

Carben-analoge Reaktionen der Dehalogenierungsprodukte von Dichlor(diisopropylamino)boran mit Aromaten und 1,2-Dimethoxyethan

Anton Meller*, Walter Maringele, Gernot Elter, Dietmar Bromm, Mathias Noltemeyer und George M. Sheldrick

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen,
Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen

Eingegangen am 27. Februar 1987

Carbene-Analogous Reactions of the Products of Dehalogenation of Dichloro(diisopropylamino)borane with Aromatic Compounds and 1,2-Dimethoxyethane

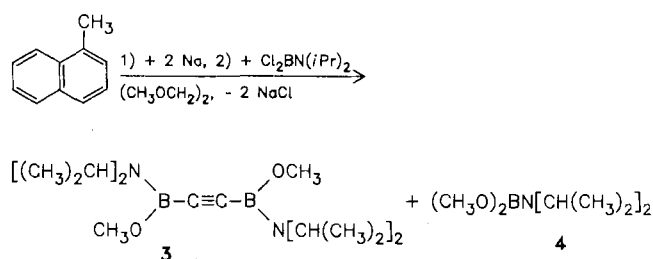
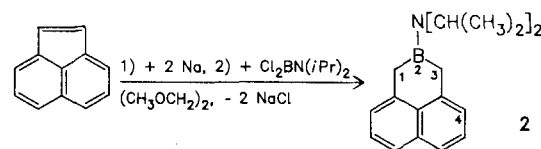
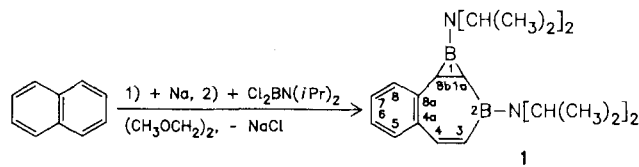
Sodium complexes of aromatic compounds in 1,2-dimethoxyethane react with dichloro(diisopropylamino)borane to give compounds formed via carben(oid) intermediates: From naphthalene 1,2-bis(diisopropylamino)-1,1a,2,8b-tetrahydroborireno[2,3-*b*][3]benzoborepine (**1**) is formed. From acenaphthylene 2-(diisopropylamino)-2,3-dihydro-1*H*-naphtho[1,8-*cd*]borine (**2**) and with 1-methylnaphthalene, in addition to 1,2-bis(diisopropylamino)methoxyboryl]ethyne (**3**), (diisopropylamino)dimethoxyborane (**4**) is isolated. ^1H -, ^{11}B -, ^{13}C -, ^{14}N -, ^{15}N NMR and MS data are given. For **3** the X-ray structure is reported.

Reaktionen von Carbenen und Carbenoiden mit Aromaten unter Bildung von Cycloheptatrien- (Ringerweiterung) bzw. Norcaradien-Derivaten (Addition) sind gut dokumentiert^{1,2}. In einzelnen Fällen wird Valenztautomerie zwischen diesen Produkten beobachtet³. Reaktionen von Carbenen mit Aromaten unter Ringerweiterung und Addition am gleichen aromatischen Ring sind unseres Wissens bisher nicht mitgeteilt worden. Auch mit Nitrenen sind Ringerweiterungen von Aromaten zu Azepinderivaten bekannt⁴. Borylene sollen sich aus Reaktionen von Dibromorganylboranen, RBBR_2 , mit C_8K bilden⁵, doch ist mindestens für Reaktionen mit Alkinen ein anderer Reaktionsweg nachgewiesen worden⁶. Reaktionen von Borylenen oder entsprechenden carbenoiden Species mit gewöhnlichen Aromaten sind bisher nicht beschrieben, allerdings ist die Umsetzung des Borol-Dianions $[\text{C}_4\text{H}_4\text{BN}(\text{i-Pr})_2]^{2-}$ mit $\text{Cl}_2\text{BN}(\text{i-Pr})_2$ unter Addition und Bildung eines 2,6-Diborabicyclo[3.1.0]hex-3-en-Derivates bekannt⁷. Im allgemeinen sind Carben-Analoga mit Substituenten, die freie Elektronenpaare besitzen, weniger reaktiv⁸, d. h. stabiler als etwa Organyl-substituierte Species⁹. Eine zusätzliche Stabilisierung sollten sperrige Substituenten liefern.

