

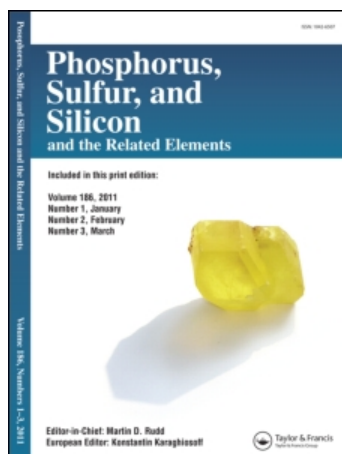
This article was downloaded by:

On: 29 January 2011

Access details: Access Details: Free Access

Publisher Taylor & Francis

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements

Publication details, including instructions for authors and subscription information:

<http://www.informaworld.com/smpp/title~content=t713618290>

[2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)ETHYL]-PHOSPHONSÄURE: MOLEKÜLSTRUKTUR VON [2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)- ETHYL]DIMETHYLPHOSPHONAT

Rolf-Dieter Hund^a; Gerd-Volker Rösenthaller^a

^a Institut für Anorganische und Physikalische Chemie, Bremen, Bundesrepublik, Deutschland

To cite this Article Hund, Rolf-Dieter and Rösenthaller, Gerd-Volker(1992) '[2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)ETHYL]-PHOSPHONSÄURE: MOLEKÜLSTRUKTUR VON [2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)-ETHYL]DIMETHYLPHOSPHONAT', Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 73: 1, 99 – 105

To link to this Article: DOI: 10.1080/10426509208034436

URL: <http://dx.doi.org/10.1080/10426509208034436>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Full terms and conditions of use: <http://www.informaworld.com/terms-and-conditions-of-access.pdf>

This article may be used for research, teaching and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, re-distribution, re-selling, loan or sub-licensing, systematic supply or distribution in any form to anyone is expressly forbidden.

The publisher does not give any warranty express or implied or make any representation that the contents will be complete or accurate or up to date. The accuracy of any instructions, formulae and drug doses should be independently verified with primary sources. The publisher shall not be liable for any loss, actions, claims, proceedings, demand or costs or damages whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with or arising out of the use of this material.

[2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)ETHYL]- PHOSPHONSÄURE: MOLEKÜLSTRUKTUR VON [2,2,2-TRIFLUOR-1-(2-HYDROXYPHENYL)- ETHYL]DIMETHYLPHOSPHONAT

ROLF-DIETER HUND und GERD-VOLKER RÖSCHENTHALER†
*Institut für Anorganische und Physikalische Chemie, Fachbereich 2 der
 Universität Bremen, Leobener Straße, D-2800 Bremen 33,
 Bundesrepublik Deutschland*

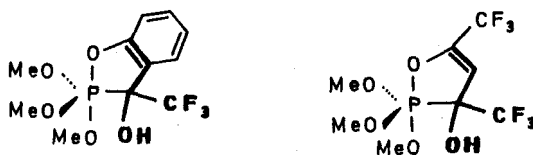
(Received September 1, 1992)

The interaction of trimethylphosphite (1) and 2-trifluoroacetylphenol (2) yielded 4,5-benzo-2,2,2-trimethoxy-3-trifluoromethyl-1,2λ⁵σ⁵-oxaphosphol (3) and trimethylphosphate but not the expected 3-hydroxy derivative. Hydrolysis of compound 3 furnished the respective acyclic dimethylphosphonate 4 which was converted into the bis(trimethylsilyl)ester 5 and finally into the free phosphonic acid 6. O-trimethylsilylated compound 8 added to tris(trimethylsilyl)phospite (7) furnishing phosphonate 9 without abstracting the α-oxygen. The molecular structure of 4 exhibited a somewhat distorted tetrahedral arrangement of substituents around phosphorus. An intermolecular hydrogen bridge O—H····O=P was observed (O··O = 266.7 pm).

