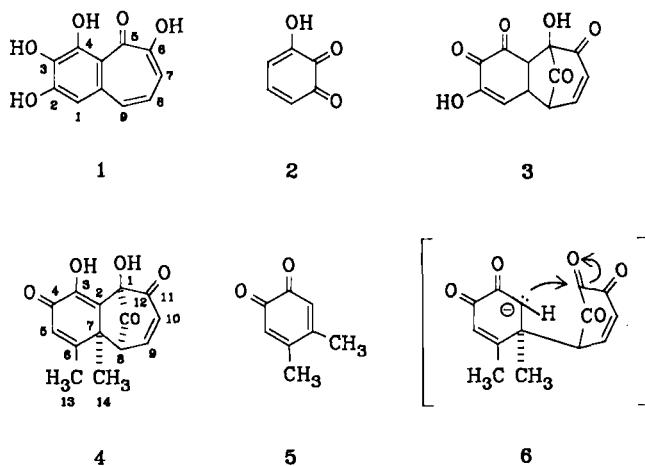


Wasser. Die Vorstellungen zum Reaktionsmechanismus haben weitgehend spekulativen Charakter. *Salfeld*^[1] und *Horner* et al.^[2] postulierten eine aus zwei Molekülen 3-Hydroxy-*o*-benzochinon **2** entstehende Zwischenstufe **3**, die bis jetzt nicht isoliert wurde. Ältere Untersuchungen^[3] ergaben, daß Pyrogallol mit den verschiedensten Oxidationsmitteln in Wasser 3-Hydroxy-*o*-benzochinon **2** bildet, das *in situ* mit sich selbst oder mit einem *o*-Chinon, das mindestens eine unsubstituierte Doppelbindung enthält, rasch zu Dihydroxybenzotropolonen vom Purpurogallintyp weiterreagiert^[2].



Wir konnten nun das Addukt **4** aus **2** und 4,5-Dimethyl-*o*-benzochinon **5** synthetisieren. **4** weist eine weitgehende Struktur analogie zur postulierten Zwischenstufe **3** auf und stützt somit die früher entwickelten Vorstellungen zum Ablauf der Purpurogallinbildung^[4]. Die Struktur von **4** wurde anhand der Spektren^[5] und durch eine Röntgen-Strukturanalyse bestimmt (Abb. 1). Die relativ kleine Standardabweichung der Bindungslängen und die Güte der Strukturbestimmung lassen den Schluß zu, daß die Bindung C07-C08 (1.568(2) Å) besonders labil ist und daß deren Öffnung zur Weiterreaktion führen könnte.

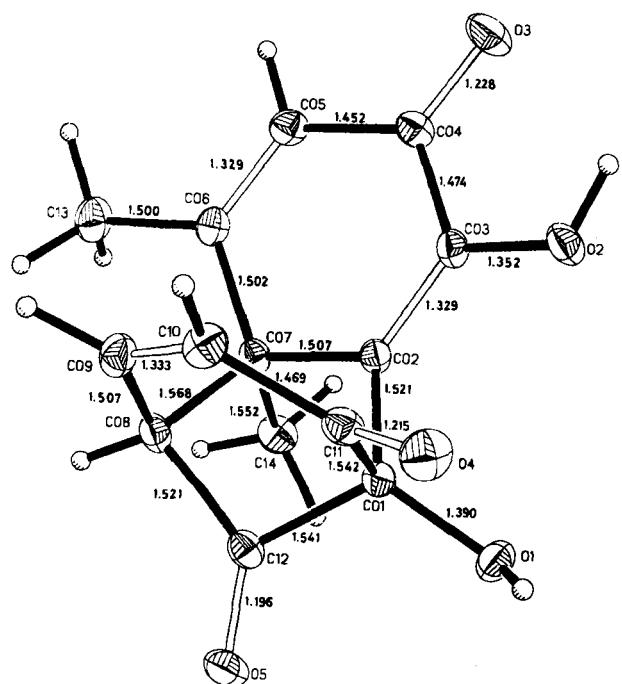


Abb. 1. Struktur des Moleküls 4 im Kristall mit thermischen Schwingungselipsoiden [6]. Bindungslängen in Å.

