

Übergangsmetall-Methylen-Komplexe, IV¹⁾

Neue Methylen-Cobalt-Komplexe

Wolfgang A. Herrmann

Institut für Chemie der Universität Regensburg,
Universitätsstr. 31, D-8400 Regensburg 1

Eingegangen am 10. Juni 1977

Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) reagiert mit Diazoessigsäure-ethylester (**3a**), Diazoessigsäure-*tert*-butylester (**3b**), Diazomalonsäure-dimethylester (**3c**) bzw. Diazomalonsäure-diethylester (**3d**) in siedendem Benzol unter Bildung der zweikernigen diamagnetischen Komplexe $[\eta\text{-C}_5\text{H}_5\text{Co}(\text{CO})_2\text{-}\mu\text{-}[\text{C}(\text{R})(\text{CO}_2\text{R}')]]$ ($\text{R} = \text{H}$, $\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$: **4a**; $\text{R} = \text{H}$, $\text{R}' = \textit{tert}\text{-C}_4\text{H}_9$: **4b**; $\text{R} = \text{CO}_2\text{CH}_3$, $\text{R}' = \text{CH}_3$: **5a**; $\text{R} = \text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$, $\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$: **5b**), in denen die **3a–d** entsprechenden Carbene als Brückenliganden stabilisiert sind.

Transition Metal Methylene Complexes, IV¹⁾

Novel Methylene Cobalt Complexes

Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) reacts with ethyl diazoacetate (**3a**), *tert*-butyl diazoacetate (**3b**), dimethyl diazomalonate (**3c**), and diethyl diazomalonate (**3d**) in boiling benzene to yield the dinuclear diamagnetic complexes $[\eta\text{-C}_5\text{H}_5\text{Co}(\text{CO})_2\text{-}\mu\text{-}[\text{C}(\text{R})(\text{CO}_2\text{R}')]]$ ($\text{R} = \text{H}$, $\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$: **4a**; $\text{R} = \text{H}$, $\text{R}' = \textit{tert}\text{-C}_4\text{H}_9$: **4b**; $\text{R} = \text{CO}_2\text{CH}_3$, $\text{R}' = \text{CH}_3$: **5a**; $\text{R} = \text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$, $\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$: **5b**) in which the carbenes corresponding to **3a–d** are stabilized as bridging ligands.

Die wenigen bisher bekannten einkernigen Carben-Komplexe des Cobalts sind extrem thermolabil^{2,3)}. Die bei -30°C eintretende Zersetzung der Amino(ethoxy)carben-Derivate vom Typ $\text{Co}(\text{CO})_2(\text{NO})[\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{NRR}')]]$ spiegelt den in der ersten Übergangsmetall-Reihe des Periodensystems beobachteten Stabilitätsverlust von Carben-Komplexen beim Gang vom Chrom über das Eisen zum Nickel wider^{2,3)}. Im Gegensatz dazu sind die beiden zweikernigen Carbonylcobalt-Komplexe **1a** und **1b** mit μ -Tetrafluorethyliden- bzw. μ -[2,2,2-Trifluor-(1-trifluormethyl)ethyliden]-Liganden stabil genug, um bei Raumtemperatur analytisch charakterisierbar zu sein^{4,5)}.

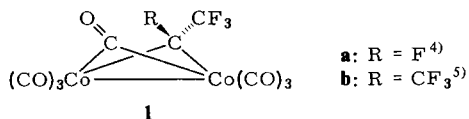
¹⁾ III. Mittel.: W. A. Herrmann, C. Krüger, R. Goddard und I. Bernal, J. Organomet. Chem. **140**, 73 (1977).

²⁾ E. O. Fischer, F. R. Kreißl, E. Winkler und C. G. Kreiter, Chem. Ber. **105**, 588 (1972).

³⁾ ^{3a)} E. O. Fischer, Pure Appl. Chem. **30**, 353 (1972). – ^{3b)} E. O. Fischer, Angew. Chem. **86**, 651 (1974) (Nobel-Vortrag).

⁴⁾ B. L. Booth, R. N. Haszeldine, P. R. Mitchell und J. J. Cox, Chem. Commun. **1967**, 529.

⁵⁾ J. Cooke, W. R. Cullen, M. Green und F. G. A. Stone, Chem. Commun. **1968**, 170; J. Chem. Soc. A **1969**, 1872.