Im folgenden wird gezeigt, daß Enthalo-genierungsprodukte von Dichlor(diisopropylamino)boran, die mit Natrium in Gegenwart von Aromaten entstehen, Verbindungen liefern, die Reaktionsprodukten von Carbenen bzw. Carbenoiden vergleichbar sind. So führt die Reaktion des Naphthalin/Natrium-Komplexes (1:1) mit $\text{Cl}_2\text{BN}(\text{i-Pr})_2$ in 1,2-Dimethoxyethan bei Raumtemperatur in 36% Ausbeute zu 1,2-Bis(diisopropylamino)-1,1a,2,8b-tetrahydroborireno[2,3-*b*][3]benzoborepine (**1**). Mit Acenaphthylen/Natrium (1:2) gibt $\text{Cl}_2\text{BN}(\text{i-Pr})_2$ das 2-(Diisopropylamino)-2,3-dihydro-1*H*-naphtho[1,8-*cd*]borin (**2**), während bei gleichen Reaktionsbedingungen mit 1-Methylnaphthalin/Natrium (1:2) in 1,2-Dimethoxyethan überraschenderweise 1,2-Bis[(diisopropylamino)methoxyboryl]ethin (**3**) neben (Diisopropylamino)dimethoxyboran (**4**) isoliert wird.

Obwohl beim derzeitigen Stand der Untersuchungen Aussagen über den Reaktionsmechanismus rein spekulativ wären, ist ersichtlich, daß die aus Dichlor(diisopropylamino)boran unter Dehalogenierung gebildete Carben(oid)-Species jeweils mit dem relativ

reaktivsten Partner bevorzugt abreagiert, wobei bereits geringe strukturelle Unterschiede bei den Aromaten, ebenso wie geänderte Reaktionsbedingungen, zu einem weitgehend geänderten Reaktionsablauf führen. Dabei kann sowohl **3** in Nebenfraktionen bei der Herstellung von **1** ebenso massenspektrometrisch nachgewiesen werden wie das zu **1** analoge, vom Methylnaphthalin abgeleitete Produkt bei der Herstellung von **3**. Verbindung **3** entsteht offenbar durch Einschlebung der $[\text{B}-\text{N}(\text{i-C}_3\text{H}_7)_2]$ -Einheit in die (CH_2-O) -Bindungen von 1,2-Dimethoxyethan und nachfolgende Dehydrierung zum Alkinderivat. Andererseits kann auf diesem Wege die Hydrierung von CH - zu CH_2 -Gruppen wie bei der Bildung von **2** erklärt werden.



Die Verbindungen **1**–**4** sind durch Massenspektren (E.I., F.I. und teilweise F.D.), NMR-Spektren (^1H , ^{13}C – zum Teil Korrelationsspektren –, ^{11}B und teilweise auch ^{14}N und ^{15}N) und elementaranalytisch charakterisiert (siehe Angaben im experimentellen Teil). Die Ramanfrequenz der $(\text{C}\equiv\text{C})$ -Bindung in **3** beträgt 2156 cm^{-1} , $\delta^{13}\text{C}$ liegt bei 108 ppm , wobei Vergleichswerte für B-ständige Alkinkohlenstoffatome in Ethinylphenylboranen zwischen 90.6 und 102.8 ppm gefunden werden¹⁰.

