

Die formal zweiwertigen Eisenatome in **2** bilden ein zweidimensionales Netzwerk. Da die Oktaeder um die Fe-Atome flächenverknüpft sind, beträgt der kürzeste Fe-Fe-Abstand 2.8842(3) Å. Durch die zwischen den Fe-Schichten liegenden Se/La/O-Doppelschichten sind die benachbarten Fe-Schichten weit entfernt; der Abstand von zwei Fe-Schichten beträgt in **1** 8.95, in **2** 9.32 Å. Die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes von **1** und **2** entspricht der eines typischen Halbleiters. Bei Raumtemperatur hat **1** einen elektrischen Widerstand von 200 und **2** von $10^3 \Omega \text{cm}$. Die magnetische Suszeptibilität von **1** und **2** durchläuft bei etwa 100 K ein Maximum (Abb. 2), was auf eine magnetische Ordnung hindeutet. Darüber hinaus kann eine hohe, tempe-

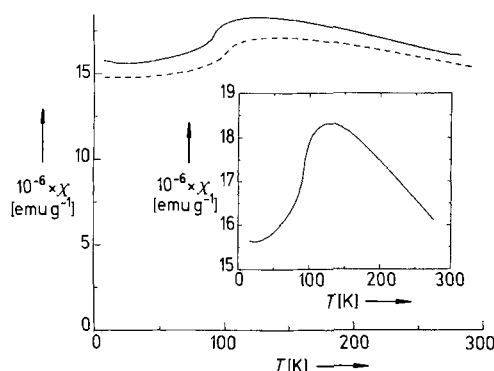


Abb. 2. Temperaturabhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität χ von **1** (---) und **2** (—). Im Insert ist der Kurvenverlauf des Maximums von **2** vergrößert.

raturunabhängige, paramagnetische Suszeptibilität beobachtet werden. Da die Verbindungen Halbleiter sind, ist die paramagnetische Suszeptibilität vermutlich einem Van-Vleckischen-Paramagnetismus zuzuschreiben^[9]. Das beobachtete Maximum dagegen wird vermutlich durch einen antiferromagnetischen Austausch im zweidimensionalen Fe^{2+} -Gitter verursacht. In einem dreidimensionalen System wäre eine Spitze zu beobachten^[10]. Genauere Untersuchungen des interessanten magnetischen Verhaltens von **1** und **2** sowie eine Ausdehnung der Untersuchungen auf weitere Seltenerdmetalle sind im Gange.

Experimentelles

Eine Mischung aus La_2O_3 , 2 Fe und 2 S bzw. 2 Se (stöchiometrisch bezüglich **1** und **2**) wurde gemahlen, zu einer Tablette gepreßt und in ein mit Kohlenstoff beschichtetes Quarzrohr überführt, das anschließend unter Vakuum verschlossen wurde. Nach 12 h Tempern bei 650 °C und anschließend 9 Tagen Tempern bei 1085 °C war das Material weitgehend einphasig. Schwarze Kristalle wurden auf Quarzfäsern geklebt und mit einem CAD4-Diffraktometer bei 23 °C mit MoK_α -Strahlung vermessen. **2**: 1197 gemessene Reflexe, davon 169 unabhängige Reflexe, 152 mit $I > 2\sigma(I)$. Mit insgesamt 15 Variablen konnte bis auf $R = 0.028$ und $R_w = 0.029$ verfeinert werden; GOF = 5.78 [11]. **1** ist isomorph zu **2**, mit sehr ähnlicher Elementarzelle und Atomlageparametern. Eine vollständige Strukturdiskussion wird an anderer Stelle veröffentlicht. Der elektrische Widerstand (Gleichstrom) eines Einkristalls wurde mit einer van-der-Pauwischen-Anordnung von vier Silberepoxidkontakten mit einem Elektrometer gemessen. Die magnetischen Suszeptibilitäten wurden an polykristallinem Material im Temperaturintervall von 4.2 bis 300 K mit der Faradaytechnik [12] gemessen.

Eingegangen am 26. Juni 1992 [Z 5435]

CAS-Registry-Nummern:

1, 144586-79-8; **2**, 144586-80-1; La_2O_3 , 1312-81-8; Fe, 7439-89-6; S, 7704-34-9; Se, 7782-49-2.

