[\text{HBpz}_3]$ bzw. $(\text{COT})\text{TiCl}[\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]$ zu gelangen. Im Falle des

Correspondence to: Dr. F.T. Edelmann.

* IV. Mitteilung siehe Lit. [1].



1



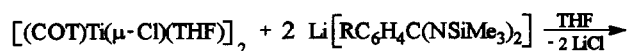
2: R = H

3: R = CH₃

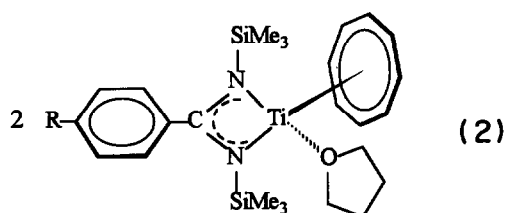
Pyrazolylborat-Komplexes 2 wurde bei Zugabe von PbCl₂ keine Reaktion beobachtet. Selbst nach 4 d Rühren bei Raumtemperatur konnte nur die unveränderte Ausgangssubstanz zurückgewonnen werden. Bei der Reaktion von 5 mit PbCl₂ in THF bildete sich zwar ein dunkler Niederschlag von metallischem Blei, doch konnte aus der dunkelbraunen Reaktionslösung kein einheitliches Produkt isoliert werden.

2. Einkristall-Röntgenstrukturanalyse von 2

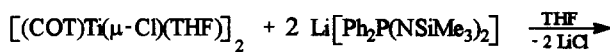
Am Beispiel der Verbindung (COT)Ti[HBpz₃] konnte erstmals ein einkerniger Monocyclooctatetraenyl-Komplex des dreiwertigen Titans röntgenogra-



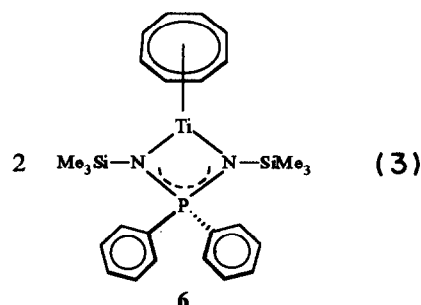
1



4: R = H

5: R = CH₃

1



phisch charakterisiert werden. Luftempfindliche, dunkelgrüne Einkristalle erhielt man durch Abkühlen (−20°C) einer bei Raumtemperatur gesättigten Lösung in Toluol. Figur 1 zeigt die Molekülstruktur; Tab. 1 enthält ausgewählte Bindungslängen und -winkel.

Die Verbindung 2 gehört zu einem neuen Typ von Halbsandwich-Komplexen, wie sie kürzlich auch für einige dreiwertige Lanthanoid-Elemente beschrieben wurden [9]. 2 kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe Cm, wobei das Titanatom, das Boratom, ein Pyrazolylring und zwei Kohlenstoffatome des COT-Rings spezielle Positionen auf einer kristallographischen Spiegelebene besetzen. Der Abstand des Titanatoms zum Zentrum des COT-Rings beträgt 155.3(2) pm. Er unterscheidet sich damit nicht signifikant

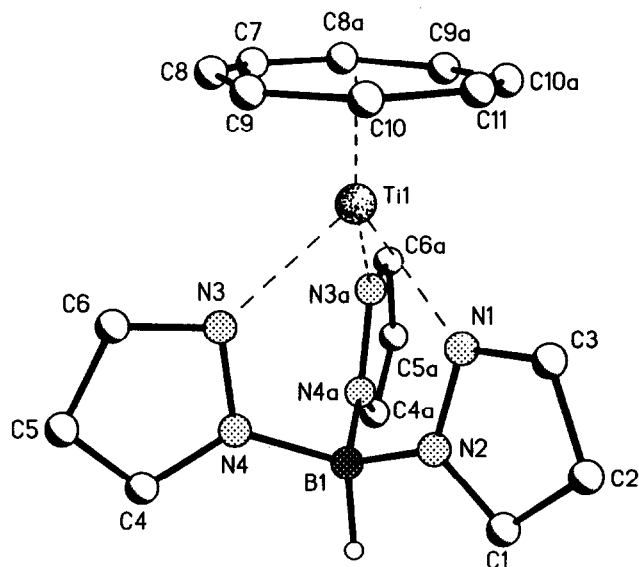


Fig. 1. Molekülstruktur von (COT)Ti[HBpz₃] (2).

