

über hinaus auch hochregioselektiv. Die Trimethylsilylgruppe in **3** bevorzugt in Übereinstimmung mit mechanistischen Erwartungen^[3] die terminale Dien-Position (bei der Bildung von **3f** scheint ein starker elektronischer Effekt^[9] wirksam zu sein). Die Strukturzuordnungen von **3** basieren auf spektralen Daten^[6] und auf dem Vergleich mit Modellsystemen^[1, 2], einer Röntgenstrukturanalyse von **3e** (Abb. 1)^[10] sowie auf Derivatisierungen.

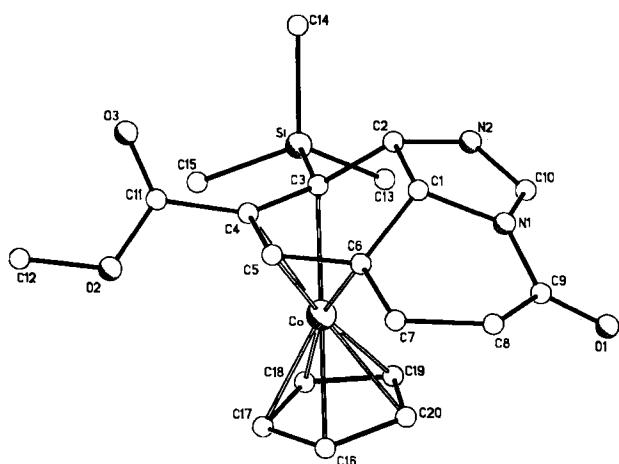
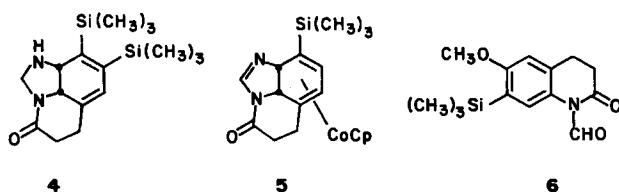


Abb. 1. Struktur von **3e** im Kristall [10]. Wichtige Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: Co-C3 2.058(2), Co-C4 1.967(2), Co-C5 1.981(3), Co-C6 2.067(3), C2-C1-C6 113.8(2), C1-C2-C3 111.1(2), C2-C3-C4 116.1(2), C3-C4-C5 116.3(2), C4-C5-C6 115.9(2), C1-C6-C5 118.9(2).

Die Komplexe **3** (und auch **5**, siehe unten) können mit Ausnahme von **3d**(anti) in hoher Ausbeute entmetalliert werden (CuCl_2 , DME, H_2O , 0°C)^[6]. Im Gegensatz zum analogen, von Indol abgeleiteten Komplex^[1], aber in Übereinstimmung mit dem verwandten Pyrrol-System^[2], führt die Rekomplexierung des freien, von **3a**(anti) stammenden Liganden ausschließlich zur Bildung des ursprünglichen Komplexes. Während die funktionelle Anordnung in **3a**(anti) überraschend inert gegen NaBH_4 und sogar LiAlH_4 ist, führt die Umsetzung mit NaBH_4 (2 Äquiv.) in DME und die anschließende Addition von CuCl_2 (4 Äquiv.)^[11] in Wasser zu der stabilen Verbindung **4** (72%)^[6]. Eine selektive Protodesilylierung von **3a**(anti) zu **5** (und auch die von **3f**(anti) zum analogen Komplex) ist möglich



($n\text{Bu}_4\text{NF}$, THF, 2 h, 25°C , 91% **5**, $\text{Fp} = 134^\circ\text{C}$). Dieses Ergebnis ist im Hinblick auf die große Zahl verwandter bis-trimethylsilylierter Dienkomplexe, die mit dieser Methode zugänglich sind, besonders wichtig^[1-3]. Abschließend wurde das Methoxyderivat **3d**(anti) in das Chinolon **6** überführt (ca. 60%)^[6]. Die Reaktion verläuft über die Stufen Entmetallierung, Aromatisierung und Imin-Hydrolyse, während der das ursprüngliche Imidazol-Hilfsreagens zerstört wird, so daß ein Heterocyclus zurückbleibt, der komplett im Cobalt-vermittelten Schritt gebildet wird. Die Annahme dieses Mechanismus wird durch die Isolierung der Imin-Vorstufe (6%) von **6** gestützt.

