

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>

### 1-HALOGENPHOSPHORINANE: DARSTELLUNG UND DERIVATE

Henrik Hacklin<sup>a</sup>; Gerd-Volker Röschenhaler<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Anorganische Chemie, Fachbereich 2 (Biologie/Chemie) der Universität Bremen, Bremen 33, Federal Republic of Germany

**To cite this Article** Hacklin, Henrik and Röschenhaler, Gerd-Volker(1988) '1-HALOGENPHOSPHORINANE: DARSTELLUNG UND DERIVATE', Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 36: 3, 165 — 169

**To link to this Article:** DOI: 10.1080/03086648808079013

**URL:** <http://dx.doi.org/10.1080/03086648808079013>

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.

# 1-HALOGENPHOSPHORINANE: DARSTELLUNG UND DERIVATE

HENRIK HACKLIN und GERD-VOLKER RÖSCHENTHALER\*

*Anorganische Chemie, Fachbereich 2 (Biologie/Chemie) der Universität Bremen,  
Leobener Straße, D-2800 Bremen 33, Federal Republic of Germany*

*(Received September 11, 1987; in final form October 26, 1987)*

1-Chlorophosphorinane (**1**) was obtained in a modified literature procedure by P—N-bond cleavage of 1-diethylaminophosphorinane using dichlorophenylphosphine. Compound **1** and sodium yielded the diphosphine **3**, which resulted, also from the redox disproportionation of the intermediate 1-fluorophosphorinane, besides 1,1,1-trifluoro- $\lambda^5$ -phosphorinane. Bromine and iodine split the P—P-bond in **3** to furnish 1-bromo (**4**) and 1-iodophosphorinane (**5**), respectively. From **1** and  $\text{LiOCH}(\text{CF}_3)_2$  or  $\text{LiOCH}_2\text{CF}_3$ , the phosphinites **6** and **7** were formed.

1-Chlorophosphorinane (**1**) wurde nach einer modifizierten Literaturmethode durch P—N-Bindungsspaltung von 1-Diethylaminophosphorinane mit Dichlorphenylphosphin erhalten. Verbindung **1** und Natrium ergaben das Diphosphin **3**, das auch neben 1,1,1-Trifluor- $\lambda^5$ -phosphorinane in einer Redoxdisproportionierungsreaktion aus dem nicht isolierbaren 1-Fluorophosphorinane entstand. Brom und Jod spalten die P—P-Bindung in **3** unter Bildung von 1-Brom- (**4**) bzw. 1-Jod-phosphorinane (**5**). Aus **1** und  $\text{LiOCH}(\text{CF}_3)_2$  oder  $\text{LiOCH}_2\text{CF}_3$  waren die Phosphinite **6** und **7** zugänglich.

## EINFÜHRUNG

Dioxaphosphorinane sind wichtige Bausteine biochemisch relevanter Verbindungen (z. B. cyclo-3',5'-Adenosin-bzw. Guanosinmonophosphat). Die Reaktivität und Struktur von 2-Halogen-1,3,2-dioxaphosphorinane wurden von uns studiert.<sup>1–4</sup> Ausgangsverbindungen für eine ähnliche Untersuchung sollen die in dieser Arbeit beschriebenen 1-Halogenphosphorinane und ihre Derivate sein.

## ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Nach einer modifizierten Literaturvorschrift<sup>5</sup> wurden die Ausbeuten an 1-Chlorphosphorinane (**1**) wesentlich verbessert, indem 1-Diethylaminophosphorinane,<sup>5</sup> Vorstufe für **1**, nicht mit gasförmigem Chlorwasserstoff, sondern mit Dichlorphenylphosphin gespalten wurde [Gl. (1)].

Versuche zur Darstellung von 1-Fluorphosphorinane schlugen fehl. Selbst nicht oxidierende Fluorierungsagentien wie Cäsiumfluorid in Acetonitril bzw. Z-Fluor-1,2,3,3,3-pentafluorpropenyltrimethylphosphoran<sup>6</sup> ergaben aus **1** nicht das gewünschte Produkt, sondern 1,1,1-Trifluorphosphorinane<sup>7</sup> (**2**) und (1'-Phosphorinanyl)-1-phosphorinane (**3**), die durch rasche Redoxdisproportionierung aus dem intermediär gebildeten 1-Fluorphosphorinane entstehen können [Gl. (2)].