Key words: 2-Trifluoroacetylphenol; λ⁵σ⁵-oxaphosphol; [2,2,2-trifluoro-1-(2-hydroxyphenyl)ethyl]phosphonic acid; molecular structure.

EINLEITUNG

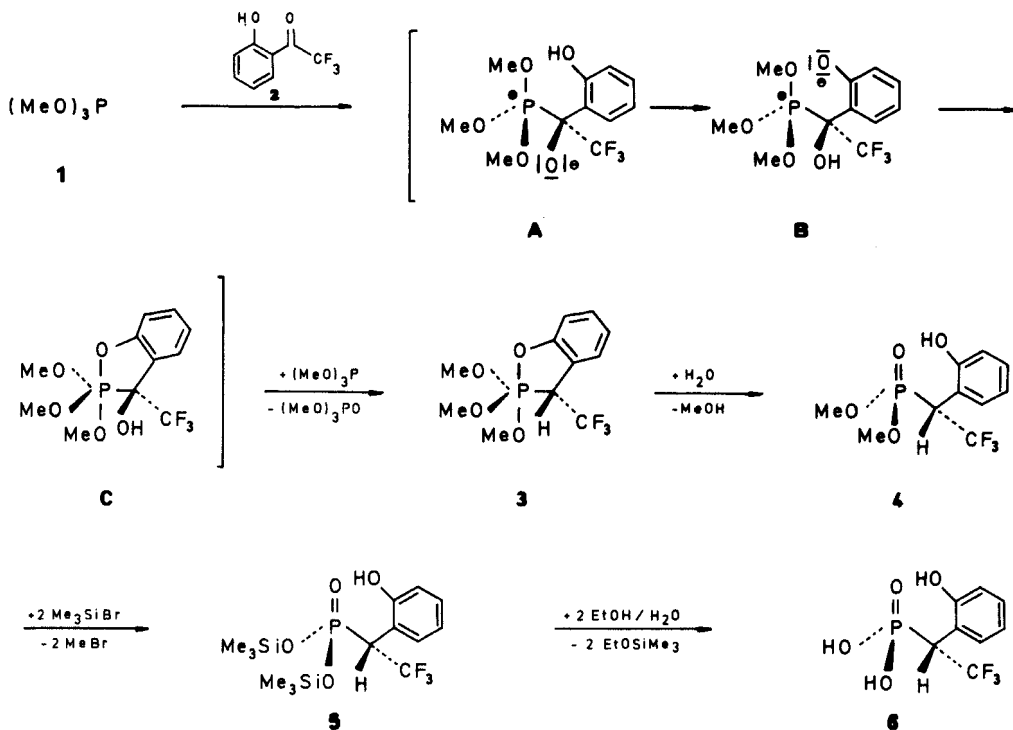
An einigen ausgewählten Phosphor(III)-Verbindungen, wie z.B. (RO)₂PNCO, R₂NPCl₂ und R₂PCl₂, haben wir gezeigt, daß 2-Trifluoroacetylphenol(2) Bi-oder Tricyclen aufbauen kann.^{1,2,3} Im Falle der Reaktion mit Phosphiten, wie z.B. Trimethylphosphit (1) sollte ein monocyclisches Phosphoran entstehen, welches strukturell analog zu dem entsprechenden Umsetzungsprodukt⁴ aus (Z)-1,1,1,3,3,3-Hexafluor-4-hydroxy-3-penten-2-on wäre, das allerdings nur unterhalb –80°C beständig ist.



