

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>

### REAKTIONEN DES 1,1,3,3-TETRAKIS(DIMETHYLAMINO)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -DIPHOSPHETS MIT CARBONYLAKTIVEN VERBINDUNGEN

Winfried Plass<sup>a</sup>; Gernot Heckmann<sup>a</sup>; Ekkehard Fluck<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring, Stuttgart <sup>b</sup> Gmelin-Institut für Anorganische Chemie der Max-Planck-Gesellschaft, Varrentrappstrajle, Frankfurt/IM

**To cite this Article** Plass, Winfried , Heckmann, Gernot and Fluck, Ekkehard(1991) 'REAKTIONEN DES 1,1,3,3-TETRAKIS(DIMETHYLAMINO)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ - DIPHOSPHETS MIT CARBONYLAKTIVEN VERBINDUNGEN', Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 55: 1, 19 – 26

**To link to this Article:** DOI: 10.1080/10426509108045917

**URL:** <http://dx.doi.org/10.1080/10426509108045917>

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.

# REAKTIONEN DES 1,1,3,3-TETRAKIS(DIMETHYLAMINO)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -DIPHOSPHETS MIT CARBONYLAKTIVEN VERBINDUNGEN

WINFRIED PLASS und GERNOT HECKMANN

*Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring 55,  
D-7000 Stuttgart 80*

und

EKKEHARD FLUCK†

*Gmelin-Institut für Anorganische Chemie der Max-Planck-Gesellschaft,  
Varrentrappstraße 40/42, D-6000 Frankfurt/M. 90*

*(Received May 29, 1990)*

Reaction of 1,1,3,3-tetrakis(dimethylamino)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -diphosphete (**1**) with benzaldehyde yields [(2-phenyl-1-ethenyl)-bis(dimethylamino)phosphoranylidene]methylphosphonic-bis(dimethylamide) (**2**), while **1** reacts with phenylisocyanate to give the heterocyclic compound **3**, i.e., 1-phenyl-2,2,4,4-tetrakis(dimethylamino)-6-oxo-1,2 $\lambda^5$ ,4 $\lambda^5$ -azadiphosphorine. **2** and **3** are characterized by their nmr, mass, and i.r. spectra. In **3**, the signs of the coupling constants  $^1J(PC^2)$  and  $^3J(PC^2)$  are found to be opposite. Mechanisms for the formation of **2** and **3** are discussed.

1,1,3,3-Tetrakis(dimethylamino)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -diphosphet (**1**) reagiert mit Benzaldehyd zu [(2-Phenyl-1-ethenyl)-1-bis(dimethylamino)phosphoranylidene]methylphosphonsäure-bis(dimethylamid) (**2**), während mit Phenylisocyanat die heterocyclische Verbindung **3**, d.i. 1-Phenyl-2,2,4,4-tetrakis(dimethylamino)-6-oxo-1,2 $\lambda^5$ ,4 $\lambda^5$ -azadiphosphorin gebildet wird. **2** und **3** sind durch ihre NMR-, Massen- und IR-Spektren charakterisiert. In **3** haben die Kopplungskonstanten  $^1J(PC^2)$  und  $^3J(PC^2)$  entgegengesetzte Vorzeichen. Bildungsmechanismen für **2** und **3** werden diskutiert.

**Key words:** Diphosphetes; carbonyl active compounds; NMR; IR; mass spectra.

## EINLEITUNG

Für alle bisher beobachteten Reaktionen des 1,1,3,3-Tetrakis(dimethylamino)-1 $\lambda^5$ ,3 $\lambda^5$ -diphosphets **1** spielt der carbanionische Charakter die entscheidende Rolle.<sup>1–5</sup> Es erhob sich daher die Frage, ob **1** auch die für Phosphor-Ylide typische Wittig-Reaktion eingeht und mit Benzaldehyd oder Phenylisocyanat wie andere C—H-funktionelle Phosphor-Ylide reagiert.

