

Preliminary communication

ZUR REAKTION VON METALL-KOORDINIERTEM KOHLENMONOXID
 MIT YLIDEN

VII*. TRIMETHYLPHOSPHORANYLIDENMETHYL(TRIMETHYLSILOXY)-
 CARBEN-KOMPLEXE VON CHROM, MOLYBDÄN UND WOLFRAM:
 AUFBAU EINER METALL-VINYL-EINHEIT DURCH C(CARBANION)-
 C(CARBEN)- π -WECHSELWIRKUNG UND PHOTOCHEMISCHE E/Z-
 ISOMERISIERUNG

SIEGFRIED VORAN, HERBERT BLAU, WOLFGANG MALISCH*

*Institut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg, Am Hubland, 8700 Würzburg
 (B.R.D.)*

und ULRICH SCHUBERT**

*Anorganisch-Chemisches Institut der Technischen Universität München, Lichtenbergstr. 4,
 D-8046 Garching (B.R.D.)*

(Eingegangen den 27. Januar 1982)

Summary

The treatment of the hexacarbonylmetal compounds $M(CO)_6$ ($M = Cr, Mo, W$) with two equivalents $Me_3P=CH_2$ yields the phosphonium acylmetal-phosphorus ylides $Me_3P[(CO)_5M=C(O)CH=PMe_3]$ 1a–1c. Their reaction with $Me_3SiOSO_2CF_3$ leads via O-silylation to formation of the neutral "siloxo-ylidecarbene" complexes" $(CO)_5M=C(OSiMe_3)-CH=PMe_3$ 2a–2c, which are protonated by HX ($X = Cl, CF_3SO_3$) to give the thermolabile carbene complexes $[(CO)_5M=C(OSiMe_3)H_2CPMe_3]X$ 3a, 3b. 1H , ^{13}C NMR and IR data suggest, that delocalization of the ylidic charge to the carbene carbon generates a metal-coordinated vinyl group in the case of 2a–2c. In addition this fact is proved by the X-ray analysis of 2c, for which a C(ylide)–C(carbene) bond distance of 133 pm is found. 2a–2c are obtained as pure E-isomers but can be converted to the Z-isomers 2a'–2c' upon photolysis.

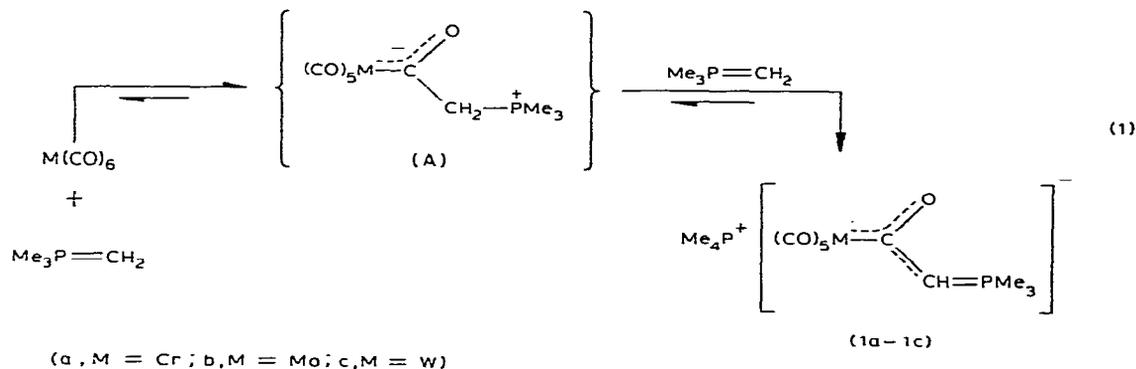
Im Phosphorylidcarben-Komplex $MeC_5H_4(CO)_2Mn=C(OMe)-C(Me)=PMe_3$ besitzt die zentrale Kohlenstoff–Kohlenstoffbindung partiellen Doppelbindungs-

*VI. Mitteilung s. Ref. 1. Vortrag Ref. 2.

