

xen mit $[I > 2\sigma(I)]$ und 388 Variablen, endgültige R -Werte: $R(F) = 0.037$ und $wR(F) = 0.091$. Die Daten wurden auf einem Enraf-Nonius CAD-4 Diffraktometer aufgenommen. Die kristallographischen Daten wurden als „supplementary publication no. CCDC-100759“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB21EZ (Telefax: Int. + 1223/336-033; e-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).

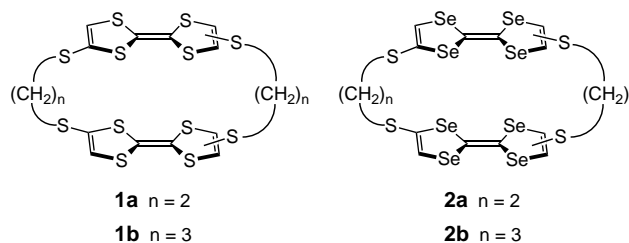
- [9] A. Sokolowski, J. Müller, T. Weyhermüller, R. Schnepf, P. Hildebrandt, K. Hildenbrand, E. Bothe, K. Wieghardt, *J. Am. Chem. Soc.*, **1997**, *119*, 8889.
- [10] R. Schnepf, A. Sokolowski, J. Müller, V. Bachler, K. Wieghardt, P. Hildebrandt, *J. Am. Chem. Soc.*, im Druck.
- [11] In der Ableitungsdarstellung (dX''/dB) wird das EPR-Spektrum (Abb. 6) scheinbar dominiert von einer Cu^{II} -Verbindung ($S = 1/2$). Die Intensität der Signale dieser Verbindung macht aber nur 10 % des doppelt integrierten Gesamtsignals aus. Das eigentliche Oxidationsprodukt $[3]^+$ zeigt in einem breiten Feldbereich typische Resonanzen eines Triplett-Spektrums mit kleiner Nullfeldaufspaltung ($D < h\nu$), wie sie für Spinpaare ($S_1 = S_2 = 1/2$) beobachtet werden. Deutlich erkennbar sind Signale mit $\Delta m = 1$ unterhalb $g = 2$ (350–430 mT) und die charakteristischen Halbfeld-Übergänge mit $\Delta m = 2$ bei $g = 4$, die zudem eine klar aufgelöste Cu-Hyperfeinaufspaltung ($I = 3/2$) aufweisen. Das Spektrum wurde simuliert mit einem Spin-Hamilton-Operator für effektiven Spin $S = 1$ (Grenzfall starker Kopplung) und den Parametern $D = 0.086 \text{ cm}^{-1}$, $E/D = 0.13$, $g = (2.034, 2.021, 2.10)$ und $A = (20, 20, 100) \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$. Umgerechnet auf den lokalen Spin des Cu^{II} -Ions ($S_1 = 1/2$) erhält man mit den Methoden der Spinprojektion $a_{\text{Cu}} = (40, 40, 200) \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$, $g_{\text{Cu}} = (2.07, 2.04, 2.20)$, was in etwa den Werten des Cu^{II} in **3** entspricht. Das Spintriplett ist aufgrund von ferromagnetischer Kopplung offenbar Grundzustand von $[3]^+$, da die Signale bis 4 K beobachtet werden. Die Austauschspaltung 2J zwischen Triplett und (EPR-stillem) Singulett wurde aus der Temperaturabhängigkeit der Intensitäten (IT gegenüber T) durch Anpassung mit der Boltzmannfunktion $IT = \text{const.} \cdot (1 + \exp(2J/kT))^{-1}$ im Temperaturbereich 4–60 K bestimmt. Für J wurden die peak-to-peak-Amplituden der gemessenen Ableitungsspektren bei $g = 4$ eingesetzt, da für diese Resonanzen keine Überlagerungen mit den Signalen der Verunreinigung auftreten.

