Darstellung und Kristallstrukturen von $[\text{Ph}_4\text{As}^+][\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ und $[(n\text{-C}_3\text{H}_7)_4\text{N}^+]_2[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$

Preparation and Crystal Structures of $[\text{Ph}_4\text{As}^+][\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ and $[(n\text{-C}_3\text{H}_7)_4\text{N}^+]_2[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$

Herbert W. Roesky*, Mathias Noltemeyer und George M. Sheldrick

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen

Herrn Professor Josef Goubeau zum 85. Geburtstag gewidmet

Z. Naturforsch. **41b**, 803–807 (1986); eingegangen am 10. März 1986

Azide, Nitrile, Thiophosphate, Crystal Structure

The diazidodithiophosphate anion $[\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ can be isolated with a large cation as $[\text{Ph}_4\text{As}^+][\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ (**1**). $[\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ is formed by the reaction of P_4S_{10} with NaN_3 in acetonitrile as a solvent. $[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$ results from the reaction of P_4S_{10} with NaCN in acetonitrile and is isolated as $[(n\text{-C}_3\text{H}_7)_4\text{N}^+]_2[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$ (**2**). **1** crystallizes in the triclinic space group $P\bar{1}$ with $a = 1329.3(3)$, $b = 1419.1(3)$, $c = 2182.3(5)$ pm, $\alpha = 71.71(2)$, $\beta = 87.21(2)$, $\gamma = 84.97(2)^\circ$ and $Z = 6$. Crystals of **2** are monoclinic, space group $P2_1/n$, $a = 1899.0(3)$, $b = 949.0(2)$, $c = 2128.4(5)$ pm, $\beta = 112.90(2)^\circ$, $Z = 4$.

Einleitung

Verbindungen des Difluorodithiophosphat-Anions, $[\text{PS}_2\text{F}_2]^-$, sind in den letzten Jahren verschiedentlich untersucht worden [1–5]. Aber auch solche mit den entsprechenden Anionen mit Chlor und Brom sind bekannt [4, 6]. Im Gegensatz dazu liegen über entsprechende Verbindungen mit Pseudohalogen nur wenige Untersuchungen vor [1, 7, 8]. Wir waren vor allen Dingen an den Strukturen der Anionen $[\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ und $[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$ interessiert, weil $[\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ dazu dienen kann, im P_4S_{10} -Käfig ein Schwefel- gegen ein Stickstoffatom zu ersetzen. Dies führt zum $[\text{P}_4\text{S}_9\text{N}^-]$ -Anion [9]. Das $[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$ -Anion zeichnet sich durch eine hohe kinetische Stabilität aus. Die P–S–P-Bindung wird durch schwache nukleophile Reagenzien nicht gespalten.

Synthese und Charakterisierung

Die Reaktion von P_4S_{10} mit NaN_3 in Acetonitril führt zum $[\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^- \text{Na}^+$. Der Austausch des Na^+ gegen Ph_4As^+ erfolgt in wässriger Lösung. $[\text{Ph}_4\text{As}^+][\text{PS}_2(\text{N}_3)_2]^-$ (**1**) ist sehr gut löslich in Aceton. Im ^{31}P -NMR-Spektrum wird ein Resonanzsignal bei 96,76 pm gefunden. Die Probe wurde in Aceton/Aceton- d_6 extern gegen 85-proz. H_3PO_4 vermessen.

Interessant ist, daß man für negative Ionen im Felddesorptionsmassenspektrum nur das Anion bei

$m/z = 179$ findet, und für positive Ionen Ph_4As^+ bei $m/z = 383$. **1** schmilzt bei 113°C und färbt sich ab 118°C intensiv dunkelgrün. Charakteristisch sind die N_3 -Valenzschwingungen bei 2122 und 2010 cm^{-1} .

$[(n\text{-C}_3\text{H}_7)_4\text{N}^+]_2[(\text{NCPS}_2)_2\text{S}^{2-}]$ (**2**) wurde nach Literaturangaben [1] hergestellt. Geeignete Einkristalle für eine Röntgenstrukturanalyse erhielten wir durch Umkristallisieren aus einer (1:1)-Mischung von Acetonitril und Methanol.

