

## Synthese und Eigenschaften von 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-selenazaborin-4-onen

Carl Habben und Anton Meller\*

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen,  
Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen

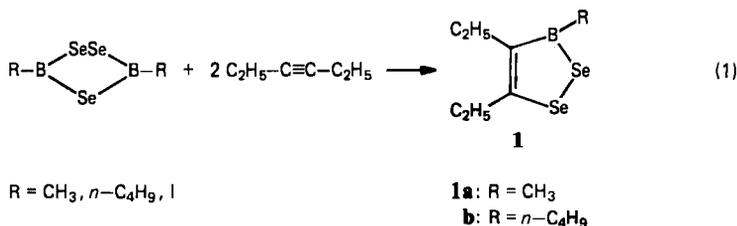
Eingegangen am 10. September 1985

3-Alkyl-1,2,3-diselenaborole **1** reagieren mit *n*- und *i*-Alkylisocyanaten und Hexamethylen-diisocyanat unter Bildung der Titelverbindungen **2**. Die Reaktion von **2** mit elementarem Schwefel führt zum entsprechenden Schwefel-System **3**.  $^1\text{H}$ -,  $^{11}\text{B}$ -,  $^{13}\text{C}$ -,  $^{14}\text{N}$ -,  $^{77}\text{Se}$ -NMR-Spektren, IR- und MS-Daten werden mitgeteilt.

### Synthesis and Properties of 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-selenazaborin-4-ones

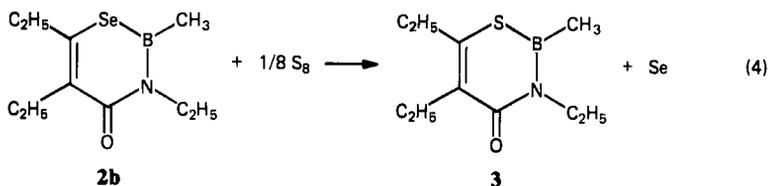
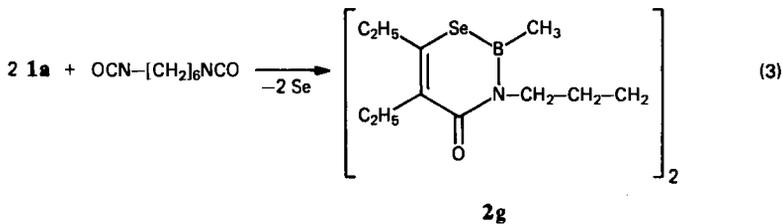
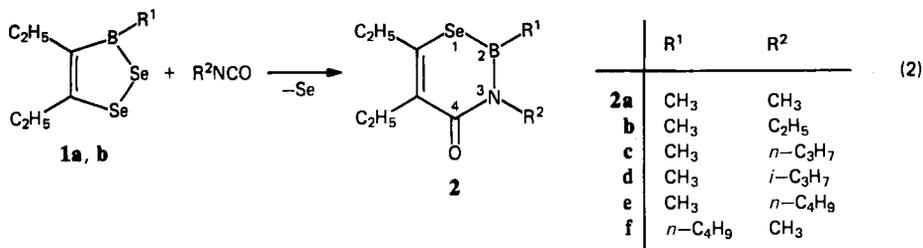
3-Alkyl-1,2,3-diselenaboroles **1** react with *n*- and *i*-alkyl isocyanates and hexamethylene diisocyanate to form the title compounds **2**. The reaction of **2** with elementary sulfur leads to the corresponding sulfur system **3**.  $^1\text{H}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{14}\text{N}$ ,  $^{77}\text{Se}$  NMR spectra, IR and MS dates are reported.

Kürzlich gelang die Darstellung des bisher unbekanntnen 1,2,3-Diselenaborol-systems **1**<sup>1)</sup> gemäß (1).



Die Rolle des Selen und seiner Verbindungen in der organischen Chemie ist Gegenstand zahlreicher werdender Untersuchungen<sup>2–4)</sup>. Insofern war es von Interesse, die Verwendbarkeit der Spezies **1** für neuartige Synthesen zu untersuchen.