Wir nehmen an, daß die Bildung dieses ungewöhnlichen carbonylüberbrückten Siebenringsystems in mehreren Stufen abläuft. Zunächst wird Pyrogallol von 5 zum hochreaktiven 2 dehydriert, das eine vinyloge Carbonsäure ist. 5 und 2 haben in Wasser ähnliche Redoxpotentiale. Im nächsten Schritt lagert sich 2 als Anion im Sinne einer Michael-Addition an 5 zur Zwischenstufe 6 an, die durch nucleophilen Angriff des Carbanions auf die mittelständige Carbonylgruppe des 1,2,3-Tricarbonylsystems cyclisiert. Diese Carbonylgruppe hat durch die induktive Wirkung der nachbarständigen Carbonylgruppen den stärksten elektrophilen Charakter.

Arbeitsvorschrift

1,3-Dihydroxy-6,7-dimethyltricyclo[6.3.1.0^{2,7}]dodeca-2,5,9-trien-4,11,12-trion 4: 2.7 g (0.02 mol) 5 suspendiert man in 20 mL wasserfreiem Dioxan und tropft eine Lösung von 1.3 g (0.01 mol) Pyrogallol in 10 mL Dioxan langsam unter Umschütteln zu. 5 geht rasch in Lösung, und nach kurzem Stehen bei Raumtemperatur scheiden sich 2.4 g (92%) 4 in schwach gelben Kristallen aus. Man saugt ab und wäscht mit etwas Dioxan nach. Nach dem Umkristallisieren aus Essigester erhält man 2.1 g (81%) 4 vom Zers.-P. 165°C. - 4 gibt mit Eisen(III)-chlorid eine starke Enolreaktion. Mit Essigsäureanhydrid entsteht ein farbloses Diacetat vom Zers.-P. 214–216°C.

Eingegangen am 16. November 1984,
in veränderter Fassung am 15. Januar 1985 [Z 1075]

- [1] J. C. Salfeld, *Angew. Chem.* 69 (1957) 723.
 - [2] L. Horner, W. Dürckheimer, *Z. Naturforsch. B* 14 (1959) 743, 744.
 - [3] R. Willstätter, H. Heiss, *Justus Liebigs Ann. Chem.* 433 (1923) 17; J. A. Barltrop, J. S. Nicholson, *J. Chem. Soc. (London)* 1948, 116; P. L. Pauson, *Chem. Rev.* 55 (1955) 9.
 - [4] L. Horner, W. Dürckheimer, *Z. Naturforsch. B* 14 (1959) 742; L. Horner, K. H. Weber, W. Dürckheimer, *Chem. Ber.* 94 (1961) 2881; L. Horner, K. Dölling, E. Geyer, *Monatsh. Chem.* 98 (1967) 852 und frühere Mitteilungen.
 - [5] 4, IR (KBr): $\nu = 1780$ (C1=O), 1690 (C11=O), 1650 cm^{-1} (C4=O); UV (CH_3CN): $\lambda = 215$ ($\log \epsilon = 4.10$), 254 (3.89), 302 (3.28), 344 nm (3.15); $^1\text{H-NMR}$ (Me_2SO , Me_2Si): $\delta = 1.42$ (s, 3 H-14), 2.12 (d, 3 H-13), 3.7 (d, H-8), 6.08 (d, H-5), 6.22 (d, H-10), 6.62 (s, OH-1), 7.42, 7.45 (dd, H-9), 9.15 (OH-3).
 - [6] Programmsystem: G. M. Sheldrick: *SHELXTL, an Integrated System for Solving, Refining, and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data*, Universität Göttingen 1983. $a = 7.106(1)$, $b = 11.082(1)$, $c = 14.217(1)$ Å, $\beta = 92.49(1)^\circ$; $P_2/1/n$; $Z = 4$; $\rho_{\text{ber.}} = 1.417$ g/ cm^3 ; $\rho_{\text{gef.}} = 1.44$ g/ cm^3 ; R3-Diffraktometer (Nicolet): 2*g*-Scan; MoK_α : 2724 [$F > \sigma(F)$] von 3123 unabhängigen Reflexen ($\theta_{\text{max}} = 28^\circ$); $R_1 = 0.046$; $R_2 = 0.033$ [$w = 1/\sigma^2(F)$]; Standardabweichung der CC-Bindungslängen: 0.002 Å. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51240, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Isolierung und Struktur eines stabilen Moleküls mit Silicium-Kohlenstoff-Doppelbindung**

