

tramethylethendiamin)lithium]naphthalin- und -anthracen-Salzen (J. I. Brooks, W. Rhine, G. D. Stucky, *J. Am. Chem. Soc.* 94 (1972) 7346; W. E. Rhine, J. Davis, G. D. Stucky, *ibid.* 97 (1975) 2079). Die $\text{Li}^{\oplus}\text{-C}_6\text{-Kontakt}$ -abstände liegen zwischen 228 und 266 pm; in der beidseitigen Sandwichstruktur sind die Sechsringebenen nur 386 pm voneinander entfernt. Im hier vorgestellten Dinatrium-Salz (Abb. 1 B) betragen die Abstände $\text{Na}^{\oplus}\text{-C}_6$ 265 bis 305 pm und die zwischen den beiden nächstbenachbarten Phenylringen der Konaktionen-Untereinheit etwa 470 pm.

- [13] a) H. Bock, B. Hierholzer, P. Schmalz, *Angew. Chem.* 99 (1987) 811; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 791; b) H. Bock, P. Dieckmann, H.-F. Herrmann, *Z. Naturforsch. B46* (1991) 326; c) H. Bock, H.-F. Herrmann, *J. Nouv. Chim.*, im Druck. Vgl. auch die Dissertationen von P. Hänel, B. Hierholzer, H.-F. Herrmann, R. Baur (Universität Frankfurt am Main 1987, 1988, 1989 bzw. 1990).
- [14] Alle quantenchemischen Berechnungen sind mit dem MNDO-Programm SCAMP unter Verwendung der in [3e] beschriebenen Parameter durchgeführt worden. Für das Dinatrium-tetraphenylbutan-1,4-diid wird von der experimentell ermittelten Struktur ausgegangen und zur Rechenzeitverkürzung jede Ether-Ethylgruppe durch H ersetzt. Die Energiehyperflächenberechnungen zu anionischen Ethen-Dimerisierungen erfolgen jeweils mit allen Konfigurationen aus den sechs inneren, teils besetzten Molekülorbitalen. Als Reaktionskoordinate wird der Abstand $\text{C}\cdots\text{C}$ zwischen den C-Verknüpfungszentren gewählt und jeweils punktweise vollständig geometrieoptimiert.
- [15] H. Bock, C. Näther, K. Ruppert, Z. Havlas, unveröffentlicht.

SiI_2 , ein neues dreiatomiges Molekül mit relativistischem Touch**

Von Hans Bock,* Matthias Kremer, Michael Dolg* und Heinz-Werner Preuß

Don Weyenberg zum 60. Geburtstag gewidmet

Aus den 13 wichtigsten Nichtmetallelementen (H, B, C, Si, N, P, O, S, F, Cl, Br, I, Xe) lassen sich 1638 dreiatomige Moleküle, davon 1183 lineare und 455 cyclische Konstitutionsisomere, entwerfen. Diese sind bis auf wenige – darunter die Titelverbindung – bereits bekannt, so auch die restlichen, auf verschiedenen Wegen zugänglichen Dihalogensilyldiyle („Silylene“) [1] (Abb. 1).

Das He(I)-Photoelektronen(PE)-Spektrum von SiBr_2 [1g], welches einen Winkel BrSiBr von 103° und SiBr -Bindungslängen von 224 pm aufweist [1f], soll hier einleitend und ohne Berücksichtigung der bei SiI_2 möglicherweise nicht mehr vernachlässigbaren relativistischen Effekt diskutiert werden. Eine nützliche Daumenregel [3] läßt für die insgesamt zwölf $3p_{\text{Si}}$ - und $4p_{\text{Br}}$ -Valenzelektronen sechs energetisch niedrig liegende Radikalkationzustände erwarten; die zusätzliche Bande bei 15.3 eV entstammt daher bereits einer $3s_{\text{Si}}$ -Ionisierung (Abb. 1 unten: $2a_1$). Wie die MNDO-Diagramme (Abb. 1 unten) verdeutlichen, resultiert folgende plausible Zuordnung: Der M^{\oplus} -Grundzustand $\tilde{X}(^2A_1)$ entsteht durch Elektronenausstoß aus dem Silicium-Elektronenpaar (Abb. 1: $4a_1$); es folgen vier n_{Br} -Bromelekttronenpaar- (Abb. 1: $3b_2$, $1a_2$, $1b_1$ und $3a_1$) sowie zwei σ_{SiBr} -Ionisierungen (Abb. 1: $2b_2$ und $2a_1$), letztere mit dominantem $3s_{\text{Si}}$ -Anteil. Beim PE-spektroskopischen Vergleich von SiF_2 , SiCl_2 und SiBr_2