Hinweise für eine ähnliche Reaktion sind für Fluordimethylphosphin

beschrieben.<sup>8</sup> Das neue Diphosphin wurde auch anderem Wege erhalten, nämlich durch Umsetzung von **1** mit Natrium [Gl. (3)].

Aus **3** waren 1-Brom- (**4**) und 1-Jodphosphorinan (**5**) zugänglich durch Einwirkung der entsprechenden Halogene unter Spaltung der Phosphor-Phosphor-Bindung [Gl. (4)].

Halogenaustauschreaktionen mit wasserfreien Lithiumhalogeniden<sup>9,10</sup> bzw. mit Halogentrimethylsilanen<sup>14,11</sup> waren nicht erfolgreich. Während **3** und **4** sauerstoffempfindliche Flüssigkeiten sind, ist **5** ein bei 82°C sich zersetzender Feststoff. Mit Hilfe von 2,2,2-Trifluor-1-(trifluormethyl)-ethoxy-lithium<sup>12</sup> und 2,2,2-Trifluorethoxy-lithium<sup>12</sup> wurden die Phosphinite **6** und **7** dargestellt [Gl. (5)].

Die 70-eV-Massenspektren von **3**, **5**, **6** und **7** wiesen die Molekülionen M<sup>+</sup> auf. Bei **4** ist C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>Br<sup>+</sup> Ion höchster Masse. Das Diphosphin **3** fragmentiert zu M<sup>+</sup>—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, M<sup>+</sup>—C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>, M<sup>+</sup>—C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>P<sup>+</sup> (100%), M<sup>+</sup>—C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>P und C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>P<sup>+</sup>. Die Bruchstücke M<sup>+</sup>—HBr, C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>P<sup>+</sup>, Br<sup>+</sup>, PCH<sup>+</sup> (100%) bzw. I<sup>+</sup>, M<sup>+</sup>—I (100%) und M<sup>+</sup>—C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>I sind charakteristisch für die Halogenphosphine. Typische Ionen sind bei **6** und **7** M<sup>+</sup>—H (**7**), M<sup>+</sup>—CH<sub>3</sub> (**7**), M<sup>+</sup>—F (**6**, **7**), M<sup>+</sup>—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> (**6**, **7**), M<sup>+</sup>—C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> (**6**, **7**), M<sup>+</sup>—C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> (**7**), M<sup>+</sup>—CF<sub>3</sub> (**6**, **7**), H(HO)P(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub><sup>+</sup> (**6**, 100%), H(O)P(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub><sup>+</sup> (**6**, **7**), OP(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub><sup>+</sup> (**6**, **7**), P(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub><sup>+</sup> (**6**, **7**) und C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>P<sup>+</sup> (100%).

Die <sup>31</sup>P-NMR-Verschiebungswerte (Tabelle I) sind typisch für das Tetraalkyldiphosphin **3** bzw. die Verbindungen **4**–**7**, die an Phosphor einen elektronegativen Substituenten gebunden haben.<sup>13</sup> Der Phosphorkern in **5** ist wegen der geringeren Elektronegativität des Jods stärker abgeschirmt als in 1-Bromphosphorinan **4**. Selbst bei 360 MHz sind nur die Signale der Protonen in 2-, 3-, 5- und 6-Stellungen von denen in 4-Position zu separieren. Aus den <sup>13</sup>C-NMR-Daten von **6** und **7** lassen sich Aussagen über die Orientierung der Substituenten an Phosphor treffen, da offensichtlich die Ringinversion eingefroren ist.<sup>14</sup> Als Kriterium wird die beobachtete Abhängigkeit der <sup>2</sup>J<sub>PC</sub>-Werte von dem Diederwinkel zwischen dem freien Elektronenpaar an Phosphor und dem endocyclischen C3-Kohlenstoffatom verwendet.<sup>15</sup> Da die Kopp-

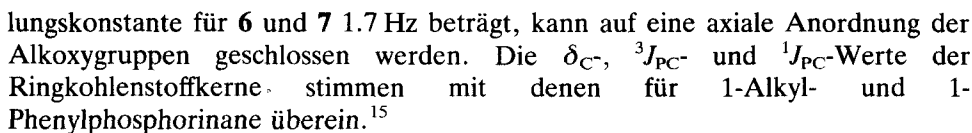
TABELLE I

<sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C-, <sup>19</sup>F- und <sup>31</sup>P-NMR-Daten der Verbindungen **3**–**7** (*J* in Hz)

