Die Kristallstrukturen von (1,5-Ditolylpentaazadienido)(triphenylphosphan)gold(I) und 1,5-Ditolyl-3-methylpentaazadien

The Crystal Structures of (1,5-Ditolylpentaazadienido)(triphenylphosphane)gold(I) and
1,5-Ditolyl-3-methylpentaazadien

Johannes Beck*

Institut für Anorganische Chemie der Universität (TH), Engesserstraße, D-7500 Karlsruhe

Z. Naturforsch. **43b**, 1219–1223 (1988); eingegangen am 27. Juni 1988

(1,5-Di-*p*-tolylpentaazadienido)(triphenylphosphane)gold(I),
1,5-Ditolyl-3-methylpentaazadiene, Synthesis, Crystal Structure

$\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ is obtained by the reaction of $\text{PPh}_3\text{Au}^+\text{ClO}_4^-$ with $\text{Ti}(\text{tolN}_5\text{tol})$. It crystallizes in the monoclinic space group $\text{P}2_1/c$ with the lattice parameters $a = 1548.8(5)$, $b = 1070.7(2)$, $c = 1779.1(3)$ pm, $\beta = 90.33(2)^\circ$, $Z = 4$. In the monomeric complex the gold atom is nearly linear-coordinated by the phosphorus atom of the PPh_3 group and nitrogen atom N3 of the pentaazadienido ligand ($\text{N}3-\text{Au}-\text{P}$ 178.4°). $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ crystallizes in the orthorhombic space group Pccn with the lattice constants $a = 2426.7(9)$, $b = 469.3(2)$, $c = 1195.3(4)$ pm. The unit cell contains four molecules, located on twofold axes. Due to the isolobality of the CH_3 and the PPh_3Au group, the two structures are closely related. Both contain the typical planar zig-zag chain of five nitrogen atoms with located double bonds $\text{N}1-\text{N}2$ and $\text{N}4-\text{N}5$ (from 119.8 to 126.6 pm) and shortened single bonds $\text{N}2-\text{N}3$ and $\text{N}3-\text{N}4$ (132.7 to 140.0 pm).

Einleitung

Durch die bisher durchgeführten Strukturuntersuchungen an Metallkomplexen des 1,5-Ditolylpentaazadienidanions wurde die bemerkenswerte koordinative Vielfalt dieses Liganden entdeckt. Wir berichteten darüber kürzlich in einem zusammenfassenden Artikel [1]. Da Gold in der Oxidationsstufe +1 die lineare Koordination bevorzugt, war zu erwarten, daß gegenüber einem Triphenylphosphangold(I)-Kation das Pentaazadienidanion als einzähniger Ligand fungieren wird. Wegen der Isolobalitätsbeziehung zwischen dem PPh_3Au -Fragment und der Methylgruppe erwartet man für $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ und $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ eine analoge Struktur. Im folgenden wird über die Synthese von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ und über die Kristallstrukturbestimmungen dieses Komplexes sowie des 1,5-Ditolyl-3-methylpentaazadiens berichtet. In beiden Verbindungen wird eine rein einzähnige Koordination des Pentaazadienidoliganden gefunden.

Experimenteller Teil

Die Darstellung von $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ erfolgte gemäß [2] aus *p*-Tolyldiazoniumchlorid und Methylamin. Durch Umkristallisieren aus heißem Hexan erhält man blaßgelbe Kristallplättchen.