Ein eingegangen am 3. Juni 1987 [Z 2280]

- [1] D. B. Grotjahn, K. P. C. Vollhardt, *J. Am. Chem. Soc.* **108** (1986) 2091.
- [2] G. S. Sheppard, K. P. C. Vollhardt, *J. Org. Chem.* **51** (1986) 5496.
- [3] K. P. C. Vollhardt, *Angew. Chem.* **96** (1984) 525; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **23** (1984) 539.
- [4] J. S. Glasby: *Encyclopedia of the Alkaloids*, Vol. 1-4, Plenum Press, New York 1979, 1982, 1983; D. Lednicer, L. Mitscher: *The Organic Chemistry of Drug Synthesis*, Vol. 1-3, Wiley-Interscience, New York 1977, 1980, 1984.
- [5] M. R. Grimmett, *Adv. Heterocycl. Chem.* **12** (1970) 103; **27** (1980) 241; M. P. Sammes, A. R. Katritzky, *ibid.* **35** (1984) 375, 413.
- [6] Alle neuen Verbindungen gaben korrekte Elementaranalysen und/oder hochauflöste massenspektroskopische Daten. Ausgewählte spektrale Daten: **3a**(anti): rote Kristalle, $\text{Fp} = 170$ – 173°C ; IR (CHCl_3): $\tilde{\nu} = 2990$, 2980, 2900, 2850, 1730, 1670, 1612, 1450, 1390, 1245, 855, 835 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, CDCl_3): $\delta = 7.86$ (d, $J = 1.6$ Hz, 1 H), 4.98 (s, 1 H), 4.74 (s, 5 H), 3.14 (dd, $J = 7.7$, 1.6 Hz, 1 H), 2.91 (d, $J = 7.7$ Hz, 1 H), 2.59 (m, 2 H), 1.97 (m, 1 H), 1.70 (m, 1 H), 0.37 (s, 9 H), 0.29 (s, 9 H); $^{13}\text{C-NMR}$ (75 MHz, CDCl_3): $\delta = 169.1$, 145.3, 84.22, 81.22, 80.71, 74.27, 66.83, 63.80, 59.17, 30.75, 29.42, 3.26, 2.90; MS (70 eV): m/z 442 (M^+ , 100), 73 (39). – Demetalliertes **3a**: farblose Kristalle, $\text{Fp} = 110^\circ\text{C}$; IR (CHCl_3): $\tilde{\nu} = 3000$, 2960, 2930, 2860, 1685, 1622, 1380, 1340, 1270, 1253, 865, 842 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, CDCl_3): $\delta = 7.77$ (d, $J = 3$ Hz, 1 H), 5.97 (t, $J = 1.1$ Hz, 1 H), 5.18 (dd, $J = 14$, 3 Hz, 1 H), 4.52 (dd, $J = 14$, 0.8 Hz, 1 H), 2.8–2.4 (m, 4 H), 0.30 (s, 9 H), 0.21 (s, 9 H); $^{13}\text{C-NMR}$ (75 MHz, CDCl_3): $\delta = 169.0$, 144.5, 143.2, 142.7, 126.2, 122.5, 70.60, 52.48, 31.83, 25.62, 1.95, 1.34; MS (70 eV): m/z 318 (M^+ , 30), 317 (90), 73 (100). – **4**: farbloses Öl, IR (CHCl_3): $\tilde{\nu} = 3400$, 3000, 2960, 2930, 2860, 1650, 1450, 1420, 1252, 990, 870, 845 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, CDCl_3): $\delta = 5.92$ (d, $J = 1.4$ Hz, 1 H), 4.72 (d, $J = 10.1$ Hz, 1 H), 3.98 (dd, $J = 9.5$, 1.4 Hz, 1 H), 3.81 (d, $J = 9.5$ Hz, 1 H), 3.66 (d, $J = 10.1$ Hz, 1 H), 2.8–2.4 (m, 4 H), 0.26 (s, 9 H), 0.21 (s, 9 H); MS (70 eV): m/z 320 (M^+ , 100). – **6**: farblose Kristalle, $\text{Fp} = 106^\circ\text{C}$; IR (CHCl_3): $\tilde{\nu} = 3030$, 3010, 2960, 2900, 2850, 1733, 1710, 1605, 1490, 1465, 1410, 1390, 1330, 1312, 1295, 1250, 1235, 1170, 1105, 1065, 950, 850 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, CDCl_3): $\delta = 9.67$ (s, 1 H), 7.83 (s, 1 H), 6.65 (s, 1 H), 3.79 (s, 3 H), 2.95–2.85 (m, 2 H), 2.77–2.68 (m, 2 H), 0.25 (s, 9 H); $^{13}\text{C-NMR}$ (75 MHz, CDCl_3): $\delta = 174.4$, 161.9, 160.6, 131.4, 128.6, 126.8, 112.6, 108.7, 55.33, 33.55, 25.46, –1.09; MS (70 eV): m/z 277 (M^+ , 24), 249 (94), 204 (100).