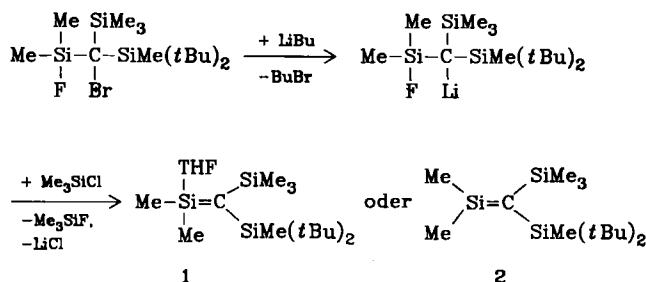
Von Nils Wiberg*, Gerhard Wagner und Gerhard Müller*

Das stabile Tetrahydrofuran(THF)-haltige Silaethen **1** entsteht in kristallisierbarer Form in THF^[1a]. Auf gleichem Wege bildet sich stabiles THF-freies **2** in Diethylether (ca. 60% Ausbeute). Es lässt sich jedoch aus den Reaktionslösungen nicht kristallin isolieren^[1b]. Seine Existenz folgt aus

[*] Prof. Dr. N. Wiberg, Dipl.-Chem. G. Wagner
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Meiserstraße 1, D-8000 München 2

Dr. G. Müller
Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Universität München
Lichtenbergstraße 4, D-8046 Garching

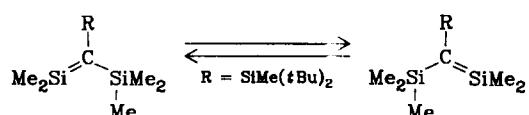
[**] Ungesättigte Siliciumverbindungen, 9. Mitteilung; Verbindungen des Siliciums, 60. Mitteilung. Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt. - 8. bzw. 59. Mitteilung: [1c].



charakteristischen Abfang-Reaktionen^[1b,c] sowie aus der Umwandelbarkeit von 2 in 1.



Es ist uns nun gelungen, 1 durch Entfernen von THF mit Benzol als Schlepper in kristallisierbares 2 umzuwandeln (siehe Arbeitsvorschrift). Das bei Raumtemperatur stabile Silaethen 2 (M^{\oplus} : m/z 300) bildet farblose Prismen, die sich bei 65°C im Laufe von Tagen zersetzen. Das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum (90 MHz, $\text{C}_6\text{D}_5\text{CD}_3$, 30°C : $\delta = 0.55$ (sehr breit, Me_2Si , Me_3Si , MeSi), 1.26 (schmal, $t\text{Bu}_2\text{Si}$) weist auf einen, auch im Falle des Silaethens $\text{Me}_2\text{Si}=\text{C}(\text{SiMe}_3)_2$ beobachteten^[1c], Methylaustausch^[12].



Die Röntgen-Strukturanalyse (Abb. 1)^[3] ergibt für 2 ein praktisch planares $\text{C}_2\text{Si}=\text{CSi}_2$ -Gerüst (Winkelsumme an $\text{Si}1$ und $\text{C}1$ jeweils 360.0° ^[4]). Die Verdrillung um die $\text{Si}=\text{C}$ -Doppelbindung beträgt lediglich 1.6° (Abb. 2). Die Abweichungen der Valenzwinkel der ungesättigten Zentren $\text{Si}1$ und $\text{C}1$ von den sp^2 -Standardwerten lassen sich zwanglos über den sterischen Druck der SiMe_3 - und insbesondere der $\text{SiMe}(t\text{Bu})_2$ -Gruppe an $\text{C}1$ deuten.