Darstellung von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$

Zu einer Lösung von 0,5 g (1 mmol) PPh_3AuCl in 5 ml Toluol gibt man unter Lichtausschluß 0,21 g (1 mmol) AgClO_4 , ebenfalls in 5 ml Toluol. Nach 10 min Rühren filtriert man vom ausgefallenen AgCl ab [3]. Zum $\text{PPh}_3\text{Au}^+\text{ClO}_4^-$ enthaltenden Filtrat gibt man 0,45 g $\text{Ti}(\text{tolN}_5\text{tol})$ (1 mmol) [4], suspendiert in 50 ml Toluol. Es bildet sich sofort ein Niederschlag von TiClO_4 , der nach 2 h abfiltriert wird. Vom gelben Filtrat wird im Vakuum das Lösungsmittel entfernt und das verbleibende Öl mit *n*-Hexan behandelt. Das so erhaltene gelbe Pulver wird in Tetrahydrofuran gelöst und mit Hexan überschichtet. Im Verlauf einiger Tage bilden sich gelbe, blockförmige Kristalle von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$. Ausbeute 0,14 g entsprechend 20%.

Analyse für $\text{C}_{32}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{PAu}$

Ber.	C 54,02	H 4,11	N 9,84,
Gef.	C 53,65	H 4,17	N 9,34.

* Sonderdruckanforderungen an Dr. Johannes Beck.

Abkürzungen: tol = *p*-Tolyl, Ph = Phenyl.

Verlag der Zeitschrift für Naturforschung, D-7400 Tübingen
0932-0776/88/1000-1219/\$ 01.00/0

Kristalldaten und Strukturbestimmung von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$

$\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $\text{P2}_1/\text{c}$. Die Gitterkonstanten wurden anhand von 25 Reflexen hoher Beugungswinkel am Automatischen Einkristalldiffraktometer [5] durch eine Ausgleichsrechnung bestimmt. In Tab. I sind die Kristalldaten zusammengefaßt. Im Beugungswinkelbereich von $\theta = 3$ bis 58° wurden mit monochromatischer $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung die Intensitäten von 4550 Reflexen erfaßt. Nach einer empirischen Absorptionskorrektur (ψ -scans, Transmissionsfaktoren 0,63 bis 0,99) und der Mittelung [6] verblieben 4099 unabhängige Reflexe, von denen 3699 eine Intensität größer als $3\sigma(I)$ besaßen. Die Lage des Goldatoms wurde mit einer Patterson-Synthese bestimmt, die Lagen der übrigen Atome ergaben sich aus Differenzfouriersynthesen. Die Verfeinerung führte mit isotropen Temperaturparametern auf einen Gütefaktor $R = 0,079$, der sich bei Einführung anisotroper Temperaturparameter auf $R = 0,064$ verbesserte. Der endgültige R -Wert von $R = 0,055$ wurde durch Einbeziehung der H-Atomlagen in die Strukturfaktorrechnung und Mitverfeinerung des Extinktionskoeffizienten erreicht. In Tab. II sind die Orts- und Temperaturparameter der Atome angegeben*.

Kristalldaten und Strukturbestimmung von $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$

1,5-Ditoly-3-methylpentaazadien kristallisiert in Form hellgelber Plättchen in der orthorhombischen Raumgruppe Pccn . Die exakten Gitterkonstanten wurden am Einkristalldiffraktometer [7] anhand von 25 genau zentrierten Reflexen bestimmt. Die Kristalldaten sind in Tab. IV zusammengefaßt. Im Bereich von $\theta = 3$ bis 50° wurden mit monochromatischer $\text{Mo-K}\alpha$ -Strahlung mit ω/θ -scan bei -100°C 5572 Reflexintensitäten erfaßt. Nach der Mittelung verblieben 1209 unabhängige Reflexe, von denen 1023 mit einer Intensität $I > 2\sigma(I)$ für die Verfeinerungsrechnungen verwendet wurden. Die Struktur wurde mit Hilfe der Direkten Methoden gelöst [8]. Bei der Verfeinerung der C- und N-Atome mit isotropen Temperaturfaktoren wurde ein Gütefaktor $R = 0,111$ erreicht. Die Lagen sämtlicher H-Atome konnten aus Differenzfouriersynthesen entnommen werden. Ihre Mitverfeinerung senkte den Gütefaktor

* Weitere Einzelheiten zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 53171, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Tab. I. Kristalldaten von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$.