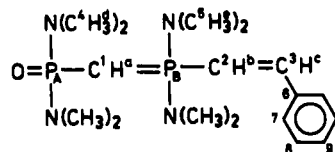
## REAKTION VON **1** MIT BENZALDEHYD

Beim Zutropfen von Benzaldehyd zu einer Lösung der äquimolaren Menge von **1** in Toluol beobachtet man eine spontan einsetzende exotherme Reaktion. Im

† Author to whom all correspondence should be addressed.



TABELLE I  
NMR-Parameter von Verbindung 2 in C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> bei 300 K; 20 Gew%  
(entgast)



	$\delta/\text{ppm}^a$		$^nJ/\text{Hz}; n = 1-5$	
$^{31}\text{P}$ :	$\text{P}_A$	39.27	$n = 1$	$\text{C}^1\text{P}_{A,B}$ 149.6
	$\text{P}_B$	58.41		175.8
$^{13}\text{C}$ : $\zeta$	$\text{C}^1$	7.79	$n = 2$	$\text{C}^2\text{P}_B$ 126.7
	$\text{C}^2$	119.27		$\text{P}_A\text{P}_B$ 46.3
	$\text{C}^3$	141.62		$\text{C}^3\text{P}_B$ 3.3
	$\text{C}^4, \text{C}^{5\beta}$	36.92		$\text{C}^4\text{P}_A, \text{C}^4\text{P}_B$ 3.8
		37.36	$n = 3$	3.0
	$\text{C}^6$	136.51		$\text{P}_A\text{H}^a$ 2.6
	$\text{C}^7, \text{C}^{8\beta}$	127.68		$\text{P}_B\text{H}^a$ <0.5
		128.95		$\text{C}^2\text{P}_A$ 3.1
	$\text{C}^9$	129.27		$\text{C}^6\text{P}_B$ 19.3
				$\text{P}_A\text{H}^d$ 10.2
$^1\text{H}$ :	$\text{H}^{a\gamma}$	0.770	$n = 4,5$	$\text{P}_B\text{H}^c$ 10.5
	$\text{H}^b, \text{H}^c$	$\delta$		$\text{C}^7\text{P}_B, \text{C}^8\text{P}_B$ 0.9
	$\text{H}^d$	2.756		
	$\text{H}^e$	2.495		0.7

$\alpha$ : Meßfrequenzen:  $^1\text{H}$ : 200.13 MHz;  $^{31}\text{P}$ : 81.015 MHz;  $^{13}\text{C}$ : 50.323 MHz.

$\beta$ : nicht zugeordnet; die jeweils ersten bzw. zweiten  $J$ - und  $\delta$ -Werte gehören zusammen.

$\gamma$ : kann nicht zugeordnet werden.

$\delta$ : Die Resonanzsignale liegen innerhalb der Phenylprotonenmultipletts (6.80–7.20 ppm) und können auch mit  $^1\text{H}(^{31}\text{P}-\text{CW})$ -Messungen nicht zugeordnet werden.

$\epsilon$ : Linienbreite ca. 0.8 Hz.

$\zeta$ : für das in geringer Menge vorliegende Isomer gilt:  $\delta(\text{C}^2) = 117.79$  ppm,  $^1J(\text{C}^2\text{P}_B) = 152.4$  Hz,  $^3J(\text{C}^2\text{P}_A) < 0.1$  Hz;  $\delta(\text{C}^3) = 147.60$  ppm,  $^3J(\text{C}^3\text{P}_B) = 5.6$  Hz;  $\delta(\text{C}^6) = 136.30$  ppm,  $^3J(\text{C}^6\text{P}_B) = 19.5$  Hz.

Eine Zuordnung der beiden Isomere *E* und *Z* über die Größe der vicinalen Kopplung zwischen dem Phosphoratom  $\text{P}_B$  und dem ipso-Kohlenstoffatom  $\text{C}^6$  des Phenylrings, wie sie bei anderen Phosphorverbindungen möglich ist,<sup>8</sup> kann im Falle der Verbindung 2 nicht erfolgen, da  $^3J(\text{C}^6\text{P}_B)$  für das im Überschuß vorhandene Isomer mit 19.3 Hz um lediglich 0.3 Hz kleiner ist, als jene des anderen Isomers.