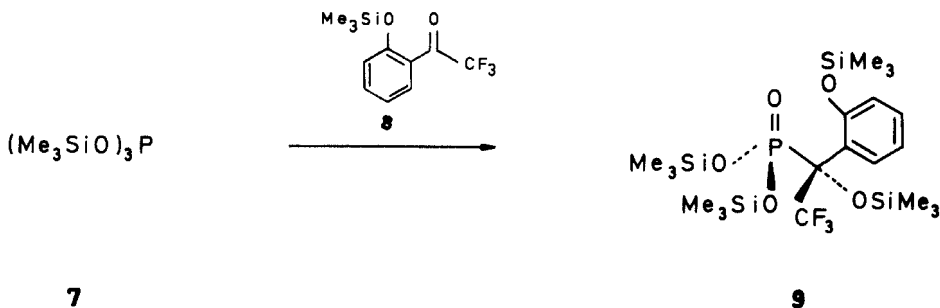
DISKUSSION

Überraschenderweise erhielten wir bei der Umsetzung von 1 und 2 nicht ein α-Hydroxyphosphoran, sondern das deoxygenierte Derivat 3, eine farblose Flüssigkeit, und Trimethylphosphat (siehe Schema I).

†Korrespondenzautor.



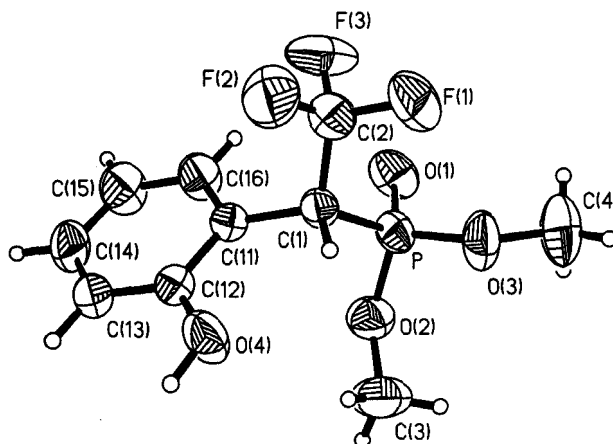
Schema I



Schema II

Möglicherweise entstand 3 über Zwischenstufe A, die nach Prototropie in B übergeht, dann das Phosphoran C bildet, welches rasch durch Trimethylphosphit reduziert wird. Verbindung 3 wurde unter Ringöffnung zu dem Phosphat 4 hydrolysiert. Der entstandene Feststoff ließ sich leicht in den disilylierten Ester 5 überführen. Schließlich war die freie Phosphonsäure 6 durch Hydrolyse in einem Gemisch Ethanol/H₂O zugänglich. Die beiden pK_s-Werte wurden zu 1.75 und 5.45 ermittelt. Hingegen wurde *kein* Phosphoran und *keine* Deoxygenierung bei der Umsetzung von Tris(trimethylsilyl)phosphit (7) und 2-Trifluoracetyl-trimethylsilylphenylether (8) gefunden (siehe Schema II).

Die Röntgenstrukturanalyse (Abbildung I) von 4 zeigt, daß die Substituenten an Phosphor verzerrt tetraedrisch angeordnet sind. Wie nach dem VSEPR-Modell

ABBILDUNG 1 Molekülstruktur von 4 (ORTEP-II⁵)TABELLE I
Ausgewählte Bindungslängen (pm) und —winkel (°) von 4

P-O(1)	146.1(3)	P-C(1)	181.3(2)
P-O(2)	156.2(3)	P-O(3)	155.6(2)
C(1)-C(2)	150.8(5)	C(1)-C(11)	152.0(3)
C(11)-C(16)	138.1(5)	C(11)-C(12)	139.5(4)
C(12)-C(13)	138.3(4)	C(12)-O(4)	135.8(4)
C(2)-F(2)	133.0(4)	C(13)-C(14)	136.7(5)
O(2)-C(3)	144.8(5)	C(14)-C(15)	137.5(6)
O(3)-C(4)	143.2(4)		
O(1)-P-C(1)	114.0(1)	O(1)-P-O(2)	109.9(1)
O(1)-P-O(2)	106.0(1)	O(1)-P-O(3)	116.2(1)
C(1)-P-O(3)	101.9(1)	O(2)-P-O(3)	108.1(1)
C(1)-C(11)-C(12)	119.1(3)	P-C(1)-C(11)	111.8(2)
C(12)-C(11)-C(16)	118.6(2)	P-C(1)-C(2)	113.3(2)
C(11)-C(12)-C(13)	120.1(3)	C(11)-C(1)-C(2)	111.8(2)
C(14)-C(15)-C(16)	119.4(4)	C(1)-C(11)-C(16)	122.2(3)
C(11)-C(16)-C(15)	121.1(3)	C(11)-C(12)-O(4)	117.5(2)
O(4)-C(12)-C(13)	122.4(3)	C(13)-C(14)-C(15)	120.7(3)
F(2)-C(2)-F(3)	106.7(3)	C(1)-C(2)-F(1)	113.3(3)
P-O(3)-C(4)	124.4(2)	P-O(2)-C(3)	123.4(2)