Für **3** wurde eine Kristallstrukturanalyse angefertigt, die zeigt, daß die Dreifachbindung zwischen den beiden Kohlenstoffatomen des Alkins lokalisiert ist. Ein Bindungsausgleich über weitere Bindungssequenzen findet nicht statt.

Kristallstrukturanalyse von 3^{*)}

Ein farbloser Kristall der Größe $0.4 \times 0.1 \times 0.6$ mm wurde auf einem Stoe-Siemens-Vierkreisdiffraktometer mit monochromatisierter Cu-K α -Strahlung ($\lambda = 154.182$ pm) unter Verwendung einer Profilanalyse¹¹⁾ bis $2\Theta = 110^\circ$ (2929 Reflexe, davon 1380 unabhängig) vermessen. Absorptionskorrekturen waren unnötig ($\mu = 0.47$ mm⁻¹).

1,2-Bis[(diisopropylamino)methoxyboryl]ethin (3) (Molmasse = 308.08) kristallisiert in der Raumgruppe $P2_1/n$ mit den Zellkonstanten $a = 915.15$ (3), $b = 1121.05$ (4), $c = 1023.53$ (4) pm, $\beta = 106.34$ (1) $^\circ$, $U = 1.0077$ nm³, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.015$ Mg m⁻³.

Die Struktur wurde mit Hilfe Direkter Methoden¹²⁾ und anschließender Differenz-Fourier-Synthesen gelöst und nach dem Kleinst-Quadrat-Verfahren mit 1241 Reflexen $> 3\sigma$ verfeinert. B, C, N, O wurden anisotrop, H isotrop und frei verfeinert (Anzahl Parameter = 168). Das Gewichtsschema war $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0008 F^2$. Die R-Faktoren sind $R = 0.053$, $R_w = 0.059$.

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Thermalparameter (pm² $\times 10^{-1}$) von 3. Äquivalente isotrope U , berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B	304(3)	6090(2)	6792(2)	48(1)
N	1438(2)	6961(1)	7168(2)	51(1)
O	-649(2)	5913(1)	7591(1)	62(1)
C	107(2)	5316(2)	5495(2)	50(1)
C(1)	-1843(3)	5058(3)	7280(3)	75(1)
C(2)	1657(3)	7700(2)	8418(2)	58(1)
C(3)	2118(4)	6947(3)	9705(2)	75(1)
C(4)	273(3)	8470(3)	8365(3)	79(1)
C(5)	2498(3)	7207(2)	6359(2)	68(1)
C(6)	4141(3)	6949(3)	7157(4)	91(1)
C(7)	2338(5)	8466(3)	5789(4)	94(1)

Tab. 2. Bindungsabstände [pm] und Bindungswinkel [$^\circ$] von 3

	(pm)		($^\circ$)
C-C'	120.6 (3)	B-C-C'	176.5 (2)
B-N	139.8 (3)	O-B-N	119.0 (2)
B-C	155.3 (3)	C-B-O	119.4 (2)
N-C(5)	146.9 (3)	C(5)-N-B	122.2 (2)
C(2)-C(3)	152.1 (3)	C(1)-O-B	122.9 (2)
C(5)-C(6)	152.3 (4)	C(4)-C(2)-N	112.0 (2)
B-O	136.8 (3)	C(6)-C(5)-N	111.8 (2)
N-C(2)	149.0 (2)	C(7)-C(5)-C(6)	110.9 (2)
O-C(1)	142.1 (3)	C-B-N	121.6 (2)
C(2)-C(4)	152.1 (3)	C(2)-N-B	122.4 (2)
C(5)-C(7)	151.9 (4)	C(5)-N-C(2)	115.4 (2)
		C(3)-C(2)-N	111.8 (2)
		C(4)-C(2)-C(3)	111.8 (2)
		C(7)-C(5)-N	112.6 (2)

Die Atomparameter sind in Tab. 1 zusammengefaßt, Bindungslängen und -winkel in Tab. 2. Die zentrosymmetrische Molekülstruktur von 3 ist in Abb. 1 gezeigt: Die Länge der Kohlenstoff-

Dreifachbindung entspricht den Werten, die in Lit.¹³⁾ nicht nur für Borylderivate zusammengestellt sind. Der B-C-C-Winkel ist mit 176.5° jedoch nicht ganz linear, wofür die unterschiedliche Raumbeanspruchung des Methoxy- und des Diisopropylamino-Restes Ursache sein mag.