Synthese und Charakterisierung der ersten doppelt verbrückten Tetraselenafulvalenophane**

Kazuo Takimiya, Akinobu Oharuda, Atsushi Morikami, Yoshio Aso und Tetsuo Otsubo*

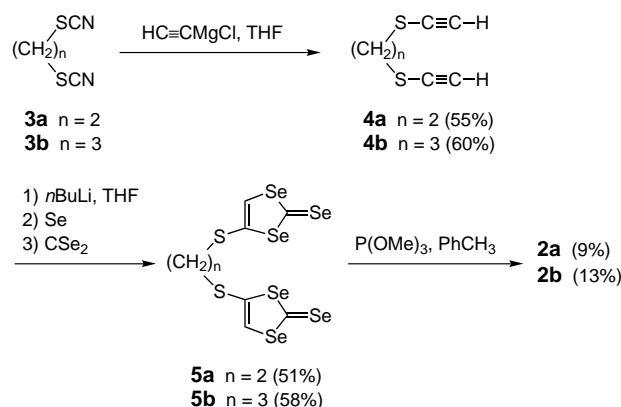
Seit der Entdeckung des Tetrathiafulvalen-Tetracyano-*p*-chinodimethan-Komplexes (TTF-TCNQ) als erstes niederdimensionales organisches Metall^[1] wurden viele Derivate des TTF-Gerüsts untersucht, um noch leitfähigere organische Materialien zu entwickeln.^[2] Eine der grundlegenden Modifikationen ist dabei die Dimerisierung von TTF, die es ermöglicht, die Stöchiometrie der entstehenden Charge-

Transfer-Komplexe zu kontrollieren.^[3] Bis heute wurde folglich eine Vielzahl an dimeren TTFs synthetisiert und charakterisiert.^[4] Darunter sind die Tetrathiafulvalenophane (TTF-Phane) besonders interessant, da in diesen Systemen die beiden TTF-Einheiten eine einzigartige Sandwichstruktur annehmen können, was effektive Wechselwirkungen zwischen den Einheiten ermöglicht.^[5, 6] Wir entdeckten, daß die TTF-Phane **1** besonders gute Elektronendonoren sind und



leitfähige Radikalkationensalze bilden. Die guten Leitfähigkeiten lassen sich auf starke intra- und intermolekulare nichtbindende Wechselwirkungen zwischen den Schwefelatomen der TTF-Einheiten zurückführen.^[6] Da die nichtbindenden Wechselwirkungen zwischen Selenatomen im allgemeinen effektiver sind als die zwischen Schwefelatomen, sollten Tetraselenafulvalenophane (TSF-Phane) bessere Elektronendonoren als TTF-Phane sein. Nach unserem Wissen wurden TSF-Phane bisher noch nicht beschrieben. Wir stellen hier Synthese und Eigenschaften der ersten zweifach verbrückten TSF-Phane (**2**) vor.

Die Synthese erfolgte in drei Stufen (Schema 1). Der Schlüsselschritt ist dabei der leichte Zugang zu den verbrückten Vorstufen **5**, die wir über unsere kürzlich verbesserte



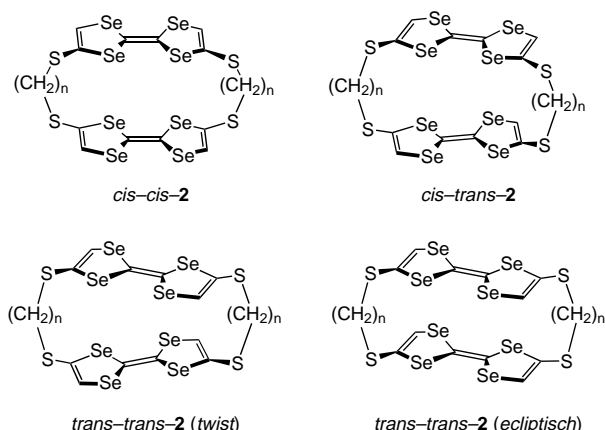
Schema 1. Synthese der TSF-Phane **2a** und **2b**.