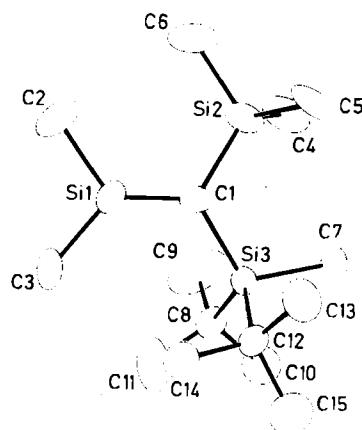


Abb. 1. Struktur von 2 im Kristall (ORTEP, Schwingungsellipsoide 50%). Wichtige Abstände [\AA] und Winkel [$^{\circ}$]: $\text{Si}1\text{-C}1$ 1.702(5), $\text{Si}1\text{-C}2$ 1.851(5), $\text{Si}1\text{-C}3$ 1.842(5), $\text{C}1\text{-Si}2$ 1.865(5), $\text{C}1\text{-Si}3$ 1.890(5); $\text{C}1\text{-Si}1\text{-C}2$ 127.0(3), $\text{C}1\text{-Si}1\text{-C}3$ 129.0(2), $\text{C}2\text{-Si}1\text{-C}3$ 104.0(3), $\text{Si}1\text{-C}1\text{-Si}2$ 119.5(3), $\text{Si}1\text{-C}1\text{-Si}3$ 122.8(3), $\text{Si}2\text{-C}1\text{-Si}3$ 117.7(2).

Die $\text{Si}=\text{C}$ -Bindungslänge, die Gegenstand erheblicher Kontroversen ist^[5a], beträgt in 2 1.702(5) \AA . Sie liegt damit überraschend gut im geforderten Bereich von 1.69–1.71 \AA ^[5] (ab-initio-Berechnungen). Gegenüber typischen $\text{Si}=\text{C}$ -Bin-

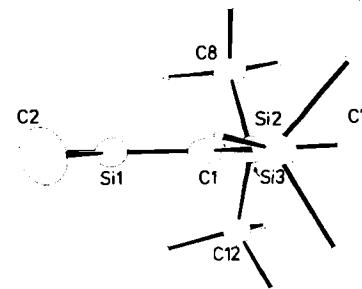


Abb. 2. Ansicht von 2 (Methylgruppen an $\text{Si}2$, $\text{C}8$, $\text{C}12$ mit willkürlichen Radien). Ebenenwinkel $\text{Si}1\text{C}1\text{C}2\text{C}3\text{-C}1\text{Si}2\text{Si}3 = 1.6^{\circ}$.

dungslängen (1.87 \AA) ist der gefundene $\text{Si}=\text{C}$ -Abstand um 0.17 \AA kürzer (Verkürzung $\text{C}-\text{C}=\text{C}=\text{C}$: 0.19 \AA). Die $\text{Si}=\text{C}$ -Bindung ist noch erheblich kürzer als die – um 14.6° verdrillte – $\text{Si}=\text{C}$ -Bindung im Silaenol-ether ($\text{Me}_3\text{Si}=\text{C}(\text{OSiMe}_3)(1\text{-Adamantyl})$), deren Länge 1.764(3) \AA beträgt^[6]. Ursache für die Länge und Verdrillung dieser Bindung soll die große Sperrigkeit der Substituenten sowie die hohe Elektronegativität der OSiMe_3 -Gruppe sein^[5,6]. Da das Silaethen 2 weniger raumerfüllende und keine besonders elektronegativen Substituenten enthält, kann die für 2 gefundene $\text{Si}=\text{C}$ -Bindungslänge als typisch für Silaethene $\text{R}_2\text{Si}=\text{CR}_2$ mit nicht zu sperrigen Substituenten $\text{R}=\text{H}$, Alkyl, Silyl gelten. Daß der $\text{Si}=\text{C}$ -Abstand in derartigen ungesättigten Systemen kürzer als im erwähnten Silaenolether sein sollte, wurde bereits durch die $\text{Si}=\text{C}$ -Bindungslänge von 1.747(5) \AA im THF-Addukt 1 angedeutet^[1a]. Die gefundene Geometrie der Silaethene ist der der Ethene sehr ähnlich; dies impliziert einen vergleichbaren Bindungszustand beider Systeme.

Arbeitsvorschrift

Man kondensiert im Hochvakuum das Benzol einer in einem Kolben A befindlichen Lösung aus 1.5 mmol kristallisiertem 1 (Herstellung nach [1a]) und 25 mL wasserfreiem Benzol in einen auf -78°C gekühlten Kolben B, der 10 mmol reines LiBu als THF-Fänger enthält. Nach Kühlung von A auf -78°C und Erwärmen von B auf Raumtemperatur wird das Benzol nach A zurückkondensiert. Man wiederholt den beschriebenen Vorgang 40 mal und kondensiert dann auf den benzolfreien Rückstand in A 1 mL wasserfreies Pentan. Die erhaltene Pentanlösung wird 2–3 d auf -90°C (Bildung von Kristallkeimen), dann auf -78°C gekühlt. Man gießt das Pentan von den gebildeten Kristallen ab und befreit sie von verbleibendem Lösungsmittel im Hochvakuum.