[1] A. F. Wells, *Structural Inorganic Chemistry*, 5. Aufl., Carendon, Oxford, 1984.

[2] In [1], S. 786–787; G. A. Eisman, H. Steinfink, *J. Solid State Chem.* **1982**, 43, 225–226, zit. Lit.: G. A. Eisman, J. S. Swinnea, H. Steinfink, *ibid.* **1985**, 56, 397–398.

- [3] J. Flahaut in *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*, Vol. 4 (Hrsg.: K. A. Gschneidner, Jr., L. Eyring), North-Holland, Amsterdam, 1979, S. 1–88.
- [4] M. Guittard, S. Benazeth, J. Dugué, S. Jaulmes, M. Palazzi, P. Laruelle, J. Flahaut, *J. Solid State Chem.* **1984**, 51, 227–238.
- [5] T. Vovan, J. Dugué, M. Guittard, *Mater. Res. Bull.* **1978**, 13, 1163–1166; J. Dugué, T. Vovan, J. Villers, *Acta Crystallogr. Sect. B* **1980**, 36, 1291–1294; M. Winterberger, T. Vovan, M. Guittard, *Solid State Commun.* **1985**, 53, 227–230; M. Winterberger, J. Dugué, M. Guittard, N. H. Dung, T. Vovan, *J. Solid State Chem.* **1987**, 70, 295–302.
- [6] J. Dugué, T. Vovan, P. Laruelle, *Acta Crystallogr. Sect. C* **1985**, 41, 1146–1148.
- [7] T. D. Brennan, L. E. Aleandri, J. A. Ibers, *J. Solid State Chem.* **1991**, 91, 312–322; T. D. Brennan, J. A. Ibers, *ibid.* **1992**, 98, 82–89.
- [8] In [1], S. 203–230, insbesondere S. 229–230.
- [9] J. H. Van Vleck, *The Theory of Electric and Magnetic Susceptibilities*, Oxford University Press, Oxford, 1932.
- [10] R. L. Carlin, *Magnetochemistry*, Springer, New York, 1986, S. 187.
- [11] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56 707, der Autoren und des Zeitschriftenzitates angefordert werden.
- [12] F. J. DiSalvo, J. V. Waszczak, *Phys. Rev. B: Condens. Matter* **1981**, 23, 457.

Die Isomere des Acetylenderivats C_2Li_4 : übertragbare Struktureinheiten in hyperlithiierten Spezies**

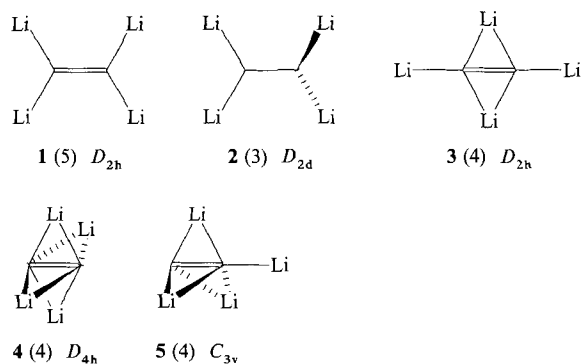
Von Andrea E. Dorigo, Nicolaas J. R. van Eikema Hommes, Karsten Krogh-Jespersen und Paul von Ragué Schleyer*

Hyperlithiierte Moleküle^[1a] wie CLi_6 ^[1, 2], OLi_5 ^[3], PLi_5 ^[4] und OLi_6 ^[1a, 4], die formal die Oktett-Regel verletzen, können durch klassische Lewis-Strukturen nicht wiedergegeben werden. Statt dessen liegen Bindungen zwischen den Metall-Liganden^[5] und von den Metall-Liganden zum Zentralatom vor. Wir beschreiben nun C_2Li_4 -Isomere, die nicht Ethylen-ähnlich sind, sondern ebenfalls die Bindungscharakteristika hypermetallierter Spezies aufweisen und in deren optimierten Strukturen eine Reihe stabiler Li_n -Einheiten, wie sie bei hyperlithiierten Molekülen üblich sind, deutlich werden.

