

Kondensierte Ringsysteme, XVII<sup>1)</sup>**Propellane mit Benzol-Dewarbenzol-Struktur – Kristall- und Molekülstruktur von 1',8':3,5-Naphtho[5.2.2]propella-3,8,10-trien**

*Klaus Weinges\*, Jürgen Klein, Wolfgang Sipos, Peter Günther,  
Ursula Huber-Patz, Hans Rodewald, Jürgen Deuter  
und Hermann Irngartinger*

Organisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg,  
Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg 1

Eingegangen am 23. Oktober 1985

Die Synthesen der Propellane **7–9**, die eine Benzol-Dewarbenzol-Struktur besitzen, werden beschrieben. Als zweites Beispiel für ein 1,4-überbrücktes Dewarbenzol wird die Kristall- und Molekülstruktur von 1',8':3,5-Naphtho[5.2.2]propella-3,8,10-trien (**9**) mittels Röntgenbeugung bestimmt. **9** besitzt eine lange zentrale Brückenbindung mit 1.565 Å, die jedoch aufgrund der kleineren C<sub>5</sub>-Brücke deutlich kürzer als die entsprechende Bindung im 3,4:5,6-Dibenzo[6.2.2]-propella-3,5,9,11-tetraen (**10**: 1.586 Å) ist. Der Faltungswinkel zwischen den beiden Cyclobutengringen des Dewarbenzol-Systems beträgt 116.6° und ist damit nur unwesentlich größer als der von **10** (115.9°). Das Moleköl liegt auf einer kristallographischen Spiegelebene.

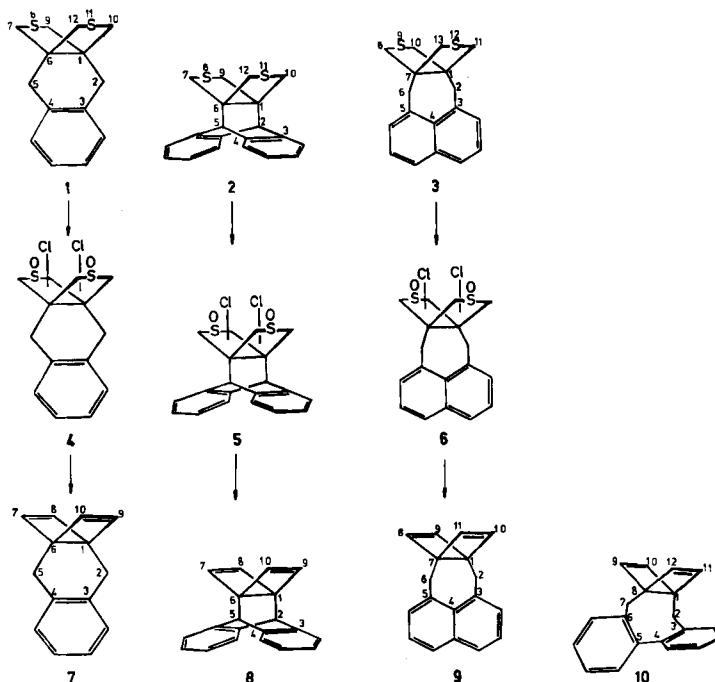
**Condensed Ring Systems, XVII<sup>1)</sup>****Propellanes with Benzene-Dewar-Benzene Structure – Crystal and Molecular Structure of 1',8':3,5-Naphtho[5.2.2]propella-3,8,10-triene**

The syntheses of the propellanes **7–9**, which have a benzene-Dewar-benzene structure, are described. As a second example of a 1,4-bridged Dewar-benzene, the crystal and molecular structure of 1',8':3,5-naphtho[5.2.2]propella-3,8,10-triene (**9**) is elucidated by X-ray structure analysis. **9** has a long central bridge bond of 1.565 Å, which, however, is clearly shorter than the corresponding bond of 3,4:5,6-dibenzo[6.2.2]propella-3,5,9,11-tetraene (**10**: 1.586 Å), due to the smaller C<sub>5</sub>-bridge. The dihedral angle of 116.6° between the cyclobutene rings of the Dewarbenzene system of **9** is insignificantly larger than the analogous angle of **10** (115.9°). The molecule lies on a crystallographic mirror plane.