Formel	$\text{C}_{32}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{PAu}$
Molmasse	711,55
Raumgruppe	$\text{P2}_1/\text{c}$
Gitterkonstanten	$a = 1548,8(5) \text{ pm}$ $b = 1070,7(2) \text{ pm}$ $c = 1779,1(3) \text{ pm}$ $\beta = 90,33(2)^\circ$
Volumen	$V = 2949,4 \cdot 10^6 \text{ pm}^3$
Formeleinheiten	$Z = 4$
Dichte	$\rho_x = 1,602 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
Absorptionskoeffizient	$\mu(\text{Cu-K}\alpha) = 105,6 \text{ cm}^{-1}$

Tab. II. Ortsparameter und isotrope äquivalente Temperaturparameter $B_{\text{eq}} = 4/3[a^2B_{11} + b^2B_{22} + c^2B_{33} + ac(\cos\beta)B_{13}]$ der Atome in $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$. Standardabweichungen in Klammern.

Atom	x	y	z	B_{eq} [$\text{pm}^2 \cdot 10^3$]
Au	0,25259(4)	0,01682(5)	-0,04381(3)	3,67(1)
P	0,2271(2)	0,2221(3)	-0,0402(2)	3,32(6)
N1	0,3401(7)	-0,169(1)	-0,1489(6)	4,2(2)
N2	0,3154(7)	-0,237(1)	-0,0982(6)	4,2(2)
N3	0,2765(7)	-0,175(1)	-0,0438(6)	4,5(3)
N4	0,2471(7)	-0,246(1)	0,0168(6)	4,4(2)
N5	0,2107(7)	-0,183(1)	0,0627(6)	4,2(2)
C11	0,3770(8)	-0,235(1)	-0,2094(7)	4,1(3)
C12	0,360(1)	-0,357(1)	-0,2274(8)	5,2(3)
C13	0,395(1)	-0,411(2)	-0,2903(9)	6,3(4)
C14	0,452(1)	-0,349(1)	-0,3360(8)	5,2(3)
C15	0,470(1)	-0,226(2)	-0,3172(8)	5,5(4)
C16	0,432(1)	-0,169(1)	-0,2554(8)	5,0(3)
C17	0,490(1)	-0,405(2)	-0,406(1)	7,5(5)
C21	0,1812(9)	-0,259(1)	0,1242(7)	4,0(3)
C22	0,109(1)	-0,225(1)	0,1590(7)	5,0(3)
C23	0,075(1)	-0,294(2)	0,2183(8)	5,7(4)
C24	0,118(1)	-0,399(1)	0,2427(7)	4,9(3)
C25	0,194(1)	-0,431(1)	0,2090(8)	5,2(3)
C26	0,2258(9)	-0,363(1)	0,1496(8)	4,8(3)
C27	0,081(1)	-0,476(2)	0,3055(9)	6,9(4)
C31	0,1291(7)	0,261(1)	0,0084(6)	3,3(2)
C32	0,0575(9)	0,182(1)	-0,0006(8)	4,8(3)
C33	-0,0191(9)	0,211(2)	0,0332(9)	5,9(4)
C34	-0,0282(9)	0,315(2)	0,0762(8)	5,6(4)
C35	0,042(1)	0,392(2)	0,0859(9)	6,2(4)
C36	0,1193(9)	0,365(1)	0,0533(8)	5,1(3)
C41	0,3141(8)	0,305(1)	0,0080(7)	3,6(3)
C42	0,3320(9)	0,430(1)	-0,0044(8)	4,9(3)
C43	0,3962(9)	0,488(1)	0,0348(9)	5,6(4)
C44	0,4434(9)	0,423(2)	0,0848(9)	5,9(4)
C45	0,429(1)	0,298(2)	0,0956(9)	6,3(4)
C46	0,3624(9)	0,239(1)	0,0579(7)	4,8(3)
C51	0,2154(8)	0,290(1)	-0,1338(6)	3,4(3)
C52	0,258(1)	0,241(2)	-0,1904(8)	5,5(4)
C53	0,254(1)	0,291(2)	-0,2633(9)	7,6(5)
C54	0,201(1)	0,389(2)	-0,2764(8)	7,1(5)
C55	0,158(1)	0,441(2)	-0,2187(9)	7,0(4)
C56	0,163(1)	0,389(2)	-0,1469(8)	5,7(4)