Experimentelle Hinweise auf C_2Li_4 sind rar; eine der wenigen ist die Identifizierung von C_2D_4 unter den Produkten der Deuterolyse lithiiertter Substrate durch Lagow et al.^[6]. Obwohl wir seit mehr als zehn Jahren C_2Li_4 -Geometrien berechnet haben, stand eine umfassende und gründliche theoretische Untersuchung bisher aus. Nur wenige Berechnungen einiger möglicher Strukturen von C_2Li_4 , auf dem SINDO1-, HF/STO-3G- und HF/3-21G-Niveau sind in der Literatur erwähnt^[7, 8]. Inzwischen haben sich die hochsymmetrischen Strukturen **1–5** (Schema 1) als energetisch hochliegend und durch mehrere imaginäre Schwingungsfrequenzen charakterisiert erwiesen; wir haben sie daher auf höheren Rechenniveaus nicht mehr überprüft. Besonders sei darauf hingewiesen, daß auf dem HF/3-21G-Niveau für die Ethy-

[*] Prof. Dr. P. von R. Schleyer, Dr. A. E. Dorigo, Dr. N. J. R. van Eikema Hommes
Institut für Organische Chemie der Universität Erlangen-Nürnberg
W-8520 Erlangen
Prof. K. Krogh-Jespersen
Department of Chemistry, Rutgers
The State University of New Jersey
New Brunswick, NJ 08903 (USA)

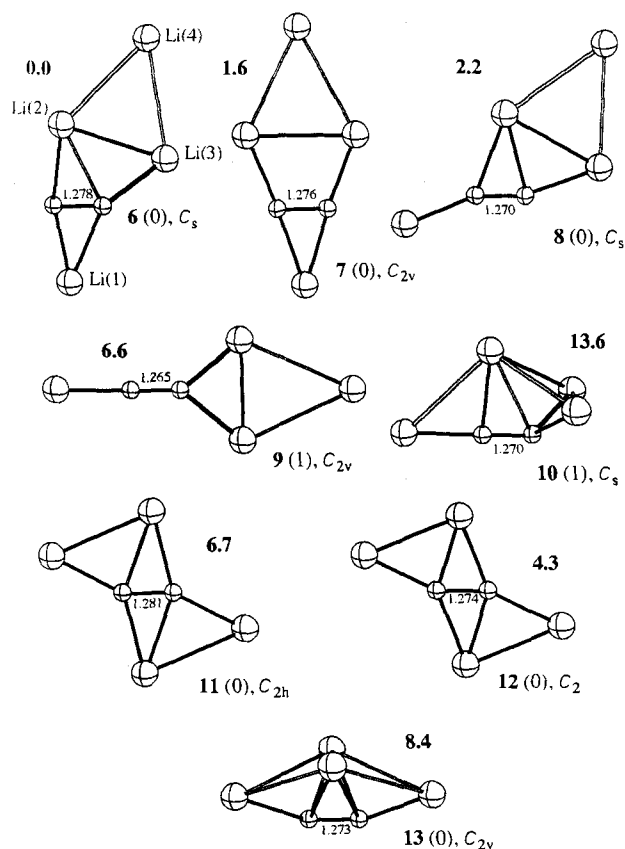
[**] Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie, von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und von der Convex Computer Corporation gefördert. A. E. D. dankt der Alexander-von-Humboldt-Stiftung für ein Stipendium. Wir danken J. A. Pople, E. D. Jemmis und A. J. Kos für die ersten Rechnungen im Rahmen dieses Projektes.



Schema 1. Schematische Darstellung der Strukturen der Isomere 1–5. In Klammern ist die Zahl der imaginären Frequenzen auf dem HF/3-21G-Niveau angegeben. Keines dieser Isomere entspricht einem Minimum auf der Hyperfläche; energetisch liegen sie weitaus höher als die Isomere 6–13.

len-ähnliche D_{2h} -Struktur **1** fünf imaginäre Frequenzen berechnet wurden und eine Energie, die $41.0 \text{ kcal mol}^{-1}$ über der von **6** liegt! Die Strukturen **6**–**13** (Schema 2) sind energetisch weitaus günstiger. Alle Geometrien wurden zur Berücksichtigung der Elektronenkorrelation auf dem MP2/6-31G*-Niveau optimiert^[9]. Einzelpunkt-Berechnungen wurden auf dem MP4(SDTQ)(FC)/6-31 + G*-Niveau durchgeführt [MP4(SDTQ)(FC)/6-31 + G*/MP2(FU)/6-31G*]^[10].