Die Strukturen der Anionen werden in den Abb. 1 und 2 gezeigt. Bemerkenswert bei den drei kristallographisch unabhängigen Anionen von **1** sind die kleinen NPN-Winkel (Mittel $93,8^\circ$) und großen SPS-Winkel (Mittel $121,9^\circ$). Die PN-Bindungslängen (Mittel 183,0 pm) und PNN-Winkel (Mittel $115,6^\circ$) deuten auf einfache PN-Bindungen hin. Die NPNN-Torsionswinkel sind über einen Bereich von $90\text{--}180^\circ$ gestreut. Die Bindungen zu den endständigen S-Atomen in **2** (Mittel 184,5 pm, vgl. 193,4 in **1**) sind kürzer als die PS-Brückenbindungen (Mittel 212,1 pm) und bilden auch die größten SPS-Winkel (Mittel $122,6^\circ$).

Abb. 1. Eine der drei unabhängigen Anionen von **1**.

* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. H. W. Roesky. Verlag der Zeitschrift für Naturforschung, D-7400 Tübingen 0340–5087/86/0700–0803/\$ 01.00/0

Abb. 2. Das Anion von **2**.

Experimenteller Teil

Tetraphosphordecasulfid wurde von der Firma Merck bezogen. Acetonitril wurde über P_4O_{10} getrocknet und destilliert.

1: 11 g (24 mmol) P_4S_{10} und 9 g (0,14 mol) NaN_3 werden in 100 ml CH_3CN unter Rühren 1 h am Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen auf R.T. wird filtriert, das Filtrat zur Trockene eingedunstet und der Rückstand unter Eiskühlung mit 50 ml H_2O aufgenommen. Unmittelbar danach gibt man eine wässrige Lösung von Ph_4AsCl hinzu. Es bildet sich ein weißer Niederschlag von **1**. Ausb. 22%.

IR (Nujol): 2122 st, 2010 st, 1442 st, 1436 st, 1245 sst, 1080 st, 990 st, 740 sst, 720 sst, 705 sst, 680 sst cm^{-1} . Es werden nur die starken und sehr starken Banden angegeben.

Kristallstrukturanalyse

Alle Intensitäten sowie Gitterparameter wurden mit einem Stoe-Siemens-Vierkreisdiffraktometer gemessen bis $2\theta = 45^\circ$ (**1**) und 50° (**2**) (MoK_α , $\lambda = 71,069$ pm). Die Strukturen wurden mit Patterson (**1**) und „direkten“ Methoden (**2**) gelöst und nach dem kleinsten Quadrate-Verfahren anisotrop verfeinert [10]. Wegen der Größe von Struktur **1** wurden die Phenylgruppen als starre Gruppen verfeinert. Wasserstoffatome wurden geometrisch positioniert und mit Hilfe eines Reitermodells mit festen isotropen Temperaturkoeffizienten verfeinert. Abschließende Differenz-Fourier-Synthesen enthielten keine wesentlichen Maxima. Alle Rechnerprogramme wurden vom Autor G. M. S. geschrieben (SHELXTL-System).

Kristalldaten für 1: $C_{24}H_{20}AsN_6PS_2$, $M_r = 562,5$, triklin, Raumgruppe $P\bar{1}$, $a = 1329,3(3)$, $b = 1419,1(3)$, $c = 2182,3(5)$ pm, $\alpha = 71,71(2)^\circ$, $\beta = 87,21(2)^\circ$, $\gamma = 84,97(2)^\circ$, $U = 3,8927$ nm³, $Z = 6$, $D_x = 1,439$ Mg m⁻³, $\mu(MoK_\alpha) = 1,54$ mm⁻¹, Kristallgröße $0,4 \times 0,5 \times 0,2$ mm. Aus 10127 unabhängigen Daten

wurden nach einer semi-empirischen Absorptionskorrektur 8047 mit $F > 3\sigma(F)$ für alle Berechnungen verwendet. Die Struktur wurde mit dem Gewichtsschema $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0,0008 F^2$ zu einem R -Wert von 0,056 ($R_w = 0,058$) für 775 Parameter verfeinert.