## REAKTION VON 1 MIT PHENYLISOCYANAT

Phenylisocyanat reagiert mit Triphenylalkylidenphosphoranen in Abhängigkeit von den Substituenten am ylidischen Kohlenstoffatom nach Gl. (2) zu zwei verschiedenen Produkten:<sup>9</sup>



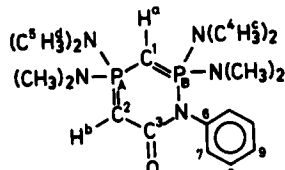
## NMR-SPEKTREN VON 3

Die  $^{31}\text{P}$ -,  $^{13}\text{C}$ - und  $^1\text{H}$ -NMR-Daten von Verbindung 3 sind in Tabelle II zusammengestellt. Das  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR-Spektrum von 3 zeigt ein AB-Spinsystem ( $J/\nu_0\delta = 0.588$ ), das bei den beiden bei höherem Feld liegenden Resonanzsignalen eine geringe Linienverbreiterung erkennen läßt (Faktor 1.2). Bei den  $2\lambda^5$ ,  $4\lambda^5$ -Diphosphapyridinen fanden wir eine durch Quadrupolrelaxationseffekte bedingte Verbreiterung der  $^{31}\text{P}$ -Signale der endocyclischen P—N-Gruppe.<sup>10</sup> In Analogie hierzu wird dem Phosphoratom  $\text{P}_\text{B}$  von 3 (Kennzeichnung der Atome siehe Tabelle II) der kleinere  $^{31}\text{P}$ -Verschiebungswert zugeordnet.

Die Kopplungskonstante  $^4J(\text{H}^a\text{H}^b)$  konnte aus  $^1\text{H}\{^{31}\text{P}\}$ -NMR-Spektren bzw. homoentkoppelten  $^1\text{H}$ -Spektren zu 3.5 Hz bestimmt werden. Ähnliche Werte wurden auch bei  $1,2\lambda^5,4\lambda^5$ -Azadiphosphorinen<sup>10</sup> und  $1\lambda^5,3\lambda^5$ -Diphosphorinen<sup>2,12,13</sup> beobachtet. Dies belegt ebenso wie die für die Kohlenstoffatome  $\text{C}^2$  und  $\text{C}^3$  im  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR-Spektrum beobachteten  $X$ -Teile von ABX-Spinsystemen die Ringsstruktur von 3. Die  $X$ -Teile wurden unter Vernachlässigung von Isotopeneffekten (vgl. l.c. 12) durch Spektrensimulation ausgewertet; quaternäre C-Atome wurden mit einer DEPT90-Pulsfolge bestimmt.

Für die Kopplungskonstanten  $^1J(\text{PC})$  und  $^3J(\text{PC})$  von Verbindungen mit vierfach koordiniertem Phosphor erwartet man jeweils gleiches (positives) Vorzeichen.<sup>8</sup> Dies

TABELLE II  
NMR-Daten der Verbindung 3 in  $\text{C}_6\text{D}_6$  bei 300 K; 20 Gew%  
(entgast)

					
$\delta/\text{ppm}^\alpha$		$^nJ/\text{Hz}$ ; $n = 1-5$			
$^{31}\text{P}$ :	$\text{P}_\text{A}$	57.12	$n = 1$	$\text{C}^1\text{P}_\text{A,B}$	132.3
	$\text{P}_\text{B}$	55.48			167.6
$^{13}\text{C}$ :	$\text{C}^1$	-1.63	$n = 2$	$\text{C}^2\text{P}_\text{A}$	+140.9
	$\text{C}^2$	38.85		$\text{P}_\text{A}\text{P}_\text{B}$	78.4
	$\text{C}^3$	166.61		$\text{C}^3\text{P}_\text{A,B}$	20.2
	$\text{C}^4, \text{C}^5$	36.78			5.8
		37.12	$n = 3$	$\text{P}_\text{A}\text{H}^b$	2.3
	$\text{C}^6$	140.39		$\text{P}_\text{A,B}\text{H}^{\text{ac}}$	11.8
	$\text{C}^7, \text{C}^8$	128.36			2.3
		131.43	$n = 4$	$\text{C}^2\text{P}_\text{B}$	-4.3
$^1\text{H}:\beta$	$\text{C}^9$	126.59	$n = 5$	$\text{H}^a\text{H}^b$	3.5
	$\text{H}^a$	0.560		$\text{C}^9\text{P}_\text{B}$	1.3
	$\text{H}^b$	3.089			
	$\text{H}^{\text{c,d}}$	2.110			
		2.471			

$\alpha$ : kann nicht zugeordnet werden.