erwartet sind die Winkel O(1)—P—C(1) und O(1)—P—O(3) (114.0 und 116.2°) größer als der Tetraederwinkel. Für O(1)—P—O(2) wurde aber ein Wert von 109.9° gefunden (Tabellen I und II). Der Torsionswinkel O(1)—P—C(1)—C(2) beträgt 57.2°. Eine relativ lange *intermolekulare* Wasserstoffbrückenbindung O—H . . . O=P wurde zu 266.7 pm gemessen.

Die vorgeschlagenen Strukturen der Verbindungen 3–6 und 9 werden durch die NMR-spektroskopischen Daten bestätigt (siehe Tabelle I). Die ³¹P-Verschiebungs-

TABELLE II
¹H-, ¹⁹F- und ³¹P-NMR-Daten der Verbindungen 3–6 und 9 (J in Hz)

	$\delta_{\text{H}}^{\text{a}}$			$\delta_{\text{F}}^{\text{a}}$	$\delta_{\text{P}}^{\text{a}}$
	CH ₃ (³ J _{PH})	CH (² J _{PH} ; ³ J _{FH})	C ₆ H ₄	CF ₃ (³ J _{PF})	
3	3.50 (12.8)	3.55 (21.0; 10.1)	6.60–7.22 ^b 7.45–7.75 ^c	–68.5 ^d (15.0)	–33.2
4 ^e	3.78 (11.0) 3.55 (11.0)	4.72 (24.2; 10.2)	6.82–7.72	–65.2 (9.6)	19.7
5 ^f		4.32 (25.6; 10.3)	6.60–7.45	–64.7 (10.9)	–2.2
6 ^g		4.68 (24.4; 10.4)	6.65–7.22	–61.1 (10.1)	22.2
9 ^h			6.55–7.18 ^b 7.48–7.68 ^c	–69.3 (7.7)	–4.0

^a Hochfeld von TMS, CCl₃F und 85% H₃PO₄ negativ angegeben. ^b 3 H. ^c 1 H.

^d ³J_{FH} = 1.5. ^e δ_{H} = 5.90 (OH). ^f δ_{H} = 0.02 [Si(CH₃)₃]; δ_{H} = 9.18 (OH). ^g δ_{H} = 9.20 (OH). ^h δ_{H} = –0.10 (Si(CH₃)₃, 18H), 0.05 (Si(CH₃)₃, 9H), 0.15 (Si(CH₃)₃, 9H).

werte liegen im erwarteten Bereich für penta- und tetrakoordinierten Phosphor.⁵ Das chirale Zentrum am α -Kohlenstoff induziert magnetisch inäquivalente CH₃O-Gruppen an Phosphor. In Verbindung 9 lassen sich nur drei unterschiedliche Trimethylsiloxygruppen beobachten, wobei trotz chiralen Zentrums die beiden Me₃SiO-Substituenten am Phosphor bei δ = –0.10, der Me₃SiO-Rest am Aromaten bei 0.05 und die α -ständige Me₃Si-Gruppe bei 0.15 ppm gefunden werden.