Verbindung	H <sub>(2,3,5,6)</sub>	H <sub>(4)</sub>	δ <sub>P</sub> <sup>a</sup>
<b>3</b>	1.6 <sup>b</sup>	1.2 <sup>b</sup>	−51.0
<b>4</b>	1.8 <sup>b</sup>	1.4 <sup>b</sup>	104.0
<b>5</b>	1.7 <sup>b</sup>	1.4 <sup>b</sup>	35.0
<b>6</b> <sup>c</sup>	1.9 <sup>b</sup>	1.3 <sup>b</sup>	154.4
<b>7</b> <sup>d</sup>	2.1 <sup>b</sup>	1.2 <sup>b</sup>	136.2

<sup>a</sup> Hochfeld von TMS und 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> bzw. CCl<sub>3</sub>F negativ angegeben.

<sup>b</sup> Multiplett. <sup>c</sup> δ<sub>H</sub>[CH(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] = 4.7 (<sup>3</sup>J<sub>PH</sub> = 6.0, <sup>3</sup>J<sub>FH</sub> = 6.0); δ<sub>F</sub> = −76.7, (<sup>4</sup>J<sub>PF</sub> = 6.0), δ<sub>C</sub> = 123.8 (CF<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>CF</sub> = 284.0, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 7.0), 77.1 (OCH(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, <sup>2</sup>J<sub>CF</sub> = 32.0, <sup>2</sup>J<sub>PC</sub> = 9.8), 30.2 (C<sub>2,6</sub>, <sup>1</sup>J<sub>PC</sub> = 30.2), 21.0 (C<sub>3,5</sub>, <sup>2</sup>J<sub>PC</sub> = 1.7), 27.5 (C<sub>4</sub>, −). <sup>d</sup> δ<sub>H</sub>(CH<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>) = 5.2 (<sup>3</sup>J<sub>PH</sub> = 5.9, <sup>3</sup>J<sub>FH</sub> = 7.3), δ<sub>F</sub> = −77.2 (<sup>4</sup>J<sub>PF</sub> = 5.9), δ<sub>C</sub> = 125.2 (CF<sub>3</sub>, <sup>1</sup>J<sub>CF</sub> = 278.0, <sup>3</sup>J<sub>PC</sub> = 7.3), 65.8 (<sup>2</sup>J<sub>CF</sub> = 32.0, <sup>2</sup>J<sub>PC</sub> = 9.8), 30.0 (C<sub>2,6</sub>, <sup>1</sup>J<sub>PC</sub> = 18.3), 21.1 (C<sub>3,5</sub>, 1.7), 27.9 (C<sub>4</sub>, −).



Die üblichen Vorsichtsmaßnahmen für die Handhabung von luft- und feuchtigkeitsempfindlichen Verbindungen wurden beachtet. Massenspektren wurden an einem Varian-MAT-CH<sub>7</sub>-Spektrometer erhalten, NMR-Spektren an einem Bruker WH 360 Gerät bei 360.08 MHz (<sup>1</sup>H, Standard TMS), 338.68 MHz (<sup>19</sup>F, Standard CCl<sub>3</sub>F); 145.72 MHz (<sup>31</sup>P, Standard 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) und 90.54 (<sup>13</sup>C, Standard TMS). Die Verbindungen Me<sub>3</sub>SiBr,<sup>16</sup> Me<sub>3</sub>SiLi,<sup>17</sup> LiOCH(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,<sup>12</sup> LiOCH<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>,<sup>12</sup> Et<sub>3</sub>NPCl,<sup>18</sup> Z-Me<sub>2</sub>P(F)CF=CFCE<sub>5</sub> wurden nach bekannten Verfahren dargestellt.

68.5 g (0.40 Mol) dieser Verbindung wurden in einem 300-ml-Glasgefäß mit Teflonspindelhahnverschluß mit 71.2 g (0.40 Mol) Dichlorphenylphosphin zusammengebracht, 3 Tage bei  $-30^{\circ}\text{C}$  belassen und die Produkte fraktionierend destilliert. Bei  $68^{\circ}\text{C}/14$  Torr wurden 52.5 g (98%) **1** und bei  $140\text{--}143^{\circ}\text{C}/14$  Torr 81.9 g (95%) *Chlor-phenyl-diethylaminophosphin*<sup>19,20</sup> erhalten.