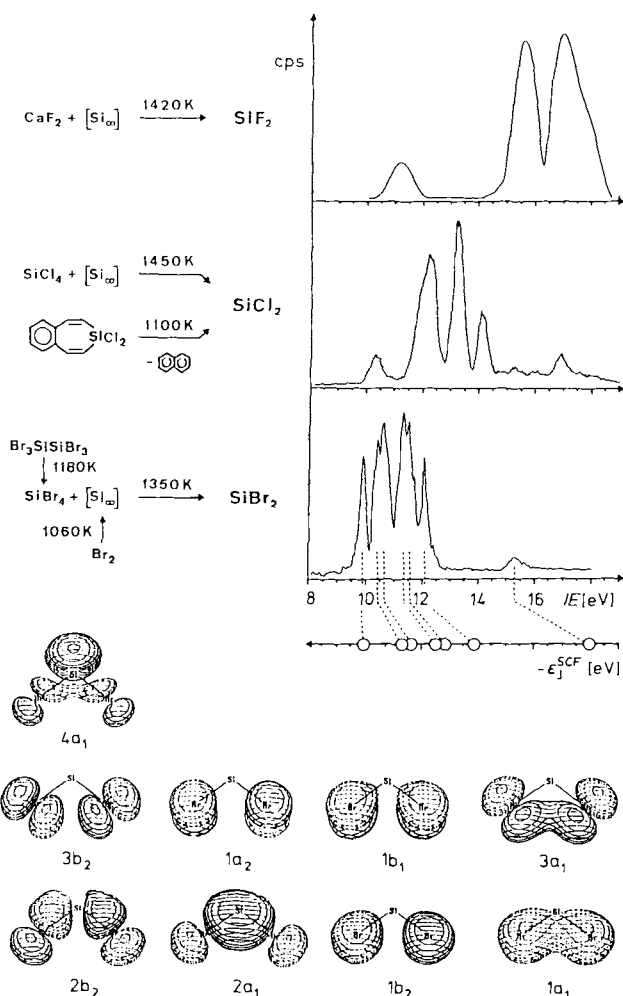


Abb. 1. Darstellung und PE-spektroskopischer Nachweis von SiF_2 [1c], SiCl_2 [1d, e] und SiBr_2 [1f, g] (oben) sowie Koopmans-Zuordnung der Radikalkationzustände von SiBr_2 anhand von MNDO-Eigenwerten und -Eigenfunktionen (unten) [2].

(Abb. 1 oben rechts) fällt vor allem die Erniedrigung der Halogenelektronenpaar-Ionisierungen $n_{\text{F}} > n_{\text{Cl}} > n_{\text{Br}}$ ins Auge, welche den beträchtlichen Einfluß der abnehmenden effektiven Halogen-Kernladungen [3] und deren zunehmend geringere Differenz zu der des Si-Zentrums widerspiegelt. Welche zusätzlichen Auskünfte wird das Bandenmuster des PE-Spektrums von SiI_2 liefern, zu dessen Darstellung sich insbesondere die Umsetzung von SiI_4 mit elementarem Silicium anbietet [4]?

Ein Vergleich der Radikalkationzustandsmuster von SiI_2 (Abb. 2) mit denen der anderen Dihalogensilylene (Abb. 1) läßt mit Ausnahme der $3s_{\text{Si}}$ -Ionisierung ($\Delta IE_7^{\text{v}} = 1.7$ eV) keine stärkeren Verschiebungen zu niedrigeren Energien mehr erkennen, jedoch tritt eine deutliche Aufspreizung zu weitgehend voneinander abgesetzten Banden ein, deren Maxima nun Abstände $\Delta IE_{n,m}^{\text{v}}$ zwischen 0.4 eV und 0.7 eV aufweisen (Tabelle 1). Bei der Zuordnung der vertikalen Ionisierungsenergien IE_n^{v} von SiI_2 durch Koopmans-Korrelation, $IE_n^{\text{v}} = -\epsilon_j^{\text{SCF}}$, mit SCF-Eigenwerten (Tabelle 1) müssen daher unbedingt die durch die beiden Schweratoms substituenten I bedingten relativistischen Effekte [5] berücksichtigt werden: Deren Einfluß umfaßt direkte Effekte durch den Masse/Geschwindigkeits-Term, den Darwin-Term und den Spin/Bahn-Term sowie indirekte Effekte durch relativistische Änderungen der Elektronenverteilung im Rumpfelektronensystem und, hierdurch bedingt, des Feldes für die Valenzelektronen. In relativistischen Dirac/Fock-Berechnungen führen diese