- [7] G. Eglington, M. C. Whiting, *J. Chem. Soc.* **1953**, 3052; B. C. Holland, N. W. Gilman, *Synth. Commun.* **4** (1974) 203; H. A. Staab, *Angew. Chem.* **74** (1962) 407; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1** (1962) 351.
- [8] Alkylierung von Imidazol mit 5-Iodpentin (G. Büchi, H. Wüest, *J. Org. Chem.* **44** (1979) 546) mit NaH , Dimethoxyethan, 25°C , 2 h.
- [9] Siehe: Y. Wakatsuki, S. Miya, H. Yamazaki, S. Ikuta, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1986**, 1201.
- [10] Monoklin, $P2_1/c$, $a = 17.662(3)$, $b = 8.434(2)$, $c = 13.980(2)$ Å, $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 109.00(1)^\circ$, $V = 1968.9(6)$ Å 3 , $Z = 4$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.445$ g cm^{-3} , $\mu = 9.50$ cm^{-1} ; $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung (Graphitmonochromator); Scannbereich $3^\circ \leq 2\theta \leq 55^\circ$; 4513 unabhängige Reflexe, 3835 beobachtet ($F_0 \geq 3.5 \sigma(F_0)$), $R = 0.041$, $R_w = 0.044$. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52700, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [11] T. Satoh, K. Nanba, S. Suzuki, *Chem. Pharm. Bull.* **19** (1971) 817; J. A. Cowan, *Tetrahedron Lett.* **27** (1986) 1205; J. O. Osby, S. W. Heinzman, B. Ganem, *J. Am. Chem. Soc.* **108** (1986) 67.

2,6-Diaza-s-indacene**

Von **Fritz Closs, Rudolf Gompper*, Ulrich Nagel und Hans-Ulrich Wagner**

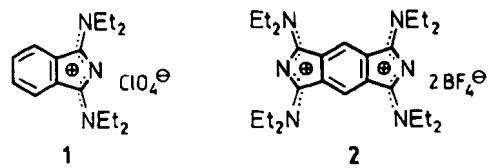
Donor- und Acceptor-Reste in Cyclopolyolefinen verkleinern in der Regel den HOMO-LUMO-Abstand in $(4n+2)\pi$ -Systemen und vergrößern ihn in $(4n)\pi$ -Systemen. Das ermöglicht die Synthese stabiler $(4n)\pi$ -Elektronensysteme; Beispiele sind 2,4-Bis(diethylamino)cyclobutadien-1,3-dicarbonsäurediethylester^[1], 1,3-Bis(dimethylamino)(2-aza)pentalene^[2,3], donor-acceptor-substituierte Cyclopoly-

[*] Prof. Dr. R. Gompper, Dipl.-Chem. F. Closs, Dr. H.-U. Wagner
Institut für Organische Chemie der Universität
Karlsruhe 23, D-8000 München 2

Dr. U. Nagel
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Meiserstraße 1, D-8000 München 2

[**] Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert.