**Versuche zur Fluorierung von 1.** Z-Fluor-1,2,3,3,3-pentafluorpropenyltrimethylphosphoran,<sup>6</sup> 1.1 g (0.005 Mol), und 0.7 g (0.005 Mol) **1** wurden in einem Glasgefäß mit Teflonspindelhahnverschluß bei  $-196^{\circ}\text{C}$  zusammengebracht und innerhalb von 10 min auf Raumtemperatur erwärmt. Aus dem Reaktionsgemisch fiel ein farbloser Feststoff aus, nämlich 1.21 g (0.005 Mol)  $[\text{Me}_3\text{PCF}=\text{CFCF}_3]^+\text{Cl}^-$ ; die verbleibende Flüssigkeit enthielt **2**<sup>3</sup> ( $\delta_{\text{P}} = 3.1$ ,  $^1J_{\text{PF}} = 957$ ;  $^1J_{\text{PF}} = 790$  Hz) und (1'-Phosphorinanyl)-1-phosphorinan **3** ( $\delta_{\text{P}} = -50.1$ ) im Verhältnis 1:1 ( $^{31}\text{P}$ -NMR-Spektrum). Cäsiumfluorid, 1.54 g (0.01 Mol), und 0.7 g (0.005 Mol) **1** in 10 ml Acetonitril wurden für eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt. In der Reaktionslösung waren **2** und **3** im Verhältnis 1:1 vorhanden.

(1'-Phosphorinanyl)-1-phosphorinan (**3**). Zu 11.6 g (0.05 Mol) **1** in 50 ml Dioxan wurden portionsweise 20 g (0.087 Mol) Natrium gegeben und unter kräftigem Rühren zum Sieden erhitzt. Der ausfallende Niederschlag war intensiv blauviolett gefärbt. Nachdem das Natrium vollständig reagiert hatte, wurde der Niederschlag abfiltriert, mit zweimal 10 ml Dioxan gewaschen und fraktionierend destilliert. Bei  $41^{\circ}\text{C}/0.01$  Torr wurden 6.2 g (72%) **3** erhalten, eine sehr viskose, an der Luft sich entzündende Flüssigkeit.

MS: (Quellentemp.  $30^{\circ}\text{C}$ ): m/e (%): 202 ( $\text{M}^+$ , 30), 174 ( $\text{M}^+ - \text{C}_2\text{H}_4$ , 4), 147 ( $\text{M}^+ - \text{C}_4\text{H}_7$ , 7), 134 ( $\text{M}^+ - \text{C}_5\text{H}_8$ , 10), 118 ( $\text{P}_2(\text{CH}_2)_4^+$ , 100), 102 ( $\text{M}^+ - \text{C}_5\text{H}_9$ , 20), 90 ( $\text{P}_2(\text{CH}_2)_2^+$ , 57), 88 ( $\text{HP}(\text{CH}_2)_4^+$ , 48), 78 ( $\text{H}_2\text{P}_2(\text{CH}_2)_2^+$ , 57) und andere Fragmente.

$\text{C}_{10}\text{H}_{29}\text{P}_2$  Ber. C 59.40 H 9.96 P 30.63

(202.22) Gef. C 59.31 H 9.94 P 30.71

1-Bromphosphorinan (**4**). Verbindung **3**, 2.3 g (0.011 Mol), und 1.8 g (0.011 Mol) Brom in 10 ml Benzol wurden bei  $5^{\circ}\text{C}$  vereinigt und innerhalb von 16 h auf Raumtemperatur erwärmt. Die fraktionierende Destillation ergab bei  $52^{\circ}\text{C}/0.01$  Torr 3.2 g (77%) **4**.

MS (Quellentemp.  $120^{\circ}\text{C}$ ): m/e (%): 182/180 ( $\text{M}^+$ , -), 110/108 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{Br}^+$ , 2), 100 ( $\text{M}^+ - \text{HBr}$ , 21), 98 ( $\text{C}_5\text{H}_7\text{P}^+$ , 32), 81/79 ( $\text{Br}^+$ , 4), 44 ( $\text{PCH}^+$ , 100), 42 ( $\text{C}_3\text{H}_3^+$ , 58), 40 ( $\text{C}_3\text{H}_4^+$ , 25) und andere Fragmente.

