

*Journal of Organometallic Chemistry*, 233 (1982) 291–297  
Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

## SILICIUMORGANISCHE VERBINDUNGEN

### LXXVIII \*. REDUKTIVE SILYLIERUNG VON KONJUGIERTEN TRIENEN ZU 1,6-DISILYL-DIENEN

LEONHARD BIRKOFER \*, MATTHIAS BOCKHORST, ALOIS STEIGEL und DIETMAR EICHSTÄDT

*Institut für Organische Chemie der Universität Düsseldorf, Universitätsstrasse 1, D-4000 Düsseldorf 1 (Deutschland)*

(Eingegangen den 11. Februar 1982)

#### Summary

The reductive silylation of 1,3,5-hexatriene (I) with trimethylsilyl chloride and magnesium affords 74% disilylhexadienes, consisting of 8% 1,4-bis(trimethylsilyl)-2,5-hexadiene (II) and 92% 1,6-bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadiene (III). The isomers IIIa, IIIb and IIIc can be separated via the Diels–Alder adducts. Maleic anhydride reacts with IIIa and IIIb to give the bis[(trimethylsilyl)methyl] derivatives of 4-cyclohexene-1,2-dicarboxylic acid anhydride (IVa and IVb), whereas IIIc does not react with maleic anhydride. By a reductive silylation reaction 3-methyl-1,3,5-hexatriene (V) gives the 1,6-bis-silylated 2,4-hexadienes VIa and VIb, which with maleic anhydride give the adducts VIIa and VIIb.

#### Zusammenfassung

Die reductive Silylierung von 1,3,5-Hexatrien (I) mit Trimethylsilylchlorid und Magnesium liefert 74% Disilylhexadiene, die aus 8% 1,4-Bis(trimethylsilyl)-2,5-hexadien (II) und 92% 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadien (III) bestehen. III lässt sich über Diels–Alder-Addukte in die Isomeren IIIa, IIIb und IIIc trennen. Maleinsäureanhydrid bildet mit IIIa und IIIb die Bis[(trimethylsilyl)methyl]-Derivate von 4-Cyclohexen-1,2-dicarbonensäureanhydrid IVa und IVb, während IIIc mit Maleinsäureanhydrid nicht reagiert. 3-Methyl-1,3,5-hexatrien (V) wird zu den 1,6-bissilylierten 2,4-Hexadienen VIa und VIb reaktiv silyliert, die mit Maleinsäureanhydrid die Addukte VIIa und VIIb hergeben.

---

\* LXXVII. Mitteilung siehe Ref. 1.

Nach bisherigen Untersuchungen entstehen bei der reduktiven Silylierung von Dienen [2,3] und Trienen [4,5] ausschliesslich 1,4-Disilyl-Derivate. In Fortführung unserer Arbeiten [4,6] zogen wir weitere konjugierte Triene heran.

Als wir 1,3,5-Hexatrien (I) mit Trimethylsilylchlorid in Gegenwart von Magnesium und katalytischen Mengen Kupfer(I)-chlorid in siedendem Tetrahydrofuran umsetzten, entstand in 74% Ausbeute ein Gemisch, das sich durch fraktionierte Destillation auftrennen liess. Hierbei wurden 92% einer Fraktion erhalten, die sich nach dem UV-Spektrum als ein konjugiertes Dien erwies, während die übrigen 8% aus einer Verbindung mit isolierten Doppelbindungen bestanden. Die zwei Fraktionen zeigten die gleiche Molmasse von 226, was jeweils für das Vorliegen von Bis(trimethylsilyl)-hexadien sprach. Es war anzunehmen, dass die Verbindung mit den isolierten Doppelbindungen ein 1,4-Bis(trimethylsilyl)-2,5-hexadien (II) ist, während es sich bei der anderen Fraktion offenbar um ein 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadien (III) handelt. Bei der reduktiven Silylierung können mehrere isomere 1,6-Disilyl-2,4-hexadiene entstehen, wobei aus sterischen Gründen vor allem 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2*t*,4*t*-hexadien (IIIa), -2*c*,4*t*-hexadien (IIIb) und -2*c*,4*c*-hexadien (IIIc) zu erwarten sind.