Eingegangen am 3. Dezember 1984 [Z 1096]

[1] a) N. Wiberg, G. Wagner, G. Müller, J. Riede, *J. Organomet. Chem.* 271 (1984) 381; b) N. Wiberg, G. Wagner, *Angew. Chem.* 95 (1983) 1027; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 22 (1983) 1005; c) N. Wiberg, *J. Organomet. Chem.* 273 (1984) 141.

[2] $^{13}\text{C-NMR}$ (-70°C , $\text{C}_6\text{D}_5\text{CD}_3$): $\delta = 30.11$ (CMe_3), 21.80 (CMe_3), 7.06 (SiMe_3), 5.85 ($\text{SiMe}(t\text{Bu})_2$), 10.81 und -2.10 ($\text{C}=\text{SiMe}_2$), 77.20 ($\text{C}=\text{Si}$). $^{29}\text{Si-NMR}$ (-70°C , $\text{C}_6\text{D}_5\text{CD}_3$): $\delta = -4.60$ (SiMe_3), 6.00 ($\text{SiMe}(t\text{Bu})_2$), 144.2 ($\text{Si}=\text{C}$). Die Spektren wurden in Zusammenarbeit mit Dr. B. Wrackmeyer angefertigt.

[3] Kristallstrukturdaten von 2: $\text{C}_{15}\text{H}_{36}\text{Si}_3$, $M^{\oplus} = 300.71$; $P_{2\text{1}2\text{1}}$, $a = 8.109(1)$, $b = 14.886(2)$, $c = 16.470(2)$ \AA , $V = 1988.10 \text{\AA}^3$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.005 \text{ g/cm}^3$ für $Z = 4$. 3378 gemessene Reflexe, davon 2928 unabhängig ($+h+k+1$ und Friedel-Reflexe) ($\sin \theta/\lambda)_{\text{max.}} = 0.572$, ω -Scan, $\Delta\omega = 1^{\circ}$, MoK_{α} , $\lambda = 0.71069 \text{\AA}$, $F(000) = 672$, $T = -35^{\circ}\text{C}$). Direkte Methoden (MULTAN 80); $R = 0.055$, $R_w = 0.053$ ($w = k/\sigma^2(F_0)$, $k = 1.8$ im letzten Cyclus) für 163 verfeinerte Parameter und 2447 Strukturfaktoren mit $F_0 > 4.0\sigma(F_0)$ (volle Matrix, Nicht-H-Atome anisotrop, H-Atome konstant, $\Delta\rho_{\text{max.}}$ (final) = $+0.45/-0.36 \text{ e}/\text{\AA}^3$, SHEXL 76). Die Verfeinerung der enantiomorphen Struktur ergab keine signifikanten Unterschiede. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51178, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

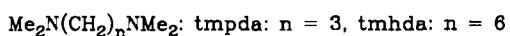
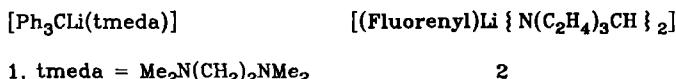
[4] Die relativ großen thermischen Parameter der Si1-ständigen Atome C2/C3 (Abb. 2) schließen eine geringe Pyramidalisierung an Si1 mit fehlge-

- ordnen Methylgruppen nicht aus oder deuten auf ein flaches Energienminimum der Si1-Gleichgewichts-Konfiguration.
- [5] a) H. F. Schaefer, *Acc. Chem. Res.* 15 (1982) 283, zit. Lit.; b) Y. Apeloig, M. Kurni, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1984, 768.
- [6] A. G. Brook, S. C. Nyburg, F. Abdesaken, B. Gutekunst, G. Gutekunst, R. K. M. R. Kallury, Y. C. Poon, Y.-M. Chang, W. Wong-Ng, *J. Am. Chem. Soc.* 104 (1982) 5667.