TABELLE 1. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°) von 2

Ti(1)–COT (Ringmittelpunkt)	155.3(2)		
Ti(1)–N(1)	229.0(6)	B(1)–N(2)	145(2)
Ti(1)–N(3)	227.4(4)	B(1)–N(4)	157.1(9)
N(1)–C(3)	131.1(7)	N(1)–N(2)	139.2(6)
N(2)–C(1)	133.8(7)	N(3)–N(4)	138.6(4)
N(3)–C(6)	132.1(5)		
N(4)–C(4)	133.7(5)		
N(3)–Ti(1)–N(1)	81.5(2)	N(3a)–Ti(1)–N(3)	81.2(3)
N(2)–B(1)–N(4)	111.4(6)	N(4a)–B(1)–N(4)	105.5(9)

von den entsprechenden Abständen in den früher röntgenographisch untersuchten COT-Titan(III)-Komplexen $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]$ (152.4 pm [3]) und $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu_3\text{-Cl})_4]$ (149 pm [3]). Mit 227.9(6) pm ist der mittlere Ti–N-Abstand länger als in vergleichbaren Pyrazolylborat-Komplexen des vierwertigen Titans (Ti–N in $[\text{NHMe}_2\text{NHMe}][\text{TiCl}_3\{\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3\}]$: 217.9(4) pm [10], $\text{TiCl}_2[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]\{3,5\text{-Me}_2\text{pzH}\}$: 217.4(3) pm [10], $\text{TiCl}_2[\text{HBpz}_3](\text{NPhNH}_2)$: 218(1) pm [11] und $\text{TiCl}_2[\text{HBpz}_3](\text{NMeNMe}_2)$: 220(1) pm [11]). Der Grund für diese Verlängerung der Ti–N-Bindungen in 2 ist zum einen der größere Ionenradius des dreiwertigen Titans. Zum anderen bewirkt die hohe Raumerfüllung des flachen COT-Liganden ein "Hinausdrängen" des Pyrazolylborat-Liganden aus der Koordinationssphäre des Titans. Bindungslängen und -winkel im $[\text{HBpz}_3]$ -Liganden stimmen sehr gut mit denen in vergleichbaren Pyrazolylborat-Komplexen überein. So findet man für die Pyrazolylringe in 2 mittlere N–N-Abstände von 138.8(6) pm und mittlere C–N-Abstände von 132.8(7) pm. In den Ytterbium(III)-pyrazolylboraten $\text{Yb}[\text{HBpz}_3]_2(\text{O}_2\text{C}_7\text{H}_5)$ ($\text{O}_2\text{C}_7\text{H}_5$ = tropolonat) [12] und $\text{Yb}[\text{HBpz}_3]_2(\text{O}_2\text{CPh})$ [12] wurden die mittleren N–N-Bindungslängen zu 138(4) bzw. 136.7(9) pm und die mittleren C–N-Abstände zu 133(5) bzw. 135(1) pm bestimmt. Das Boratom ist tetraedrisch umgeben mit einem mittleren B–N-Abstand von 153(2) pm und einem mittleren N–B–N-Bindungswinkel von 109.4(9)°.

Mit der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, daß sich die leicht zugängliche Verbindung $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]$ (1) gut zur Synthese neuer Monocyclooctatetraenyl-Titan(III)-Komplexe eignet. Einkernige Halbsandwich-Komplexe erhält man dabei sowohl mit dreizähligen Liganden wie $[\text{HBpz}_3]^-$ und $[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]^-$ als auch mit raumerfüllenden Heteroallyl-Liganden.