Die Strukturen **6**–**13** weisen alle kurze C-C-Abstände (1.265 – 1.281 Å) auf. Diese sind zwar größer als der C-C-Abstand in Acetylen (1.21 Å), aber sowohl lineare als auch doppelt überbrückte C_2Li_2 -Spezies haben ähnliche C-C-Bindungslängen^[11]. Daher sollten alle von uns untersuch-



Schema 2. MP2/6-31G*-optimierte Strukturen und relative Energien der C_2Li_4 -Isomere **6**–**13**. Die Zahl der imaginären Frequenzen (0 = Minimum, 1 = Übergangszustand) auf dem MP2/6-31G*-Niveau ist in Klammern angegeben. Die ebenfalls angegebenen relativen Energien (halbfett, in kcal mol^{-1}) wurden auf dem MP4(SDTQ)/6-31 + G*/MP2(FU)/6-31G*-Niveau berechnet.

ten C_2Li_4 -Isomere als Acetylen- und nicht als Ethylenderivate aufgefaßt werden! Das C_2^{2-} -Ion ist in **6**–**13** an verschiedene Li_n -Einheiten gebunden. Das globale Minimum auf dem MP4(SDTQ)/6-31 + G*-Niveau (**6**) kann als $\text{Li}^+ \text{C}_2^{2-} \text{Li}_3^+$ beschrieben werden. In der cyclischen Li_3^+ -Einheit^[12] tragen die beiden Lithiumatome mit dem kürzeren Abstand zum C_2^{2-} -Fragment (Li(2) und Li(3) in Schema 2) große positive Partialladungen, während das dritte, weiter entfernte, Li(4), eine negative Partialladung aufweist^[13, 14]. Die Beschreibung als $\text{Li}^+ \text{C}_2^{2-} \text{Li}_3^+$ gilt auch für die C_{2v} -Struktur **7** und die C_s -Struktur **8**, die ebenfalls Energieminima entsprechen, sowie für die C_{2v} -Struktur **9**, die einer Übergangsstruktur für die entartete Umlagerung von **8** zwischen zwei äquivalenten Formen entspricht. Da die Lithiumatome in **9** nicht mit der $\pi_{\text{C-C}}$ -Bindung wechselwirken, liegt die Energie dieser Spezies $6.6 \text{ kcal mol}^{-1}$ über der von **6**.

Es ist bekannt, z.B. von LiCN ^[15], daß eine verbrückende Position für Lithiumatome günstig ist. Bei C_2Li_2 ^[11] entspricht das Isomer mit zwei verbrückenden Lithiumatomen dem globalen Minimum. Auch in **10** liegt ein verbrückendes Lithiumatom vor. Doch obwohl alle drei Atome der Li_3^+ -Einheit mit dem C_2 -Fragment wechselwirken, ist **10** eine Übergangsstruktur, die gegenüber **6** mit nur zwei Li- C_2 -Wechselwirkungen um $13.6 \text{ kcal mol}^{-1}$ destabilisiert ist. Die Präferenz für die Kantenverknüpfung in **6** gegenüber der Flächenverknüpfung in **10** resultiert aus der Polarisation der Li_3^+ -Einheit in **6**, die zu einer alternierenden, Quadrupol-ähnlichen Ladungsverteilung führt^[13]. In Polyolithiumverbindungen mit cyclischen Li_3^+ -Einheiten wird die Kanten-einer Flächenkoordination generell vorgezogen, so zum Beispiel von OLi_4 in C_{2v} -Symmetrie ($\text{Li}^+ \text{O}^{2-} \text{Li}_3^+$)^[3].