Da weder eine destillative noch eine chromatographische Trennung in die vermuteten Isomeren IIIa, IIIb und IIIc möglich war, versuchten wir dieses Ziel über die Bildung von Diels-Alder-Addukten zu erreichen, wie es von Mann, Werner, Mietho und Mühlstädt [7] bei nicht silylierten Hexadienen beschrieben wurde. Durch Variation der Reaktionstemperatur und Reaktionsdauer konnten die Isomeren IIIa, IIIb und IIIc auf dieser Weise von einander getrennt und charakterisiert werden. Bei der Reaktion des Isomerengemisches III mit Maleinsäureanhydrid (MSA) wurde bereits in siedendem Ether ein Addukt IVa erhalten, das nach den für die Diels-Alder-Reaktionen gültigen Regeln [8,9] aus dem Isomeren IIIa gebildet wurde, da dieses für Diels-Alder-Reaktionen das reaktivste Isomere ist und ausserdem eine Reaktion von IIIc nach diesen Regeln ausgeschlossen ist.

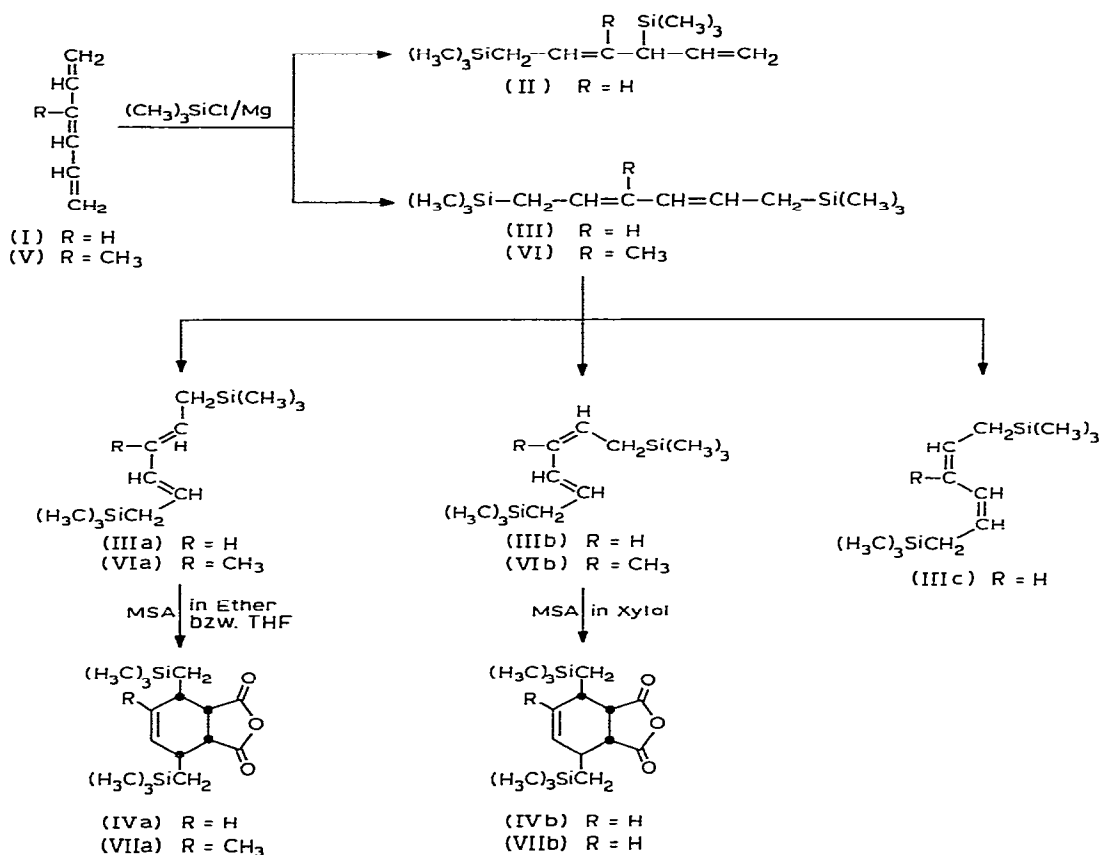
Bei IVa deuten die Anzahl der im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum sich zeigenden Signale sowie das im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum auftretende Singulett bei  $\delta$  0.076 ppm, das den Methylprotonen der Trimethylsilylgruppe zuzuordnen ist, darauf, dass dieses Addukt symmetrische Struktur hat. Diese Erkenntnis, wie auch die Integrationsverhältnisse der olefinischen und aliphatischen Protonen sowie deren chemische Verschiebungen sprechen dafür, dass IVa ein 3*c*,6*c*-Bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid ist.