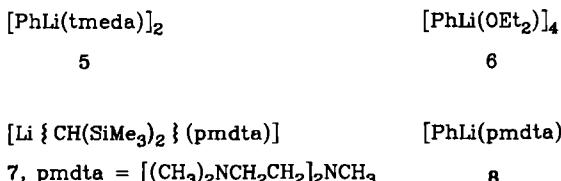
Pentamethyldiethylenetriamin(phenyl)lithium, eine monomere Organolithiumverbindung**

Von Uwe Schümann, Jürgen Kopf und Erwin Weiss*
Professor Günther Wilke zum 60. Geburtstag gewidmet

Organolithiumverbindungen treten normalerweise als Oligomere, bevorzugt mit den Assoziationsgraden 2, 4 und 6, auf^[1]. Sie liegen nur selten monomer vor, z.B. in den Verbindungen **1**^[2] oder **2**^[3], in denen die Assoziation durch sterisch anspruchsvolle organische Reste verhindert wird. Jedoch können auch Donor-Liganden die Struktur entscheidend beeinflussen, wie das Beispiel von Phenylethynyllithium eindrucksvoll zeigt. Hier wurden die Spezies **3**^[4] und **4**^[5] charakterisiert; die komplexierenden Diamine unterscheiden sich lediglich in ihrer Kettenlänge.



Auch Phenyllithium ist in dieser Hinsicht bemerkenswert. Im Kristall liegt es dimer als **5** vor^[6], in Ether gelöst ist es dimer^[7] oder tetramer^[8] und mit Ether im Kristall als **6** tetramer^[9]. Gemeinsames Merkmal vieler derartiger Strukturen ist die vierfache Koordination von Lithium. Bei Verwendung des dreizähnigen Liganden Pentamethyldiethylenetriamin (PMDTA) bleibt nur noch eine Koordinationsstelle für die Bindung des organischen Rests frei. Damit wird die Oligomerisation unterdrückt. Hierfür sind bereits einige Beispiele bekannt, z. B. **7**^[10].



Unsere Versuche, auf entsprechende Weise zu einem monomeren Phenyllithium zu gelangen, führten zum Erfolg. In Hexan/Pentan-Gemischen suspendiertes Phenyllithium ergibt bei Zugabe von PMDTA $[\text{PhLi}(\text{pmdta})]$ **8** (Abb. 1).

Das Li-Atom liegt nur 2 pm außerhalb der Ebene des Benzolrings mit nahezu identischen Winkeln Li-C1-C2

[*] Prof. Dr. E. Weiss, U. Schümann, J. Kopf
Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität
Martin-Luther-King-Platz 6, D-2000 Hamburg 13

[**] Über Metallalkyl- und -aryl-Verbindungen, 33. Mitteilung. Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie unterstützt. - 32. Mitteilung: B. Schubert, E. Weiss, *Chem. Ber.* 117 (1984) 366.

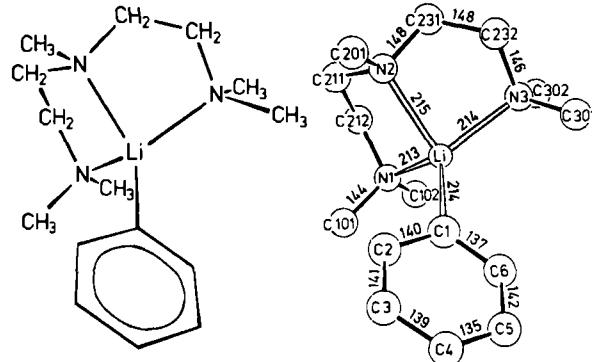


Abb. 1. Struktur von **8** im Kristall. Links: Strichzeichnung; rechts: ORTEP-Zeichnung mit Bindungslängen [pm]. $P2_1/n$, $a = 859.6(4)$, $b = 1583.2(10)$, $c = 1322.4(9)$ pm, $\beta = 92.72(5)^\circ$, $\rho_{\text{rec}} = 0.9509 \text{ g cm}^{-3}$, $Z = 4$; Mo $K\alpha$ -Strahlung, Strukturlösung mit Direktmethoden (SHELX), Verfeinerung bis $R = 0.072$ (ungewichtet) mit 746 Reflexen $||F|| > 4\sigma(F)$, gemessen bis $\theta = 20^\circ$, anisotrope Temperaturfaktoren, H nicht bestimmt, mit berechneten H-Lagen isotrop verfeinert. Wichtige Abstände ([pm], Mittelwerte): Li-C 213.5(16), C-C(Phenyl) 138.9, Li-N 214.0(15); Winkel [$^\circ$]: N1-Li-N2 87.1(6), N2-Li-N3 87.2(6), N1-Li-N3 115.4(7). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51118, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