Kristalldaten für 2: $C_{26}H_{56}N_4P_2S_5$, $M_r = 647,0$, monoklin, Raumgruppe $P2_1/n$, $a = 1899,0(3)$, $b = 949,0(2)$, $c = 2128,4(5)$ pm, $\beta = 112,90(2)^\circ$, $U = 3,7043$ pm³, $Z = 4$, $D_x = 1,160$ Mg m⁻³, $\mu(MoK_\alpha) =$

Tab. I. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und isotrope Thermalparameter ($pm^2 \times 10^{-1}$) für **1**.

	x	y	z	U*
P(1)	6385(1)	-3320(1)	1097(1)	55(1)
S(1)	5397(1)	-3527(1)	1800(1)	76(1)
N(11)	6494(5)	-4366(4)	847(2)	84(1)
N(12)	6378(4)	-4280(4)	314(3)	83(1)
N(13)	6275(7)	-4257(6)	-198(4)	160(1)
S(1')	6301(1)	-2117(1)	362(1)	79(1)
N(11')	7587(4)	-3544(5)	1391(3)	94(1)
N(12')	7728(4)	-3345(4)	1878(3)	84(1)
N(13')	7914(5)	-3184(6)	2321(4)	142(1)
P(2)	2884(1)	336(1)	4388(1)	61(1)
S(2)	1719(1)	44(1)	4956(1)	87(1)
N(21)	2816(4)	1573(4)	3902(3)	83(1)
N(22)	2095(5)	1799(4)	3552(3)	107(1)
N(23)	1390(7)	2074(7)	3210(4)	164(1)
S(2')	3343(2)	-506(2)	3866(1)	110(1)
N(21')	3892(4)	525(5)	4788(3)	101(1)
N(22')	3837(4)	237(4)	5375(3)	82(1)
N(23')	3831(6)	-16(6)	5919(3)	124(1)
P(3)	-9290(1)	6129(1)	2221(1)	68(1)
S(3)	-9767(2)	4951(2)	2819(1)	118(1)
N(31)	-9568(4)	7168(4)	2490(3)	88(1)
N(32)	-9825(4)	6994(4)	3010(3)	78(1)
N(33)	-10041(5)	6872(6)	3548(4)	138(1)
S(3')	-9612(2)	6596(2)	1306(1)	101(1)
N(31')	-7993(4)	6118(4)	2195(3)	87(1)
N(32')	-7595(5)	5517(5)	2726(3)	103(1)
N(33')	-7235(6)	4969(6)	3180(4)	154(1)
As(1)	634(1)	528(1)	1485(1)	42(1)
C(21)	-845(2)	-130(3)	2485(1)	58(1)
C(31)	-1191	-487	3124	74(1)
C(41)	-514	-701	3627	82(1)
C(51)	508	-558	3492	87(1)
C(61)	853	-200	2853	65(1)
C(11)	177	14	2350	49(1)
C(22)	-551(2)	-764(2)	1085(1)	56(1)
C(32)	-1308	-977	738	62(1)
C(42)	-1827	-208	270	61(1)
C(52)	-1589	773	149	64(1)
C(62)	-833	985	496	53(1)
C(12)	-314	217	964	46(1)
C(23)	650(2)	1939(2)	1246(2)	49(1)
C(33)	1009	2468	634	63(1)
C(43)	984	3504	447	80(1)
C(53)	600	4011	872	84(1)
C(63)	241	3482	1483	77(1)

Tab. I (Fortsetzung).