Synthesemethode für 1,2-Dihydro-1,3-diselenol-2-selone herstellen konnten:^[7] Die Reaktion der Dithiocyanate **3** mit Ethynylmagnesiumchlorid lieferte die Bis(ethynylthio)alkane **4**, die mit Butyllithium in THF zweifach metalliert und anschließend zuerst mit Selenpulver und dann mit Kohlenstoffdiselenid zu **5a** und **5b** in mittelmäßigen Ausbeuten (51 bzw. 58 %) umgesetzt wurden. Die anschließende Kupplungsreaktion, in der die Verbindungen **5** mit Trimethylphosphit in einer siedenden Toluollösung umgesetzt wurden, ergab die gewünschten TSF-Phane **2a** und **2b** in Ausbeuten von 9 bzw. 13 %.

[*] Prof. Dr. T. Otsubo, Dr. K. Takimiya, A. Oharuda, A. Morikami, Prof. Dr. Y. Aso
Department of Applied Chemistry
Faculty of Engineering, Hiroshima University
Kagamiyama, Higashi-Hiroshima 739 (Japan)
Telefax: Int. + 824/22-7191
E-mail: otsubo@ipc.hiroshima-u.ac.jp

[**] Diese Arbeit wurde vom Ministry of Education, Science, Sports and Culture of Japan unterstützt.

Analog wie für die TTF-Phane **1** beobachtet, sollten auch die TSF-Phane **2** als Mischung von vier Stereoisomeren vorliegen, d.h. als *cis-cis-2*, *cis-trans-2* sowie als *twist* und



ecliptisches trans-trans-2. Die $^1\text{H-NMR}$ -Spektren der Rohprodukte zeigen für die Fulvalenprotonen tatsächlich fünf Singulett: ein Singulett für das *cis-trans*-Isomer und jeweils ein Singulett für jedes der drei übrigen Isomere. Umkristallisation des Isomerengemisches von **2a** aus einem heißen Schwefelkohlenstoff-Benzol-Gemisch ergab ein rotes, säulenförmiges Material. Aus dem NMR-Spektrum geht hervor, daß es sich dabei um das *cis-trans*-Isomer handelt. Zusätzlich zeigt die NMR-spektroskopische Untersuchung, daß in Lösung eine langsame Umwandlung in die anderen Isomere stattfindet, was auch schon für die TTF-Phane **1** beobachtet wurde. Die genaue Molekülstruktur von *cis-trans-2a* wurde durch Röntgenstrukturanalyse bestimmt (Abb. 1).^[8]

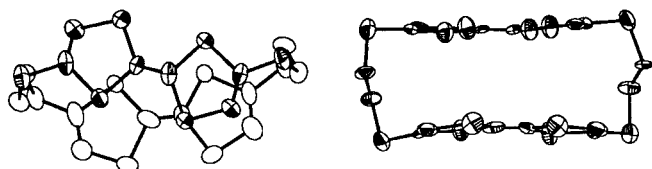


Abb. 1. Molekülstruktur von *cis-trans-2a* im Kristall (Atome als thermische Ellipsoide): Draufsicht (links) und Seitenansicht (rechts).

Die beiden TSF-Einheiten sind nahezu planar und so übereinander gestapelt, daß sie sich teilweise überlappen. Der kürzeste Abstand zweier Selenatome zwischen den TSF-Einheiten ist mit 3.92 Å nur geringfügig länger als der van-der-Waals-Abstand (3.8 Å). Im Kristall sind die TSF-Phane **2a** säulenförmig gestapelt, allerdings existieren dabei keine intermolekularen Se-Se-Kontakte zwischen den Molekülen in den Stapeln.