Aus der in Ether mit MSA nicht reagierenden Mischung der silylierten Hexadiene IIIb und IIIc wurde mit MSA in siedendem Xylol ein weiteres Addukt IVb isoliert. Da wie bereits erwähnt eine Reaktion von IIIc mit MSA nicht möglich ist, kann IVb nur aus IIIb entstanden sein. Bei IVb musste es sich nach  $^{13}\text{C}$ -NMR-spektroskopischen Untersuchungen wegen der Aufspaltung der einzelnen Signale um eine unsymmetrische Verbindung handeln. Hierauf deuten auch die beiden Singuletts bei  $\delta$  0.04 und 0.08 ppm des  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrums, die den Methylprotonen der Trimethylsilylgruppen zuzuordnen sind. Hieraus ist zu schliessen, dass dem Addukt IVb die Struktur eines 3*c*,6*t*-Bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrids zukommt.

Das dritte Isomere IIIc konnte aus dem Destillationsvorlauf der obigen Reak-

tion erhalten und aufgrund des  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrums als 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2*c*,4*c*-hexadien identifiziert werden. Hierfür sprechen insbesondere die Integrationsverhältnisse der olefinischen und aliphatischen Protonen sowie die Aufspaltungsmuster der einzelnen Signale im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum, die wie folgt zugeordnet werden können. Dem Dublett bei  $\delta$  1.64 ppm entsprechen die aliphatischen Protonen (4H, 2CH<sub>2</sub>) während dem breiten Multipllett bei  $\delta$  5.45 ppm die olefinischen Protonen (2H, 2-H, 5-H) und dem Multipllett bei  $\delta$  6.13 ppm die olefinischen Protonen (2H, 3-H, 4-H) zuzuordnen sind. Das Singulett der Methylprotonen der Trimethylsilylgruppe liegt bei  $\delta$  0.02 ppm.

Da die genannten Versuche alle mit dem *cis-trans*-Gemisch des 1,3,5-Hexatriens (I) unternommen wurden, setzten wir auch reines *cis*- und reines *trans*-1,3,5-Hexatrien [10] ein. Beide Isomere lieferten bei der reduktiven Silylierung die gleichen Endprodukte (s. Schema 1).



SCHEMA 1

Als weiteres Trien wurde das 3-Methyl-1,3,5-hexatrien (V) der reduktiven Silylierung unterworfen, wobei in 66% Ausbeute ein Produkt mit der Massenzahl 240 entstand, was für das Vorliegen von 3-Methyl-1,6-bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadien (VI) sprach. Auch hier war eine Trennung in die Isomeren weder destillativ noch chromatographisch möglich. Das UV-Spektrum lässt auf ein

konjugiertes System schliessen. Ebenso wie beim 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadien (III) gelang die Trennung über die Diels–Alder-Addukte. Mit MSA in THF erhielten wir ein Addukt, das in Analogie zu IVa als 4-Methyl-3*c*,6*c*-bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbon säureanhydrid (VIIa) anzusprechen ist und aus 3-Methyl-1,6-bis(trimethylsilyl)-2*t*,4*t*-hexadien (VIa) resultiert. Im <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von VIIa entsprechen die breiten Absorptionen bei  $\delta$  5.25–5.36 ppm dem olefinischen Proton und das breite Signal bei  $\delta$  1.74 ppm den Methylprotonen.

Bei dem in THF mit MSA nicht reagierenden Anteil kommt den Integrationsverhältnissen der aliphatischen und olefinischen Protonen sowie der Kopplungskonstanten des olefinischen Protons (4-H) eine besondere Bedeutung bei der Strukturbestimmung zu. Die Kopplungskonstante ( $J(4H)$  14 Hz) entspricht genau dem für *trans*-ständige olefinische Protonen angegebenen Wert [11] von  $J_{trans}$  12–17 Hz und deutet auf das Vorliegen von 3-Methyl-1,6-bis(trimethylsilyl)-2*c*,4*t*-hexadien (VIb) hin.

Wenn VIb diese Struktur aufweist, muss es mit MSA ebenso wie IIIb bei höherer Temperatur reagieren. Erwartungsgemäss erfolgt in Xylol eine quantitative Umsetzung unter Bildung von 4-Methyl-3*c*,6*t*-bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbon säureanhydrid (VIIb), dessen Struktur <sup>1</sup>H-NMR-spektroskopisch durch Vergleich mit dem <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von VIIa bestätigt werden konnte.

3-Methyl-1,4-bis(trimethylsilyl)-2,5-hexadien und 3-Methyl-1,6-bis(trimethylsilyl)-2*c*,4*c*-hexadien konnten nicht aufgefunden werden.