EXPERIMENTELLER TEIL

Die üblichen Vorsichtsmaßnahmen zur Darstellung feuchtigkeits- und sauerstoffempfindlicher Verbindungen wurden beachtet. Analysen: Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen. IR-Spektren: Spektrometer FT-IR FTS 7–80 der Fa. Bio-Rad; Messungen an KBr-Presslingen. MS: Spektrometer CH-7A der Fa. Varian-MAT bei 70 eV. NMR: Spektrometer AC 80 der Fa. Bruker bei 80.13 MHz (¹H, Standard TMS), 75.39 MHz (¹⁹F, Standard CCl₃F), 32.44 MHz (³¹P, Standard 85 proz. H₃PO₄). Verbindungen 2 und 7 wurden nach Literaturverfahren^{6, 7} hergestellt.

Röntgenstrukturanalyse von 4 (siehe Tabelle III) C₁₀H₁₂F₃O₄P kristallisiert aus Chloroform monoklin, P2₁/c, mit a = 755.3(2), b = 2243.5(4), c = 816.1(2) pm, β = 113.98(2)°, Z = 4, D_c = 1.494 Mg/

m³. Größe des vermessenen Einkristalls 0.45 × 0.60 × 0.50 mm. Siemens R3m/V-Diffraktometer, MoK α (λ = 71.073 pm), 296 K, 2 θ - θ -Scan, 3.97 bis 29.30°/min in ω . Von den unabhängigen Reflexen wurden 1551 ($F > 4.0\sigma(F)$) als beobachtet eingestuft. Die Struktur wurde durch direkte Methoden (Siemens SHELXTL PLUS (VMS)) gelöst und zu $R = 0.0419$, $R_w = 0.0438$ verfeinert. Die Wasserstoffatome wurden frei verfeinert. Alle Nicht-Wasserstoffatome erhielten anisotrope Temperaturfaktoren. Gewichte waren durch die Gleichung $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0002F^2$. Die maximale Restelektronendichte betrug 0.26e Å⁻³.

2,2,2-Trimethoxy-3-trifluormethyl-4,5-benzo-1,2 $\lambda^5\sigma^5$ -oxaphosphol 3. Zu Trimethylphosphit **1**, 6.20 g (50 mmol) gelöst in 25 ml CHCl₃, wurde innerhalb 1 h 4.75 g (25 mmol) **2** vorsichtig hinzuge tropft und anschließend für 1 h gerührt. Nach Abziehen des Lösungsmittels wurde das Reaktionsgemisch fraktioniert. Ausbeute 6.85 g (88%), Sdp. 77°/10⁻³ Torr.

MS (Quellentemp. 230°C): m/z (%) = 298 (M^+ , 38) 278 ($M^+ - HF$, 10), 267 ($M^+ - OCH_3$, 100), 247 ($M^+ - HF - OCH_3$, 11), 232 ($M^+ - HF - OCH_3 - CH_3$, 5), 172 ((CH₃O)₂P(O)CHCF₃⁺, 43), 158 (CH₃OP(O)(OH)CHCF₃⁺, 19), 110 (OPCHCF₃⁺, 25), 93 (C₆H₄OH⁺, 37), 63 (CHCF₃⁺, 8), 30 (C₂H₅⁺, 60), 15 (CH₃⁺, 37) und andere Fragmente.

C₁₁H₁₄F₃O₄P (298.20) Ber. C 44.30 H 4.73 F 19.11 P 10.38
Gef. C 43.51 H 4.43 F 20.2 P 9.43

[2,2,2-Trifluor-1-(2-hydroxyphenyl)ethyl]dimethylphosphonat 4. Verbindung **3** (5.96 g, 22 mmol, gelöst in 30 ml CHCl₃) wurde mit 1 ml H₂O versetzt und für 1 h gerührt, wobei Verbindung **4** ausfiel. nach dreimaligen Waschen mit CHCl₃ wurde im Vakuum getrocknet. Ausbeute 5.28 g (85%), Schmp. 124°C.