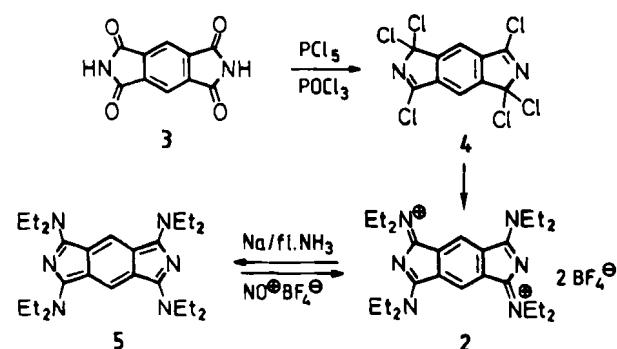
tadienyliumsalze^[4-5] und Azacyclopentadienyliumsalze^[6-8]. Die Angliederung von Benzolringen an Cyclopentadienyliumsalze bewirkt zwar eine Abschwächung antiaromatischer Einflüsse^[9], doch zeigen die NMR- und MO-Daten des 1,3-Bis(diethylamino)isoindolium-perchlorats 1, daß ein Teil der positiven Ladung im Sinne eines 8π -Elektronensystems in den Benzolring delokalisiert ist. Es stellt sich daher die Frage, wie sich die Anellierung eines positiv geladenen Ringelements an 1, wie sie z. B. in 2 gegeben ist, auswirken würde. 2 ist im Gegensatz zu 1 ein 10π -Elektro-



nensystem. Seine Reduktion müßte letztlich zu einem 1,3,5,7-Tetrakis(diethylamino)-2,6-diaza-s-indacen 5 führen, einem Beispiel für die bislang unbekannte Verbindungsklasse der Diaza-s-indacene. Die Dewar-Resonanzenergien ($E_{\text{Ring}}^{\pi} - E_{\text{offenkettig}}^{\pi}$ [HMO]) von *s*-Indacen (1.639 β), 2,6-Diaza-s-indacen (1.738 β), 1,3,5,7-Tetraamino-s-indacen (1.700 β) und 1,3,5,7-Tetraamino-2,6-diaza-s-indacen (1.756 β) weisen *s*-Indacen als aromatische Systeme aus und dokumentieren einen Aromatizitätszuwachs bei 5 durch den Donor-Acceptor-Effekt. 5 hat ein sehr hochliegendes HOMO (nach HMO: 0.141 β) und sollte somit ein starkes Reduktionsmittel sein.

Die Annäherung der Eigenschaften donor-acceptor-substituierter antiaromatischer Systeme an die von Arenen bedingt unter anderem auch eine Verminderung oder völlige Aufhebung der den Antiarenen eigenen Tendenz zur Doppelbindungslokalisierung. Hinweise auf diesen Effekt liefern 2,4-Bis(diethylamino)cyclobutadien-1,3-dicarbonsäure-diethylester^[10] und die von *Hafner* et al. synthetisierten 4,8-Bis(dimethylamino)- und 1,3,5,7-Tetra-*tert*-butyl-s-indacen^[11,12]. Auch bei 1,3,5,7-Tetradonor-2,6-diacceptor-substituierten *s*-Indacenen zeigen die MNDO-Bildungswärmen, daß keine Tendenz zur Doppelbindungslokalisierung mehr besteht. In die gleiche Richtung weisen die nach *Binsch* und *Heilbronner*^[13,14] ermittelten Doppelbindungslokalisierungs-Parameter „ λ_{max} “: *s*-Indacen (1.57^[13]), 2,6-Diaza-s-indacen (1.36), 1,3,5,7-Tetraamino-s-indacen (1.18), 1,3,5,7-Tetraamino-2,6-diaza-s-indacen (1.22).