$\beta$ : Verschiebungsbereich der Phenylprotonen: 7.00–7.40 ppm.

konnte bei acyclischen Doppelyliden<sup>11</sup> und bei mono- sowie disubstituierten Diphosphabenzolen<sup>2,12</sup> bestätigt werden. Bemerkenswert ist in diesem Zusammenhang, daß die Auswertung des 6-Linien-X-Teils des ABX-Systems  $P_A P_B C^2$  von 3 unerwartet bei positiv angenommener Kopplungskonstante  $^1J(C^2P_A)$  für die vicinale Kopplung  $^3J(C^2P_B)$  einen Wert mit negativem Vorzeichen ( $-4.3$  Hz) ergibt. Dies ist unseres Wissens die erste negative  $^3J(PC)$ -Kopplungskonstante in doppelylidischen  $C=P-C=P$ -Struktureinheiten.

Eine dem Angriff des Sauerstoff-Nucleophils (siehe Gl. (3)) entsprechende Ringweiterung von 1 kann ausgeschlossen werden, da für diesen Fall ein wesentlich größerer Unterschied in den chemischen Verschiebungen der beiden Phosphoratome zu erwarten wäre. Diese Variante erscheint überdies aus chemischer Sicht als wenig wahrscheinlich, da einerseits das intermediär gebildete Stickstoffanion durch den Phenylsubstituenten und andererseits das durch den Angriff des Stickstoff-Nucleophils entstehende Insertionsprodukt elektronisch wesentlich besser stabilisiert ist.

#### EXPERIMENTELLER TEIL

Alle Arbeiten wurden in einer Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt, wobei eine Feinvakuumapparatur zur Verfügung stand, an der die Geräte auf  $10^{-3}$  Torr evakuiert und mit getrocknetem Reinstargon belüftet werden konnten. Die Lösungsmittel wurden nach bekannten Verfahren getrocknet und mit Argon gesättigt.

Die NMR-Spektren wurden mit den Spektrometern WP 80 und AM 200 der Fa. Bruker Analytische Meßtechnik GmbH, Rheinstetten, aufgenommen. Die chemischen Verschiebungen  $\delta(^{31}P)$  beziehen sich auf 85% ige wäßrige Orthophosphorsäure als äußeren Standard;  $\delta(^{13}C)$  und  $\delta(^1H)$  auf Tetramethylsilan (TMS, jeweils über die entsprechenden Signale der deuterierten Lösungsmittel). Positive  $\delta$ -Werte bedeuten Verschiebungen nach niedrigeren Feldstärken. Die Spektrensimulationen wurden mit Hilfe des PANIC-Programms (Bruker Software) auf einem Bruker-Aspect 3000-Rechner durchgeführt.

Die Massenspektren der Verbindungen 2 (Auszug siehe Tabelle III) und 3 (Auszug siehe Tabelle IV) wurden mit einem Spektrometer der Firma Varian, Typ MAT 711, registriert. Im Massenspektrum von 3 tritt der Molekülpeak mit großer Intensität auf (rel. Intensität bei 20 eV: 54.4%; bei 70 eV: 31.3%).

Die Aufnahme der IR-Spektren erfolgte mit einem Perkin-Elmer-IR-Spektrophotometer und CDS-Datenstation.