[*] Prof. Dr. H. Bock, Dipl.-Chem. M. Kremer
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Niederurseler Hang, W-6000 Frankfurt am Main 50
Dr. M. Dolg, Prof. Dr. H.-W. Preuß
Institut für Theoretische Chemie der Universität
Pfaffenwaldring 55, W-7000 Stuttgart 80

[**] Gasphasen-Reaktionen, 81. Mitteilung, und Oberflächen-Reaktionen, 15. Mitteilung. Diese Arbeit wurde vom Land Hessen und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert. – 80. Mitteilung: H. Bock, L. S. Cederbaum, W. von Niessen, P. Paetzold, P. Rosmus, B. Solouki, *Angew. Chem.* 101 (1989) 77; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 28 (1989) 88 bzw. 14. Mitteilung: H. Bock, M. Bankmann, *Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem.* 53 (1990) 167.

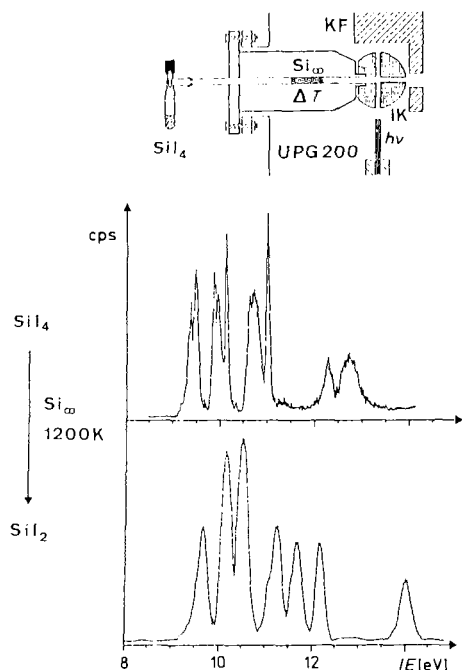


Abb. 2. Oben: Kurzwegapparatur (schematisch) zur Gasphasendarstellung von SiI_2 im Elektronenstoß-Ofen (ΔT) des PE-Spektrometers Leybold-Heraeus-UPG 200 ($h\nu$: He(I)-Lampe, IK: Ionisationskammer, KF: Kühlfalle). Unten: He(I)-PE-Spektren von SiI_4 und SiI_2 .

Effekte im Vergleich mit nichtrelativistischen Hartree/Fock-Berechnungen zu einer Kontraktion der $5s$ - und $5p_{1/2}$ -Orbitale um 3.9 bzw. 4.0 %, während das $5p_{3/2}$ -Orbital – gemessen an Radius-Erwartungswerten – nur geringfügig um 0.6 % expandiert. Energetisch werden die $5s$ - und $5p_{1/2}$ -Orbitale um 1.52 bzw. 0.75 eV stabilisiert, während das $5p_{3/2}$ -Orbital um 0.39 eV destabilisiert wird^[7]. Die experimentell beobachtete Feinstrukturaufspaltung der ($5s^2$, $5p^5$)-Zustände des Iodatoms, $^2P_{3/2}$ und $^2P_{1/2}$, beträgt 0.94 eV^[3b]. Die Einbeziehung dieser relativistischen Effekte in quantenchemische Untersuchungen gelingt – wie eine Proberechnung für HI belegt (exp./ber.: $\text{IE}_1(^2P_{3/2}) = 10.38/10.14$ eV, $\text{IE}_2(^2P_{1/2}) = 11.05/10.86$ eV, $\Delta\text{IE}_{1,2}^* = 0.67/0.73$ eV^[3b, 6]) – mit einem quasi-relativistischen Zweikomponenten-Pseudopotential-SCF-Verfahren unter Verwendung von DZ(double zeta)-P(polarization function)-Basissätzen^[6] (Tabelle 1).