Die von uns früher gefundene Synthese von 1^[6] aus 1,1,3-Trichlor-1*H*-isoindol eröffnet einen Weg zu 2 und 5. Wie Phthalimid in Trichlorisoindol^[15] läßt sich Pyromellitsäureimid 3 durch Erhitzen mit $\text{PCl}_5/\text{POCl}_3$ in 1,1,3,5,5,7-Hexachlor-2,6-diaza-1,5-dihydroindacen 4 (oder in das 1,1,3,5,7,7-Isomer) umwandeln (Ausbeute an Rohprodukt praktisch quantitativ). 4 reagiert mit Diethyl(trimethylsilyl)-

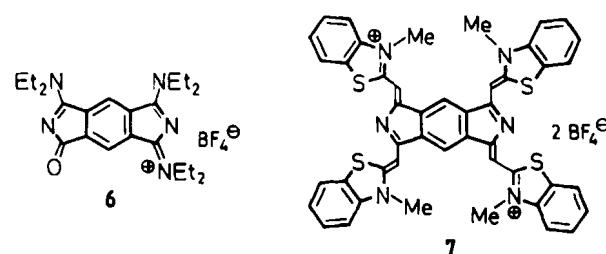


ylamin in THF zu einem blauen Produktgemisch, aus dem nach Versetzen mit Natriumtetrafluoroborat/Acetonitril, Abdestillieren des Acetonitrils, Zugabe von kaltem Wasser und Extraktion der wäßrigen Phase mit Dichlormethan das gelbe Salz 2 (siehe Tabelle 1) in 31% Ausbeute abgetrennt werden kann. Obwohl man erwarten könnte, daß sich 2 als 10π -Elektronensystem unterscheidet, erkennt man zumindest im Elektronenspektrum keinen signifikanten Unterschied ($\lambda_{\text{max}}(\text{CHCl}_3)$: 1: 375 nm, 2: 440 nm; λ_{max} berechnet nach PPP: 1: 385 nm; 2: 415 nm), und auch die Lage des Signals von H-4 und H-8 im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von 2 ($\delta = 8.05$) unterscheidet sich kaum von der Lage des Signals von H-4 bis H-7 in 1 ($\delta = 7.96$). Die Wechselwirkung der beiden Azavinamidiniumeinheiten in 2 scheint demnach nur relativ schwach zu sein.

Tabelle 1. Ausgewählte Daten der Verbindungen 2 und 5-11.