3. Experimenteller Teil

Allgemeine Angaben zu Darstellung und Handhabung der Verbindungen sowie Analytik und Spek-

trooskopie finden sich in Lit. [9]. Die Ausgangsverbindungen $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]$ [3], $[\text{K}[\text{HBpz}_3]]$ [13], $[\text{K}[\text{HB}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_3]]$ [14], $[\text{Li}[\text{RC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2]]$ (R = H, MeO) [15] und $[\text{Li}[\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)_2]]$ [16] wurden nach bekannten Literaturvorschriften hergestellt.

3.1. Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Darstellung der Komplexe 2–6

4 mmol $[(\text{COT})\text{Ti}(\mu\text{-Cl})(\text{THF})_2]$ werden in 50 ml THF suspendiert und bei 0°C tropfenweise mit einer Lösung von 8 mmol des Liganden in 30 ml THF versetzt. Man läßt noch 10 min bei 0°C und anschließend 12 h bei Raumtemperatur rühren. Nach Zugabe von 30 ml Hexan wird durch eine dünne Schicht Celite filtriert. Man versetzt das stark eingeeengte Filtrat mit 30 ml Toluol und 20 ml Hexan und läßt bei –20°C auskristallisieren.

3.1.1. $(\eta^8\text{-Cyclooctatetraenyl})[\text{hydrotris}(\text{pyrazol-1-yl})\text{borato}]\text{titan(III)} (2)$

Dunkelgrüne Kristalle, Ausb. 76%, Fp.: Zers. ab 110°C. Gef.: C, 53.9; H, 5.3; N, 21.6; $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{BN}_6\text{Ti}$ (365.1) ber.: C, 55.9; H, 5.0; N, 23.0%. IR: 2455sst $\nu(\text{B-H})$, 1675m, 1505sst $\nu(\text{C=N})$, 1408 st $\nu(\text{B-N})$, 1219sst, 1050sst, 981sst, 911st, 724sst, 617sst cm^{-1} . MS: m/z 365 [M, 30%], 261 [M – C_8H_8 , 2], 219 [M – 2pz – BH, 100], 104 [C_8H_8 , 8].

3.1.2. $(\eta^8\text{-Cyclooctatetraenyl})[\text{hydrotris}(3,5\text{-dimethylpyrazol-1-yl})\text{borato}]\text{titan(III)} (3)$

Dunkelgrüne Kristalle, Ausb. 97%, Fp.: ca. 130°C. Gef.: C, 59.2; H, 6.8; N, 17.0; $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{BN}_6\text{Ti}$ (449.2) ber.: C, 61.5; H, 6.7; N, 18.7%. IR: 1541sst $\nu(\text{C=N})$, 1417st $\nu(\text{B-N})$, 807st (COT), 694st (COT) cm^{-1} . MS: m/z 449 [M, 8%], 247 [M – C_8H_8 – 2 Me₂pz, 23], 104 [C_8H_8 , 38].

3.1.3. $(\eta^8\text{-Cyclooctatetraenyl})[N,N'\text{-bis}(\text{trimethylsilyl})\text{benzamidinato}](\text{tetrahydrofuran})\text{titan(III)} (4)$

Hellgrüne Kristalle, Ausb. 14%, Fp.: 125°C, Gef.: C, 60.3; H, 7.6; N, 6.0; $\text{C}_{25}\text{H}_{39}\text{N}_2\text{OSi}_2\text{Ti}$ (449.2) ber.: C, 61.6; H, 8.1; N, 5.7%. IR: 1663m, 1397sst, 1310m, 1258st $\nu(\text{SiMe}_3)$, 1245sst, 1170m, 1093m, 1074m, 1030m, 992sst, 916m $\nu(\text{SiMe}_3)$, 842sst $\nu(\text{SiMe}_3)$, 798m, 784m, 762st, 745 sst, 727m, 700st, 604m, 506st, 441m cm^{-1} . MS: m/z 488 [M, 2%], 415 [M – THF, 7], 341 [M – THF – SiMe_3 , 5], 310 [$\text{PhC}(\text{NSiMe}_3)_2\text{Ti}$, 32], 146 [Si_2Me_6 , 56], 73 [SiMe_3 , 100].