Die Strukturen **11** und **12** enthalten ein anderes Lithiumcluster-, „Fragment“, das Li_2 -Radikalkation, das bereits in OLi_5 (d.h. $\text{Li}_2^+ \text{O}^{2-} \text{Li}_3^+$) identifiziert wurde^[1a]. Sind zwei solche Li_2^+ -Einheiten in einem Molekül vorhanden, so kann dieses entweder in einem Singulett- oder in einem Triplettzustand vorliegen. Die Singulettspezies **11** (gegenüber **6** um $6.7 \text{ kcal mol}^{-1}$ destabilisiert) kann als Komplex von C_2^{2-} mit zwei Li_2 -Radikalkationen betrachtet werden. Struktur **12** ist ein Triplettmolekül und gegenüber **6** um $4.3 \text{ kcal mol}^{-1}$ destabilisiert. Um die Singulett-Triplett-Energiedifferenz zuverlässig zu bestimmen, sind eventuell höhere theoretische Niveaus notwendig. Die von uns hier beschriebenen strukturellen Aspekten sollte dadurch jedoch nicht beeinflusst werden.

Eine höchst interessante Li_n -Struktureinheit findet man bei **13** (C_{2v}): ein Vierzentren-Zweielektronen- Li_4 -Dikation^[16]. Diese Beschreibung wird sowohl durch die natürlichen Ladungen als auch durch die annähernd tetraedrische Anordnung der Lithiumatome gestützt. Die Verzerrung der Li_4 -Einheit resultiert daraus, daß das C_2^{2-} -Fragment eine Kante des Tetraeders „spaltet“. Beim freien Li_4^{2+} -Ion entspricht die T_d -Struktur dem globalen Minimum auf der Energiehyperfläche^[16], und auch OLi_4 bevorzugt eine T_d -Struktur^[3], bei der sich das O^{2-} -Ion im Zentrum des Li_4^{2+} -Tetraeders befindet. Das alternative, zu **6** analoge $\text{Li}_3^+ \text{O}^{2-} \text{Li}^+$ -Isomer entspricht einem energetisch höher liegenden Minimum^[1a, 3]. Im Falle von C_2Li_4 ist die C_2^{2-} -Einheit jedoch zu groß, um ohne beträchtliche Verzerrung in den Hohlraum des Tetraeders zu passen, deshalb ist **13** weniger stabil als **6**.

C_2Li_4 verdeutlicht die Vielfalt möglicher Strukturen, die sogar kleinen Polyolithiummolekülen zur Verfügung steht. Über die Identifizierung ähnlicher, klar erkennbarer Li_n -Einheiten in anderen Molekülen, werden wir künftig berichten.

Eingegangen am 2. Juni,
veränderte Fassung am 3. September 1992 [Z 5382]