3-Alkyl-4,5-diethyl-1,2,3-diselenaborole **1a, b** reagieren mit organischen Isocyanaten unter Bildung von Derivaten **2** des 4*H*-1,3,2-Selenazaborin-4-on-Systems. Vermutlich ist dabei die Stabilisierung durch die konjugierten Doppelbindungen mit der (B $\leftrightarrow$ N)-Sequenz für die Bildung des Ringsystems **2** ausschlaggebend. *tert*-Butyl- und Phenylisocyanat reagieren unter vergleichbaren Umsetzungsbedingungen nicht. Dagegen führt die Umsetzung von 4,5-Diethyl-3-methyl-1,2,3-diselenaborol (**1a**) mit dem difunktionellen Hexamethylen-diisocyanat zum erwarteten Reaktionsprodukt **2g**.



Selen kann durch Umsetzung mit elementarem Schwefel<sup>5)</sup> in der Schmelze durch das leichtere Chalcogen ersetzt werden: Aus **2b** bildet sich dabei **3**.

## Spektren

**Massenspektren:** Die Elektronenstoßionisationsspektren der Selenazaborinone **2** zeigen nur für **2a** (R<sup>1</sup> = R<sup>2</sup> = CH<sub>3</sub>) und **2d** (R<sup>1</sup> = CH<sub>3</sub>, R<sup>2</sup> = *i*-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>) die Molekül-Ionen mit rel. Intensitäten von 25%. Die Einführung von *n*-Alkylgruppen (**2b**: R<sup>2</sup> = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, **2c**: R<sup>2</sup> = *n*-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, **2e**: R<sup>2</sup> = *n*-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, **2f**: R<sup>1</sup> = *n*-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>) in das Ringsystem führt zu einer Verminderung der rel. Intensitäten von M<sup>+</sup> im EI-Spektrum auf Werte zwischen 6 und 9%. Die noch geringere rel. Intensität (2%) von M<sup>+</sup> bei **2g** ist nicht überraschend. Tritt an die Stelle des Selens (**2b**) der leichtere homologe Schwefel (**3**), so wird der Molekülpeak zum Basispeak (bei **2b** nur 6%). Die Massenspektren (EI) der Verbindungen **2a–e** zeigen übereinstimmende in der rel. Intensität substituentenabhängige Fragmente, welche dem Ion [M – Se, H]<sup>+</sup> zugeordnet werden können (R<sup>2</sup>, *m/z*/Int.: **2a**, CH<sub>3</sub>, 164/100; **2b**, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, 178/53; **2c**, *n*-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, 192/29; **2d**, *i*-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, 192/100; **2e**, *n*-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, 206/26).

**<sup>1</sup>H- und <sup>11</sup>B-NMR-Spektren:** <sup>1</sup>H-NMR-spektroskopisch sind für die in jeder dargestellten Verbindung (**2a–g**, **3**) wiederkehrende Struktureinheit C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>–C=

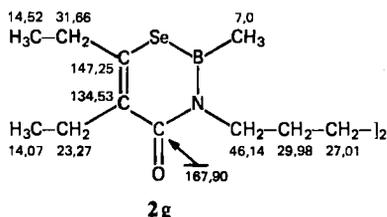
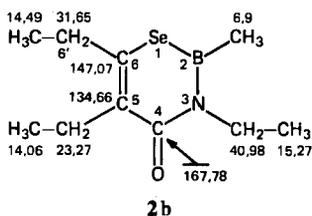
|

C–C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; jeweils zwei Triplets und zwei Quadrupletts zu beobachten. Bemerkens-

wert ist bei **2b** das Zusammenfallen eines Triplets, das der H<sub>3</sub>C-Gruppe des *N*-ständigen C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>-Restes zugeordnet wird, mit dem einer H<sub>3</sub>C-Gruppe einer *C*-ständigen C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>-Einheit. Bei dem entsprechenden Schwefelsystem **3** reicht die Auflösung eben noch zur Trennung des Triplets.

Die <sup>11</sup>B-NMR-spektroskopische Untersuchung von **2a–g** und **3** liefert Meßwerte, welche für die Gruppierungen C–B<sup>N</sup><sub>Se</sub> bzw. C–B<sup>N</sup><sub>S</sub> erwartet werden<sup>6)</sup>. Der Übergang vom Selensystem **2b** zum Schwefelsystem **3** ist von einer Hochfeldverschiebung um 4 ppm begleitet.