Wie ersichtlich betragen die Koopmans-Defekte (mit Ausnahme der $2a_1(3s_{\text{Si}})$ -Ionisierung) maximal 0.33 eV, während z. B. die erste SiI_2 -Ionisierungsenergie von semiempirischen MNDO-Berechnungen um 1.1 eV und von relativistischen

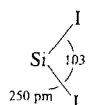


Tabelle 1. Vertikale Ionisierungsenergien IE_n^* von SiI_2 und Zuordnung der Radikalkationenzustände mit sowie ohne Berücksichtigung der Spin/Bahn-Kopplung. Eigenwerte aus quasirelativistischen Zweikomponenten-Pseudopotential-Berechnungen ϵ_j^{SCF} und ihr relativistischer Anteil $\Delta\epsilon_j^{\text{SCF}}(\text{rel.})$ im Vergleich zu nichtrelativistischen SCF-Berechnungen (vgl. Text).

IE_n^* [eV]	C_{2v}^*/C_{2v}	ϵ_j^{SCF} [eV]	$\Delta\epsilon_j^{\text{SCF}}(\text{rel.})$ [eV]
9.70	$9e_{1/2}/4a_1$	9.37	0.02
10.16	$8e_{1/2}/3b_2$	10.00	-0.07
10.54	$7e_{1/2}/1a_2$	10.31	-0.05
11.25	$6e_{1/2}/1b_1$	11.30	0.05
11.70	$5e_{1/2}/3a_1$	11.72	0.06
12.18	$4e_{1/2}/2b_2$	12.37	0.02
14.10	$3e_{1/2}/2a_1$	17.67	0.05

EHMO-Berechnungen mit dem Programm ITEREX 85 sogar um 1.6 eV zu niedrig vorausgesagt wird^[18]. Auffällig ist der geringe Einfluß der Spin/Bahn-Kopplung innerhalb der C_{2v} -Molekülsymmetrie (Tabelle 1, $\Delta\epsilon_j^{\text{SCF}}(\text{rel.})$) von höchstens 0.07 eV, während beim analogen GeI_2 die relativistischen Effekte bis zu 0.3 eV erreichen^[18] und dort nicht mehr vernachlässigt werden dürfen. Die SiI_2 -Strukturparameter der geometrioptimierten DZP-SCF-Berechnung^[7] (siehe Formel über Tabelle 1) werden durch die zufriedenstellende Übereinstimmung der auch für die anderen Dihalogensilylene berechneten Werte mit deren bekannten Strukturdaten gestützt (exp./ber. z. B. für SiBr_2 : Si-Br = 224/221 pm, Br-Si-Br = 103/106°^[14, 7]). Die von der geometrioptimierten Struktur ausgehende Populationsanalyse für SiI_2 liefert für das Si-Zentrum eine Ladung von + 0.54 und für die I-Zentren entsprechend je - 0.27. Gegenüberstellung der Werte für die Si-Zentren der anderen Dihalogensilylene (SiF_2 + 0.91, SiCl_2 + 0.78, SiBr_2 + 0.66^[7]) stützt die Annahme, daß die in ihren PE-Spektren (Abb. 1 und 2) deutlich erkennbare, zunehmende Erniedrigung der Valenzelektronen-Ionisierungsenergie auf die von F zu I abnehmenden effektiven Kernladungen der Halogensubstituenten zurückzuführen ist.

Könnte das neuartige dreiatomige Molekül SiI_2 irgendwo von Nutzen sein? Spekulationen reichen von der Oligomerisation der hier unter unimolekularen Bedingungen thermisch erzeugten Verbindung zu bei Raumtemperatur und Normaldruck beständigen Substanzen wie $(\text{SiI}_2)_n$ mit z. B. $n < 6$ ^[1a, 9], von denen ausgehend die Polysilanchemie erweitert werden könnte, bis zu Silylen-Additionen an ungesättigte Kohlenwasserstoffe^[10] und deren Folgeprodukte. Stärker technologisch orientierte Vorschläge^[11] betreffen die chemische Gasphasenabscheidung (CVD), die Si-Oberflächenätzung oder Si_x -Transportreaktionen, da die Erzeugungstemperatur aus SiI_4 + Si_x mit nur 1200 K (Abb. 2) deutlich unter der für die anderen Dihalogensilylene benötigten (Abb. 1) liegt und Si-I-Bindungen vermutlich leichter zu spalten sind. Bis zur Realisierung dieser Ideen bleibt für SiI_2 nur der Charme, eines der wenigen noch unbekannten dreiatomigen Hauptgruppenelementmoleküle gewesen zu sein.