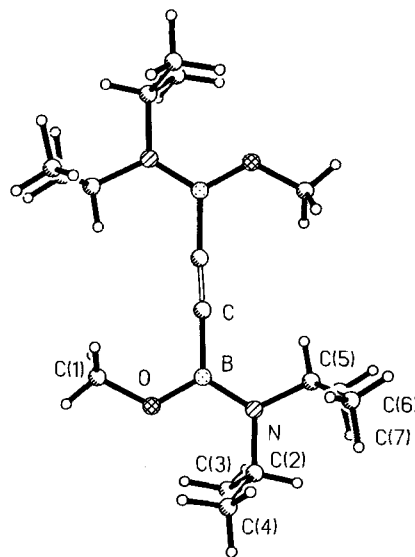


Abb. 1. Molekülstruktur von 1,2-Bis[(diisopropylamino)methoxyboryl]ethin (3)

Für die Förderung dieser Arbeit danken wir dem *Fonds der Chemischen Industrie*.

Experimenteller Teil

Elementaranalysen: Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen. — NMR-Spektren (Standards): ^1H , ^{13}C (TMS int.), ^{11}B ($\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ ext.), ^{14}N , ^{15}N (CH_3NO_2 ext.); Bruker AM 250. — Massenspektren: E.I. 70 eV; F.I.: Varian MAT-CH 5; F.D.: Finnigan MAT 250. — Ausgangsverbindung: $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-Pr})_2$ ¹⁴⁾. Alle Reaktionen wurden unter trockenem N_2 durchgeführt.

1,2-Bis[(diisopropylamino)-1,1a,2,8b-tetrahydroborireno[2,3-b]-[3]benzoborepin (1): Zur Lösung von 128.17 g (1.0 mol) Naphthalin in 1 l 1,2-Dimethoxyethan werden unter Rühren 23 g zerkleinertes Natrium gegeben. Durch Kühlung wird die Reaktionstemperatur unter 30°C gehalten und nach Ende der exothermen Reaktion noch 10 h bei Raumtemp. gerührt. Zu dieser Lösung tropft man während 30 min 87.3 g (0.48 mol) $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-C}_3\text{H}_7)_2$ zu, wobei man das Reaktionsgemisch unter 30°C hält, nach 10stdg. Rückflußkochen auf der Drucknutsche vom Niederschlag filtriert, Dimethoxyethan im Rotationsverdampfer abdestilliert und Naphthalin zunächst bei 20 mbar und schließlich bei 1 mbar entfernt. Nach Trennung von einer geringen Vorfraktion (Sdp. $100\text{--}128^\circ\text{C}/0.001$ mbar) wird die verbleibende schwarze teerartige Masse zweimal im 3-Kugelrohr destilliert. Die erhaltene honigfarbene hochviskose Flüssigkeit 1 [Ausb. 30.4 g = 36%, bezogen auf $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-C}_3\text{H}_7)_2$] hat einen Sdp. von $160^\circ\text{C}/0.001$ mbar (Luftbadtemp.). — $^{12}\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{B}_2\text{N}_2$ ber. 350.3065, gef. 350.3065 (MS-Hochauflösung). MS: m/z (%) = E.I. 350 (50) [$\text{M}]^+$, 335 (100) [$\text{M} - \text{CH}_3$] $^+$; F.I. 350 (100); F.D. 350 (100). — NMR: $\delta^{11}\text{B} = 49.3$ (h/2 = 400 Hz), 38.6 (h/2 = 350 Hz) (20proz. in CDCl_3). — $\delta^{14}\text{N} = -248$ (h/2 = 1500 Hz) (bei $+60^\circ\text{C}$) und $\delta^{15}\text{N} = -255.2$ und -245.4 INEPT Refok. (konz. in CDCl_3). — $\delta^1\text{H} = 2.98$ (s, br., 1H, 1a-H); 5.88 (d von d, $^3J_{\text{HH}} =$