Durch Umkristallisation von **2b** aus Schwefelkohlenstoff wurden orangefarbene Prismen erhalten, die röntgenstrukturanalytisch als *cis-cis*-Isomer identifiziert wurden (Abb. 2). Im Gegensatz zum nahezu planaren TSF in *cis-trans-2a* sind die TSF-Gerüste in *cis-cis-2b* stark verbogen, mit Diederwinkeln von 24.3 und 42.9° zwischen der zentralen und der äußeren Ethyleneinheit. Im Molekül liegen hauptsächlich *anti*-Konformationen vor, die TSF-Einheiten überlappen nicht und es

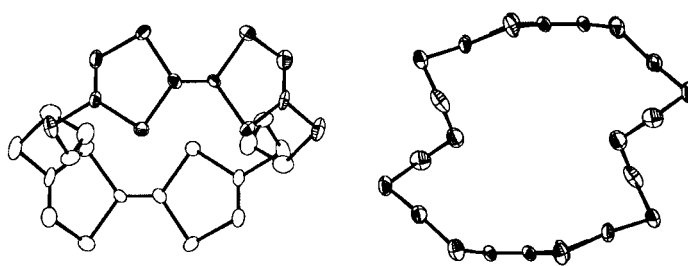
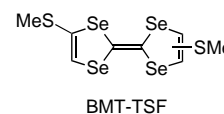


Abb. 2. Molekülstruktur von *cis-cis-2b* im Kristall (Atome als thermische Ellipsoide): Draufsicht (links) und Seitenansicht (rechts).

existieren auch keine kurzen Se-Se-Abstände für mögliche nichtbindende Wechselwirkungen. Die Struktur von **2b** im Kristall enthält im Gegensatz zu **2a** keine intermolekularen Stapel, dafür existieren aber „Flächen-Kanten-Wechselwirkungen“ über entsprechende, kurze Se-Se-Abstände zwischen benachbarten TSF-Phanen.

Das Cyclovoltammogramm des TSF-Phans **2a** zeigt zwei reversible Einelektronenübergänge (Halbstufenpotential $E_{1/2} = 0.47$ und 0.62 V) sowie einen quasi-reversiblen Zweielektronenübergang ($E_{1/2} = 0.96$ V) und ist dem des TTF-Phans **1a** sehr ähnlich. Die Aufspaltung zwischen den ersten beiden Redoxprozessen wird ausgeprägten Through-space-Wechselwirkungen zwischen beiden TSF-Einheiten zugeschrieben. Das Potential der ersten Oxidation ist niedriger als das erste Halbstufenpotential der Oxidation von 4,4'-(5')-Bis(methylthio)tetraselenafulvalen (BMT-TSF) ($E_{1/2} = 0.57$ V), was auf eine Stabilisierung des Monokations von **2a** durch transannulare Ladungsdelokalisierung hinweist. Dagegen deutet die große Potentialverschiebung der zweiten Oxidationsstufe auf eine Destabilisierung des Dikations durch die transannulare Coulombabstoßung hin. Das höhere Potential der kombinierten dritten und vierten Oxidationsstufe – verglichen mit dem Halbstufenpotential der zweiten Oxidation von BMT-TSF ($E_{1/2} = 0.86$ V) – unterstützt ebenfalls die Annahme starker Coulombabstoßungen in den Tri- und Tetrakationen. Das Cyclovoltammogramm von **2b** zeigt nur zwei breite Zweielektronen-Redoxstufen bei $E_{1/2} = 0.51$ und 0.93 V. Die beiden TSF-Einheiten treten hier nicht so stark in Wechselwirkung, so daß der erste und zweite Redoxprozeß nicht aufgespalten werden.



Erste Versuche zur Elektrokristallisation von **2a** in Chlorbenzol mit einem geringen Zusatz an 2-Propanol und Tetra-*n*-butylammoniumperchlorat als unterstützendem Elektrolyt ergaben das Radikalkationensalz **2a**·ClO₄ in Form schwarzer, dünner Nadeln. Die Leitfähigkeit dieses Salzes ist bei Raumtemperatur mit 3.5 Scm⁻¹ um eine Größenordnung höher als die der entsprechenden Schwefelverbindung **1a**·ClO₄ (0.16 Scm⁻¹).^[6] Dies deutet auf effektive Wechselwirkungen zwischen den Selenatomen im TSF-Phan hin.