## Experimenteller Teil

Die Siedepunkte sind nicht korrigiert.

UV-Spektren: UV-Spektrometer DMR 21 der Firma Zeiss. <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektren: Spektrometer XL 100 der Firma Varian, Innerer Standard: Tetramethylsilan. Massenspektrometer: Varian MAT, Bremen, Modell CH 5, gekoppelt mit einem Hewlett–Packard Gaschromatographen, Modell 5750. Zur Trennung dienten 2m lange Glassäulen von 2 mm innerem Durchmesser, gepackt mit 5% Silicongummi SE 30 auf Chromosorb W-AW-DMCS, 80–100 mesh.

### 1,4-Bis(trimethylsilyl)-2,5-hexadien (II) und 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2,4-hexadien (III)

100 ml absol. THF, die 9.70 g (0.4 g Atom) mit Jod aktivierte Mg-Späne und 0.30 g (Kupfer(I) Cl enthalten, werden unter Rückfluss zum Sieden erhitzt und innerhalb 2 h mit einer Lösung von 25.2 g (232 mmol) Trimethylchlorsilan und 8.0 g (100mmol) 1,3,5-Hexatrien (I) [12] in 50 ml THF versetzt. Anschliessend erhitzt man 8 h unter Rückfluss sowie Rühren und fügt nach dem Abkühlen 100 ml Ether hinzu, wobei das entstandene MgCl<sub>2</sub> ausfällt. Nach Abfiltrieren des Magnesiumchlorids wird die Lösung im Wasserstrahlvakuum eingeeengt, der ölige Rückstand mit 100 ml Ether versetzt, worauf wieder MgCl<sub>2</sub> ausfällt. Dieser Vorgang (Abtrennen von MgCl<sub>2</sub>, Einengen, Versetzen mit Ether) wird noch zweimal wiederholt, wobei bei der letzten Etherzugabe kein MgCl<sub>2</sub> mehr ausfällt. Die Salzurückstände werden in 150 ml Wasser gelöst, zweimal mit je 100 ml

Ether extrahiert und die vereinigten organischen Phasen mit Wasser, 5% NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und erneut mit Wasser bis zur Neutralität gewaschen. Nach Trocken über CaCl<sub>2</sub> wird der Ether abgezogen und der Rückstand im Vakuum destilliert.

TABELLE 1

<sup>1</sup>H- <sup>13</sup>C-NMR- UND MASSENSPEKTREN DER VERBINDUNGEN II, III, IIIc, IVa, IVb, VI, VIb, VIIa, VIIb

Verbindung	$\delta$ ( <sup>1</sup> H-NMR) in CDCl <sub>3</sub> (ppm)	$\delta$ ( <sup>13</sup> C-NMR) in CDCl <sub>3</sub> (ppm)	MS (70 eV) m/e
II	6.0—4.6(bm; 5H, olef.), 1.4(m; 3H, aliph.), 0.02(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		226(7.0% M <sup>++</sup> ), 138(5.0%), 123(11.1%), 73(100%)
III	6.4—5.0(bm; 4H, olef.), 1.6(m; 4H, aliph.), 0.03(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		226(11.0% M <sup>++</sup> ), 138(7.0%), 123(10%), 73(100%)
IIIc	6.13(m; 2H, 3-H, 4-H), 5.45(bm; 2H, 2-H, 5-H), 1.64(d; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.02(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		
IVa	5.76(bs; 2H, olef.), 3.23(m; 2H, 2CHCO), 2.42(bm; 2H, 2CHCH <sub>2</sub> ), 1.18—1.12(m; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.076(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	171.3(CO), 135.0(olef. C) 47.8, 32.4, 18.5(aliph. C) —0.99(Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	324(1.0% M <sup>++</sup> ), 2.07(16.5%), 147(45.6%), 73(100%)
IVb	5.96—5.76(m; 2H, olef.), 3.42—3.06(bm; 2H, 2CHCO), 3.04—2.65(bm; 2H, 2CHCH <sub>2</sub> ), 1.10—0.65(bm; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.08(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ), 0.04(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	174.0, 171.6(CO), 133.0, 132.4(olef. C), 48.9, 46.7, 31.2, 30.3, 23.3, 18.4, (aliph. C), —0.85, —0.91(Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	324(1.0% M <sup>++</sup> ), 207(6.1%), 147(16.7%), 73(100%)
VI	6.4—5.0(bm; 3H, olef.), 1.7—1.4(m; 7H aliph.), 0.03(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		240(11.0% M <sup>++</sup> ), 152(3%), 137(6%), 73(100%)
VIb	6.32—6.16(d, J 14 Hz; 1H, 4-H), 5.85—5.00(bm; 2H, 2-H, 5-H), 1.61(s; 3H, CH <sub>3</sub> ), 1.60—1.52(bd; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.05(s; 18H, 2Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		
VIIa	5.36—5.25(m; 1H, olef.), 3.26(m; 2H, 2CHCO), 2.42(bm; 2H, 2CHCH <sub>2</sub> ), 1.74(bs; 3H, CH <sub>3</sub> ), 1.60—0.94(bm; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.11(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ), 0.06(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	171.6, 171.2(CO), 141.6 (C=CCH <sub>3</sub> ), 128.3(C=CH), 47.8, 46.9(CHCO), 35.1, 32.5(CHCH <sub>2</sub> ), 19.2, 18.5(CH <sub>2</sub> ), 14.8(CH <sub>3</sub> ), —0.76, —0.95, (Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )	338(1.2% M <sup>++</sup> ), 221(10%), 147(20.6%), 73(100%)
VIIb	5.52—5.36(m; 1H, olef.), 3.38—3.05(m; 2H, 2CHCO), 2.60—2.24(bm; 2H, 2CHCH <sub>2</sub> ), 1.76(bs; 3H, CH <sub>3</sub> ), 1.64—0.95(bm; 4H, 2CH <sub>2</sub> ), 0.10(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ), 0.06(s; 9H, Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )		338(6.0% M <sup>++</sup> ), 221(14.0%), 147(36.2%), 73(100%)