<sup>13</sup>C-NMR-Spektren: Die <sup>13</sup>C-NMR-Daten waren ohne Tieftemperaturmessungen zu ermitteln. Nur jeweils ein Signal, welches der borständigen H<sub>3</sub>C(H<sub>2</sub>C- bei **2f**)-Gruppe zugeordnet werden kann, weist eine für B–C-Bindungen typische Verbreiterung auf<sup>7)</sup>. Im Bereich doppelt gebundenen Kohlenstoffs sind drei Signale registrierbar, von denen eines der >C=O-Einheit und zwei dem >C=C<-System zugeordnet werden können. Die mit dem Ringglied Selen auftretenden Kopplungen<sup>8,9)</sup> führen zu einer eindeutigen Zuordnung. Das 1,6-disubstituierte *n*-Hexanderivat **2g** liefert entsprechende Ergebnisse.



	<b>2b</b> [Hz]	<b>2g</b> [Hz]
<sup>1</sup> J <sub>SeC<sup>6</sup></sub>	= 108.4	108.2
<sup>2</sup> J <sub>SeC<sup>5</sup></sub>	= 10.7	10.6
<sup>2</sup> J <sub>SeC<sup>6</sup></sub>	= 25.4	25.4

Der Symmetrie entsprechend sind bei **2g** die Kohlenstoffe beider Dihydro-selenazaborin-Ringe nicht unterscheidbar, ebenso wie für die *n*-Hexan-Kette nur drei <sup>13</sup>C-NMR-Signale erhalten werden (entsprechendes gilt für die <sup>1</sup>H-, <sup>11</sup>B-, <sup>14</sup>N- und <sup>77</sup>Se-NMR-Spektren).

<sup>14</sup>N- und <sup>77</sup>Se-NMR-Spektren: Für **2a–g** wurden δ<sup>14</sup>N-Werte zwischen –229 und –204 gemessen; in diesem Bereich liegt auch (bei –212 ppm) das Signal des Dihydro-thiazaborinons **3**. Ein direkter Vergleich zwischen **2b** (–212.4 ppm) und **3** (–211.7 ppm) ergibt, daß der Austausch des Selens durch Schwefel bei gleicher exocyclischer Substitution (R<sup>1</sup> = CH<sub>3</sub>, R<sup>2</sup> = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) keinen merkbaren Einfluß auf die Lage des <sup>14</sup>N-NMR-Signals ausübt.

Eine Variation der *N*-ständigen Substituenten R<sup>2</sup> führt zu keiner nennenswerten Änderung<sup>9,10)</sup> der Lage des <sup>77</sup>Se-NMR-Signals (**2a–e**, **2g**: 229–231 ppm). Der Übergang von R<sup>1</sup> = CH<sub>3</sub> (**2a**) zu R<sup>1</sup> = *n*-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub> (**2f**) wird bei gleichem R<sup>2</sup> = CH<sub>3</sub> von einer Hochfeldverschiebung um 6 ppm begleitet.

Für die Förderung dieser Arbeit danken wir dem *Fonds der Chemischen Industrie*.

## Experimenteller Teil

C-, H-, B-, N-Bestimmungen: Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen. — NMR-Spektren (Solvens/Standard):  $^1\text{H}$  ( $\text{H}_2\text{CCl}_2/\text{TMS}$  int.); Bruker WP 80 SY,  $^{11}\text{B}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  ext.),  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$  int.),  $^{14}\text{N}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{H}_3\text{CNO}_2$  ext.),  $^{77}\text{Se}$  ( $\text{CDCl}_3/(\text{H}_3\text{C})_2\text{Se}$  ext.): Bruker AM 250. — Massenspektren: 70 eV, Varian-MAT-CH 5 Spektrometer. Molekülpeaks durch Feldionisation gesichert. — IR-Spektren: **2a–f**, **3** Kapillarfilmaufnahmen bzw. **2g** Kompensationsmessung in  $\text{CCl}_4$  am Perkin-Elmer 180-Gitterspektrometer.