Bei der von uns ausgeführten Synthese<sup>1)</sup> von 3,4:5,6-Dibenzo[6.2.2]propella-3,5,9,11-tetraen (**10**) aus dem entsprechenden Dithiapropellen fanden wir, daß **10** besser über die stereoisomeren Dichloridisulfoxide als über die Dichloridisulfone hergestellt wird. Diese Methode haben wir jetzt auch bei den Synthesen von **7–9** mit Erfolg angewandt.

Die Dithiapropellene **1–3**, deren Synthese wir bereits beschrieben haben<sup>2)</sup>, werden in unterschiedlichen Ausbeuten erhalten, was ohne Zweifel an der Verwendung von mehr oder weniger wasserhaltigem Natriumsulfid bei der Bildung von **1–3** aus den ent-

sprechenden Tetramesylaten liegt. Durch Chlorierung von **1 – 3** mit *N*-Chlorsuccinimid bei 0°C in einem inerten Lösungsmittel und anschließende Oxidation mit Peressigsäure erhält man Gemische von stereoisomeren Dichlordisulfoxiden **4 – 6**, die noch geringe Mengen von Dichlordisulfonen enthalten. Die Gemische lassen sich säulenchromatographisch gut trennen, wobei die Dichlordisulfoxide **4 – 6** kleinere  $R_F$ -Werte als die Dichlordisulfone besitzen. Die abgetrennten stereoisomeren Dichlordisulfoxide **4 – 6** werden als Gemische in einer basenkatalysierten Zweistufenreaktion unter Abspaltung von Chlorwasserstoff und Schwefelmonoxid in die 1,4-überbrückten Dewarbenzole **7 – 9** übergeführt. **7 – 9** werden säulenchromatographisch an Kieselgel mit Cyclohexan/Chloroform (7:3) als Elutionsmittel gereinigt, wobei **7** als Öl erhalten wird und **8** und **9** kristallisieren. **8** wurde auch schon von *Johnson* und *Bergman*<sup>3)</sup> auf anderem Weg synthetisiert.



Im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **7** und **8** treten die vier olefinischen Dewarbenzol-Protonen als Singulets (**7**:  $\delta = 6.48$ ; **8**:  $\delta = 6.19$ ) auf, während in dem von **9** je zwei Protonen verschiedene chemische Verschiebungen ( $\delta = 6.28$  und  $\delta = 6.68$ ) zeigen. Dieses Verhalten kann nur dadurch erklärt werden, daß zwei Protonen von **9** im Ringstrom des Aromaten liegen, wie auch durch die Röntgenstrukturanalyse ersichtlich wird. Durch Aufnahme von temperaturabhängigen  $^1\text{H-NMR}$ -Spektren wurde die Koaleszenz-Temperatur  $293 \pm 3$  K ( $\Delta G^\ddagger = 63.17 \pm 1.4$  kJ/mol) der benzyllischen Protonen bestimmt.

Die 1,4-überbrückten Dewarbenzole **7–9** gehen beim Erwärmen auf 220°C durch einen bisher unbekannten Umlagerungsmechanismus zu einem gewissen Prozentsatz in die entsprechenden Orthocyclophane über, d. h. **7** in 9,10-Dihydroanthracen, **8** in 9,10-Dihydro-*o*-benzenoanthracen und **9** in 7,12-Dihydropleiaden. Deshalb treten in den Massenspektren (Tab. 1) von **7–9** die gleichen Bruchstücke wie in denen der Dihydroaromaten auf, aber mit verschiedenen relativen Intensitäten. Charakteristisch ist der Basispeak  $M^{1+} - 1$  und die Abspaltung  $M^{1+} - 15$ . Werden zwei Wasserstoffatome oder ein Wasserstoffmolekül von  $M^{1+}$  abgespalten, so erhält man die Radikal-Kationen der kondensierten Aromaten, von denen bekannt ist, daß das doppelt positiv geladene Molekülion mit relativ hoher Intensität auftritt. Daneben treten die Bruchstücke  $M^{1+} - 3$  und  $M^{1+} - 4$  auf. Von den C–C-Fragmentierungen wird die Abspaltung von Acetylen (26) bei allen Fragmenten  $M^{1+} - 1$  bis  $M^{1+} - 4$  bevorzugt beobachtet.