MS (Quellentemp. 90°C): m/z (%) = 284 (M^+ , 90), 264 ($M^+ - HF$, 18), 252 ($M^+ - CH_3OH$, 84), 244 ($M^+ - 2HF$, 46), 232 ($M^+ - HF - CH_3OH$, 82), 202 ($M^+ - HF - 2CH_3O$, 26), 183 ($M^+ - CF_3 - CH_3OH$, 40), 152 ($M^+ - CF_3 - CH_2OH - CH_3O$, 64), 136 (HOC₆H₄CP⁺, 92), 131 (CF₃CH₂POH⁺, 100), 109 ((CH₃O)₂PO⁺, 84), 95 (CH₃OP(O)OH⁺, 37), 79 (CH₃OPOH⁺, 70), 31 (CH₃O⁺, 88), 18 (H₂O⁺, 61) und andere Fragmente. IR: $\tilde{\nu}$ = 3167 cm⁻¹ st (OH); 3033 m, 2958 m, 2858 m (CH); 2758 m; 2642 schw; 2610 schw; 1608 m; 1467 st; 1400 m; 1342 st; 1250 sst; 1169 m; 1167 st (CF); 1134 st; 1050 sst; 858 st; 834 m; 775 st; 733 m; 701 m; 617 schw.; 583 m; 533 m; 501 schw; 442 m.

C₁₀H₁₂F₃O₄P (284.17) Ber. C 42.27 H 4.26 F 20.1 P 10.90
Gef. C 42.14 H 4.44 F 20.5 P 10.79

TABELLE III

Atomkoordinaten (× 10⁵) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (pm²)

	x	y	z	U(eq)
P	18335(10)	37845(4)	-479(11)	475(3)
O(1)	30564(28)	35312(10)	-8722(30)	651(10)
C(1)	-3987(34)	41122(12)	-16346(33)	385(11)
C(11)	-18087(36)	36405(12)	-27720(33)	392(11)
C(12)	-35967(38)	35788(12)	-26664(36)	419(11)
O(4)	-39644(28)	39396(11)	-15056(30)	642(10)
C(13)	-49230(42)	31642(13)	-37268(38)	526(13)
C(14)	-44797(48)	28134(15)	-48768(43)	643(15)
C(15)	-27144(50)	28630(15)	-49828(43)	685(17)
C(16)	-13922(44)	32746(13)	-39299(40)	557(14)
C(2)	-801(49)	45950(15)	-27714(43)	567(15)
F(1)	10153(28)	50377(8)	-18193(27)	801(10)
F(2)	-17521(29)	48370(9)	-38639(27)	830(10)
F(3)	7816(32)	43953(9)	-38056(27)	902(12)
O(2)	12178(29)	32862(10)	9522(26)	638(10)
C(3)	3313(52)	34074(19)	21916(49)	889(20)
O(3)	27243(28)	43080(10)	12845(28)	688(10)
C(4)	47410(49)	43649(18)	24237(53)	960(19)

*äquivalente isotrope U berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} Tensors.

[2,2,2-Trifluor-1-(2-hydroxyphenyl)ethyl]bis(trimethylsilyl)phosphonat **5**. Zu 4,83 g (17 mmol) fein-pulverisiertem **4** wurde 5,20 g (34 mmol) Bromtrimethylsilan innerhalb 1 h zuge tropft und 2 h auf 50°C unter Rühren erhitzt. Die Entfernung der flüchtigen Reaktionsprodukte erfolgte dann im Vakuum. Ausbeute 5,54 g (82%), Schmp. 119°C.