Alle Reaktionen wurden unter  $\text{N}_2$  und in getrockneten Lösungsmitteln ausgeführt. 3-Methyl- und 3-Butyl-4,5-diethyl-3H-1,2,3-diselenaborol (**1a, b**) wurden nach Literaturangaben<sup>1)</sup> hergestellt.

Tab. 1. Siedepunkte, Ausbeuten und Analysen der dargestellten Verbindungen

Verbindung	Ausb. [g/%]	Sdp. bei $10^{-2}$ mbar [°C]	Summenformel Molmasse		Analysen			
			Ber.	Gef. (MS)	C	H	B	N
<b>2a</b>	2.2/48	78	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{BNOSe}$	Ber. 44.30	6.61	4.43	5.74	
			244.0 245	Gef. 44.31	6.68	4.48	5.62	
<b>2b</b>	2.5/52	83	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{BNOSe}$	Ber. 46.55	7.03	4.19	5.43	
			258.0 259	Gef. 47.35	7.16	4.24	5.44	
<b>2c</b>	2.3/45	87	$\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{BNOSe}$	Ber. 48.56	7.41	3.97	5.15	
			272.1 273	Gef. 48.48	7.25	4.00	5.11	
<b>2d</b>	2.6/51	83	$\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{BNOSe}$	Ber. 48.56	7.41	3.97	5.15	
			272.1 273	Gef. 47.74	7.20	3.82	5.00	
<b>2e</b>	1.9/35	95	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{BNOSe}$	Ber. 50.38	7.75			
			286.1 287	Gef. 51.60	7.77			
<b>2f</b>	2/43	93	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{BNOSe}$	Ber. 50.38	7.75	3.78	4.90	
			286.1 287	Gef. 51.33	8.05	3.75	4.99	
<b>2g</b>	1.4/28	a)	$\text{C}_{22}\text{H}_{38}\text{B}_2\text{N}_2\text{O}_2\text{Se}_2$	Ber. 48.74	7.07	3.99	5.17	
			542.1 544	Gef. 46.69	7.06	3.98	4.91	
<b>3</b>	0.7/43	78	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{BNOS}$	Ber.			6.63	
			211.1 211	Gef.			6.34	

a) Sublimationstemperatur 150°C, Schmp. 53°C.

5,6-Diethyl-2,3-dihydro-2,3-dimethyl- (**2a**), 3,5,6-Triethyl-2,3-dihydro-2-methyl- (**2b**), 5,6-Diethyl-2,3-dihydro-2-methyl-3-propyl- (**2c**), 5,6-Diethyl-2,3-dihydro-3-isopropyl-2-methyl- (**2d**), 3-Butyl-5,6-diethyl-2,3-dihydro-2-methyl- (**2e**) und 2-Butyl-5,6-diethyl-2,3-dihydro-3-methyl-4H-1,3,2-selenazaborin-4-on (**2f**): In eine Lösung von 5.0 g **1a** (18.8 mmol für **2a–e**) bzw. 5.0 g **1b** (16.2 mmol für **2f**) in 50 ml  $\text{CCl}_4$  wurden 18.8 mmol des entsprechenden Isocyanats (1.07 g Methyl- für **2a**, 1.34 g Ethyl- für **2b**, 1.60 g Propyl- für **2c**, 1.60 g Isopropyl- für **2d**, 1.86 g Butylisocyanat für **2e**) bzw. 16.2 mmol Methylisocyanat (0.93 g für **2f**), gelöst in 20 ml  $\text{CCl}_4$ , getropft. Die Reaktionsmischung wurde 20 h unter Rückfluß gekocht. Nach Abtrennung des Solvens erfolgte Destillation im Hochvakuum.

3,3'-(1,6-Hexandiyl)bis(5,6-diethyl-2,3-dihydro-2-methyl-4H-1,3,2-selenazaborin-4-on) (**2g**): Eine Lösung von 1.58 g Hexamethylendiisocyanat (9.4 mmol) in 20 ml  $\text{CCl}_4$  wurde in

eine Lösung von 5.0 g (18.8 mmol) **2b** in 50 ml  $\text{CCl}_4$  getropft. Nach 20 h Kochen unter Rückfluß wurde das Solvens abgetrennt und im Hochvak. (Badtemp.  $150^\circ\text{C}$ ) sublimiert.