Experimentelles

Alle Reaktionen wurden unter Stickstoff durchgeführt. Die elektrochemischen Untersuchungen erfolgten in Benzonitril mit Platinelektroden als Arbeits- und Gegenelektrode sowie der Ag/AgCl-Standardelektrode als

Referenzelektrode. 0.1M $[n\text{Bu}_4\text{N}]\text{ClO}_4$ wurde als Leitelektrolyt benutzt. Die Messungen der elektrischen Leitfähigkeit wurden an einem Einkristall mit einer Viersondentechnik durchgeführt.

4a: Zu einer Lösung von Ethynylmagnesiumchlorid^[9] (610 mmol) in wasserfreiem THF (450 mL) wurde bei 0 °C unter Rühren **3a**^[10] (21.5 g, 149 mmol) gegeben, die Mischung 12 h bei Raumtemperatur gerührt, anschließend in Eiswasser (1000 mL) gegossen und dreimal mit CH_2Cl_2 (je 300 mL) extrahiert. Das Extrakt wurde mit Wasser gewaschen und getrocknet (MgSO_4). Nach Einengen der Lösung wurde der Rückstand säulenchromatographisch gereinigt (Kieselgel, Hexan) und aus Hexan umkristallisiert. Es wurden farblose Plättchen von **4a** (11.6 g, 55 %) erhalten: Schmp. 40–40.5 °C; $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ = 2.84 (s, 2H; CH), 3.08 (s, 4H; CH_2); IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 2035 cm^{-1} (C \equiv C); Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_6\text{H}_6\text{S}_2$ (142.23): C 50.67, H 4.25; gef.: C 50.62, H 4.21.

4b: Ausbeute 60 %; farbloses Öl; Sdp. 74 °C (1.5 torr); $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ = 2.24 (Quintett, J = 6.8 Hz, 2H; CH_2), 2.78 (s, 2H; CH), 2.89 (t, J = 6.8 Hz, 4H; SCH_2); IR (Film): $\tilde{\nu}$ = 2041 cm^{-1} (C \equiv C); Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_7\text{H}_8\text{S}_2$ (156.26): C 53.81, H 5.16; gef.: C 53.76, H 5.16.

5a: Nach einer kürzlich beschriebenen Vorschrift^[7] wurde eine Lösung von **4a** (142 mg, 1 mmol) und TMEDA (0.61 mL, 4 mmol) in wasserfreiem THF (10 mL) nacheinander mit 1.6N $n\text{BuLi}$ in Hexan (1.25 mL, 2 mmol), Selenpulver (158 mg, 2 mmol), Kohlenstoffdiselenid (0.14 mL, 2.2 mmol) und Wasser/THF (1/1, 20 mL) behandelt. Die Reaktionsmischung wurde mit Wasser (30 mL) versetzt und filtriert. Der abgetrennte Rückstand wurde mit MeOH (30 mL) gewaschen, das Filtrat und die Waschlösung wurden vereinigt und konzentriert. Aus dem dabei erhaltenen Rückstand wurde nach Umkristallisation aus Chlorbenzol **5a** (324 mg, 51 %) in Form violetter Plättchen erhalten: Schmp. 142–143 °C; $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/\text{CDCl}_3$): δ = 3.11 (s, 4H; CH_2), 7.98 (s, 2H; CH); IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 899 cm^{-1} (C=Se); Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_8\text{H}_6\text{S}_2\text{Se}_6$ (640.02): C 15.01, H 0.94; gef.: C 15.23, H 0.95.

5b: Ausbeute 58 %; violette Plättchen aus Chloroform; Schmp. 100–101 °C; $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/\text{CDCl}_3$): δ = 2.07 (Quintett, J = 7.1 Hz, 2H; CH_2), 2.97 (t, J = 7.1 Hz, 4H; SCH_2), 7.91 (s, 2H; CH); IR (KBr): $\tilde{\nu}$ = 920 cm^{-1} (C=Se); Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_9\text{H}_8\text{S}_2\text{Se}_6$ (654.02): C 16.53, H 1.23; gef.: C 16.53, H 1.14.