3.1.4. $(\eta^8\text{-Cyclooctatetraenyl})[N,N'\text{-bis}(\text{trimethylsilyl})\text{-4-methoxybenzamidinato}](\text{tetrahydrofuran})\text{titan(III)} (5)$

Braune Kristalle, Ausb. 77%, Fp.: 58°C. Gef.: C, 58.2; H, 7.5; N, 5.3; $\text{C}_{26}\text{H}_{41}\text{N}_2\text{O}_2\text{Si}_2\text{Ti}$ (445.6) ber.: C, 60.3; H, 8.0; N, 5.4%. IR: 1653st, 1609st, 1511m, 1302m,

1292m, 1248sst $\nu(\text{SiMe}_3)$, 1171st, 1076m, 1039st, 1017st, 996st, 993m $\nu(\text{SiMe}_3)$, 843sst $\nu(\text{SiMe}_3)$, 744st, 727st, 645m, 513m cm^{-1} . MS: m/z 518 [M, 1%], 445 [M – THF, 10], 341 [M – C_8H_8 , 1], 293 [$\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{NSiMe}_3)_2$, 7], 206 [$\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{CNSiMe}_3$, 100], 133 [$\text{MeOC}_6\text{H}_4\text{CN}$, 19], 73 [SiMe_3 , 54].

3.1.5. (η^8 -Cyclooctatetraenyl)[P,P-diphenyl-bis(N-trimethylsilylimino)phosphinato]-titan(III) (6)

Dunkelgrüne Kristalle, Ausb. 90%, Fp.: 81°C. Gef.: C, 57.1; H, 7.1; N, 4.2; $\text{C}_{26}\text{H}_{36}\text{N}_2\text{PSi}_2\text{Ti}$ (511.6) ber.: C, 61.0; H, 7.1; N, 5.5%. IR: 1257st $\nu(\text{SiMe}_3)$, 1110sst $\nu(\text{PNSi})$, 1025st $\nu(\text{PNSi})$, 918st $\nu(\text{SiMe}_3)$, 837sst $\nu(\text{SiMe}_3)$, 803sst (COT), 696sst (COT) cm^{-1} . MS: m/z 511 [M, 100%], 389 [M – Ph – 3CH_3 , 6], 345 [$\text{Ph}_2\text{P}(\text{NSiMe}_3)\text{NSiMe}_2\text{H}$, 16], 253 [M – $2\text{Ph} - \text{C}_8\text{H}_8$, 6].

3.2. Kristalldaten und Angaben zur Einkristall-Röntgenstrukturanalyse [17*]

Stoe-Siemens-AED Vierkreisdiffraktometer, graphitmonochromatisierte Mo-K α -Strahlung ($\lambda = 71.073$ pm). Meßtemperatur: -120°C , schockgekühlter Kristall im Öltropfen [18], Meßbereich: $2\theta = 8-45^\circ$, semiempirische Absorptionskorrektur, Strukturlösung mit Patterson- und Fouriermethoden [19]. Verfeinerung nach F^2 [20], alle Nichtwasserstoffatome anisotrop, H-Atome an Kohlenstoffen ideal positioniert und nach dem Reitermodell verfeinert, H-Atom am Bor frei verfeinert. Die Struktur wurde erfolgreich als Drilling verfeinert. Es wird dreizählige Symmetrie ($a = b = c = 753.8$ pm, $\alpha = \beta = \gamma = 94.64^\circ$) vorgetauscht. Die Zwillingsfaktoren [21] verfeinern zu 0.341(5) und 0.327(5). Es wurden Abstandsrestraints und Restraints für die Auslenkungsparameter eingesetzt. $wR2 = [\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2 / \sum w(F_o^2)^2]^{1/2}$; $R1 = \sum |F_o| - |F_c| / \sum |F_o|$.