Man erhält 16.7 g (74%) eines Öles vom Sdp. 52–61°C/0.75 Torr, das sich durch mehrmalige Destillation über eine 50 cm Spaltrohrkolonne in II und III trennen liess.

II: Sdp. 57°C/0.70 Torr, Ausbeute 1.34 g;  $n_D^{20} = 1.4806$ ; UV:  $\lambda_{\max}(\log \epsilon) = 194.0 (4.0), 202.0 (4.0)$ . Gef.: C, 63.72; H, 11.45.  $C_{12}H_{26}Si_2$  ber.: C, 63.63; H, 11.57%.

III: Sdp. 59–61°C/0.7 Torr, Ausbeute 15.10 g;  $n_D^{20} = 1.4759$ ; UV:  $\lambda_{\max}(\log \epsilon) = 192.0 (3.1), 248.5 (4.3)$ . Gef.: C, 63.61; H, 11.75; Si, 24.65.  $C_{12}H_{26}Si_2$  ber.: C, 63.63; H, 11.57; Si, 24.80%.

Die NMR- und Massenspektren von II und III, sowie auch der folgenden Verbindungen s. Tabelle 1.

*Trennung von III in die einzelnen Isomeren: 3c,6c-Bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid (IVa)*

Zu einer Lösung von 15 g (66.4 mmol) III und 0.5 g Hydrochinon in 20 ml absol. Ether werden 5.0 g (51 mmol) MSA gegeben, anschliessend wird die Reaktionsmischung 4 h unter Rückfluss gekocht und weitere 40 h bei Raumtemperatur stehen lassen. Dann wird der Ether im Wasserbad bei 12 Torr abgezogen und der Rückstand fraktioniert destilliert, wobei die Isomeren 1,6-Bis-(trimethylsilyl)-2c,4t-hexadien (IIIb) und 1,6-Bis(trimethylsilyl)-2c,4c-hexadien (IIIc) zwischen 59°C und 62°C/0.7 Torr überdestillieren während IVa als zähes Öl vom Sdp. 110–112°C/ $4 \times 10^{-5}$  Torr erhalten wird. Ausbeute 2.6 g; Gef.: C, 59.08; H, 8.80; Si, 16.82.  $C_{16}H_{28}O_3Si_2$  ber.: C, 59.21; H, 8.69; Si, 17.31%.

*3c,6t-Bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid (IVb)*. 8.0 g (35.4 mmol) des Isomerengemisches IIIb und IIIc werden unter Zugabe von 4.0 g (40.8 mmol) MSA und 0.2 g Hydrochinon in 10 ml Xylol 8 h unter Rückfluss erhitzt. Nach 60 h Stehen bei Raumtemp. zieht man das Xylol bei 12 Torr ab und fraktioniert den Rückstand, wobei bei etwa 62°C/0.7 Torr nicht umgesetztes IIIc übergeht und bei 105–108°C/ $4 \times 10^{-5}$  Torr 3.5 g IVb als zähes Öl erhalten werden. Gef.: C, 59.03; H, 8.81; Si, 17.45.  $C_{16}H_{28}O_3Si_2$  ber.: C, 59.21; H, 8.69; Si, 17.31%.