^{*)} Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52398, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

11.7 Hz, $^4J_{\text{HH}} = 1.8$ Hz, 1H, 3-H); 7.33 (d von d, $^3J_{\text{HH}} = 11.7$ Hz, $^5J_{\text{HH}} = 8.4$ Hz, 1H, 4-H); 3.22 (d von d, $^3J_{\text{HH}} = 1.4$ Hz, $^5J_{\text{HH}} = 8.4$ Hz, 1H, 8b-H); 6.8–7.1 (m, 4H, 5-, 6-, 7-, 8-H); 3.36 (sept) + 1.15 (d) + 1.16 (d) ($^3J_{\text{HH}} = 6.9$ Hz, 7H, 1. Isopropyl); 3.47 (sept) + 1.17 (d) + 1.20 (d) ($^3J_{\text{HH}} = 6.9$ Hz, 7H, 2. Isopropyl); 3.66 (sept) + 1.06 (d) + 1.08 (d) ($^3J_{\text{HH}} = 6.8$ Hz, 7H, 3. Isopropyl); 4.35 (sept) + 1.23 (d) + 1.24 (d) ($^3J_{\text{HH}} = 6.8$ Hz, 4. Isopropyl) (5proz. in CDCl_3). $\delta^{13}\text{C} = 39.27$ (br., C-1a); 129.81 (br., C-3); 155.27 (C-4); 43.12 (br., C-8b); 148.74 (C-4a); 150.60 (C-8a); 124.89 (C-5); 123.81 (C-6); 122.84 (C-7); 122.53 (C-8); 45.30 + 24.02 + 24.21 (1. Isopropyl); 45.45 + 24.85 + 24.51 (2. Isopropyl); 48.31 + 22.60 + 22.25 (3. Isopropyl); 48.48 + 23.01 + 22.44 (4. Isopropyl) (20proz. in CDCl_3). Die Zuordnungen zu den einzelnen Positionen basieren auf selektiven Entkopplungen, HH-COSY und CH-Korrelationsmessungen. Die an Bor gebundenen ^{13}C -Atome wurden bei -45°C vermessen.

$\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{B}_2\text{N}_2$ (350.3) Ber. C 75.46 H 10.36 B 6.17 N 8.00
Gef. C 75.41 H 10.19 B 6.03 N 7.84

2-(Diisopropylamino)-2,3-dihydro-1H-naphtho[1,8-cd]borin (2): 75 g (0.49 mol) Acenaphthylen werden in 500 ml 1,2-Dimethoxyethan mit 23.5 g (1.02 mol) Natrium bei Raumtemp. 60 h gerührt und dann bei -60°C 89 g (0.49 mol) $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-Pr})_2$ zugetropft. Nach dem Auftauen rührt man noch 6 h bei 20°C . Dann wird die schokoladenbraune Suspension auf der Drucknutsche filtriert und das Lösungsmittel im Rotationsverdampfer entfernt. Bei $250^\circ\text{C}/0.002$ mbar treibt man die flüchtigen Anteile des Rückstandes in eine Kühlfalle (-196°C). Die Destillation des Kühlfalleninhalts ergibt als Hauptfraktion ein gelbliches Öl (Sdp. $200^\circ\text{C}/0.002$ mbar), aus welchem nach 24stdg. Stehenlassen bei 20°C gelbliche Kristalle anfallen. Nach Umlösen aus Hexan erhält man 22.3 g (17%) 2. Schmp. 90°C . — MS: m/z (%) = E.I. 265 (40) $[\text{M}]^+$, 153 (100) $[\text{C}_{12}\text{H}_9]^+$; F.I. 265 (100). — NMR (in CDCl_3): $\delta^{11}\text{B} = 43.7$. $\delta^1\text{H} = 1.25$ (d, $^3J_{\text{HH}} = 7$ Hz, 12H); 2.80 (s, 4H); 3.80 (sept, 2H); 7.10–7.70 (br., 6H). $\delta^{13}\text{C} = 23.53$ (C— CH_3); 26.43 (br., B— CH_2); 47.19 (CH); 125.10 + 125.59 + 126.22 (CH arom.); 132.14 + 134.12 + 139.12 (quart. C).