2: $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{BN}_6\text{Ti}$ (365.1), Kristallgröße: $0.2 \times 0.4 \times 0.4$ mm³, monoklin, Raumgruppe Cm ; Gitterkonstanten: $a = 1021.9(3)$, $b = 1108.3(3)$, $c = 753.8(3)$ pm, $\beta = 196.85(3)^\circ$; $V = 0.8476(5)$ nm³, $Z = 2$, $d_{\text{ber.}} = 1.430$ g cm⁻³; linearer Absorptionskoeffizient: $\mu = 0.517$

mm⁻¹; $F(000) = 378$; 1776 gesammelte Reflexe, davon 1064 unabhängig; 1064 zur Verfeinerung von 131 Parametern mit Hilfe von 165 Restraints benutzt; $wR2$ (alle Daten) = 0.0688, $R1$ ($F > 4\sigma(F)$) = 0.0252; Restelektronendichte max. 172, min. -219 [e/nm³], Flack-Parameter $-0.06(3)$ [22].

Literatur und Bemerkungen

- 1 U. Kilimann, M. Schäfer, R. Herbst-Irmer und F.T. Edelmann, *J. Organomet. Chem.*, zur Veröffentlichung eingereicht.
- 2 M. Bottrill, P.D. Gavens und J. McMeeking, in G. Wilkinson, F.G.A. Stone und E.W. Abel (Hrsg.), *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Pergamon Press, Oxford, 1982, Band 3, S. 281.
- 3 H.R. van der Wal, F. Overzet, H.O. van Oven, J.L. de Boer, H.J. de Liefde Meijer und F. Jellinek, *J. Organomet. Chem.*, 92 (1975) 329.
- 4 H. Breil und G. Wilke, *Angew. Chem.*, 78 (1966) 942; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 5 (1966) 898.
- 5 H. Dietrich und M. Soltwisch, *Angew. Chem.*, 81 (1969) 785; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 8 (1969) 765.
- 6 H. Lehmkuhl und K. Mehler, *J. Organomet. Chem.*, 25 (1970) C44.
- 7 H.K. Fofstee, C.J. Groenenboom, H.O. van Oven und H.J. de Liefde Meijer, *J. Organomet. Chem.*, 85 (1975) 193.
- 8 M.E.E. Veldman und H.O. van Oven, *J. Organomet. Chem.*, 84 (1975) 247.
- 9 U. Kilimann und F.T. Edelmann, *J. Organomet. Chem.*, 444 (1993) C15.
- 10 D.L. Hughes, S.J. Leigh und D.G. Walker, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1988) 1153.
- 11 D.L. Hughes, S.J. Leigh und D.G. Walker, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1989) 1413.
- 12 M.A.J. Moss und C.G. Jones, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, (1990) 581.
- 13 S. Trofimenko, *J. Am. Chem. Soc.*, 89 (1967) 3170.
- 14 S. Trofimenko, *J. Am. Chem. Soc.*, 89 (1967) 6288.
- 15 M. Wedler, F. Knösel, M. Noltemeyer, F.T. Edelmann und U. Behrens, *J. Organomet. Chem.*, 388 (1990) 21.
- 16 H. Schmidbaur, M. Schwirten und H. Pickel, *Chem. Ber.*, 102 (1969) 564.
- 17 Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-400516, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- 18 T. Kottke und D. Stalke, *J. Appl. Crystallogr.*, 26 (1993) 615.
- 19 G.M. Sheldrick, *Acta Crystallogr.*, A46 (1990) 467.
- 20 G.M. Sheldrick, *SHELXL-93, Programm zur Strukturverfeinerung*, Universität Göttingen, 1993.
- 21 C.S. Pratt, B.A. Coyle und J.A. Ibers, *J. Chem. Soc. A*, (1971) 2146.
- 22 H.D. Flack, *Acta Crystallogr.*, A39 (1983) 876.

* Die Literaturnummer mit einem Sternchen deutet eine Bemerkung in der Literaturliste an.