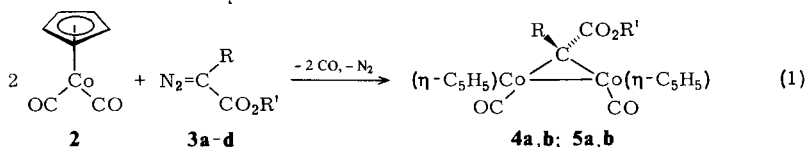


Die vorliegende Arbeit beschreibt neue, sehr beständige μ -Methylen⁶⁾-Komplexe, die sich von Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) ableiten.

Das Cobaltcarbonyl **2** bot sich als Komplexkomponente für die Darstellung von Carben-Derivaten deshalb an, weil bekannt ist, daß für die Einführung von CRR'-Liganden in Metallcarbonyle nach der Diazo-Methode⁷⁾ die leichte Substituierbarkeit eines Zweielektronen-Liganden (z. B. THF, CO) eine wichtige Voraussetzung ist. Für Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) und sein Rhodium-Homologes hatten CO-Austauschexperimente⁸⁾ sowie die kinetischen Daten der Carbonyl-Substitution durch Phosphine⁹⁾ den rasch verlaufenden Austausch einer der beiden Carbonylgruppen durch analoge Liganden nachweisen können.

Präparative Ergebnisse

Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) reagiert mit Diazoessigsäure-ethylester (**3a**), Diazoessigsäure-*tert*-butylester (**3b**), Diazomalonsäure-dimethylester (**3c**) bzw. Diazomalonsäure-diethylester (**3d**) in siedendem Benzol unter Abspaltung von Kohlenmonoxid und Stickstoff zu den diamagnetischen stickstofffreien Neutralverbindungen **4a**, **4b**, **5a** bzw. **5b**, die aufgrund der Elementaranalysen sowie der osmometrischen Molmassebestimmungen die Summenformeln C₁₆H₁₆Co₂O₄ (**4a**), C₁₈H₂₀Co₂O₄ (**4b**), C₁₇H₁₆Co₂O₆ (**5a**) bzw. C₁₉H₂₀Co₂O₆ (**5b**) besitzen [Gl. (1)]. Die IR-Spektren (Tab. 1) zeigen, daß die neuen Cobalt-Komplexe die aus **2** durch CO-Eliminierung gebildeten (η -C₅H₅)Co(CO)-Bausteine als Strukturelemente enthalten. Demzufolge sind **4a**, **4b**, **5a** und **5b** als Zweikernkomplexe mit (Ethoxycarbonyl)carben, (*tert*-Butoxycarbonyl)carben, Bis(methoxycarbonyl)carben bzw. Bis(ethoxycarbonyl)carben als Brückenliganden zu formulieren. Eine zusätzliche Cobalt-Cobalt-Einfachbindung trägt jeweils dem NMR-spektroskopisch (Tab. 2 und 3) festgestellten Diamagnetismus der Verbindungen Rechnung.



	3a, 4a	3b, 4b	3c, 5a	3d, 5b
R	H	H	CO ₂ CH ₃	CO ₂ C ₂ H ₅
R'	C ₂ H ₅	<i>tert</i> -C ₄ H ₉	CH ₃	C ₂ H ₅

⁶⁾ Der allgemeinen Gepflogenheit entsprechend, bezeichnen wir im folgenden Metallkomplexe mit Carben-Brückenliganden als „ μ -...-methylen“- und nicht als „...-carben“-Komplexe, solange keine verbindliche Nomenklatur-Regelung für sämtliche Koordinationsarten von Carbenen CRR' besteht (vgl. International Union of Pure and Applied Chemistry, Nomenclature of Organic Chemistry, Sections A, B & C, 3rd Edit., Regel A-4, Butterworths, London 1969); W. A. Herrmann, Habilitationsschrift, S. 45 ff., Univ. Regensburg 1977.

⁷⁾ W. A. Herrmann, *Angew. Chem.* **86**, 556 (1974); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **13**, 599 (1974).

⁸⁾ A. Wojcicki und F. Basolo, *J. Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **17**, 77 (1961).

⁹⁾ H. G. Schuster-Woldan und F. Basolo, *J. Am. Chem. Soc.* **88**, 1657 (1966).