**Röntgenstrukturanalyse.

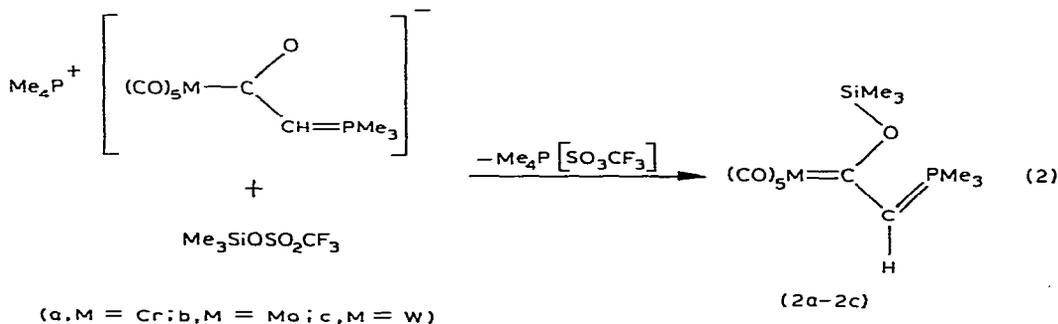
charakter, was auf einen Transfer der ylidischen Ladung zum Carbenkohlenstoff hinweist [3]. Dieser Befund lässt erwarten, dass in Systemen, in denen das Übergangsmetall neben der Carben-Einheit ausschliesslich wirkungsvolle π -Akzeptorliganden trägt, z.B. Carbonylgruppen, diese Form der elektronischen Absättigung des sp^2 -Kohlenstoffs beträchtlich zunimmt. Die Richtigkeit dieser Hypothese kann jetzt anhand der spektroskopischen und strukturellen Daten der "Trimethylsiloxy(phosphorylid)carbenkomplexe" $(CO)_5M=C(OSiMe_3)CH=PMe_3$ ($M = Cr, Mo, W$) eindrucksvoll belegt werden.

Zu ihrer Synthese wird von den anionischen Metallacyl-phosphoryliden **1a–1c** ausgegangen, die als Tetramethylphosphonium-Salze durch Reaktion der Metallhexacarbonyle mit dem Ylid $Me_3P=CH_2$ im Molverhältnis 1/2 zugänglich sind [4]).

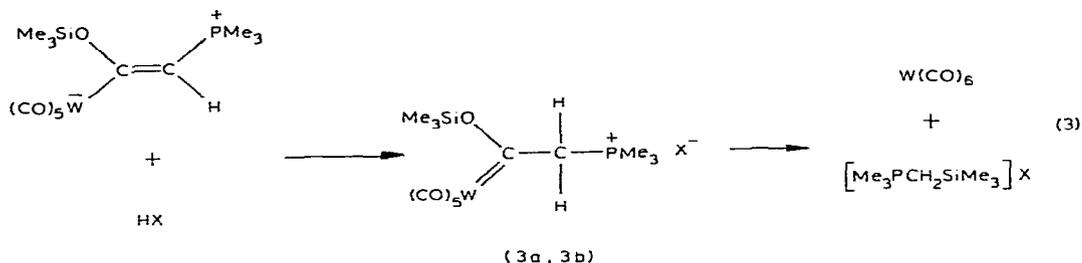


Aufgrund des guten Akzeptorvermögens der $(CO)_5M$ -Gruppierung liegt das Additions/Umylidierungsgleichgewicht in Gl. 1 weitgehendst auf der Seite der Phosphonium-metalacylate **1a–1c** [5]. Sie fallen sofort bei Vereinigung der Reaktanden aus der Reaktionslösung aus, d.h. die Adduktstufe (A) wird rasch durchlaufen, und stellen nach dem Trocknen extrem pyrophore, gelbe Pulver dar, die sich auch in einer N_2 -Atmosphäre bereits bei Raumtemperatur zersetzen.

Die weitere Umsetzung von **1a–1c** mit dem Silylester $Me_3SiOSO_2CF_3$ ergibt unter Silylierung des Acylsauerstoff [6] die blassgelben, in Benzol oder THF gut löslichen "Siloxy(ylidcarben)komplexe" **2a–2c** [7].



2a–2c reagieren weder mit MeX ($\text{X} = \text{I}, \text{OSO}_2\text{F}$) [8] noch mit Me_3P . Lediglich von den Brönstedtsäuren HCl und HOSO_2CF_3 werden sie am Ylidkohlenstoff protoniert. Die hierbei gebildeten Trimethylphosphoniomethyl-(trimethylsiloxy)carben-Komplexe **3a**, **3b** sind nur bis -20°C existent. Oberhalb dieser Temperatur erleiden sie Fragmentierung zu $\text{W}(\text{CO})_6$ und $[\text{Me}_3\text{PCH}_2\text{SiMe}_3]\text{X}$, wobei das Anion assistiert.



(a, $\text{X} = \text{Cl}$; b, $\text{X} = \text{SO}_3\text{CF}_3$)

Die geringe Reaktivität von **2a–2c** weist auf einen weitgehenden Abbau der ylidischen Ladung durch den Carbenkohlenstoff hin, dessen Elektrophilie aufgrund des Elektronenakzeptorvermögens der $(\text{CO})_5\text{M}$ -Gruppierung besonders ausgeprägt ist. Dass dabei der im Extremfall mögliche Aufbau einer η^1 -gebundenen 2-Trimethylphosphonio(1-trimethylsiloxy)vinyl-Einheit am Metall eintritt (Resonanzform B), belegen die folgenden spektroskopischen Befunde:

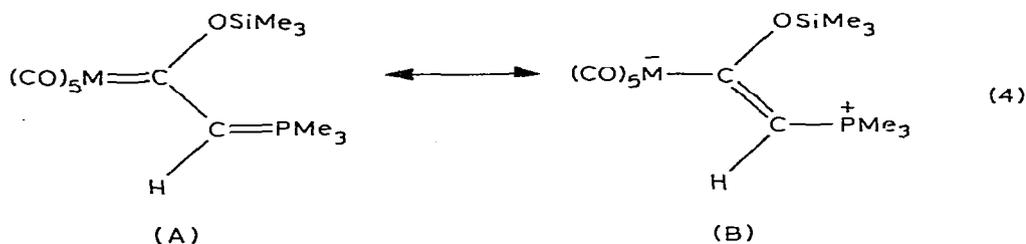
1. Die ^1H -NMR-Resonanz des Ylidprotons besitzt mit 4.8–4.9 ppm den für β -Vinylprotonen charakteristischen Verschiebungswert [9].

2. Die δ -Werte von Carben- bzw. Ylidkohlenstoff entsprechen mit 250.9/94.7 (**2a**); 242.1/95.8 (**2b**) und 231.5/98.8 (**2c**) in etwa denen des α - bzw. β -Kohlenstoffs metall-fixierter η^1 -Vinyleinheiten [9,10].

3. Der Valenzschwingungswert der C(Carbanion)–C(Carben)-Bindung ist mit 1582 (**2a**), 1580 (**2b**) bzw. 1572 (**2c**) cm^{-1} identisch mit dem $\nu(\text{C}=\text{C})$ -Wert von Vinyl-Metallkomplexen [9].

Damit sind **2a–2c** eindeutig als η^1 -Trimethylphosphoniovinyll-Komplexe (B) und nicht als Phosphorylidcarben-Komplexe (A) aufzufassen [11].

Dies geht auch aus der Röntgenstrukturanalyse* von **2a** hervor (vgl. Fig. 1).



*Zelldaten: $a = 899.3(6)$, $b = 1728(2)$, $c = 1209(1)$ pm, $V = 1879 \times 10^6$ pm³. Raumgruppe $P2_12_1$ ($Z = 4$), $D(\text{ber.}) = 1.35$ g/cm³. 1760 unabhängige Reflexe ($2^\circ \leq 2\theta \leq 47^\circ$, Mo- K_α -Strahlung, $\lambda = 71.069$ pm, Graphit-Monochromator, $\Delta\omega$ -scan mit $\omega = 0.9^\circ$). $R = 0.058$ und $R_w \geq 0.056$ für alle Strukturfaktoren ($F_o \geq 1.0\sigma$). Die Atomkoordinaten sind in Tab. 1, wichtige Abstände und Winkel in Tab. 2 wiedergegeben.

Eine Liste der anisotropen Temperaturfaktoren und der Wasserstoffparameter kann bei den Autoren (U.S.) angefordert werden.