*3-Methyl-1,6-bis(trimethyl)-2,4-hexadien (VI)*. Die Darstellung von VI verläuft analog von III, wobei 9.4 g (100 mmol) 3-Methyl-1,3,5-hexatrien (V) [13] eingesetzt werden. Nach der Aufarbeitung gewinnt man durch fraktionierte Destillation 15.8 g (66%) VI von Sdp. 62–63°C/0.42 Torr;  $n_D^{20} = 1.4779$ ; UV:  $\lambda_{\max}(\log \epsilon) = 193.5 (2.9), 246.5 (4.1)$ . Gef.: C, 64.84; H, 11.77.  $C_{13}H_{28}Si_2$  ber.: C, 64.93; H, 11.71%.

*Trennung von VI in die Isomeren: 4-Methyl-3c,6c-bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid (VIIa)*

Eine Lösung von 5.0 g (20.8 mmol) VI und 0.2 g Hydrochinon in 25 ml absol. THF wird mit 2.0 g (20.8 mmol) MSA versetzt, 5 h unter Rückfluss erhitzt und anschliessend 48 h bei Raumtemp. gerührt. Nach Abziehen des THF bei 12 Torr und Fraktionierung des Rückstandes erhält man bei 60–63°C nicht umgesetztes 4-Methyl-1,6-bis(trimethylsilyl)-2c,4t-hexadien (VIb). Die weitere Fraktionierung liefert 2.1g VIIa vom Sdp. 117–120°C/ $6 \times 10^{-5}$  Torr; Gef.: C, 60.11; H, 8.97; Si, 16.52.  $C_{17}H_{30}O_3Si_2$  ber.: C, 60.30; H, 8.93; Si, 16.59%.

*4-Methyl-3c,6t-bis[(trimethylsilyl)methyl]-4-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid (VIIb)*. 0.60 g (2.5 mmol) des bei der Darstellung von VIIa abgetrennten VIb erhitzt man unter Zufügen von 0.1 g Hydrochinon mit 0.50 g (5.2 mmol) MSA in Xylol. Nach 5h wird das Xylol bei 12 Torr abgezogen und der Rückstand fraktioniert. Es werden 0.50 g VIIb vom Sdp. 120–124°C/6 × 10<sup>-5</sup> Torr erhalten. Gef.: C, 60.04; H, 9.02; Si, 16.47. C<sub>17</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> ber.: C, 60.30; H, 8.93; Si, 16.59%.

## Dank

Für die Aufnahme der Massenspektren danken wir Herrn Dr. G. Schmidtberg.

## Literatur

- 1 L. Birkofer, Ed. Hänsel und A. Steigel, Chem. Ber., (1982) im Druck.
- 2 D.R. Weyenberg, L.H. Toporcer und L.E. Nelson, J. Org. Chem., 33 (1968) 1975.
- 3 J. Dunoguès, R. Calas, J. Dedier und F. Pisciotti, J. Organometal. Chem., 25 (1970) 51.
- 4 L. Birkofer und D. Prüstel, J. Organometal. Chem., 60 (1973) C1.
- 5 J. Dunoguès, B. Arréguy, C. Biran, R. Calas und F. Pisciotti, J. Organometal. Chem. 63 (1973) 119.
- 6 L. Birkofer und N. Ramadan, Chem. Ber., 104 (1971) 138; 108 (1975) 3105.
- 7 G. Mann, H. Werner, D. Miethe und M. Mühlstädt, Tetrahedron, 28 (1972) 1839.
- 8 K. Alder und G. Stein, Angew. Chem., 50 (1937) 510.
- 9 J. Sauer, Angew. Chem., 79 (1967) 76.
- 10 J.C.H. Hwa, P.L. deBenneville und H.J. Sims, J. Am. Chem. Soc., 82 (1960) 2537.
- 11 D.H. Williams und J. Fleming, Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie, S. 131, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1971.
- 12 J.C.H. Hwa und H. Sims, Org. Syn., 41 (1961) 49.
- 13 C.W. Spangler und G.F. Woods, J. Org. Chem., 30 (1965) 2218.