Tab. 1. Massenspektrometrischer Zerfall der 1,4-überbrückten Dewarbenzole **7–9** und der entsprechenden Dihydroaromaten

	$\frac{7}{m/z}$	9,10-Dihydro-anthracen (%)	$\frac{8}{m/z}$	9,10-Dihydro- <i>o</i> -benzeno-anthracen (%)	$\frac{9}{m/z}$	7,12-Dihydro-pleiaden (%)
	(I%)	(I%)	(I%)	(I%)	(I%)	(I%)
$M^{1+}$	180	(22.7)	(98.1)	254	(67.0)	(62.4)
$M^{1+} - 1$	179	(100)	(100)	253	(100)	(100)
$M^{1+} - 2$	178	(92.6)	(55.8)	252	(62.9)	(43.8)
$M^{1+} - 3$	177	(6.8)	(5.8)	251	(4.2)	(3.0)
$M^{1+} - 4$	176	(9.0)	(11.5)	250	(11.7)	(11.5)
$M^{1+} - 15$	165	(85.3)	(21.8)	239	(7.2)	(4.3)
$M^{1+} - 26$	153	(7.3)	(1.5)	227	(3.3)	(0.6)
$M^{2+} - 26$	152	(16.2)	(9.2)	226	(8.4)	(2.9)
$M^{3+} - 26$	151	(5.9)	(6.2)	225	(1.9)	(1.2)
$M^{4+} - 26$	150	(2.7)	(3.1)	224	(1.3)	(1.9)
	115	(5.9)	(2.3)	178	(28.9)	(4.6)
	89	(16.9)	(19.4)	176	(6.5)	(2.6)
	88	(5.3)	(7.1)	126	(18.8)	(16.0)
	76	(15.5)	(13.2)	125	(7.2)	(6.6)
	75	(3.9)	(4.1)	113	(10.7)	(6.3)
			112	(3.5)		
					114	(10.8)
					113	(10.9)
					101	(5.2)
					100	(5.4)

### Röntgenstrukturanalyse von **9**

Die zentrale Propellan-Bindung C8–C8' ist, wie erwartet, mit 1.565(3) Å die längste Bindung innerhalb des Moleküls, jedoch aufgrund der kleineren C<sub>5</sub>-Brücke deutlich kürzer als die entsprechende Bindung in **10** (1.586(2) Å) (Abb. 1)<sup>1)</sup>. Die entsprechenden Bindungslängen in nicht überbrückten Dewarbenzol-Derivaten betragen 1.569 Å<sup>4)</sup> und 1.623 Å<sup>5)</sup>. Die Konformation entlang dieser Bindung in **9** ist zwangsläufig ekliptisch. Die Torsionswinkel um C8–C8' sind alle 0°. Der Faltungswinkel zwischen den beiden Vierringebenen C8,C8',C9,C9' und C8,C8',C10,C10' beträgt 116.6(1)° und ist damit nur unwesentlich größer als der entsprechende Winkel in **10** (115.9(1)°) und auch nicht wesentlich kleiner als der entsprechende Winkel im unsubstituierten Dewarbenzol (117.3(6)°), das mit Elektronenbeugung vermessen wurde<sup>6)</sup>. Der Naphthalinring und die beiden Vierringe sind innerhalb der Fehlergrenze planar. Die Wasserstoffatome des

Dewarbenzol-Systems weichen nur geringfügig um  $2.4^\circ$  von den Ebenen der Cyclobutrenne in die *endo*-Richtung des Dewarbenzols ab. Im Gegensatz dazu weichen die Methylgruppen des Hexamethyl-Dewarbenzols<sup>7)</sup>, das mit Elektronenbeugung vermessen wurde, um  $16.1^\circ$  ab.