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	U*
C(13)	266	2446	1670	57(1)
C(24)	2088(2)	−1069(2)	1478(1)	49(1)
C(34)	3045	−1506	1393	60(1)
C(44)	3870	− 925	1228	62(1)
C(54)	3738	93	1148	67(1)
C(64)	2781	529	1232	58(1)
C(14)	1956	− 52	1397	44(1)
As(2)	7217(1)	4037(1)	4829(1)	43(1)
C(25)	9356(2)	4155(2)	4620(2)	71(1)
C(35)	10343	3760	4564	82(1)
C(45)	10529	2754	4620	71(1)
C(55)	9729	2143	4732	68(1)
C(65)	8743	2538	4787	55(1)
C(65)	8556	3544	4731	45(1)
C(26)	6836(2)	5881(2)	5096(1)	60(1)
C(36)	6825	6910	4957	78(1)
C(46)	7164	7494	4353	88(1)
C(56)	7512	7048	3889	79(1)
C(66)	7522	6018	4029	68(1)
C(16)	7184	5435	4632	49(1)
C(27)	6021(2)	2730(2)	4470(1)	64(1)
C(37)	5358	2468	4086	73(1)
C(47)	5003	3172	3520	71(1)
C(57)	5311	4138	3338	84(1)
C(67)	5974	4400	3723	66(1)
C(17)	6329	3697	4289	48(1)
C(28)	5744(2)	3518(2)	5847(1)	61(1)
C(38)	5412	3110	6485	70(1)
C(48)	6108	2632	6963	69(1)
C(58)	7135	2561	6804	69(1)
C(68)	7466	2969	6166	59(1)
C(18)	6771	3447	5688	44(1)
As(3)	−3840(1)	2343(1)	1760(1)	42(1)
C(29)	−3999(2)	2846(2)	404(1)	64(1)
C(39)	−3663	3175	−238	73(1)
C(49)	−2689	3486	−387	73(1)
C(59)	−2051	3468	106	67(1)
C(69)	−2386	3139	748	57(1)
C(19)	−3361	2828	897	46(1)
C(2a)	−5296(2)	3935(2)	1750(1)	54(1)
C(3a)	−6265	4388	1776	64(1)
C(4a)	−7103	3829	1864	73(1)
C(5a)	−6972	2817	1926	83(1)
C(6a)	−6003	2364	1900	77(1)
C(1a)	−5165	2923	1812	46(1)
C(2b)	−3501(2)	− 592(2)	1732(1)	64(1)
C(3b)	−3948	−1118	2317	63(1)
C(4b)	−4364	− 614	2736	70(1)
C(5b)	−4333	415	2570	63(1)
C(6b)	−3886	941	1985	47(1)
C(1b)	−3470	437	1566	55(1)
C(2c)	−2545(2)	1904(2)	2840(2)	61(1)
C(3c)	−1860	2126	3229	78(1)
C(4c)	−1576	3096	3087	65(1)
C(5c)	−1977	3844	2555	67(1)
C(6c)	−2662	3622	2166	62(1)
C(1c)	−2946	2652	2308	45(1)

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

0,41 mm^{−1}, Kristallgröße 0,3×0,1×0,2 mm. Eine Korrektur für Absorption war nicht nötig. Aus 6724 Reflexmessungen wurden 4600 mit $F > 3\sigma(F)$ für alle Berechnungen verwendet. Die Struktur wurde mit dem Gewichtsschema $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0,0008 F^2$ zu $R = 0,060$ ($R_w = 0,059$) für 334 Parameter verfeinert.

Die Atomkoordinaten sowie die Bindungsabstände und -winkel sind in den Tabn. I–IV zusammengestellt*.

* Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51871, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Tab. II. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und isotrope Thermalparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) für **2**.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	U*
P	144(1)	7579(1)	3359(1)	46(1)
S(1)	740(1)	9186(1)	3410(1)	70(1)
S(2)	299(1)	6436(1)	4149(1)	72(1)
C'	893(2)	8077(4)	1914(2)	69(2)
N'	1442(2)	8566(4)	1999(2)	103(2)
S	134(1)	6198(1)	2602(1)	46(1)
P'	− 22(1)	7220(1)	1679(1)	51(1)
S(1')	− 812(1)	8593(1)	1402(1)	69(1)
S(2')	− 12(1)	5744(1)	1082(1)	82(1)
C	− 858(2)	8087(3)	3045(2)	50(1)
N	−1472(2)	8410(3)	2913(2)	67(1)
N(1)	6207(1)	7613(3)	1402(1)	42(1)
C(11)	6027(2)	7964(3)	2015(2)	52(1)
C(12)	5832(2)	6826(4)	2374(2)	63(2)
C(13)	5674(3)	7328(4)	2975(2)	84(2)
C(21)	5556(2)	6808(4)	876(2)	51(1)
C(22)	4760(2)	7400(4)	651(2)	65(2)
C(23)	4212(2)	6490(4)	118(2)	75(2)
C(31)	6321(2)	8894(3)	1073(2)	52(1)
C(32)	6970(2)	9795(4)	1521(2)	74(2)
C(33)	7049(3)	10987(4)	1131(2)	86(2)
C(41)	6927(2)	6746(3)	1642(2)	46(1)
C(42)	7265(2)	6451(4)	1126(2)	64(2)
C(43)	7898(2)	5425(4)	1420(2)	74(2)
N(2)	1628(2)	2435(3)	1079(1)	48(1)
C(51)	2034(2)	3751(4)	1074(2)	59(2)
C(52)	2014(3)	4194(4)	394(2)	82(2)
C(53)	2297(2)	5615(4)	431(2)	86(2)
C(61)	1878(2)	1292(4)	738(2)	69(2)
C(62)	2703(2)	962(5)	1018(3)	97(3)
C(63)	2833(3)	−183(5)	595(3)	115(3)
C(71)	1803(2)	2062(4)	1815(2)	64(2)
C(72)	1516(3)	2999(5)	2206(2)	82(2)
C(73)	1624(3)	2425(6)	2883(2)	129(3)
C(81)	779(2)	2627(4)	683(2)	55(1)
C(82)	261(2)	1504(4)	712(2)	68(2)
C(83)	− 572(2)	1873(4)	300(2)	80(2)

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

P(1)–S(1)	193,8(3)	P(1)–N(11)	172,9(6)
P(1)–S(1')	194,1(3)	P(1)–N(11')	171,7(6)
N(11)–N(12)	114,8(8)	N(12)–N(13)	112,2(10)
N(11')–N(12')	121,0(9)	N(12')–N(13')	110,4(11)
P(2)–S(2)	192,7(3)	P(2)–N(21)	173,9(5)
P(2)–S(2')	193,8(4)	P(2)–N(21')	171,8(7)
N(21)–N(22)	121,2(9)	N(22)–N(23)	118,6(11)
N(21')–N(22')	121,8(8)	N(22')–N(23')	112,6(8)
P(3)–S(3)	190,6(3)	P(3)–N(31)	175,5(7)
P(3)–S(3')	195,4(3)	P(3)–N(31')	172,1(6)
N(31)–N(32)	112,6(8)	N(32)–N(33)	115,8(10)
N(31')–N(32')	130,8(8)	N(32')–N(33')	114,6(10)
S(1)–P(1)–N(11)	108,2(2)	S(1)–P(1)–S(1')	121,2(1)
N(11)–P(1)–S(1')	110,8(2)	S(1)–P(1)–N(11')	110,4(2)
N(11)–P(1)–N(11')	92,7(3)	S(1')–P(1)–N(11')	109,9(2)
P(1)–N(11)–N(12)	119,3(4)	N(11)–N(12)–N(13)	175,8(8)
P(1)–N(11')–N(12')	117,7(5)	N(11')–N(12')–N(13')	175,9(7)
S(2)–P(2)–N(21)	111,8(2)	S(2)–P(2)–S(2')	120,8(1)
N(21)–P(2)–S(2')	109,0(2)	S(2)–P(2)–N(21')	111,0(2)
N(21)–P(2)–N(21')	91,1(3)	S(2')–P(2)–N(21')	109,2(3)
P(2)–N(21)–N(22)	113,3(5)	N(21)–N(22)–N(23)	176,3(9)
P(2)–N(21')–N(22')	116,6(5)	N(21')–N(22')–N(23')	176,7(8)
S(3)–P(3)–N(31)	111,8(2)	S(3)–P(3)–S(3')	123,6(2)
N(31)–P(3)–S(3')	105,0(2)	S(3)–P(3)–N(31')	112,6(2)
N(31)–P(3)–N(31')	98,6(3)	S(3')–P(3)–N(31')	102,0(2)
P(3)–N(31)–N(32)	115,1(5)	N(31)–N(32)–N(33)	174,6(8)
P(3)–N(31')–N(32')	111,8(5)	N(31')–N(32')–N(33')	177,7(9)

Tab. III. Bindungslängen (pm) und -winkel (°) der Anionen in **1**.