2: $\text{Fp} = 276^\circ\text{C}$; UV/VIS (CH_2Cl_2): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 260$ nm (4.66), 269 (4.66), 326 (4.20), 352 (4.13), 420 (3.99), 434 (3.99), 440 (3.99); $^1\text{H-NMR}$ (80 MHz, CD_3CN): $\delta = 1.45$ (t; 12 H, CH_2CH_3), 1.52 (t; 12 H, CH_2CH_3), 4.00 (q; 8 H, CH_2CH_3), 4.10 (q; 8 H, CH_2CH_3), 8.05 (s; 2 H, H-4, H-8)
5: Violette Stäbchen mit grüngoldenem Oberflächenglanz, Zers. $> 120^\circ\text{C}$; UV/VIS (Hexan): $\lambda_{\text{max}} = 223$ nm, 260, 296, 306, 327, 343, 395, 609; (Benzol): $\lambda_{\text{max}} = 313$ nm, 334, 376, 614; berechnet nach PPP: $\lambda_{\text{max}} = 233$ nm, 249, 293, 596; $^1\text{H-NMR}$ (360 MHz; $[\text{D}_6]\text{THF}$): $\delta = 1.00$ (t; 24 H, CH_2CH_3), 2.55 (q; 16 H, CH_2CH_3), 7.66 (s; 2 H, H-4, H-8)
6: $\text{Fp} > 350^\circ\text{C}$; UV/VIS (CH_3CN): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 337$ nm (4.37), 627 (4.16)
7: $\text{Fp} > 350^\circ\text{C}$; UV/VIS (DMF): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 314$ nm (4.62), 356 (4.52), 440 (sh), 464 (4.50), 497 (4.57), 610 (sh), 650 (4.64)
8: $\text{Fp} 295^\circ\text{C}$; UV/VIS (CHCl_3): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 320$ nm (4.62), 350 (sh), 375 (4.07), 390 (sh), 395 (4.09), 460 (sh), 484 (4.37), 506 (4.25), 518 (4.28)
9: $\text{Fp} > 350^\circ\text{C}$; UV/VIS (CH_3CN): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 333$ nm (4.38), 361 (4.25), 400 (sh), 484 (4.10), 507 (4.10), 545 (4.01)
10: $\text{Fp} > 350^\circ\text{C}$; UV/VIS (DMF): $\lambda_{\text{max}}(\log \epsilon) = 347$ nm (sh), 362 (4.76), 394 (4.50), 419 (4.39), 520 (4.51), 543 (4.50)
11: $\text{Fp} = 293^\circ\text{C}$; $\lambda_{\text{max}}(\text{DMF}) = 290$ nm, 310, 364, 395, 419, 490, 520, 540, 800, 880 (kursiv gedruckte Banden treten zusätzlich zu den Banden bei 2 und 10 auf)

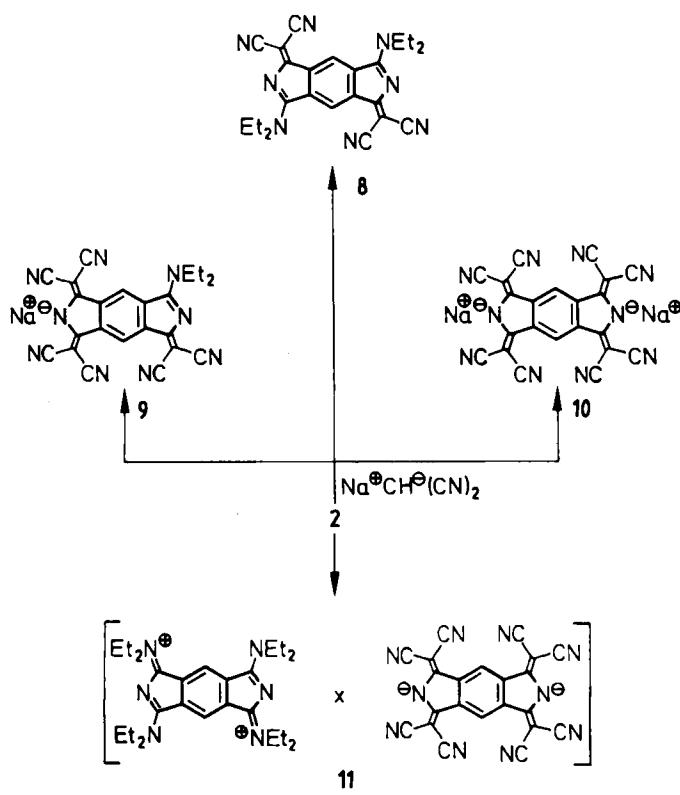
Neben 2 entstehen aus 4 eine Reihe farbiger Nebenprodukte. Durch Chromatographie an Silicagel (Laufmittel $\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$ 9:1) läßt sich die violette Verbindung 6 (siehe Tabelle 1) in 3-5% Ausbeute abtrennen.