- [1] a) P. von R. Schleyer in *New Horizons of Quantum Chemistry* (Hrsg.: P.-O. Löwdin, A. Pullman), Reidel, Dordrecht, **1982**, S. 95–105; b) P. von R. Schleyer, E.-U. Würthwein, E. Kaufmann, T. Clark, J. A. Pople, *J. Am. Chem. Soc.* **1983**, *105*, 5930; c) A. E. Reed, F. Weinhold, *ibid.* **1985**, *107*, 1919; d) siehe auch das Highlight von A. Maercker, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 598; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, *31*, 584.
- [2] C. S. Ewig, J. R. van Wazer, *J. Am. Chem. Soc.* **1990**, *112*, 109; J. P. Ritchie, S. M. Bachrach, *ibid.* **1987**, *109*, 5909.
- [3] P. von R. Schleyer, E.-U. Würthwein, J. A. Pople, *J. Am. Chem. Soc.* **1982**, *104*, 5839.
- [4] C. J. Marsden, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1989**, 1356; K. Jug, *J. Comput. Chem.* **1984**, *5*, 555.
- [5] CLi_4 und SiLi_4 können ebenfalls anhand von Metallcluster-Bindungsmodellen beschrieben werden: A. E. Reed, P. von R. Schleyer, R. Janoschek, *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 1885. Für eine Übersicht über Bindungen in multilithiierten Spezies siehe P. von R. Schleyer, *Pure Appl. Chem.* **1984**, *56*, 151; A. Maercker, M. Theis, *Top. Curr. Chem.* **1987**, *138*, 1. Für eine Übersicht über Bindungsprinzipien in Clustern aus Alkalimetallelementen siehe V. Bonačić-Koutecký, P. Fantucci, J. Koutecký, *Chem. Rev.* **1991**, *91*, 1035.
- [6] L. A. Shimp, J. A. Morrison, J. A. Gurak, J. W. Chinn, Jr., R. J. Lagow, *J. Am. Chem. Soc.* **1981**, *103*, 5951.
- [7] SINDO1-Rechnungen für einige C_2Li_4 -Strukturen wurden bereits veröffentlicht: K. Jug, N. D. Epitotis, S. Buss, *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 1640.
- [8] Daten über die Strukturen **1**, **3** und **5** findet man in *The Carnegie-Mellon Quantum Chemistry Archive* (Hrsg.: R. A. Whiteside, M. J. Frisch, J. A. Pople), Department of Chemistry, Carnegie-Mellon University, Pittsburgh, PA, USA, **1983**.
- [9] Es wurden das Gaussian-90- und das Cadpac-Programmpaket verwendet. *Gaussian 90*: M. J. Frisch, M. Head-Gordon, G. W. Trucks, J. B. Foresman, H. B. Schlegel, K. Raghavachari, M. A. Robb, J. S. Binkley, C. Gonzalez, D. J. Defrees, D. J. Fox, R. A. Whiteside, R. Seeger, C. F. Melius, J. Baker, R. L. Martin, L. R. Kahn, J. J. P. Stewart, S. Topiol, J. A. Pople, Gaussian, Inc., Pittsburgh, PA, USA, **1990**; *Cadpac*: R. D. Amos, J. E. Rice, Auflage 4.0, Cambridge, Großbritannien, **1987**.
- [10] Die Gesamtenergie von **6** auf dem MP4(SDTQ)(FC)/6-31 + G**//MP2(FU)/6-31G*-Niveau beträgt -105.84222 Hartree (FC = frozen core, FU = full correlation).
- [11] P. von R. Schleyer, *J. Phys. Chem.* **1990**, *94*, 5560, zit. Lit.
- [12] Über das cyclische Li_3^+ -Ion wurde zuerst berichtet von P. A. Kollman, J. F. Liebman, L. C. Allen, *J. Am. Chem. Soc.* **1970**, *92*, 1142. Dieses Kation ist auch in C_2Li_6 eine klar erkennbare Einheit: W. Thiel, P. von R. Schleyer, *Tetrahedron Lett.* **1980**, *21*, 2151. Die analoge Na_3^+ -Einheit wurde beschrieben von E.-U. Würthwein, P. von R. Schleyer, J. A. Pople, *J. Am. Chem. Soc.* **1984**, *106*, 6973.
- [13] Die berechneten natürlichen Ladungen^[14] (HF/6-31G*) für Li(2), Li(3) und Li(4) (vgl. **6** in Schema 1) sind 0.63, 0.59 bzw. -0.38.
- [14] A. E. Reed, F. Weinhold, *J. Am. Chem. Soc.* **1985**, *107*, 1919.
- [15] P. von R. Schleyer, A. Sawaryn, A. E. Reed, P. Hobza, *J. Comput. Chem.* **1986**, *7*, 666.
- [16] M. Glukhovtsev, A. Stein, P. von R. Schleyer, unveröffentlichte Ergebnisse.

C-C-Kupplung am vinylischen Kohlenstoffatom unter NO_2 -/Alkyl-Substitution bei der Umsetzung von 2-Aryl-1-nitro-1-alkenen mit Dialkylzinkverbindungen – eine neue Reaktion**

Von Dieter Seebach*, Harald Schäfer, Beat Schmidt und Martin Schreiber

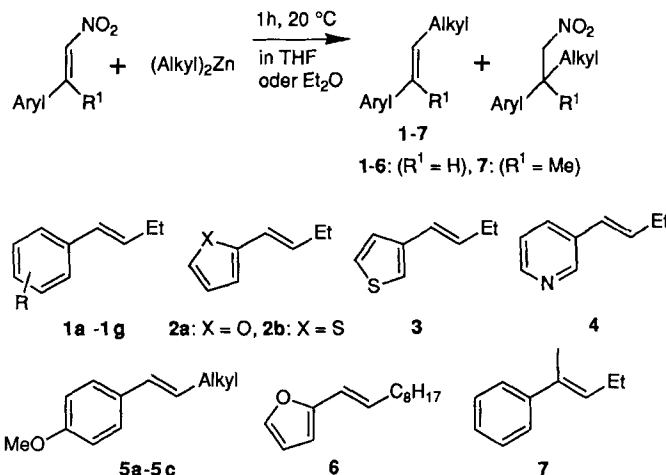
Bei Versuchen zur enantioselektiven Michael-Addition von Diethylzink an ω -Nitrostyrol in Gegenwart chiraler Titan Komplexe^[1] in Toluol stellten wir überrascht fest, daß