Tab. III. Ausgewählte interatomare Abstände und Winkel in $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$. Standardabweichungen in Klammern.

Abstände [pm]			
Au–P	223,5(1)	N1–C11	141,5(7)
Au–N1	305,0(5)	N1–N2	122,8(6)
Au–N2	305,5(5)	N2–N3	132,7(7)
Au–N3	208,2(5)	N3–N4	140,0(7)
Au–N4	301,3(5)	N4–N5	119,8(6)
Au–N5	293,6(5)	N5–C21	144,0(8)
P–C31	179,9(5)		
P–C41	182,4(5)		
P–C51	182,3(5)		
Winkel [°]			
P–Au–N3	178,4(1)	Au–P–C31	113,0(1)
C11–N1–N2	112,6(5)	Au–P–C41	111,2(1)
N1–N2–N3	112,1(5)	Au–P–C51	112,5(1)
N2–N3–N4	115,9(5)	C31–P–C41	106,6(3)
N3–N4–N5	112,2(5)	C41–P–C51	107,7(3)
N4–N5–C21	110,8(5)	C31–P–C51	105,6(3)
Au–N3–N2	125,2(2)		
Au–N3–N4	118,5(2)		

Tab. IV. Kristalldaten von $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$.

Formel	$\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{N}_5$
Molmasse	267,33
Raumgruppe	Pccn
Gitterkonstanten (bei -100°C)	$a = 2426,7(9)$ pm $b = 469,3(2)$ pm $c = 1195,3(4)$ pm
Volumen	$V = 1361,3 \cdot 10^6$ pm ³
Formeleinheiten	$Z = 4$
Dichte	$\rho_x = 1,304$ g · cm ⁻³

auf $R = 0,073$. Für die Methylgruppe an N3 wurde wegen ihrer speziellen Lage auf einer zweizähligen Achse ein Fehlordnungsmo­dell eingeführt. Die Verfeinerung der drei an C10 gebundenen H-Atome H11, H12 und H13 mit Besetzungsparametern von 0,5 ergab dabei eine sinnvolle Geometrie und befriedigende Temperaturparameter. Durch die Einführung anisotroper Temperaturparameter für die C- und N-Atome wurde der endgültige R -Wert von 0,045 erreicht. In Tab. V sind die Orts- und Temperaturparameter der Atome angegeben*.

Tab. V. Ortsparameter und isotrope äquivalente Temperaturparameter $B_{\text{eq}} = 4/3[a^2B_{11} + b^2B_{22} + c^2B_{33}]$ der Atome in $\text{tolNN}(\text{CH}_3)\text{NNtol}$. Standardabweichungen in Klammern.