Die Zweikernkomplexe sind braune bis schwarze kristalline, luftstabile, im festen Zustand bis mindestens 90°C stabile Verbindungen, deren Lösungen in Benzol oder stärker polaren Solventien (Diethylether, Methylenchlorid) schwach oxidationsempfindlich sind.

Tab. 1. IR-Spektren (cm^{-1}) der Cobalt-Komplexe **4a**, **4b**, **5a** und **5b**^{a)}

Verb.	$\nu_{(\text{M}-)\text{C}\equiv\text{O}}$ bzw. $\nu_{\text{C}=\text{O}(\text{Ester})}$	Sonstige Absorptionen ^{b)}
4a	1955 sst, Sch 1680 st	ν_{CH} : 3120 ss, 3103 s, 2982 s, 2970 m, 2942 s – m, 2897 s $\gamma_{\text{CH}(\text{C}_3\text{H}_3)}$: 852 m, 815 m (Sch) Ohne Zuordnung: 1257 m – st, 1116 st – sst, 1106 s – st, 1037 m – st
4b	1987 sst 1672 st	ν_{CH} : 3110 s – m, 3083 ss, 2980 s(br), 2928 m $\gamma_{\text{CH}(\text{C}_3\text{H}_3)}$: 835 m, 827 m, 818 m – st Ohne Zuordnung: 1369 m, 1364 m, 1273 m (Sch), 1107 st – sst, 1061 m, 1024 m, 977 m, br
5a	1987 sst (ca. 1990 Sch) 1678 st	ν_{CH} : 3110 s, 2945 s $\gamma_{\text{CH}(\text{C}_3\text{H}_3)}$: 838 m, 828 st, 822 m – st Ohne Zuordnung: 1440 m, 1428 m, 1033 st (Sch), 732 m
5b	1976 sst, Sch 1677 st	ν_{CH} : 3087 s (Sch), 2970 m (Sch), 2925 s, 2885 ss $\gamma_{\text{CH}(\text{C}_3\text{H}_3)}$: 829 m, 819 st Ohne Zuordnung: 1180 st – sst, 1041 m – st, 1026 m

^{a)} Bereich 4000 bis 600 cm^{-1} ; rel. Intensitäten: ss sehr schwach, s schwach, m mittelstark, st stark, sst sehr stark (Sch Schulter, br breite Bandenform); KBr-Preßlinge.

^{b)} Banden mit geringerer Intensität als mittelstark (m) sind im Bereich $< 2000 \text{ cm}^{-1}$ nicht angegeben.

Tab. 2. $^1\text{H-NMR}$ -Daten der Cobalt-Komplexe **4a**, **4b**, **5a** und **5b**^{a)}

Verb.	$\tau_{\text{C}_5\text{H}_5}$	τ_{CH}	τ_{CH_2} (Ester)	τ_{CH_3} (Ester)	Lösungs- mittel
4a ^{b)}	1 5.06 (10)	1 3.61 (1)	4 5.91 (2) $J_{\text{CH}_2, \text{CH}_3} = 6.9 \text{ Hz}$	3 8.81 (3)	CDCl_3
4a	1 5.07 (10)	1 3.57 (1)	4 5.97 (2)	3 8.73 (3)	CD_2Cl_2
4a	1 5.20 (10)	1 3.13 (1)	4 5.70 (2)	3 8.63 (3)	C_6D_6
4b	1 5.07 (10)	1 3.53 (1)	–	1 8.57 (9)	CD_2Cl_2
5a	1 5.17 (10)	–	–	1 6.38 (6)	CDCl_3
5b	1 5.15 (5)	–	4 5.90 (2)	3 8.75 (3)	CDCl_3
5b ^{c)}	1 5.26 (5)	–	4 5.81 (2)	3 8.78 (3)	C_6D_6

^{a)} 60-MHz-Spektren; 33°C; hochgestellte Ziffern vor den τ -Werten: Multiplizitäten; Werte in Klammern: rel. Intensitäten; Standard: int. TMS.

^{b)} Standard: int. CHCl_3 ($\tau = 2.73$).

^{c)} Standard: int. C_6HD_5 ($\tau = 2.73$).