[*] Prof. Dr. D. Seebach, Dipl.-Chem. H. Schäfer, Dr. B. Schmidt, M. Schreiber
Laboratorium für Organische Chemie der Eidgenössischen Technischen Hochschule
ETH-Zentrum
Universitätstrasse 16, CH-8092 Zürich (Schweiz)

[**] Teil der Dissertation von B. Schmidt, ETH Nr. 9698 (1992), und der geplanten Dissertation von H. Schäfer. H. Schäfer dankt der Studienstiftung des Deutschen Volkes für ein Stipendium.

neben dem erwarteten 1-Nitro-2-phenylbutan auch 1-Phenyl-1-buten^[2a], das Produkt einer Substitution der vinylisch gebundenen Nitrogruppe durch den Ethylrest, gebildet wurde^[2b].

Es zeigte sich schnell, daß die Substitutionsreaktion in Abwesenheit der Lewis-Säure^[2c] und in etherischen Lösungsmitteln eher besser verläuft. Die Optimierung ergab, daß unter den in Schema 1 angegebenen Bedingungen 2-



Schema 1. Olefine **1–6** und **7**, die durch Substitution der NO_2 -Gruppe von 1-Aryl-2-nitroethenen bzw. eines 2-Aryl-1-nitropropens durch Alkylgruppen bei der Umsetzung mit Dialkylzinkverbindungen erhalten wurden (für die Spezifikation von R und Alkyl siehe Tabelle 1).

Aryl- und 2-Heteroarylnitroethene mit primären und sekundären Dialkylzinkverbindungen in Ausbeuten von 30–40 % die Substitutionsprodukte **1–6** ergeben^[2d] (Schema 1, Tabelle 1); diese lassen sich aufgrund ihrer geringen Polarität meist durch chromatographische Filtration müheolos aus dem Rohproduktgemisch^[3] abtrennen und rein isolieren. Die Produkte **1–6** haben laut IR- und NMR-Spektren alle (E)-Konfiguration, auch bei (Z)-Konfiguration des Eduk-

Tabelle 1. Produkte **1–7**, die nach der in Schema 1 gezeigten Gleichung hergestellt wurden. Die Ausbeuten beziehen sich auf chromatographisch gereinigte Proben (^1H -NMR-spektroskopisch rein). Typische Arbeitsvorschrift siehe Experimentelles.

Verbdg.	Aryl	Alkyl	Ausbeute [%]
1a	C_6H_5	Et	32
1b	4-Me- C_6H_4	Et	37
1c	2,4,6-Me ₃ - C_6H_2	Et	18
1d	3-MeO- C_6H_4	Et	32
1e	4-MeO- C_6H_4	Et	38
1f	3,4-(OCH ₂ O)- C_6H_3	Et	39
1g	4-NC- C_6H_4	Et	37 [a]
2a	2-Furyl	Et	30 [b]
2b	2-Thienyl	Et	37 [b]
3	3-Thienyl	Et	31 [b]
4	3-Pyridyl	Et	36 [a]
5a	4-MeO- C_6H_4	C_8H_{17}	40 [c, d]
5b	4-MeO- C_6H_4	<i>i</i> Pr	30 [d]
5c	4-MeO- C_6H_4	<i>t</i> Bu	15
6	2-Furyl	C_8H_{17}	48 [b, d]
7	siehe Schema 1		22

[a] Flash-Chromatographie unter Zusatz von 15proz. EtOAc zum Laufmittel. [b] Nur ca. 90 % reine Probe, Verunreinigung(en) weder destillativ noch chromatographisch abtrennbar. [c] Flash-Chromatographie Laufmittel $\text{C}_5\text{H}_{12}/\text{CH}_2\text{Cl}_2$ (8:1), Säule 20×3 cm. [d] Reaktionszeit länger als im Schema 1 angegeben (ca. 20 h).