Statt mit *tertiären* Aminen kann 4 auch mit Enaminen umgesetzt werden. Verwendet man z. B. 2,3-Dimethylbenzothiazolium-tetrafluoroborat als Enaminvorläufer, so resultiert der dunkelgrüne Cyaninfarbstoff 7 (siehe Tabelle 1). Die beiden Chromophore dieser Verbindung sind wie bei 2 nur schwach gekoppelt. Zum Vergleich: Der aus Aminoimino-1*H*-isoindol und einem 2,3-Dimethylbenzothiazoliumsalz hergestellte Cyaninfarbstoff^[16] absorbiert um nur 25 nm kürzerwellig ($\lambda_{\text{max}} = 625$ nm) als 7, was etwas weniger ist als der entsprechende Unterschied zwischen 2 und 1.

Auch 2 kann für Umsetzungen mit Nucleophilen genutzt werden. Beispielsweise gelangt man mit Natriumma-

Iononitril je nach den gewählten Mengenverhältnissen zu **8**, **9** oder **10** (siehe Tabelle 1). **10** ist als Dianionsalz das elektronische Pendant zum Dikationsalz **2**. Vereinigt man die wäßrigen Lösungen von **2** und **10**, so resultiert in 89% Ausbeute die rote Verbindung **11** (siehe Tabelle 1), die



überwiegend als Dikation-Dianion-Salz vorliegt. **11** enthält jedoch auch aus **2** unter dem Einfluß von **10** entstandene Radikalkation-Anteile, wie sich aus dem UV/VIS-Spektrum entnehmen läßt. Die Banden bei 800 und 880 nm tauchen nämlich auch auf (in THF dann bei 795 und 875 nm), wenn man äquimolare Mengen von **2** und **5** in THF miteinander vereinigt.

Das Cyclovoltammogramm von **2** zeigt zwei reversible Einelektronenübergänge bei -0.10 und -0.56 V (THF, 0.1 M Tetrabutylammonium-hexafluorophosphat, Goldelektrode gegen Ag/Ag^+). Isoliert werden konnte bis jetzt

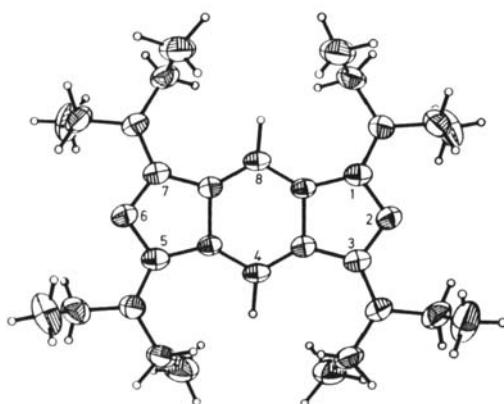
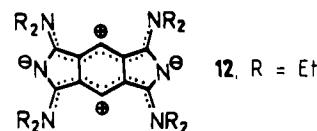


Abb. 1. Struktur von **5** im Kristall bei 0°C; Bindungslängen (in pm, Standardabweichungen: 0.5 pm [17]) [MNDO-Resultate]: C1-N2 136.0 [137.9], N2-C3 135.8 [137.9], C3-C3a 142.5 [144.0], C3a-C4 138.8 [139.8], C8-C8a 139.2 [139.8], C3a-C8a 147.2 [148.7], C1-NEt₂ 136.4 [136.6], C3-NEt₂ 136.6 [136.6].

bei der Reduktion von **2** nur das Diaza-*s*-indacen **5**. Durch Umsetzung von **2** in flüssigem Ammoniak mit Natrium im Molverhältnis 1:2 erhält man einen violetten Festkörper, aus dem sich **5** mit *n*-Pentan unter Argon extrahieren läßt (Ausbeute 47%). Die Röntgenstrukturanalyse (Abb. 1; Messung bei 0°C) weist **5** als planares Molekül (abgesehen von den Methylgruppen) mit annähernder D_{2h} -Symmetrie aus.