Eingegangen 8. April 1991 [Z 4559]

- a) Historischer Überblick: W. H. Atwell, D. R. Weyenberg, *Angew. Chem.* 81 (1969) 485; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 8 (1969) 469, zit. Lit., insbesondere M. Schmeißer, K. Friedrich, *ibid.* 76 (1964) 782 bzw. 3 (1964) 699; b) neuere Zusammenfassung: H. Bock, B. Solouki „Photoelectron Spectra of Silicon Compounds“ in S. Patai, Z. Rappoport (Hrsg.): *The Chemistry of Organosilicon Compounds*, Wiley, Chichester 1989; c) SiF_2 : T. P. Fehlner, D. W. Turner, *Inorg. Chem.* 13 (1974) 754; N. P. C. Westwood, *Chem. Phys. Lett.* 25 (1974) 588; unser Spektrum (Abb. 1) ist mit dem Programm PES [2] gezeichnet worden; d) Struktur von SiCl_2 : I. Hargittai, G. Schultz, J. Tremmel, N. D. Kagramov, A. K. Maltsev, O. M. Nefedov, *J. Am. Chem. Soc.* 105 (1983) 2895; e) PE-Spektrum von SiCl_2 : H. Bock, B. Solouki, G. Maier, *Angew. Chem.* 97 (1985) 205; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 205; f) Struktur von SiBr_2 : [1 d]; g) PE-Spektrum von SiBr_2 : M. Kremer, *Dissertation*, Universität Frankfurt 1991; in dieser Dissertation werden auch Erzeugung und Nachweis von SiI_2 im Detail beschrieben.
- Die PE-Spektren von SiBr_2 und SiI_2 sind mit dem neuen Programm PES aufgezeichnet worden, das von den Autoren erhalten werden kann. Es läuft auf Personalcomputern ATARI-ST (≥ 2 Mb, Festplatte, HPGL-Plotter, DMA-Interface) und unterstützt die on-line-Registrierung von He(I)-PE-Spektren mit den Leybold-Heraeus-PE-Spektrometern UPG 200 und Mini-UPG. Mehr als 50 Programmfunktionen dienen der Darstellung, Verwaltung und interaktiven Bearbeitung der Meßdaten und erlauben beispielsweise Kalibrierung, Basislinienkorrektur, FFT-Rauschunterdrückung sowie gewichtete Subtraktionen aus Mehrkomponenten-Spektren.
- a) H. Bock, *Angew. Chem.* 89 (1977) 631; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 16 (1977) 613; b) K. Wittel, H. Bock, „Photoelectron Spectra of Organic Halogen Compounds“ in S. Patai, Z. Rappoport (Hrsg.): *The Chemistry of Functional Groups, Supplement D*, Wiley, Chichester 1983, S. 1499–1603; vgl. auch [1 b].
- a) Unbedingt erforderlich ist reines SiI_4 . Hierzu wird das aus den Elementen hergestellte, gelbbraune und wachsartige Rohprodukt (G. Brauer:

Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, de Gruyter, Berlin 1985) zweimal unter Zugabe von jeweils 10 Gewichtsprozent Kupferpulver bei 500 K destilliert und der noch schwach violette Feststoff durch mehrmalige Sublimation bei 10^{-3} mbar und 370 K in weiße Kristallnadeln überführt, welche in abgeschmolzenen Ampullen kühl und unter Lichtabschluß gelagert werden müssen. b) Umsetzung der Tetrahalogensilane SiH_4 und SiBr_4 mit Siliciumpulver: In das beheizbare Molybdänrohr (Innendurchmesser 4 mm) des Elektronenstoß-Ofens (Abb. 2 oben sowie [1 b]) im PE-Spektrometer wird zwischen Quarzwollepropfen eine 8 mm lange Schicht aus Siliciumpulver in Quarzwolle eingebracht und zur Entfernung von Oberflächenwasser bei 10^{-5} mbar auf 370 K aufgeheizt. SiBr_4 , durch zweimalige Destillation bei 427 K unter Normaldruck gereinigt, wird aus einem Probengefäß mit Teflon-Dosierhahn und reines SiH_4 aus dem temperaturregelbaren Feststoffverdampfer des PE-Spektrometers in die beheizte Reaktionszone verdampft; der Substanzdruck am Probeneinlaß bleibt unter 10^{-4} mbar. Nach Aufnahme der Edukt-PE-Spektren bei 770 K wird die Reaktionszone in 50 K-Schritten weiter aufgeheizt bis die jeweiligen SiX_4 -Ionisationsmuster verschwinden.