Tab. 3. $^{13}\text{C-NMR}$ -Parameter der Methylen-Komplexe **4a** und **5b**^{a)}

Verb.	$\delta_{\text{C}_5\text{H}_5}$ ^{b)}	δ_{CH_2} ^{b)}	δ_{CH_3} ^{b)}	δ_{CO} (Ester)	δ_{C} (Carben)	δ_{CO}
4a	87.15	59.86	14.88	183.53	102.10	207.2
5b	88.26	60.83	14.82	180.61	124.10	206.7

^{a)} Gerät Bruker WH-90; breitbandentkoppelte PFT-Spektren (22.63 MHz); δ -Werte gegen int. TMS; +32°C; $\approx 1.5 \text{ M}$ Lösungen in CD_2Cl_2 .

^{b)} Zuordnung durch off-resonance-Entkopplung.

Was den Bildungsmechanismus der μ -Methylen-Komplexe **4a**, **4b**, **5a** sowie **5b** betrifft, so kommen zwei mögliche Primärschritte in die engere Wahl: a) Dissoziation von η -C₅H₅Co(CO)₂ unter Bildung des extrem reaktiven Fragments η -C₅H₅Co(CO), dessen Existenz zumindest unter Photolysebedingungen ausgehend von **2** in Abwesenheit fremder Reaktionspartner gesichert ist¹⁰⁻¹²). b) Direkter nucleophiler Angriff der Diazoverbindungen **3a-d** auf das koordinativ ungesättigte **2**. – In beiden Fällen muß die Frage, in welchem Reaktionsschritt der Diazostickstoff freigegeben wird, offen bleiben.

Für die zweikernigen Komplexe **4a**, **4b**, **5a** und **5b** gibt es ebenso wie für die strukturell verwandten Mangan- sowie Rhodium-Komplexe μ -CH₂[(η -C₅H₄R)Mn(CO)₂]₂ (R = H, CH₃)¹³) bzw. μ -CHR[(η -C₅H₅)Rh(CO)]₂ (R = H, CH₃)¹⁴) und μ -C(CO₂C₂H₅)₂[(η -C₅H₅)Rh(CO)]₂¹¹) die Möglichkeit der *cis-trans*-Isomerie. Für die Mangan-Verbindungen waren die ¹H-NMR-Spektren als Indizien für das Vorliegen der *trans*-Formen herangezogen worden¹³), was für den kristallinen Zustand inzwischen röntgenstrukturanalytisch bestätigt wurde¹⁵). Gleiches gilt aufgrund einer Kristallstrukturbestimmung für μ -Methylenbis(carbonyl- η -cyclopentadienylrhodium)(*Rh-Rh*)^{1,14}). Aus sterischen Gründen dürften die μ -[Bis(alkoxycarbonyl)methylen]-cobalt-Komplexe ebenfalls in *trans*-Stellung zueinander angeordnete Cyclopentadienyl-Gruppen aufweisen, während die μ -[(Alkoxy-carbonyl)methylen]-cobalt-Komplexe wegen der stark unterschiedlichen Raumbeanspruchung ihrer Substituenten am Methylen-C-Atom durchaus in der *cis*-Form, möglicherweise auch als Isomergemisch vorliegen könnten. Da spektroskopische Daten keine Entscheidung hierüber zulassen, wird an **4a** derzeit eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt¹⁶).

Das massenspektroskopische Fragmentierungsverhalten der Komplexe **4a**, **4b**, **5a** und **5b** sowie strukturell verwandter Methylen-Komplexe des Mangans und Rhodiums ist Gegenstand einer gesonderten Untersuchung, deren Ergebnisse in Kürze publiziert werden¹⁷).

Der Autor dankt Herrn Prof. Dr. H. Brunner für Diskussionen und großzügige Unterstützung dieser Arbeit, ebenso Herrn Dipl.-Chem. Th. Burgemeister für die Aufnahme der ¹³C-NMR-Spektren und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung von Sachmitteln.

¹⁰) K. P. C. Vollhardt, J. E. Bercaw und R. G. Bergman, J. Am. Chem. Soc. **96**, 4998 (1974).

¹¹) K. P. C. Vollhardt, J. E. Bercaw und R. G. Bergman, J. Organomet. Chem. **97**, 283 (1975).

¹²) W. S. Lee und H. Brintzinger, J. Organomet. Chem. **127**, 87 (1977).

¹³) W. A. Herrmann, B. Reiter und H. Biersack, J. Organomet. Chem. **97**, 245 (1975).

¹⁴) W. A. Herrmann, C. Krüger, R. Goddard und I. Bernal, Angew. Chem. **89**, 342 (1977); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **16**, 334 (1977).