$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{BrP}$  Ber. C 33.18 H 5.57 P 17.11

(181.02) Gef. C 34.69 H 5.72 P 16.92

1-Iodphosphorinan (**5**). Verbindung **3**, 1.0 g (0.005 Mol), und 1.2 g (0.005 Mol) Iod in 10 ml Benzol wurden bei  $5^{\circ}\text{C}$  vereinigt und innerhalb 16 Stunden auf Raumtemperatur erwärmt. Die Kristallisation ergab 1.8 g (85%) **5** (Fp.  $82^{\circ}\text{C}$  (Zers.)).

MS (Quellentemp.  $30^{\circ}\text{C}$ ): m/e (%): 288 ( $\text{M}^+$ , 28), 128 ( $\text{HI}^+$ , 38), 127 ( $\text{I}^+$ , 18), 101 ( $\text{M}^+ - \text{I}$ , 100), 73 ( $\text{M}^+ - \text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ , 20), 61 ( $\text{M}^+ - \text{C}_3\text{H}_7\text{I}$ , 5) und andere Fragmente.

$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{IP}$  Ber. C 26.34 H 4.42 P 13.58 I 55.66

(228.01) Gef. C 26.40 H 4.45 P 13.72 I 55.46

1-[2,2,2-Trifluor-1-(trifluormethyl)ethoxy]phosphorinan (**6**). 2,2,2-Trifluor-1-(trifluormethyl)ethoxy-lithium,<sup>12</sup> 4.0 g (0.023 Mol), und 2.9 g (0.021 Mol) **1** wurden 3 Stunden bei Raumtemperatur belassen und anschließend vom dem entstandenen Lithiumchlorid abdestilliert. Es wurden 5.3 (93%) **6** bei  $38^{\circ}\text{C}/36$  Torr erhalten.

MS (Quellentemp.  $20^{\circ}\text{C}$ ): m/e (%): 268 ( $\text{M}^+$ , 50), 249 ( $\text{M}^+ - \text{F}$ , 3), 240 ( $\text{M}^+ - \text{C}_2\text{H}_4$ , 10), 226 ( $\text{M}^+ - \text{C}_3\text{H}_6$ , 5), 199 ( $\text{M}^+ - \text{CH}_3$ , 2), 187 ( $\text{M}^+ - \text{C}_2\text{F}_3$ , 2), 132 ( $\text{M}^+ - \text{C}_3\text{F}_4$ , 16), 119 ( $\text{H}(\text{HO})\text{P}(\text{CH}_2)_5^+$ , 100), 118 ( $\text{HOP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 28), 117 ( $\text{OP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 84), 102 ( $\text{HP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 46), 101 ( $\text{PC}_5\text{H}_{10}^+$ , 51), 100 ( $\text{PC}_5\text{H}_9^+$ , 11), 99 ( $\text{CH}_2\text{F}_2\text{OP}^+$ , 72), 89 ( $\text{C}_3\text{H}_3\text{FP}^+$ , 28), 77 ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{P}^+$ , 23), 72 ( $\text{C}_3\text{H}_5\text{P}^+$ , 31), 69 ( $\text{CF}_3^+$ , 24) und andere Fragmente.

$\text{C}_8\text{H}_{11}\text{F}_6\text{OP}$  Ber. C 35.84 H 4.14 F 42.51

(268.14) Gef. C 35.61 H 3.98 F 42.40

1-(2,2,2-Trifluorethoxy)-phosphorinan (**7**). 2,2,2-Trifluorethoxy-lithium,<sup>12</sup> 2.5 g (0.024 Mol), und 2.9 g (0.021 Mol) **1** wurden 3 Stunden bei Raumtemperatur belassen und anschließend vom dem entstandenen Lithiumchlorid abdestilliert. Es wurden 3.5 g (82%) **7** bei  $35^{\circ}\text{C}/21$  Torr erhalten.