2a: Eine Mischung von **5a** (319 mg, 0.5 mmol) und Trimethylphosphit (2.4 mL, 20 mmol) in Toluol (40 mL) wurde 10 min am Rückfluß erhitzt. Nach Einengen des Lösungsmittels wurde der feste Rückstand mit CS_2 (50 mL) extrahiert und säulenchromatographisch gereinigt (Kieselgel, CS_2 , R_f = 0.2). Es wurde ein Isomerengemisch von **2a** (21 mg, 9 %) in Form eines rot-violetten Feststoffs erhalten: Schmp. 194 °C (Zersetzung); $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/[\text{D}_6]\text{Aceton}$): δ = 2.94–3.09 (m; CH_2), 7.288, 7.304, 7.345, 7.371, 7.375 (5s; Fulvalenyl-H); FAB-MS: m/z = 965 [M^+] mit einem Isotopenmuster von acht Selenatomen; Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{S}_4\text{Se}_8$ (964.19): C 19.93, H 1.25; gef.: C 19.96, H 1.19. Kristallisation aus Benzol/ CS_2 lieferte *cis-trans-2a* in Form roter, säulenförmiger Kristalle: Schmp. 184 °C (Zersetzung); $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/[\text{D}_6]\text{Aceton}$): δ = 2.94–2.98 (m, AA'BB', 4H; CH_2), 3.05–3.09 (m, AA'BB', 4H; CH_2), 7.304 (s, 2H; Fulvalenyl-H), 7.375 (s, 2H; Fulvalenyl-H).

2b (Isomerengemisch): Ausbeute 13 %; Schmp. 159 °C (Zersetzung); $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/[\text{D}_6]\text{Aceton}$): δ = 2.03–2.15 (m; CH_2), 2.76–2.88 (m; CH_2), 7.285, 7.287, 7.310, 7.321, 7.368 (5s; Fulvalenyl-H); FAB-MS: m/z = 993 [M^+] mit einem Isotopenmuster von acht Selenatomen; Elementaranalyse: ber. für $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{S}_4\text{Se}_8$ (992.24): C 21.79, H 1.63; gef.: C 21.81, H 1.53. Kristallisation aus CS_2 ergab *cis-cis-2b* in Form orangefarbener Prismen: Schmp. 198 °C (Zersetzung); $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{CS}_2/[\text{D}_6]\text{Aceton}$): δ = 2.046 (Quintett, J = 7.6 Hz, 4H; CH_2), 2.830 (t, J = 7.6 Hz, 8H; CH_2), 7.310 (s, 4H; Fulvalenyl-H).

Eingegangen am 17. September 1997 [Z10938]

Stichwörter: Cyclophane • Leitfähige Materialien • Radikationen • Selenheterocyclen • Through-space-Wechselwirkungen

[1] J. Ferraris, D. O. Cowan, V. Walatka, Jr., J. H. Perlstein, *J. Am. Chem. Soc.* **1973**, 95, 948–949.