TABELLE III  
Auszug aus dem E.I.-Massenspektrum der Verbindung 2

m/e	Rel. Int. in %		Fragment
	20 eV/340 K	70 eV/335 K	
370	15.3	4.4	$M^+$
326	14.1	8.2	$\{M - NMe_2\}^+$
283	11.1	6.5	$\{M - 2NMe_2 + H\}^+$
238	22.0	31.7	$\{M - 3NMe_2\}^+$
194	21.2	54.1	$\{M - 4NMe_2\}^+$
149	8.9	64.2	$CH_2OP(NMe_2)_2^+$
119	100.0	62.7	$P(NMe_2)_2^+$
104	3.4	14.0	$CH_2=CH(C_6H_5)^+$
92	4.6	26.8	$\{OPNMe_2 + H\}^+ /$ $CH_2(C_6H_5)^+$
77	—	20.0	$C_6H_5$
76	—	25.2	$\{PNMe_2 + H\}^+$
44	19.6	100.0	$NMe_2^+$

TABELLE IV  
Auszug aus dem E.I.-Massenspektrum der Verbindung 3  
bei 300 K

m/e	Rel. Int. in %		Fragment
	20 eV	70 eV	
383	54.4	31.3	M <sup>+</sup>
340	44.2	28.3	{M - NMe <sub>2</sub> + H} <sup>+</sup>
296	100.0	100.0	{M - 2NMe <sub>2</sub> + H} <sup>+</sup>
264	58.5	44.0	{M - P(NMe <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> } <sup>+</sup> / {M - C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NCO} <sup>+</sup>
251	3.6	8.0	{M - 3NMe <sub>2</sub> } <sup>+</sup>
248	27.2	39.9	{M - NMe <sub>2</sub> - NC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> } <sup>+</sup>
221	19.0	12.7	{M - NMe <sub>2</sub> - C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NCO + H} <sup>+</sup> / {M - P(NMe <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - NMe <sub>2</sub> + H} <sup>+</sup>
119	12.4	46.4	P(NMe <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> <sup>+</sup> /C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NCO <sup>+</sup>
76	—	48.1	{PNMe <sub>2</sub> + H} <sup>+</sup>
44	3.5	34.2	NMe <sub>2</sub> <sup>+</sup>

[*(2-Phenyl-1-ethenyl)-bis(dimethylamino)phosphoranylidene*]methylphosphonsäure-bis(dimethylamid), 2. Zu einer Lösung von 2.10 g Diphosphet 1 (8.0 mmol) in 5 ml Toluol werden bei Zimmertemperatur 0.84 g Benzaldehyd (8.0 mmol) unter Rühren langsam zugetropft. Hierbei tritt Erwärmung auf ca. 40°C ein. Es wird ca. 30 min. gerührt. Anschließend werden die flüchtigen Bestandteile i. Vak. entfernt (10<sup>-3</sup> Torr) und das zurückbleibende orangefarbene Öl bei vermindertem Druck destilliert. Man erhält ein gelbes bei -30°C erstarrendes Öl. Sdp. 160–165°C/10<sup>-3</sup> Torr; Ausbeute: 1.35 g, d.s. 46% d. Th. C<sub>17</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>OP<sub>2</sub> (370.42). Ber.: C, 55.12; H, 8.71; N, 15.13. Gef.: C, 54.70; H, 8.83; N, 14.58. IR, reine Substanz, kapillar zwischen CsBr-Scheiben (in cm<sup>-1</sup>): 3050 w; 3020 w; 2990 m; 2920 s; 2870 s; 2790 m; 1610 w; 1570 w; 1490 m; 1450 s; 1285 s; 1185 s(b); 1060 m; 965 vs; 855 m; 825 m; 815 m; 790 m; 745 s; 715 s; 690m; 665 m; 645 m; 580 vw; 520 w; 485 m; 470 m (vs = sehr stark, s = stark, m = mittelstark, w = schwach, vw = sehr schwach, b = breit).