und Li-C1-C6. Es ist damit streng monohapto an ein sp^2 -hybridisiertes C-Atom gebunden (Abstand 213.5 pm). Die Li-C-Abstände in **5** und **6** sind mit ca. 221 bzw. 230 pm deutlich länger. Diese Aufweitung ist für brückenständige Liganden charakteristisch.

Der Benzolring ist annähernd planar; das Sechseck ist jedoch deutlich verzerrt (Winkel an C1 113.1 statt 120°, dagegen an C2 und C6 mit 123.9 bzw. 125.1° deutlich aufgeweitet). Diese Deformationen sind gleichfalls charakteristisch für an Metall gebundene Phenylgruppen, z. B. in **5**, **6** oder $[\text{Ph}_2\text{Mg}(\text{tmeda})]$ ^[11].

Phenyllithium ist das bisher einzige Organolithiumsystem, bei dem drei Strukturen in Abhängigkeit von der Natur der Liganden gebildet werden.

Arbeitsvorschrift:

Sämtliche Operationen wurden unter Schutzgas mit trockenen Lösungsmitteln durchgeführt. Zu einer Suspension von 0.5 g (5.95 mmol) PhLi, hergestellt aus *n*BuLi und Iodbenzol, in 25 mL eines Hexan/Pentan-Gemisches (1:1) gibt man tropfenweise unter Röhren 0.83 g (1 mL, 4.79 mmol) über Kalium getrocknetes, frisch destilliertes PMDTA. Dabei klart sich die Suspension zunächst auf, trübt sich dann aber wieder stärker. Nach kurzen Stehen wird abfiltriert. Das Filtrat wird auf -30°C abgekühlt, wobei 0.25 g (20%) **8** ausfallen. Für **8** liegt eine korrekte Elementaranalyse vor. Für die Röntgen-Strukturanalyse geeignete Kristalle wurden durch sehr langsames Abkühlen einer gesättigten Lösung auf 8°C erhalten; die Kristalle wurden im Ar-Strom bei 20°C getrocknet. Sie sind außerordentlich lufempfindlich und neigen nach ihrer Isolierung bei PMDTA-Überschuss zum Zerfließen.

Eingegangen am 30. Oktober,
ergänzt am 7. Dezember 1984 [Z 1056]

- [1] J. L. Wardell in G. Wilkinson, F. G. A. Stone, E. W. Abel: *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Bd. 1, 1. Aufl., Pergamon Press, Oxford 1982, S. 64 ff.
- [2] J. J. Brooks, G. D. Stucky, *J. Am. Chem. Soc.* 94 (1972) 7333.
- [3] J. J. Brooks, W. Rhine, G. D. Stucky, *J. Am. Chem. Soc.* 94 (1972) 7339.
- [4] B. Schubert, E. Weiss, *Chem. Ber.* 116 (1983) 3212.
- [5] B. Schubert, E. Weiss, *Angew. Chem.* 95 (1983) 499; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 22 (1983) 496; *Angew. Chem. Suppl.* 1983, 703.
- [6] D. Thönnens, E. Weiss, *Chem. Ber.* 111 (1978) 3157.
- [7] P. West, R. Waack, *J. Am. Chem. Soc.* 89 (1967) 4395.
- [8] L. M. Jackman, L. M. Scarmoutzos, *J. Am. Chem. Soc.* 106 (1984) 4627.
- [9] H. Hope, P. P. Power, *J. Am. Chem. Soc.* 105 (1983) 5320.
- [10] M. F. Lappert, L. M. Engelhardt, C. L. Raston, A. H. White, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1982, 1323.
- [11] D. Thönnens, E. Weiss, *Chem. Ber.* 111 (1978) 3381.