- [2] G. Schukat, A. M. Richter, E. Fanghänel, *Sulfur Rep.* **1987**, 7, 155–240; G. Schukat, E. Fanghänel, *ibid.* **1993**, 14, 245–390; *ibid.* **1996**, 18, 1–294.
- [3] T. Otsubo, Y. Kochi, A. Bitoh, F. Ogura, *Chem. Lett.* **1994**, 2047–2050.
- [4] Übersicht über die umfassende Chemie dimerer TTFs: T. Otsubo, Y. Aso, K. Takimiya, *Adv. Mater.* **1996**, 8, 203–211; siehe auch: M. Adam, K. Müllen, *ibid.* **1994**, 6, 439–459.
- [5] J. Ippen, C. Tao-pen, B. Starker, D. Schweitzer, H. A. Staab, *Angew. Chem.* **1980**, 92, 51–52; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1980**, 19, 67–69; F. Bertho-Thoraval, A. Robert, A. Souizi, K. Boubekeur, P. Batail, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1991**, 843–845; M. Adam, V. Enkelmann, H.-J. Räder, J. Röhrich, K. Müllen, *Angew. Chem.* **1992**, 104, 331–333; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, 31, 309–310; K. Matsuo, K. Takimiya, Y. Aso, T. Otsubo, F. Ogura, *Chem. Lett.* **1995**, 523–524; K. Takimiya, Y. Shibata, K. Imamura, A. Kashiara, Y. Aso, T. Otsubo, F. Ogura, *Tetrahedron Lett.* **1995**, 36, 5045–5048; J. Tanabe, T. Kudo, M. Okamoto, Y. Kawada, G. Ono, A. Izuoka, T. Sugawara, *Chem. Lett.* **1995**, 579–580; K. Takimiya, K. Imamura, Y. Shibata, Y. Aso, F. Ogura, T. Otsubo, *J. Org. Chem.* **1997**, 62, 5567–5574; S. Yunoki, K. Takimiya, Y. Aso, T. Otsubo, *Tetrahedron Lett.* **1997**, 38, 3017–3020.
- [6] K. Takimiya, Y. Aso, F. Ogura, T. Otsubo, *Chem. Lett.* **1995**, 735–736; K. Takimiya, Y. Aso, T. Otsubo, *Synth. Met.* **1997**, 86, 1891–1892.
- [7] K. Takimiya, A. Morikami, T. Otsubo, *Synth. Met.* **1997**, 319–321.
- [8] Die Kristallstrukturanalysen wurden auf einem Rigaku AFC6C Vierkreisdiffraktometer durchgeführt ($\text{Cu}_{K\alpha}$ -Strahlung, λ = 1.54178 Å, Graphitmonochromator, T = 296 K, ω - 2θ -Scan, $2\theta_{\text{max}}$ = 126°). Die Strukturlösung erfolgte mit direkten Methoden, Volle-Matrix-Verfeinerungen gegen $|F|$. Alle Berechnungen wurden mit Hilfe des Softwarepakets teXsan (Molecular Structure Corporation, **1985** und **1992**) durchgeführt. *cis-trans-2a*: $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{S}_4\text{Se}_8$, M = 964.19, roter, säulenförmiger Kristall (0.25 × 0.13 × 0.06 mm³), monoklin, Raumgruppe $P2_1/n$, a = 8.304(3), b = 22.611(3), c = 13.678(2) Å, β = 103.71(2)°, V = 2494.9(8) Å³, Z = 4, ρ_{ber} = 2.567 g cm⁻³, μ = 168.70 cm⁻¹, R = 0.060, R_w = 0.051, 4214 gemessene Reflexe, davon 3903 unabhängig, 2459 beobachtete Reflexe [$I > 3.0\sigma(I)$], 253 verfeinerte Parameter. *cis-cis-2b*: $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{S}_4\text{Se}_8$, M = 992.24, rotes Prisma (0.42 × 0.42 × 0.30 mm³), monoklin, Raumgruppe $P2_1/a$, a = 10.378(2), b = 13.198(2), c = 10.683(2) Å, β = 113.78(1)°, V = 1339.1(4) Å³, Z = 2, ρ_{ber} = 2.461 g cm⁻³, μ = 157.43 cm⁻¹, R = 0.059, R_w = 0.070, 4197 gemessene Reflexe, davon 2671 unabhängig, 2300 beobachtete Reflexe [$I > 3.0\sigma(I)$], 136 verfeinerte Parameter. Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Strukturen wurden als „supplementary publication no. CCDC-100683“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ (Telefax: Int. + 1223/336-033; e-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).
- [9] A. B. Holmes, C. N. Sporikou, *Org. Synth. Coll. Vol. VIII* **1993**, 606–609.
- [10] P. Allen, Jr., *J. Am. Chem. Soc.* **1935**, 57, 198–199; S. Yoneda, H. Kitano, K. Fukui, *Kogyo Kagaku Zasshi* **1962**, 65, 1816–1819 [*Chem. Abstr.* **1963**, 59, 2679e].