*1-Phenyl-2,2,4,4-tetrakis(dimethylamino)-6-oxo-1,2λ<sup>5</sup>,4λ<sup>5</sup>-azadiphosphorin*, 3. 2.03 g Diphosphet 1 (7.7 mmol) werden in 10 ml Toluol gelöst und bei Zimmertemperatur langsam mit einer Lösung von 0.92 g Phenylisocyanat (7.7 mmol) in 5 ml Toluol versetzt. Während der Zugabe färbt sich die Lösung leicht orange. Das Lösungsmittel wird i. Vak. entfernt. Das zurückbleibende viskose Öl wird in ca. 5 ml Diethylether aufgenommen. Bei -20°C kristallisieren feine, hellgelbe Nadeln aus, die zweimal mit wenig Diethylether gewaschen werden. Schmp. 107–108°C. Ausbeute: 2.27 g, d.s. 65% d. Th. C<sub>17</sub>H<sub>31</sub>N<sub>5</sub>OP<sub>2</sub> (383.41). Ber.: C, 53.26; H, 8.15; N, 18.27. Gef.: C, 53.39; H, 8.39; N, 17.99. IR, Verreibung in Nujol, kapillar zwischen CsBr-Scheiben (in cm<sup>-1</sup>): 3110 vw; 3080 vw; 3040 w; 3000 m; 2790 w; 1607 s; 1589 s; 1490 m; 1410 vw; 1314 s; 1290 m; 1270 w; 1235 m; 1219 w; 1200 m; 1172–1188 m; 1160 m; 1080 w; 1065 m; 1053 m; 1043 m; 1022 w; 1000 m; 970 s; 955 s(b); 925 m; 903 m; 850 m; 768 w; 742 m; 727 s; 700 m; 692 m; 670 m; 625 m; 605 w; 595 m; 551 m; 527 w; 507 w; 475 vw; 458 w; 322 vw.

## DANK

Der eine von uns (W.P.) dankt der Max-Planck-Gesellschaft für ein Doktorandenstipendium. Dem Fonds der Chemischen Industrie, Frankfurt, danken wir für die finanzielle Unterstützung der Arbeit. Herrn Dr. W. Rozdzinski, Institut für Organische Chemie der Universität Stuttgart gilt unser Dank für die Aufnahme der Massenspektren.

## LITERATUR

1. J. Svara, E. Fluck und H. Riffel, *Z. Naturforsch.*, **40b**, 1258 (1985).
2. s. z. B. E. Fluck, B. Neumüller und G. Heckmann, *Chem.-Ztg.*, **111**, 309 (1987); E. Fluck, B. Neumüller, G. Heckmann, W. Plass und P. G. Jones, *New J. Chem.*, **13**, 383 (1989).
3. E. Fluck, G. Becker, B. Neumüller, R. Knebl, G. Heckmann und H. Riffel, *Angew. Chem.*, **98**, 1018 (1986); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **25**, 280 (1986).



4. E. Fluck, G. Becker, B. Neumüller, R. Knebl, G. Heckmann und H. Riffel, *Z. Naturforsch.*, **42b**, 1213 (1987).
5. E. Fluck und B. Neumüller, in "Rings, Clusters and Polymers of Main Group and Transition Elements," S. 195ff., Elsevier, Amsterdam, Oxford, New York, Tokyo, 1989.
6. J. C. Tebby in "Phosphorus-31 NMR Spectroscopy in Stereochemical Analysis," VCH Publishers, Deerfield Beach, Florida, 1987, S. 1.
7. E. Fluck und H. Binder in "Analytical Chemistry of Phosphorus Compounds," S. 463, J. Wiley and Sons, New York, Chichester, Brisbane, Toronto, 1972.
8. L. D. Quin in loc. cit., **6**, S. 391.
9. S. Trippett und D. M. Walker, *J. Chem. Soc.*, **1959**, 3874.
10. E. Fluck, G. Heckmann, W. Plass, H. Bögge und A. Müller, *Phosphorus, Sulfur and Silicon*, im Druck.
11. E. Fluck, B. Neumüller, G. Heckmann und H. Riffel, *Phosphorus and Sulfur*, **34**, 47 (1987).
12. E. Fluck, W. Plass und G. Heckmann, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, im Druck.
13. E. Fluck, W. Plass, G. Heckmann, H. Bögge und A. Müller, *Z. Naturforsch.*, **45b**, im Druck.