¹⁵) Persönliche Mitteil.: A. D. Redhouse, University of Salford/England, 23. Juli 1976.

¹⁶) I. Bernal und Mitarb., in Vorbereitung.

¹⁷) K. K. Mayer und W. A. Herrmann, unveröffentlichte Ergebnisse.

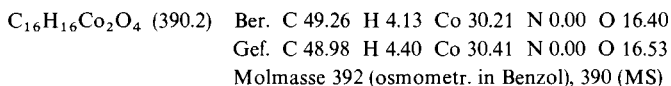
Experimenteller Teil

(unter Mitarbeit von *Ilona Schweizer*)

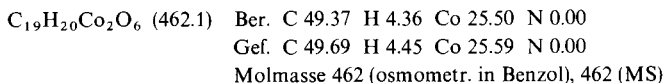
Alle Operationen müssen unter Ausschluß von Sauerstoff und Verwendung absolutierter N_2 -gesättigter Lösungsmittel durchgeführt werden. Dicarbonyl(η -cyclopentadienyl)cobalt (**2**) wurde nach der Vorschrift von *Rausch* und Mitarb.¹⁸⁾ dargestellt und durch Vakuumdestillation¹⁸⁾ sowie Chromatographie an Kieselgel/n-Pentan¹⁹⁾ gereinigt (Sdp. 30–31°C/ca. 1 Torr; Lit.¹⁸⁾: Sdp. 75–80°C/22 Torr). – Massenspektren: Varian MAT CH 5 (Direkteinlaß). – IR-Spektren: Perkin-Elmer-Infrarotgitterspektrometer Modell 325. – ¹H-NMR-Spektren: Varian Spektrometer T 60. – Molmassen: Knauer Dampfdruckosmometer. – Metallanalysen: Beckman-Absorptionsspektralphotometer Modell 1272²⁰⁾. – Schmelz- und Zersetzungspunkte wurden in abgeschmolzenen Kapillaren bestimmt und sind nicht korrigiert (Aufheizgeschwindigkeit ca. 1°C/min).

1. μ -[(*Ethoxycarbonyl*)methylen]-bis(carbonyl- η -cyclopentadienylcobalt) (Co–Co) (**4a**): 1.08 g (6 mmol) **2** und 680 mg (6 mmol) frisch dest. Diazoessigsäure-ethylester (**3a**) (Sdp. 28–30°C/3 Torr; Lit.²¹⁾: Sdp. 29–31°C/5 Torr) werden in 30 ml Benzol 2 h unter Rückfluß gekocht. Die dunkelbraune Lösung wird sodann i. Wasserstrahlvak. eingedampft. Unumgesetzte Ausgangsmaterialien entfernt man i. Hochvak. und chromatographiert den öligen Rückstand anschließend an einer Kieselgel-Säule²²⁾ (48 × 1.6 cm) bei +15°C (Wasserkühlung). Dabei wird mit Benzol wenig **2** als rote Zone eluiert. **4a** wandert mit Benzol/Diethylether (10:1) als braune Zone, die i. Wasserstrahlvak. eingedampft wird.

Das zurückbleibende braune Öl wird aus einer möglichst konzentrierten filtrierten Diethylether/n-Pentan-Lösung (20:1) bei –35°C kristallisiert, wobei **4a** in Form anthrazitfarbener Nadeln oder Schuppen anfällt, die zweimal mit je 5 ml n-Pentan gewaschen und dann i. Hochvak. getrocknet werden. Die Verbindung zersetzt sich langsam ab ca. 90°C (kein Schmp. bis 250°C). Ausb. 714 mg (61%, bezogen auf **2**).



2. μ -[Bis(*ethoxycarbonyl*)methylen]-bis(carbonyl- η -cyclopentadienylcobalt) (Co–Co) (**5b**): 1.08 g (6 mmol) **2** und 1.12 g (6 mmol) Diazomalonsäure-diethylester (**3d**)²³⁾ (Sdp. 46–48°C/ca. 10^{-3} Torr) werden in 30 ml Benzol 10 h unter Rückfluß gekocht. Die sich unter Gasentwicklung braun färbende Lösung wird i. Wasserstrahlvak. eingengt. Flüchtige Anteile entfernt man i. Hochvak. Das Rohprodukt wird durch Säulenchromatographie²²⁾ bei +15°C (Wasserkühlung) gereinigt. Dabei eluiert man mit Diethylether **5b**, nachdem wenig **2** mit Benzol entfernt worden ist. **5b** wird durch Umkristallisation aus einer nahezu gesättigten Diethylether-Lösung bei –35°C nachgereinigt, wobei es analysenrein in Form fast schwarzer Nadeln anfällt (Zers. oberhalb ca. 130°C; kein Schmp. bis 250°C). Ausb. 887 mg (64%, bezogen auf **2**).