Bedingt durch die Starrheit des überbrückten Naphthalinsystems ist eine Vertwistung der Verbrückung entsprechend Verbindung **10** nicht möglich. Das Molekül nimmt eine spiegelbildliche Symmetrie ein. Dies führt zu einer sterisch ungünstigen Stellung an den Atomen C7, C7' (1,4-Abstand C7...C7': 2.94 Å; 1,6-Abstand H7B...H7B': 2.15 Å). Der Bindungswinkel C7-C8-C8' ist aufgrund der kürzeren C<sub>5</sub>-Brücke mit 117.1(2)<sup>o</sup> (Tab. 2) deutlich kleiner als in **10** (125.0<sup>o</sup> bzw. 124.4<sup>o</sup>). Der Naphthalinring ist im Molekül nach einer Seite der Dewarbenzol-Einheit gekippt, so daß er über dem Vierring C8,C8',C10',C10 liegt. Dies führt wiederum dazu, daß der Bindungswinkel C7-C8-C10 aufgrund des kurzen nichtbindenden Abstands C6...C10 von 3.026 Å auf 121.1(1)<sup>o</sup> aufgeweitet und gleichzeitig der Winkel C7-C8-C9 auf 119.3(2)<sup>o</sup> verkleinert wird.

Das Molekül liegt auf einer kristallographischen Spiegelebene, die durch die Atome C1 und C2 geht und die Doppelbindungen sowie die Brückenbindung des Dewarbenzols halbiert. Die intermolekularen Abstände sind alle größer als die Summe der entsprechenden van der Waals-Radien.

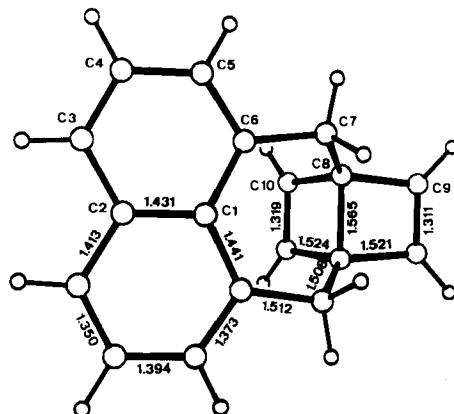


Abb. 1. Molekülstruktur von **9** mit Bindungslängen und Numerierung der Atome. Die Standardabweichungen betragen 0.002 – 0.004 Å

Tab. 2. Bindungswinkel von **9**

Tab. 3. Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren  $U_{\text{eq}}$  von 9

$G(2)$	$- G(1)$	$- G(5)$	$117 \cdot 1(1)$	$G(5)$	$- G(6)$	$- G(7)$	$116 \cdot B(2)$
$G(2)$	$- G(1)$	$- G(5')$	$117 \cdot 1(1)$	$G(6)$	$- G(5)$	$- G(8)$	$117 \cdot B(2)$
$G(6)$	$- G(1)$	$- G(6')$	$125 \cdot 8(2)$	$G(7)$	$- G(8)$	$- G(9')$	$117 \cdot 1(2)$
$G(1)$	$- G(2)$	$- G(3)$	$120 \cdot 5(1)$	$G(3)$	$- G(6)$	$- G(9)$	$119 \cdot 3(2)$
$G(1)$	$- G(2)$	$- G(3')$	$120 \cdot 5(1)$	$G(7)$	$- G(8)$	$- G(10)$	$121 \cdot 1(1)$
$G(3)$	$- G(2)$	$- G(3'')$	$118 \cdot 9(2)$	$G(8)$	$- G(8)$	$- G(9)$	$85 \cdot 2(1)$
$G(2)$	$- G(3)$	$- G(4)$	$120 \cdot 9(2)$	$G(8')$	$- G(8)$	$- G(10)$	$155 \cdot 4(1)$
$G(3)$	$- G(4)$	$- G(5)$	$119 \cdot 3(2)$	$G(9)$	$- G(8)$	$- G(10)$	$116 \cdot 0(2)$
$G(4)$	$- G(5)$	$- G(6)$	$123 \cdot 1(2)$	$G(8)$	$- G(9)$	$- G(9')$	$94 \cdot 8(2)$
$G(1)$	$- G(6)$	$- G(7)$	$119 \cdot 0(2)$	$G(8)$	$- G(10)$	$- G(10')$	$94 \cdot 6(2)$
$G(1)$	$- G(6)$	$- G(7)$	$124 \cdot 2(2)$				