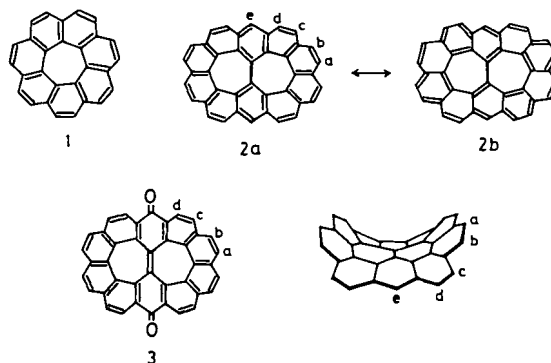
- [5] P. Pyykkö, *Chem. Rev.* 88 (1988) 563; W. H. E. Schwarz in Z. B. Maksic (Hrsg.): *Theoretical Models of Chemical Bonding, Part 2, The Concept of the Chemical Bond*, Springer, Berlin 1990. Vgl. auch P. Pyykkö, J.-P. Desclaux, *Acc. Chem. Res.* 12 (1979) 276.
- [6] J. P. Desclaux, *At. Data Nucl. Data Tables* 12 (1973) 311.
- [7] Die ein- und zweikomponentigen ab-initio-Pseudopotentialberechnungen wurden mit den Programmen TURBOMOLE (R. Ahlrichs, M. Bär, M. Häser, H. Horn, C. Kölmel, *Chem. Phys. Lett.* 162 (1989) 165) oder UHREL (P. Hafner, W. H. E. Schwarz, *Chem. Phys. Lett.* 65 (1979) 537) durchgeführt. Die verwendeten Energie-justierten quasi-relativistischen Pseudopotentiale erfassen näherungsweise die wichtigsten aus der Dirac-Gleichung resultierenden relativistischen Effekte (Masse/Geschwindigkeits-Term, Darwin-Term sowie den Spin/Bahn-Term der Pauli-Gleichung). Si und I wurden als Systeme mit vier bzw. sieben Valenzelektronen behandelt und für beide Atome Energie-optimierte (4s4p)GTO-Valenzbasissätze von double-zeta-Qualität sowie eine d-Polarisationsfunktion verwendet. Die Geometrieoptimierungen wurden in einkomponentigen SCF-Rechnungen mit dem Programm TURBOMOLE unter Verwendung eines Gradientenverfahrens durchgeführt und Einflüsse der Spin/Bahn-Wechselwirkung anschließend mit dem Programm UHREL durch zweikomponentige SCF-Rechnungen an den ermittelten Gleichgewichtsgeometrien untersucht.
- [8] G. Jonkers, S. M. van der Kerk, R. Mooyman, C. A. de Lange, J. G. Snijders, *Chem. Phys. Lett.* 94 (1983) 585, zit. Lit.
- [9] Vgl. beispielsweise E. Hengge, *Phosphorus, Sulfur, Relat. Elem.* 28 (1986) 43; J. M. Coffin, T. P. Hamilton, P. Pulay, I. Hargittai, *Inorg. Chem.* 28 (1989) 4092, obwohl hier z. B. [1 c–1 e] nicht zitiert werden.
- [10] Vgl. G. Raabe, J. Michl in S. Patai, Z. Rappoport (Hrsg.): *The Chemistry of Organic Silicon Compounds*, Wiley, Chichester 1989; S. 1021 ff., zit. Lit. Vgl. auch D. H. Pae, M. Xiao, M. Y. Chiang, P. Gaspar, *J. Am. Chem. Soc.* 113 (1991) 1281.
- [11] Vgl. N. Auner, *Nachr. Chem. Tech. Lab.* 38 (1990) 1372.