P–S(1)	193,7(2)	P–S(2)	195,4(2)
P–S	211,4(2)	P–C	182,7(4)
C'–N'	110,1(6)	C'–P'	182,2(5)
S–P'	212,8(2)	P'–S(1')	194,3(2)
P'–S(2')	194,6(2)	C–N	113,4(5)
N(1)–C(11)	151,1(5)	N(1)–C(21)	153,2(4)
N(1)–C(31)	150,9(5)	N(1)–C(41)	152,7(4)
N(2)–C(51)	152,1(5)	N(2)–C(61)	152,1(6)
N(2)–C(71)	151,4(5)	N(2)–C(81)	151,3(4)
S(1)–P–S(2)	122,9(1)	S(1)–P–S	114,2(1)
S(2)–P–S	103,4(1)	S(1)–P–C	107,2(1)
S(2)–P–C	105,2(1)	S–P–C	101,7(1)
N'–C'–P'	173,6(4)	P–S–P'	110,5(1)
C'–P'–S	101,2(1)	C'–P'–S(1')	107,2(2)
S–P'–S(1')	115,5(1)	C'–P'–S(2')	106,4(2)
S–P'–S(2')	102,0(1)	S(1')–P'–S(2')	122,3(1)
P–C–N	173,5(3)	C(11)–N(1)–C(21)	111,3(3)
C(11)–N(1)–C(31)	109,1(3)	C(21)–N(1)–C(31)	108,8(2)
C(11)–N(1)–C(41)	108,4(2)	C(21)–N(1)–C(41)	108,2(2)
C(31)–N(1)–C(41)	111,1(3)	N(1)–C(11)–C(12)	116,9(3)
C(11)–C(12)–C(13)	110,8(3)	N(1)–C(21)–C(22)	116,7(3)
C(21)–C(22)–C(23)	108,4(3)	N(1)–C(31)–C(32)	115,7(3)
C(31)–C(32)–C(33)	110,7(3)	N(1)–C(41)–C(42)	116,6(3)
C(41)–C(42)–C(43)	109,0(3)	C(51)–N(2)–C(61)	112,7(3)
C(51)–N(2)–C(71)	108,1(3)	C(61)–N(2)–C(71)	109,0(3)
C(51)–N(2)–C(81)	108,7(3)	C(61)–N(2)–C(81)	106,9(2)

Tab. IV. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°) für **2**.

- [1] H. W. Roesky, F. N. Tebbe und E. L. Muetterties, *Inorg. Chem.* **9**, 831 (1970).
- [2] M. Lustig und J. K. Ruff, *Inorg. Chem.* **6**, 2115 (1967).
- [3] H. W. Roesky, F. N. Tebbe und E. L. Muetterties, *J. Am. Chem. Soc.* **89**, 1272 (1967).
- [4] M. Meisel und Ch. Donath, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **500**, 73 (1983).
- [5] L. Kolditz, U. Calov, Yu. A. Buslaev und E. G. Ilyin, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **500**, 65 (1983).
- [6] U. Müller und A. T. Mohammed, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **514**, 164 (1984).
- [7] W. S. Sheldrick, A. Schmidpeter, F. Zwaschka, K. B. Dillon, A. W. G. Platt und T. C. Waddington, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1981**, 413.
- [8] A. Schmidpeter und F. Zwaschka, *Z. Chem.* **1984**, 376.
- [9] H. W. Roesky, N. Benmohammed, M. Noltemeyer und G. M. Sheldrick, *Z. Naturforsch.* **41b**, im Druck (1986).
- [10] W. Clegg, *Acta Crystallogr.* **A 37**, 22 (1981).