¹⁸⁾ *M. D. Rausch* und *R. A. Genetti*, *J. Org. Chem.* **35**, 3888 (1970).

¹⁹⁾ *S. Loskot*, Dissertation, Univ. Regensburg 1972.

²⁰⁾ Die Elementaranalysen wurden im hiesigen Institut von Frau *I. Esprester* und Herrn *G. Wandinger* sowie im Mikroanalytischen Laboratorium *Alfred Bernhardt*, D-5251 Elbach/Engelskirchen, durchgeführt.

²¹⁾ *N. E. Searle*, *Org. Synth.*, Coll. Vol. IV, 424 (1963).

²²⁾ Kieselgel 60 (Merck 7734; Akt. II–III).

²³⁾ *M. Regitz* und *A. Liedhegener*, *Chem. Ber.* **99**, 3128 (1966).

3. μ -[*tert*-Butoxycarbonyl]methylen]-bis(carbonyl- η -cyclopentadienylcobalt) (Co–Co) (**4b**): 2.13 g (15 mmol) Diazoessigsäure-*tert*-butylester (**3b**)²³⁾ und 3.60 g (20 mmol) **2** werden in THF-Lösung (200 ml) in einer Tauchlampenapparatur aus Pyrexglas mit Innenkühlung 8 h unter magnetischem Rühren bei -15°C bestrahlt²⁴⁾. Die unter Gasentwicklung entstehende braune Lösung wird i. Wasserstrahlvak. bei Raumtemp. eingeeengt. Den öligen Rückstand chromatographiert man an einer wassergekühlten Kieselgel-Säule²²⁾ ($l = 48\text{ cm}$, $\varnothing = 2.0\text{ cm}$). Dabei eluiert man mit *n*-Pentan/Benzol (1:1) unumgesetzte Ausgangsverbindung **2** als rote Zone. Mit Benzol/Diethylether (5:1) wandert **4b** als breite, tiefbraune Zone, die i. Wasserstrahlvak. eingeeengt und aus Diethylether/*n*-Pentan (1:2) bei -35°C kristallisiert wird. Die schwarzbraunen Kristalle werden i. Hochvak. getrocknet. Ausb. 1.92 g (46%, bezogen auf **2**). Zers. ab ca. 150°C (kein Schmp. bis 250°C). – Reaktion von **2** mit **3b** in siedendem Benzol (vgl. 1.) ergibt **4b** in Ausbeuten zwischen 14 und 21%.

$\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{Co}_2\text{O}_4$ (418.2) Ber. C 51.70 H 4.82 Co 28.18 N 0.00

Gef. C 52.16 H 4.95 Co 28.01 N 0.00

Molmasse 422 (osmometr. in Chloroform), 418 (MS)

4. μ -[Bis(methoxycarbonyl)methylen]-bis(carbonyl- η -cyclopentadienylcobalt) (Co–Co) (**5a**): Darstellung und Reinigung von **5a** erfolgen in der für das Ethyl-Derivat **5b** beschriebenen Weise (0.95 g [6 mmol] Diazomalonsäure-dimethylester²⁵⁾ und 1.08 g [6 mmol] **2**). Tiefbraune Nadeln, Zers. oberhalb 170°C , kein Schmp. bis 250°C . Ausb. 743 mg (57%, bezogen auf **2**).

$\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{Co}_2\text{O}_6$ (434.2) Ber. C 47.03 H 3.71 N 0.00

Gef. C 47.02 H 3.75 N 0.00

Molmasse 433 (osmometr. in Chloroform), 434 (MS)

²⁴⁾ Quecksilber-Hochdruckbrenner TQ 150/Z 1 der Quarzlampen-GmbH Hanau.

²⁵⁾ B. W. Peace, F. C. Carman und D. S. Wulfman, *Synthesis* **1971**, 658.