MS (Quellentemp. 80°): m/z (%) = 400 (M^+ , 75), 385 ($M^+ - CH_3$, 32), 380 ($M^+ - HF$, 5), 369 ($M^+ - CH_3 - CH_3$, 17), 353 ($M^+ - CH_3OH - CH_3$, 14), 345 ($M^+ - 2F - OH$, 28), 325 ($M^+ - 2Me_3SiH$, 8), 295 ($M^+ - Me_3Si - 2CH_3$, 6), 275 ($M^+ - Me_3Si - 2CH_3 - HF$, 8), 225 ($(Me_3SiO)_2PO^+$, 27), 151 ($C_6H_4OCPO^+$, 18), 136 ($C_6H_4CHPO^+$, 19), 77 ($C_6H_5^+$, 20), 73 (Me_3Si^+ , 54), 43 ($MeSi^+$, 100) und andere Fragmente. IR: $\tilde{\nu}$ = 3258 cm^{-1} st (OH); 2967 m, 2943 m (CH); 1608 m; 1516 schw; 1458 m; 1350 m; 1258 st; 1208 m; 1175 m; 1158 st (CF_3); 1108 st; 991 m; 858 st; 717 schw; 675 schw; 600 m; 575 m; 530 m; 475 schw; 458 m.

$C_{14}H_{24}F_3O_4PSi_2$ (400.48) Ber. C 41.99 H 6.04 F 14.20 P 7.70
Gef. C 42.04 H 6.04 F 14.70 P 7.80

[2,2,2-Trifluor-1-(2-hydroxyphenyl)ethyl]phosphonsäure **6**. In 20 ml $CHCl_3$ wurden 4,00 g (10 mmol) **5** gelöst, mit 20 ml eines Ethanol/ H_2O -Gemisches versetzt und für 5 h gerührt. Die organische Phase wurde nach Abtrennen zweimal mit je 10 ml H_2O ausgeschüttelt. Die Entfernung des Wassers aus den vereinigten wäßrigen Phasen erfolgte im Hochvakuum und durch anschließende Trocknung im evakuierten Exsikkator über konz. H_2SO_4 . Ausbeute 2,23 g (87%) Schmp. 104°C.

MS (Quellentemp. 115°C): m/z (%) = 256 (M^+ , 1), 238 ($M^+ - H_2O$, 100), 218 ($M^+ - H_2O - HF$, 76), 169 ($M^+ - H_2O - CF_3$, 53), 146 ($F_2CCHP(O)OH^+$, 11), 127 ($F_2CCHP(O)OH^+$, 12), 123 ($C_6H_4OCF_3^+$, 23), 77 ($C_6H_5^+$, 30), 18 (H_2O^+ , 86) und andere Fragmente. IR: $\tilde{\nu}$ = 3525 sst (OH); 3030 m (CH); 1625 m; 1608 st; 1508 st; 1467 st; 1350 st; 1342 m; 1250 sst; 1175 st; 1150 st, (CF_3); 1108 st; 1025 st; 958 st; 942 st; 900 m; 868 m; 820 m; 762 sst; 698 m; 625 m; 577 st; 525 st; 470 st; 452 st.

$C_8H_8F_3O_4P$ (256.12) Ber. C 37.52 H 3.15 F 22.2 P 11.76
Gef. C 37.50 H 3.28 F 22.0 P 12.09

2,2,2-Trifluor-1-(2-trimethylsiloxyphenyl)ethanon **8**. Zu 4,75 g (25 mmol) **2** und der äquivalenten Menge Et_3N in 50 ml Diethylether wurden unter Rühren innerhalb von 30 min. 2,71 g (25 mmol) Chlortrimethylsilan getropft. Nach Abfiltrieren des Triethylammoniumchlorids und Entfernen des Lösungsmittels wurde das Rohprodukt destilliert. Ausbeute: 6,02 g (92%), Sdp. 105°/15 Torr.