*3,5,6-Triethyl-2,3-dihydro-2-methyl-4H-1,3,2-thiazaborin-4-on (3)*: Eine Mischung von 2.0 g **2b** (7.8 mmol) und 1.0 g elementarem Schwefel (3.9 mmol  $\text{S}_8$ ) wurde 4 h auf  $140^\circ\text{C}$  erhitzt. Das Produkt wurde durch fraktionierte Destillation im Hochvak. isoliert.

Tab. 2. Massenspektrometrische Fragmente,  $^1\text{H}$ -,  $^{11}\text{B}$ -,  $^{13}\text{C}$ -,  $^{14}\text{N}$ -,  $^{77}\text{Se}$ -NMR-Daten, IR-Daten der dargestellten Verbindungen

(a) Signalintensität nicht ermittelbar (b) keine Zuordnung möglich

Verbin- dung	MS $m/z$ $M^+/\text{Int.}$ [Basis- peak]		$^1\text{H}$ $\delta$ [ppm]	Int.	$^3J_{\text{HH}}$ [Hz]	$^{13}\text{C}$ $\delta$ [ppm]	$^{11}\text{B}$ $^{14}\text{N}$ $^{77}\text{Se}$ $\delta$ [ppm]	IR $\nu(\text{C}=\text{O})$ [ $\text{cm}^{-1}$ ]
<b>2a</b>	245/25 [164]	$\text{BCH}_3$	0.91 (s)	[3 H]		7.4	50.0	1635
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.06 (t)	[3 H]	7	14.10	-228.7	
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.21 (t)	[3 H]	7	14.58	230.6	
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.61 (q)	[2 H]	7	23.25		
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.64 (q)	[2 H]	7	31.63		
		$\text{NCH}_3$	3.25 (s)	[3 H]		33.11		
		C-5				134.33		
		C-6				147.36		
		C=O				168.48		
		<b>2b</b>	259/6 [44]	$\text{BCH}_3$	0.92 (s)	[3 H]		
$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.06 (t)			[3 H]	7	14.06	-212.4	
$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.22 (t)			[6 H]	7	14.49	230.7	
$\text{NCH}_2\text{CH}_3$					7	15.27		
$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.62 (q)			[2 H]	7	23.27		
$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.65 (q)			[2 H]	7	31.65		
$\text{NCH}_2$	3.85 (q)			[2 H]	7	40.98		
C-5						134.65		
C-6						147.07		
C=O						167.78		
<b>2c</b>	273/9 [41]	$\text{BCH}_3$	0.90 (s)	[3 H]		6.9	50.1	1635
		$\text{N}[\text{CH}_2]_2\text{CH}_3$	0.93	(a)		11.49	-213.6	
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.04 (t)	[3 H]	7	14.06	229.2	
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.20 (t)	[3 H]	7	14.48		
		$\text{NCH}_2\text{CH}_2$	1.35–1.72 (br)	[2 H]	7	23.37		
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.56 (q)	[2 H]	7	23.31		
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.60 (q)	[2 H]	7	31.70		
		$\text{NCH}_2$	3.57–3.76 (br)	[2 H]		47.88		
		C-5				134.92		
		C-6				147.25		
C=O				168.23				
<b>2d</b>	273/25 [192]	$\text{BCH}_3$	0.92 (s)	[3 H]		7.4	49.7	1640
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.05 (t)	[3 H]	7	14.45	-204.5	
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	1.20 (t)	[3 H]	7	14.41	230.4	
		$\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	1.49 (d)	[6 H]	7	21.04		
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.58 (q)	[2 H]	7	23.26		
		$\text{CH}_2\text{CH}_3$	2.61 (q)	[2 H]	7	31.31		
		CH	4.41 (sp)	[1 H]	7	51.34		
		C-5				135.79		
		C-6				145.92		
		C=O				168.83		

Tab. 2 (Fortsetzung)