ATOM	X/A	Y/B	Z/C	UEQ $\cdot 10^4$
C(1)	0.83141(36)	0.25000(0)	0.57892(18)	397(13)
C(2)	0.92916(36)	0.25000(0)	0.66986(19)	397(13)
C(3)	0.97753(27)	0.15508(18)	0.71556(15)	481(13)
C(4)	0.93560(29)	0.06265(18)	0.67459(15)	534(13)
C(5)	0.83754(28)	0.06115(15)	0.56831(12)	501(11)
C(6)	0.78531(25)	0.14999(5)	0.53756(12)	415(10)
C(7)	0.68876(30)	0.13539(14)	0.44259(13)	504(11)
C(8)	0.48539(30)	0.18900(14)	0.43585(12)	444(10)
C(9)	0.38593(29)	0.19889(17)	0.33855(13)	616(13)
C(10)	0.35189(27)	0.19859(17)	0.52312(13)	449(10)

Dem *Fonds der Chemischen Industrie* und der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* danken wir für finanzielle Unterstützung. Die Geräte wurden vom *Land Baden-Württemberg* zur Verfügung gestellt.

## Experimenteller Teil

**Schmelzpunkte:** Bestimmung in Kapillaren, nicht korrigiert. — **NMR-Spektren:** Bruker WH-300. — **Massenspektren:** Vacuum Generators ZAB-2F (70 eV). — **Säulenchromatographie:** Glasdrucksäulen (Reichert Chemietechnik). Membranpumpen „Prominent“ (Chemie und Filter GmbH). — **R<sub>F</sub>-Werte:** DC-Fertigplatten Kieselgel 60 F<sub>254</sub> (Merck). Betrachtung unter UV 254 nm oder Entwicklung in einer Iodkammer.

### Allgemeine Vorschrift zur Herstellung von 7–9

**Dichlordisulfoxide 4–6:** Eine Lösung von 12 mmol der Propellene 1–3 in 100 ml (1000 ml bei 2) wasserfreiem Tetrachlormethan wird unter Feuchtigkeitsausschluß bei 0 °C unter Rühren mit 24 mmol N-Chlorsuccinimid versetzt. Über Nacht erwärmt sich die Reaktionslösung auf Raumtemp. Das entstandene Succinimid, das auf der Reaktionslösung schwimmt, wird unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluß abgesaugt und dreimal mit 30 ml wasserfreiem Tetrachlormethan gewaschen. Dem Filtrat werden bei –25 °C unter Rühren und Feuchtigkeitsausschluß 40 ml (24 mmol) 0.6 M Peressigsäure in Dichlormethan zugetropft. Man röhrt 2 d bei Raumtemp. Die Lösung wird nacheinander mit Wasser, wäßriger Natriumcarbonat-, angesäuert Kaliumiodid-, Natriumsulfit-Lösung und nochmals mit Wasser ausgeschüttelt. Nach dem Trocknen über wasserfreiem Natriumsulfat wird das Lösungsmittel i. Vak. abdestilliert. Der Rückstand wird säulenchromatographisch an Kieselgel mit Toluol/Aceton (8 : 2) als Elutionsmittel getrennt. Man erhält Gemische der isomeren Dichlordisulfoxide 4–6, die nach dem Trocknen weiter umgesetzt werden.