NMR: 1H : δ = 0.06 (9 H, $Si(CH_3)_3$), 6.45–6.75, 6.88–7.21, 7.25–7.50 (CH_{arom}); ^{19}F : δ = –77.1. MS (Quellentemp. 160°C): m/z (%) = 262 (M^+ , 10), 247 ($M^+ - CH_3$, 95) 190 ($HOC_6H_4C(O)CF_3$, 58), 151 ($M^+ - Si(CH_3)_3 - 2F$, 34), 121 ($HOC_6H_4CO^+$, 66), 103 ($C_6H_5CO^+$, 100) 93 ($C_6H_4OH^+$, 24), 75 ($C_6H_5^+$, 62), 73 ($Si(CH_3)_3^+$, 48) und andere Fragmente. —IR: $\tilde{\nu}$ = 3075 cm^{-1} m, 2962 m (CH); 1719 st; 1600 st; 1575 m; 1484 sst; 1451 st; 1304 m; 1257 st; 1199 sst; 1160 sst (CF_3); 1109 m; 1045 m; 945 st; 905 sst; 847 sst; 760 st; 704 m; 648 m; 607 m; 524 m.

[2,2,2-Trifluor-1-(trimethylsiloxy)-1-(2-trimethylsiloxyphenyl)ethyl]bis(trimethylsilyl)phosphonat **9**. Zu 3,40 g (13 mmol) **8** in 20 ml Diethylether gelöst, wurden 3,90 g (13 mmol) Tris(trimethylsilyl)phosphit innerhalb von 20 min getropft und für 1 h gerührt. Nach Abziehen des Lösungsmittels und Destillation ergaben sich 5,20 g (71%), Sdp. 50°C/10^{–3} Torr.

MS (Quellentemp. 150°C): m/z (%) 514 ($M^+ - CH_3 - 2CH_3$, 2), 499 ($M^+ - CH_3 - 3CH_3$, 2), 455 ($M^+ - CH_3 - OSi(CH_3)_3$, 1), 440 ($M^+ - CH_3 - CH_3 - OSi(CH_3)_3$, 1), 425 ($M^+ - CH_3 - 2CH_3 - OSi(CH_3)_3$, 2), 383 ($M^+ - CH_3 - [(CH_3)_3Si]_2O$, 2), 299 ($M^+ - C_2H_5 - CF_3 - [(CH_3)_3Si]_2O$, 3), 226 ($M^+ - C_2H_5 - CF_3 - (CH_3)_3Si - [(CH_3)_3Si]_2O$, 2), 211 ($M^+ - 3CH_3 - CF_3 - (CH_3)_3Si - [(CH_3)_3Si]_2O$, 15), 190 ($HOC_6H_4C(O)CF_3$, 11), 147 ($F_2CCHP(OH)_2$, 100) 73 ($Si(CH_3)_3^+$, 25) und andere Fragmente.

$C_{20}H_{40}F_3O_5PSi_4$ (560.84) Ber. C 42.83 H 7.19 F 10.10 P 5.52
Gef. C 42.91 H 7.31 F 10.00 P 5.35

DANKSAGUNG

Prof. Dr. U. Behrens, Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg, danken wir für die Hilfe bei der Durchführung der Röntgenstrukturanalyse. Dem Fonds der Chemischen Industrie und der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei für die Unterstützung gedankt.

LITERATUR UND ANMERKUNGEN

1. R. D. Hund und G.-V. Rösenthaller, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **62**, 65 (1991).
2. R. D. Hund und G.-V. Rösenthaller, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **66**, 301 (1992).

3. R. D. Hund, U. Behrens und G.-V. Rösenthaller, *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, **69**, 119 (1992).
4. R. Francke und G.-V. Rösenthaller, *Chemiker-Ztg.*, **113**, 183 (1989).
5. C. K. Johnson, *Oak Ridge National Laboratory Report*, ORNL (1976) 5138.
6. D. Gorenstein, *Progr. NMR Spectrosc.* 16 1 ff. (1983).
7. S. Matsumoto, H. Kobayashi und K. Ueno, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **42**, 960 (1969).
8. M. Sekine, K. Okimoto, K. Yamada und T. Hata, *J. Org. Chem.*, **46**, 2097 (1981).