Ver- bin- dung	MS <i>m/z</i> <i>M</i> <sup>+</sup> /Int. [Basis- peak]		<sup>1</sup> H δ [ppm]	Int.	<sup>3</sup> J <sub>HH</sub> [Hz]	<sup>13</sup> C δ [ppm]	<sup>11</sup> B <sup>14</sup> N <sup>77</sup> Se δ [ppm]	IR ν(C=O) [cm <sup>-1</sup> ]			
2e	287/8 [41]	BCH <sub>3</sub>	0.91 (s)	[3 H]		6.9	50.1	1640			
		[CH <sub>2</sub> ] <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0.96	(a)		13.89	-207.2				
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.06 (t)	[3 H]	7	14.08	230.0				
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.21 (t)	[3 H]	7	14.53					
		CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	1.24-1.68 (br)	[4 H]		20.49					
						32.17					
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.61 (q)	[2 H]	7	23.30					
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.63 (q)	[2 H]	7	31.68					
		NCH <sub>2</sub>	3.67-3.86 (br)	[2 H]		46.07					
		C-5				134.57					
		C-6				147.26					
		C=O				167.97					
		2f	287/9 [29]	[CH <sub>2</sub> ] <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0.95	(a)			13.90	51.4	1635
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.06 (t)			[3 H]	7	13.98	-228.8				
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.22 (t)			[3 H]	7	14.60	224.4				
BCH <sub>2</sub>	(b)					22.6					
CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	1.27-1.55			[4 H]		25.51					
						27.68					
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.60 (q)			[2 H]		23.16					
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.69 (q)			[2 H]		31.83					
NCH <sub>3</sub>	3.24 (s)			[3 H]		33.13					
C-5						134.23					
C-6						147.31					
C=O						168.76					
2g	544/2 [237]			BCH <sub>3</sub>	0.91 (s)	[6 H]		7.0	49.9	1635	
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.05 (t)	[6 H]	7	14.07	(b)				
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.21 (t)	[6 H]	7	14.52	230.3				
		[CH <sub>2</sub> ] <sub>4</sub>	1.35-1.88 (br)	[8 H]		27.01					
						29.98					
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.60 (q)	[4 H]	7	23.27					
		CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.62 (q)	[4 H]	7	31.66					
		NCH <sub>2</sub>	3.61-3.87 (br)	[4 H]		46.14					
		C-5				134.53					
		C-6				147.25					
		C=O				167.90					
		3	211/100 [211]	BCH <sub>3</sub>	0.86 (s)	[3 H]		4.3	46.3		1650
				CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.07 (t)	[3 H]	7	13.98	-211.7		
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.21 (t)			[3 H]	7	15.10					
NCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.22 (t)			[3 H]	7	15.74					
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.55 (q)			[2 H]	7	22.41					
CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	2.60 (q)			[2 H]	7	30.18					
NCH <sub>2</sub>	3.83 (q)			[2 H]	7	40.40					
C-5						132.31					
C-6						147.85					
C=O						166.75					

- <sup>1)</sup> C. Habben und A. Meller, *Chem. Ber.* **119**, 9 (1986).
- <sup>2)</sup> D. Liotta, *Acc. Chem. Res.* **17**, 28 (1984).
- <sup>3)</sup> D. L. J. Clive, *Tetrahedron* **34**, 1049 (1978).
- <sup>4)</sup> H. J. Reich, *Acc. Chem. Res.* **12**, 22 (1979).
- <sup>5)</sup> W. Siebert, *Chem.-Ztg.* **98**, 479 (1974).
- <sup>6)</sup> H. Nöth und B. Wrackmeyer, *Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy of Boron Compounds*, Springer, Berlin-Heidelberg-New York 1978.
- <sup>7)</sup> H. Nöth und B. Wrackmeyer, *Chem. Ber.* **114**, 1150 (1981).
- <sup>8)</sup> H. Meier, J. Zountsas und O. Zimmer, *Z. Naturforsch., Teil B* **36**, 1017 (1981).
- <sup>9)</sup> D. J. Gulliver, E. G. Hope, W. Levason, S. G. Murray, D. M. Potter und G. L. Marshall, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, **1984**, 429.
- <sup>10)</sup> M. Lardon, *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 5063 (1970).

[205/85]