MS (Quellentemp.  $20^{\circ}\text{C}$ ): m/e (%): 200 ( $\text{M}^+$ , 97), 199 ( $\text{M}^+ - \text{H}$ , 30), 185 ( $\text{M}^+ - \text{CH}_3$ , 26), 181 ( $\text{M}^+ - \text{F}$ , 3), 172 ( $\text{M}^+ - \text{C}_2\text{H}_4$ , 33), 162 ( $\text{M}^+ - 2\text{F}$ , 43), 158 ( $\text{M}^+ - \text{C}_3\text{H}_6$ , 8), 147 ( $\text{M}^+ - \text{C}_4\text{H}_7$ , 32), 146 ( $\text{M}^+ - \text{C}_4\text{H}_8$ , 30), 131 ( $\text{CF}_3^+$ , 5), 118 ( $\text{HOP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 47), 117 ( $\text{OP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 78), 102 ( $\text{HP}(\text{CH}_2)_5^+$ , 45), 101 ( $\text{P}(\text{CH}_2)_5^+$ , 22), 100 ( $\text{P}_5\text{H}_6\text{P}^+$ , 8), 99 ( $\text{CH}_2\text{F}_2\text{OP}^+$ , 85), 90 ( $\text{C}_3\text{H}_4\text{FP}^+$ , 55), 89 ( $\text{C}_3\text{H}_3\text{FP}^+$ , 30), 77 ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{FP}^+$ , 48), 72 ( $\text{C}_3\text{H}_5\text{P}^+$ , 100), 69 ( $\text{CF}_3^+$ , 21) und weitere Fragmente.

$\text{C}_7\text{H}_{12}\text{F}_3\text{OP}$  Ber. C 42.00 H 6.04 F 28.48

(200.14) Gef. C 41.31 H 5.97 F 28.20

## DANKSAGUNG

Dem Fonds der Chemischen Industrie sei für finanzielle Unterstützung gedankt. H. H. dankt der Konrad-Adenauer-Stiftung für ein Promotionsstipendium.

## LITERATUR

1. R. Bohlen, H. Hacklin, J. Heine, W. Offermann und G.-V. Rösenthaller, *Phosphorus & Sulfur*, **27**, 321 (1986).
2. H. Hacklin, W. Offermann und G.-V. Rösenthaller, *Phosphorus & Sulfur*, **25**, 79 (1985).
3. D. Schomburg, H. Hacklin und G.-V. Rösenthaller, *Acta Cryst.*, zur Veröffentlichung eingereicht.
4. H. Hacklin und G.-V. Rösenthaller, *Chemiker-Ztg.* **111**, 143 (1987).
5. H. Schmidbauer und A. Mörtl, *Z. Chem.* **23**, 249 (1983).
6. U. von Allwörden und G.-V. Rösenthaller, *Chemiker-Ztg.* **109**, 81 (1985).
7. R. Schmutzler, *Inorg. Chem.* **3**, 421 (1964).
8. F. Seel und K. Rudolph, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **363**, 233 (1968).
9. N. G. Feshchenko und A. V. Kirsanov, *Zh. Obshch. Khim.* **31**, 1399 (1961).
10. H. J. Vetter, *Z. Naturforsch.* **19b**, 72 (1974).
11. V. D. Romanenko, V. I. Tovstenko und L. N. Markovski, *Synthesis*, **1980**, 823.
12. R. E. A. Dear, W. B. Fox, R. J. Fredericks, E. Gilbert und D. K. Huggins, *Inorg. Chem.* **9**, 2590 (1970).
13. V. Mark, C. H. Dungan, M. M. Crutchfield und J. R. van Wazer, *Top. Phosphorus Chem.* **5**, 227 (1967).
14. S. I. Featherman, S. O. Lee und L. D. Quin, *J. Org. Chem.* **39**, 2899 (1974).
15. S. I. Featherman und L. D. Quin, *Tetrahedron Lett.* **1973**, 1955.
16. W. F. William, R. N. Meals und R. O. Sauer, *J. Am. Chem. Soc.* **68**, 1161 (1946).
17. M. E. Jung und M. A. Lyster, *J. Org. Chem.* **42**, 3761 (1977).
18. K. Issleib und W. Seidel, *Chem. Ber.* **92**, 2681 (1959).
19. G. Ewart, D. S. Payne, A. L. Porte und A. P. Lane, *J. Chem. Soc.* **1962**, 3984.
20. R. Schmutzler, *J. Chem. Soc.* **1965**, 5630.