[7.7]Circulen, ein Molekül in Form einer Acht**

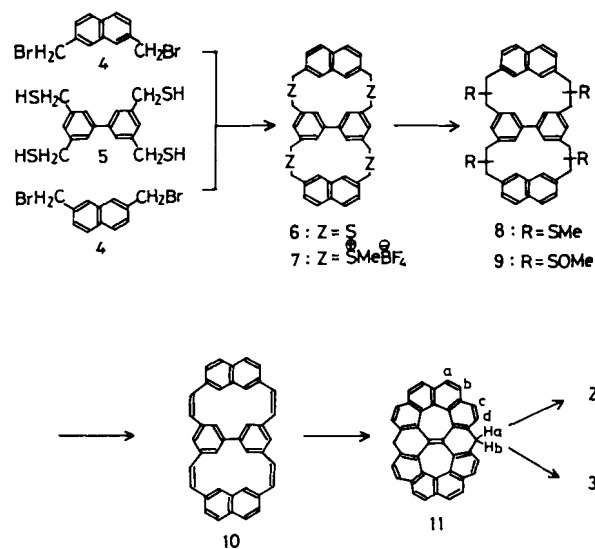
Von Koji Yamamoto*, Yasuhiro Saitho, Daisuke Iwaki und Takayuki Ooka

Unser Interesse gilt der Synthese gewellter π -Elektronensysteme^[1], und wir berichteten unter anderem über die Synthese des sattelförmigen [7.7]Circulens **1** mit ringförmiger Anordnung von sieben Benzolringen^[2]. In Erweiterung dieser Arbeiten beschäftigten wir uns mit der Herstellung des [7.7]Circulens **2**^[3], das die Form einer Acht und eines Sattels hat. Die Verbindung besteht aus zehn kondensierten Benzolringen um ein zentrales Bicyclo[5.5.0]dodecan-Gerüst und hat insgesamt vierzig π -Elektronen. Dabei impliziert

die mesomere Grenzstruktur **2b**, daß sich das Molekül wie ein Heptalen^[5] mit 28 π -Elektronen in der Peripherie verhält. Somit könnte es grundsätzlich möglich sein, die Grenzstruktur **2b** durch Hinzufügen oder Entfernen von Elektronen in ein aromatisches System zu überführen. Diese strukturellen Überlegungen veranlaßten uns zur Synthese des [7.7]Circulens **2** und seines chinoiden Derivates **3**, das – wie sein Molekülmodell erwarten ließ – eine gespannte, nichtplanare und außergewöhnliche, sattelförmige Struktur hat.



Die termolekulare Kupplung des Tetrathiols **5**^[6] mit zwei Äquivalenten 2,7-Bis(brommethyl)naphthalin **4**^[7] in Dimethylformamid in Gegenwart von Caesiumcarbonat^[8] ergab das Tetrathiacyclophan **6**^[9] (Fp > 300 °C, 40 % Ausbeute). Bei der Reaktion von **6** mit Dimethoxycarbeniumtetrafluoroborat in Dichlormethan erhielten wir das Tetrasulfoniumsalz **7**. Nach einer Stevens-Umlagerung – katalysiert mit Natriumhydrid – entstand das Tetrasulfid **8** in 21 % Ausbeute in Form eines gelben Öls. Durch Oxidation von **8** mit *m*-Chlorperbenzoesäure erhielten wir das Tetrasulfoxid **9**, dessen Pyrolyse bei 300 °C (0.001 Torr) das ungesättigte Cyclophan **10** lieferte (gelbe Prismen, Fp = 176–178 °C, 16 % Ausbeute



[*] Prof. Dr. K. Yamamoto
Department of Chemistry, Faculty of Integrated Arts and Sciences
University of Osaka Prefecture
Sakai, Osaka 591 (Japan)
Y. Saitho, D. Iwaki, T. Ooka
Department of Chemistry, Faculty of Engineering Science
Osaka University
Toyonaka, Osaka 560 (Japan)

[**] Diese Arbeit wurde vom Ministerium für Erziehung, Wissenschaft und Kultur, Japan (Grant-in-Aid for Scientific Research, Nr. 01540424) gefördert.

aus **8**). Eine Lösung von **10** in Cyclohexan, die eine Spur Iod enthielt, wurde 2 h mit einer Quecksilberhochdrucklampe^[10] bestrahlt. Durch Chromatographie an Silicagel