$\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{BN}$ (265.2) Ber. C 81.51 H 9.06 B 4.15 N 5.28
Gef. C 80.54 H 8.95 B 4.28 N 5.33

1,2-Bis[(diisopropylamino)methoxyboryl]ethin (3) und (Diisopropylamino)dimethoxyboran (4): Zu der Lösung von 84 g (0.59 mol) 1-Methylnaphthalin in 500 ml 1,2-Dimethoxyethan gibt man 28 g (1.22 mol) Natrium und löst dieses bei 30°C unter Rühren (4 h). Nach 4stdg. Rückflußkochen tropft man bei 20°C 106.8 g (0.59 mol) $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-Pr})_2$ in 400 ml Hexan zu und kocht 6 h unter Rückfluß. Die tiefblaue Suspension wird am Druckfilter filtriert, das Lösungsmittel unter vermindertem Druck abgezogen und die bei bis $250^\circ\text{C}/0.002$ mbar flüchtigen Anteile des Rückstandes in einer Kühlfalle (-196°C) gesammelt. Die Destillation des Kühlfalleninhalts liefert 12 g (24%) 4 (Sdp. $95^\circ\text{C}/20$ mbar) und anschließende Sublimation des Rückstandes im 4-Kugellohr 3, von dem nach Umlösen aus Hexan 14.8 g (17%) (Schmp. 102°C) erhalten werden.

3: MS: m/z (%) = E.I. 308 (5) $[\text{M}]^+$, 293 (100) $[\text{M} - \text{CH}_3]^+$; F.I. 308 (100); F.D. 308 (100). — Raman (Feststoff): $\nu(\text{C}\equiv\text{C})$ 2156 cm^{-1} (stärkste Linie). — NMR (in $[\text{D}_8]\text{Toluol}$): $\delta^{11}\text{B} = 23.4$ ($h/2 = 200$ Hz, bei 100°C $h/2 = 60$ Hz). $\delta^{14}\text{N}$ (100°C) = -262 ($h/2 = 600$ Hz). In den ^1H - und ^{13}C -Spektren sind bei 25°C (in CDCl_3) je zwei der vier Isopropylgruppen, bei 100°C (in $[\text{D}_8]\text{Toluol}$) alle vier Gruppen äquivalent: *i*-Pr No. 1 und 2: $\delta^1\text{H} = 1.15$ (d) und 4.03 (sept, $^3J_{\text{HH}} = 6.8$ Hz); $\delta^{13}\text{C} = 22.72$ ($^1J_{\text{CH}} = 125$ Hz, CH_3) und 48.01 ($^1J_{\text{CH}} = 133$ Hz, CH). *i*-Pr. No. 3 und 4: $\delta^1\text{H} = 1.16$ (d) und 3.37 (sept, $^3J_{\text{HH}} = 6.8$ Hz); $\delta^{13}\text{C} = 23.02$ ($^1J_{\text{CH}} = 125$ Hz, CH_3) und 44.00 ($^1J_{\text{CH}} = 133$ Hz, CH). Die jeweiligen Zuordnungen erfolgten durch selektive Entkopplung. $\delta^1\text{H} = 3.71$ (s) und $\delta^{13}\text{C} = 54.15$ ($^1J_{\text{CH}} = 142.2$ Hz) für OCH_3 ; $\delta^{13}\text{C} = 108$ (s, br.) für B—C.