Atom	x	y	z	B_{eq} [pm ² · 10 ²]
N1	0,3132(1)	−0,0758(3)	0,0568(1)	1,76(6)
N2	0,2823(1)	0,0769(3)	−0,0036(1)	1,90(6)
N3	0,2500(0)	0,2500(0)	0,0600(2)	1,92(8)
C10	0,2500(0)	0,2500(0)	0,1815(3)	3,1(1)
C1	0,3476(1)	−0,2661(4)	−0,0051(1)	1,76(7)
C2	0,3881(1)	−0,3992(4)	0,0578(1)	2,16(8)
C3	0,4245(1)	−0,5878(4)	0,0084(1)	2,15(8)
C4	0,4210(1)	−0,6510(4)	−0,1047(1)	1,80(8)
C5	0,3794(1)	−0,5216(4)	−0,1663(1)	1,94(9)
C6	0,3431(1)	−0,3293(4)	−0,1181(1)	1,98(9)
C7	0,4606(1)	−0,8579(5)	−0,1576(2)	2,32(9)
H11	0,220(2)	0,33(1)	0,212(3)	3,2(8)
H12	0,209(2)	0,17(1)	0,198(4)	4,0(8)
H13	0,248(2)	0,027(9)	0,205(3)	3,2(8)
H2	0,3902(6)	−0,359(4)	0,137(1)	2(2)
H3	0,4541(7)	−0,674(4)	0,051(1)	2(2)
H5	0,3761(6)	−0,563(4)	−0,245(1)	2,0(4)
H6	0,3150(6)	−0,243(4)	−0,160(1)	1,9(4)
H71	0,4517(9)	−1,049(6)	−0,137(2)	5,5(6)
H72	0,4990(9)	−0,830(5)	−0,129(2)	5,5(5)
H73	0,4634(8)	−0,843(6)	−0,237(2)	5,5(5)

Ergebnisse und Diskussion

Darstellung von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$

$\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ entsteht bei der Reaktion von $\text{PPh}_3\text{Au}^+\text{ClO}_4^-$ mit $\text{Ti}(\text{tolN}_5\text{tol})$ [4] in Toluol. Der entstehende Komplex verbleibt dabei in Lösung, während TiClO_4 ausfällt. PPh_3AuCl reagiert nicht in diesem Sinne und muß zuvor mit AgClO_4 in die reaktivere Perchloratform umgewandelt werden. $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ kann aus Tetrahydrofuran/Hexan in Form gelber, blockförmiger Kristalle gewonnen werden, die sich bei 120°C unter heftiger Gasentwicklung zersetzen.

Diskussion der Strukturen von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ und $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$

Die Struktur von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ ist aus diskreten Einkernkomplexen aufgebaut, deren Struktur in Abb. 1 dargestellt ist. Die Pentaazadienidogruppe fungiert als einzähliger Ligand mit dem mittleren Stickstoffatom N3, welches die höchste Basizität der N_5 -Kette aufweist. Das zentrale Goldatom ist vom Phosphoratom der Triphenylphosphangruppe und

Abb. 1. Die Struktur von $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$. Für die Darstellung der C-Atome wurden konstante verkleinerte Temperaturparameter von $1,0 \cdot 10^2 \text{ pm}^2$ gewählt.

vom Stickstoffatom N3 koordiniert. Die für Au(I) übliche lineare Koordination zeigt sich in einem Winkel $\text{P}-\text{Au}-\text{N3}$ von $178,4^\circ$. Der Abstand $\text{Au}-\text{N3}$ entspricht mit $208,2 \text{ pm}$ einer kovalenten Einfachbindung (Tab. III). Die Differenzierung der N–N-Bindungslängen in zwei kurze und zwei längere Abstände ist in diesem Komplex besonders ausgeprägt [1]. Mit $119,8$ und $126,6 \text{ pm}$ liegen die Abstände $\text{N1}-\text{N2}$ bzw. $\text{N4}-\text{N5}$ im Erwartungsbereich für

eine N=N-Doppelbindung (124 pm [9]), während die Abstände $\text{N2}-\text{N3}$ mit $132,7$ und $\text{N3}-\text{N4}$ mit $140,0 \text{ pm}$ verkürzten Einfachbindungen entsprechen.