Die gefundenen Bindungslängen stimmen mit den MNDO-Resultaten für 1,3,5,7-Tetraamino-2,6-diaza-*s*-indacen und auch mit den beim 1,3,5,7-Tetra-*tert*-butyl-*s*-indacen gefundenen Bindungslängen weitgehend^[12, 13] überein. Die dipolare Grenzstruktur **12** veranschaulicht den Bindungszustand in **5**. Allerdings können erst weitere Untersuchungen klären, ob **5** eine delokalisierte Struktur hat oder ob eine sehr schnelle Valenzisomerisierung zwischen zwei lokalisierten Strukturen stattfindet.



Als elektronenreiches π -Elektronensystem ist **5** ein starkes Reduktionsmittel und selbst in Kristallform lufotempfindlich. Lösungen in Hexan oder THF weisen Radikalspuren auf (ESR-Signal). Ein Radikalkationsalz konnte noch nicht isoliert werden. Mit Nitrosyltetrafluoroborat läßt sich **5** in guter Ausbeute zu **2** oxidieren. **5** und **2** zeigen übereinstimmende Cyclovoltammogramme.

Eingegangen am 11. Mai 1987 [Z 2232]

- [1] R. Gompper, G. Seybold, *Angew. Chem.* 80 (1968) 804; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 7 (1968) 824.
- [2] H. J. Gais, K. Hafner, *Tetrahedron Lett.* 1974, 771.
- [3] K. Hafner, F. Schmidt, *Angew. Chem.* 85 (1973) 450; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 12 (1973) 418.
- [4] R. Gompper, H. Glöckner, *Angew. Chem.* 96 (1984) 48; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 53.
- [5] R. Gompper, T. Geßner, *Angew. Chem.* 97 (1985) 996; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 982.
- [6] R. Gompper, K. Bichlmayer, *Angew. Chem.* 91 (1979) 170; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 18 (1979) 156.
- [7] R. Gompper, M. Junius, *Tetrahedron Lett.* 21 (1980) 2883.
- [8] R. Gompper, R. Guggenberger, R. Zentgraf, *Angew. Chem.* 97 (1985) 998; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 984.
- [9] E. C. Friedrich, T. M. Tam, *J. Org. Chem.* 47 (1982) 315; E. C. Friedrich, G. De Lucca, *ibid.* 48 (1983) 4563.
- [10] R. Gompper, J. Kröner, G. Seybold, H.-U. Wagner, *Tetrahedron* 32 (1976) 629.
- [11] K. Hafner, *Pure Appl. Chem.* 54 (1982) 939.
- [12] K. Hafner, B. Stowasser, H. P. Krimmer, S. Fischer, M. C. Böhm, H. J. Lindner, *Angew. Chem.* 98 (1986) 646; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 25 (1986) 630.
- [13] G. Binsch, E. Heilbronner, *Tetrahedron* 24 (1968) 1215.
- [14] E. Heilbronner, Z.-z. Yang, *Angew. Chem.* 99 (1987) 369; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 360.
- [15] H. Vollmann, F. Baumann, B. Bienert, US-Pat. 2701252 (1955), Bayer AG; *Chem. Abstr.* 49 (1955) P10374b.
- [16] G. E. Fecken, J. D. Kendall, *Chimia* 15 (1961) 110.
- [17] **5**: Monoklin, Raumgruppe $C2/c$, $Z=4$, $a=2703(2)$, $b=1102.7(6)$, $c=918.3(5)$ pm, $\beta=106.31(4)$ °, $V=2.627 \times 10^9$ pm³, $\rho_{\text{rel.}}=1.109$ g cm⁻³; $4^\circ < 2\theta < 50^\circ$ (Mo $\text{K}\alpha$, $\lambda=71.07$), 1284 unabhängige Reflexe, Lorentz- und Polarisationskorrektur. Moleküle auf kristallographischen Inversionszentren, Lage der Wasserstoffatome nach idealer Geometrie berechnet und optimiert, anisotrope Verfeinerung der Kohlenstoff- und Stickstoffatome, $R=0.0662$, $R_w=0.0607$. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52575, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.