$\text{C}_{16}\text{H}_{34}\text{B}_2\text{N}_2\text{O}_2$ (308.1) Ber. C 62.34 H 11.04 B 7.01 N 9.09
Gef. C 63.11 H 11.18 B 6.94 N 9.48
Molmasse 340 (kryoskop. in Benzol)

4: MS: m/z (%) = E.I. 173 (100) $[\text{M}]^+$, 158 (100) $[\text{M} - \text{CH}_3]^+$; F.I. 173 (100). — NMR (in CDCl_3): $\delta^{11}\text{B} = 22.0$. $\delta^1\text{H} = 1.15$ (d, $^3J_{\text{HH}} = 7$ Hz, 12H); 3.40 (sept, 2H); 3.55 (s, 6H). $\delta^{13}\text{C} = 23.10$ [$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$]; 44.26 [$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$]; 51.64 (OCH_3).

$\text{C}_8\text{H}_{20}\text{BNO}_2$ (173.1) Ber. C 55.52 H 11.64 N 8.09
Gef. C 55.98 H 11.69 N 8.06

CAS-Registry-Nummern

1: 108594-00-9 / 2: 108594-01-0 / 3: 108594-02-1 / 4: 108594-03-2 / $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-Pr})_2$: 44873-49-6 / Naphthalin: 91-20-3 / Acenaphthylen: 208-96-8 / 1-Methylnaphthalin: 90-12-0

- ¹⁾ M. Jones, R. A. Moss, *Carbenes*, Vol. 1 und 2, J. Wiley and Sons, New York-London-Sydney-Toronto 1973.
- ²⁾ W. Kirmse, *Carbene, Carbenoide und Carbenanaloge*, Verlag Chemie, Weinheim 1971.
- ³⁾ Z. B.: E. Ciganek, *J. Am. Chem. Soc.* **87** (1965) 1149.
- ⁴⁾ Z. B.: K. Hafner, W. Kaiser, R. Puttner, *Tetrahedron Lett.* **1964**, 3953.
- ⁵⁾ Siehe S. M. van der Kerk, P. H. M. Budzelaar, A. L. M. van Eekeren, G. J. M. van der Kerk, *Polyhedron* **3** (1984) 271, und die dort zitierte Literatur.
- ⁶⁾ R. Schlögl, B. Wrackmeyer, *Polyhedron* **4** (1985) 885.
- ⁷⁾ G. E. Herberich, H. Ohst, H. Mayer, *Angew. Chem.* **96** (1984) 975; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **23** (1984) 969.
- ⁸⁾ O. M. Nefedov, S. P. Kolesnikov, A. I. Ioffe, *J. Organomet. Chem. Rev. Library* **5** (1977) 181.
- ⁹⁾ Siehe R. Köster, in *Methoden der organischen Chemie* (Houben-Weyl), 4. Aufl., Bd. XIII/3a, S. 2–4, Georg Thieme Verlag, Stuttgart und New York 1982.
- ¹⁰⁾ B. Wrackmeyer, *Z. Naturforsch., Teil B*, **37** (1982) 788.
- ¹¹⁾ W. Clegg, *Acta Crystallogr., Sect. A*, **37** (1981) 22.
- ¹²⁾ SHELXS, G. M. Sheldrick, Göttingen 1986.
- ¹³⁾ Siehe W. J. Lafferty, J. J. Ritter, *J. Mol. Spectrosc.* **38** (1971) 181.
- ¹⁴⁾ J. F. Brown, *J. Am. Chem. Soc.* **74** (1952) 1219.

[68/87]