Die Elementarzelle von $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ enthält vier Moleküle, die auf zweizähligen Achsen lokalisiert sind. In Abb. 2 ist der Aufbau eines Moleküls dargestellt. Die Isolobalitätsbeziehung zwischen dem PPh_3Au -Fragment und der Methylgruppe [10] zeigt sich in der engen Verwandtschaft der beiden Strukturen. Man findet für $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ eine zum $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ analoge Struktur, wobei die Methylgruppe an das mittlere Stickstoffatom N3 gebunden ist. Mit den Abständen $\text{N1}-\text{N2}$ von $126,6$ und $\text{N2}-\text{N3}$ von $136,0 \text{ pm}$ (Tab. VI) entsprechen die N-Bindungslängen wiederum Doppelbindungen und verkürzten Einfachbindungen.

Wie in allen bislang strukturell untersuchten Pentaazadienidokomplexen sind auch in diesen beiden Verbindungen die Zickzackketten der fünf Stickstoffatome eben. Liegen kovalente Bindungen zwischen den Stickstoffatomen der N_5 -Kette und koordinierten Metallatomen vor, so fügen sich diese stets gut in

Tab. VI. Ausgewählte interatomare Abstände und Winkel in $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$. Standardabweichungen in Klammern.

Abstände [pm]			
N3—C10	145,3(4)	C4—C7	150,9(3)
N3—N2	136,0(2)	C—C-Abstände im Tolyrling	
N2—N1	126,6(2)	138,6(3) bis 139,2(3)	
N1—C1	142,6(3)		
Winkel [°]			
N2'—N3—N2	112,1(2)	C—C—C-Winkel im Tolyrling	
C10—N3—N2	124,0(1)	118,2(2) bis 121,4(2)	
N3—N2—N1	111,1(2)		
N2—N1—C1	113,9(2)

Abb. 2. Die Struktur von $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$. Für die Darstellung der H-Atome wurden konstante verkleinerte Temperaturparameter von $1,0 \cdot 10^2 \text{ pm}^2$ gewählt.

die N_5 -Ausgleichsebene ein. Eine Ausnahme hiervon bilden nur $\text{Tl}(\text{tolN}_5\text{tol})$ [4] und $\text{Cs}(\text{tolN}_5\text{tol})$ [11] mit weitgehend ionischen Metall–Stickstoff-Bindungen. So liegt auch in $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ das Gold- und das Phosphoratom und in $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ das C-Atom der Methylgruppe in der Ausgleichsebene

durch die fünf Stickstoffatome. In $\text{PPh}_3\text{Au}(\text{tolN}_5\text{tol})$ bilden die Ebenen durch die Tolyllringe mit der zentralen N_5 -Ebene Torsionswinkel von 26,4 und 34,2° aus. In $\text{tolNN}(\text{NCH}_3)\text{NNtol}$ betragen diese Torsionswinkel nur jeweils 12,7° und verdeutlichen die weitgehende Planarität des Moleküls.

-
- [1] J. Beck und J. Strähle, *Angew. Chem.* **100**, 927 (1988).
[2] H. v. Pechmann und L. Frobenius, *Chem. Ber.* **27**, 899 (1894).
[3] R. Uson, P. Royo, A. Laguna und J. Garcia, *Rev. Acad. Cien. de Zaragoza* **23**, 67 (1973).
[4] J. Beck und J. Strähle, *Z. Naturforsch.* **41b**, 1381 (1986).
[5] Einkristalldiffraktometer CAD-4, Fa. ENRAF-NONIUS, Delft.
[6] Programmsystem „Structure Determination Package (SDP)“, B. A. Frenz und Fa. ENRAF-NONIUS.
[7] Einkristalldiffraktometer AED-2, Fa. SIEMENS und STOE.
[8] Programmsysteme SHELX-76 und SHELXS-86, G. M. Sheldrick, Göttingen.
[9] L. Pauling, *Die Natur der Chemischen Bindung*, Verlag Chemie, Weinheim (1968).
[10] R. Hoffmann, *Angew. Chem.* **94**, 725 (1982).
[11] R. Schmid, J. Beck und J. Strähle, *Z. Naturforsch.* **43b**, 529 (1988).