**Dichlordisulfoxide 4 aus 1:** R<sub>F</sub> < 0.23 (Toluol/Aceton 8 : 2). Farblose Kristalle. Ausb. 49.8%.

**Dichlordisulfoxide 5 aus 2:** R<sub>F</sub> < 0.15 (Toluol/Aceton 8 : 2). Farblose Kristalle. Ausb. 15.2%.

**Dichlordisulfoxide 6 aus 3:** R<sub>F</sub> < 0.41 (Toluol/Aceton 8 : 2). Farblose Kristalle. Ausb. 87.2%.

**1,4-Überbrückte Dewarbenzole 7–9:** 1.8 mmol von den erhaltenen Gemischen der Dichlordisulfoxide 4–6 werden in 210 ml wasserfreiem Dimethylformamid gelöst und nach Zugabe von 75 ml 1,5-Diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en 12 h bei 60 °C gerührt. Die Reaktionslösung wird auf 140 ml Eiswasser gegossen, mit 2 N HCl angesäuert und viermal mit 25 ml Dichlormethan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser, gesättigter Natriumhydrogen-carbonatlösung und wieder mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen über wasserfreiem Natriumsulfat wird das Lösungsmittel i. Vak. abdestilliert, am Ende im Öl pumpenvak., um Reste von Dimethylformamid zu entfernen.

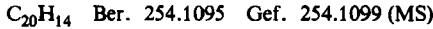
Der Rückstand wird in 150 ml wasserfreiem Tetrahydrofuran gelöst und bei –70 °C auf einmal mit 2.01 g (18 mmol) Kalium-*tert*-butylat versetzt. Man läßt innerhalb von 2 h auf Raumtemp. kommen und röhrt weitere 3 h bei 60 °C. Die Reaktionslösung wird auf 200 ml Eiswasser gegossen, mit 2 N HCl angesäuert und viermal mit ca. 100 ml Ether extrahiert. Die vereinigten Etherphasen werden mit Wasser, gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung und wieder mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen über wasserfreiem Natriumsulfat wird das Lösungsmittel i. Vak. abdestilliert. Das zurückbleibende braune Öl wird säulenchromatographisch an Kieselgel mit Cyclohexan/Chloroform (8 : 2) als Elutionsmittel gereinigt. Die Fraktionen der reinen Substanzen werden durch ihre R<sub>F</sub>-Werte ermittelt.

**3,4-Benzo[4.2.2]propella-3,7,9-trien (7):** Farbloses Öl. Ausb. 10.5%, R<sub>F</sub> = 0.55 (Cyclohexan/Chloroform 7 : 3). — <sup>1</sup>H-NMR (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 2.95 (s; 4H, 2-H, 5-H), 6.48 (s; 4H, 7-H,

8-H, 9-H, 10-H), 7.13 (s; 4H, Aromaten-H). –  $^{13}\text{C}$ -NMR (75.46 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 33.35$  (t; C-2, C-5), 56.81 (s; C-1, C-6), 126.19, 128.74 (d; tert. C-Aromaten), 137.03 (s; C-3, C-4), 143.21 (d; C-7, C-8, C-9, C-10).



**2,5-o-Benzeno-3,4-benzo[4,2,2]propella-3,7,9-trien (8):** Farblose Kristalle aus Methanol. Ausb. 1.5%, Schmp. 156 °C,  $R_F = 0.46$  (Cyclohexan/Chloroform 7:3). –  $^1\text{H}$ -NMR (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 4.53$  (s; 2H, 2-H, 5-H), 6.19 (s; 4H, 7-H, 8-H, 9-H, 10-H), 7.02 – 7.22 (m; 8H, Aromaten-H).



**1',8':3,5-Naphtho[5,2,2]propella-3,8,10-trien (9):** Farblose Kristalle aus Methanol. Ausb. 3.5%, Schmp. 107 – 108 °C,  $R_F = 0.51$  (Cyclohexan/Chloroform 7:3). –  $^1\text{H}$ -NMR (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): AB-Signal ( $\delta_A = 3.38$ ,  $\delta_B = 3.79$ ,  $J = 14.3$  Hz; 4H, 2-H, 6-H), 6.28 (s; 2H, 8-H, 9-H oder 10-H, 11-H), 6.68 (s; 2H, 8-H, 9-H oder 10-H, 11-H), 7.24 – 7.26 (m; 4H, Aromaten-H), 7.62 – 7.66 (m; 2H, Aromaten-H). –  $^{13}\text{C}$ -NMR (75.46 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 37.58$  (t; C-2, C-6), 62.77 (s; C-1, C-7), 124.93, 127.51, 128.23 (d; tert. C-Aromaten), 133.92, 135.45, 136.97 (s; quart. C-Aromaten), 143.68, 144.58 (d; C-8, C-9, C-10, C-11).



#### Röntgenstrukturanalyse von 9

Verbindung 9 kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe *Pnma* mit  $Z = 4$  Molekülen in der Elementarzelle und den folgenden Gitterkonstanten:  $a = 6.815(1)$ ,  $b = 12.827(2)$ ,  $c = 13.938(2)$  Å,  $D(\text{ber}) = 1.255 \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Die Messung wurde mit einem Kristall der Größe  $0.20 \times 0.25 \times 0.45$  mm<sup>3</sup> durchgeführt.

Auf einem automatischen ENRAF-NONIUS CAD4-Diffraktometer (Mo- $K_\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator) wurden im  $\omega - 2\Theta$ -Abtastrverfahren 1530 unabhängige Reflexe im Bereich von  $\sin \Theta / \lambda \leqslant 0.66$  Å<sup>-1</sup> vermessen, von denen 768 als beobachtet angesehen wurden ( $F_o^2 > 3\sigma(F_o^2)$ ). Die Struktur wurde mit Direkten Methoden gelöst. Die Verfeinerung der 113 Variablen nach  $F^2$  im Vollmatrixverfahren mit anisotropen Temperaturfaktoren für die C-Atome und isotropen für die H-Atome konvergierte bei einem *R*-Wert von 0.045. Die Atomkoordinaten stehen in Tab. 3. Alle Rechnungen wurden auf einem PDP11/44-Computer mit dem SDP-Programmsystem<sup>8)</sup> von ENRAF-NONIUS durchgeführt<sup>9)</sup>.

#### CAS-Registry-Nummern

1: 79482-94-3 / 2: 79482-99-8 / 3: 99922-77-7 / 4: 99922-80-2 / 5: 99922-81-3 / 6: 99922-82-4 / 7: 99922-78-8 / 8: 72474-19-2 / 9: 99922-79-9 / 10: 90594-21-1

<sup>1)</sup> XVI. Mitteil.: K. Weinges, W. Kasel, U. Huber-Patz, H. Rodewald und H. Irngartinger, Chem. Ber. 117, 1868 (1984).

<sup>2)</sup> K. Weinges, P. Günther, W. Kasel, G. Hubertus und Petra Günther, Angew. Chem. 93, 1008 (1981); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. 20, 960 (1981).

<sup>3)</sup> G. C. Johnson und R. G. Bergman, Tetrahedron Lett. 1979, 2093.

<sup>4)</sup> H.-J. Altenbach, private Mitteilung; H. Soicke, Dissertation, Univ. Köln 1982.

<sup>5)</sup> K. Aggermund, K. H. Claus, R. Goddard und C. Krüger, Angew. Chem. 97, 241 (1985); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. 24, 237 (1985).

<sup>6)</sup> E. A. McNeill und F. R. Scholer, J. Mol. Struct. 31, 65 (1976).

<sup>7)</sup> M. J. Cardillo und S. H. Bauer, J. Am. Chem. Soc. 92, 2399 (1970).

<sup>8)</sup> B. A. Frenz in "Computing in Crystallography" von H. Schenk, R. Olthof-Hazekamp, H. van Koningsveld und G. C. Bassi, S. 64, Delft University Press, Delft, Niederlande, 1978.

<sup>9)</sup> Weitere Einzelheiten zur Kristalluntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51 625, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.