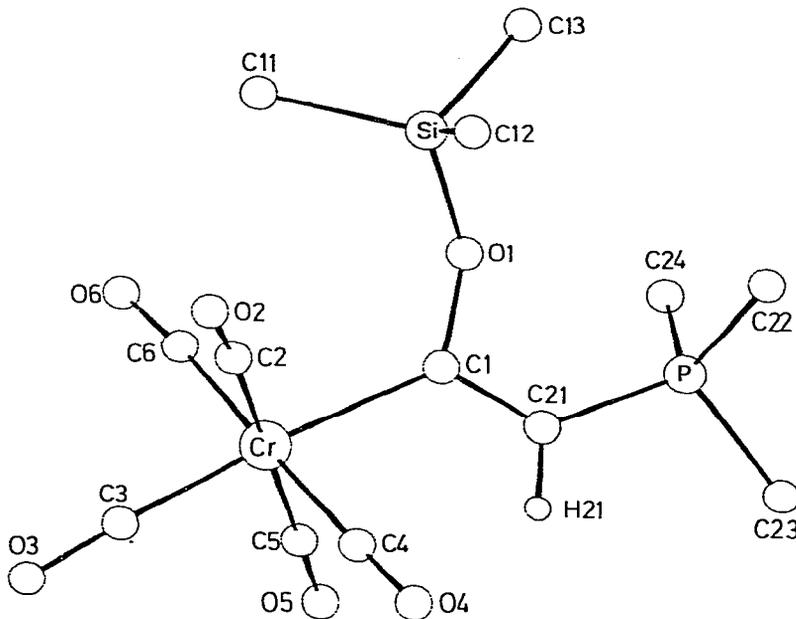


TABELLE 1

ATOMPARAMETER

Atom	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>
C	0.7296(1)	0.2475(1)	0.2517(1)
C(1)	0.6369(7)	0.3479(4)	0.1749(5)
C(2)	0.6133(8)	0.2547(5)	0.3804(6)
O(2)	0.5526(7)	0.2574(4)	0.4643(5)
C(3)	0.8262(10)	0.1614(4)	0.3092(6)
O(3)	0.8869(8)	0.1072(3)	0.3429(5)
C(4)	0.8657(8)	0.3156(4)	0.3208(5)
O(4)	0.9448(6)	0.3577(3)	0.3603(4)
C(5)	0.8531(8)	0.2418(4)	0.1262(5)
O(5)	0.9314(7)	0.2390(3)	0.0520(5)
C(6)	0.5911(9)	0.1817(4)	0.1776(6)
O(6)	0.5170(7)	0.1378(3)	0.1337(4)
Si	0.3262(2)	0.3553(1)	0.2243(2)
O(1)	0.4878(5)	0.3634(3)	0.1606(4)
C(11)	0.2671(7)	0.2542(5)	0.2483(8)
C(12)	0.3335(9)	0.4100(5)	0.3565(7)
C(13)	0.1958(8)	0.4014(5)	0.1266(7)
C(21)	0.7220(8)	0.4005(4)	0.1250(6)
P	0.6596(2)	0.4774(1)	0.0431(2)
C(22)	0.5504(11)	0.5465(4)	0.1145(7)
C(23)	0.822(1)	0.525(1)	-0.008(1)
C(24)	0.5536(10)	0.4457(4)	-0.0737(7)

Die mit dieser Bindungssituation verbundenen Änderungen von Strukturparametern gegenüber analogen Alkyl- oder Arylcarben-Komplexen wurden bereits an anderer Stelle [1] am Beispiel des $\text{MeC}_5\text{H}_4(\text{CO})_2\text{MnC}(\text{OMe})\text{C}(\text{Me})\text{PMe}_3$ aus-

TABELLE 2

AUSGEWÄHLTE ABSTÄNDE (pm) UND WINKEL (°)

Cr—C(1)	213.7(7)	O(1)—Si	165.1(5)
Cr—C(2)	187.9(7)	Si—C(11)	184.9(8)
Cr—C(3)	185.9(8)	Si—C(12)	185.8(8)
Cr—C(4)	189.2(7)	Si—C(13)	184.5(8)
Cr—C(5)	188.4(7)	C(21)—P	175.0(7)
Cr—C(6)	191.1(7)	P—C(22)	177.1(8)
C(1)—O(1)	137.8(8)	P—C(23)	178.9(9)
C(1)—C(21)	133.2(9)	P—C(24)	179.1(9)
C(1)—Cr—C(2)	95.1(3)	C(1)—O(1)—Si	141.4(4)
C(1)—Cr—C(3)	174.3(3)	C(1)—C(21)—P	126.2(6)
C(1)—Cr—C(4)	86.6(3)	O(1)—Si—C(11)	114.0(3)
C(1)—Cr—C(5)	85.6(3)	O(1)—Si—C(12)	109.1(3)
C(1)—Cr—C(6)	91.4(3)	O(1)—Si—C(13)	103.0(3)
Cr—C(1)—O(1)	126.3(4)	C(21)—P—C(22)	114.5(4)
Cr—C(1)—C(21)	121.8(5)	C(21)—P—C(23)	106.5(4)
O(1)—C(1)—C(21)	111.7(6)	C(21)—P—C(24)	112.7(4)

fürhlich diskutiert und sollen deswegen hier nur stichwortartig ausgeführt werden: 1. Verlängerung der Metall—C(Carben)-Bindungslänge. Lediglich in Chromcarben-Komplexen mit einer Aminogruppe als starkem Donorsubstituenten (vgl. [12,13]) am Carbenkohlenstoff wurden bisher Abstände gefunden, die mit Cr—C(1) in 2a vergleichbar sind.

2. Verkürzung der C(Carben)—C(Ylid)-Bindungslänge. Der C(1)—C(21)-Abstand von 133.2(9) pm in 2a entspricht dem Erwartungswert für eine C=C-Doppelbindung. In $\text{MeC}_5\text{H}_4(\text{CO})_2\text{MnC}(\text{OMe})\text{C}(\text{Me})\text{PMe}_3$ [1] und $[\text{C}_5\text{H}_5(\text{CO})_2\text{FeC}(\text{OMe})\text{C}(\text{Me})\text{PET}_3]^+$ [14] sind diese Abstände mit 139 bzw. 138 pm länger. Man kann also davon ausgehen, dass durch den schwächeren Donorcharakter des $(\text{CO})_5\text{Cr}$ -Fragments in 2a die "olefinische" Grenzform (B) noch begünstigt wird.

3. Die P—C(Ylid)-Bindung ist gegenüber den Vergleichswerten in nichtstabilisierten Yliden [15] deutlich verlängert.

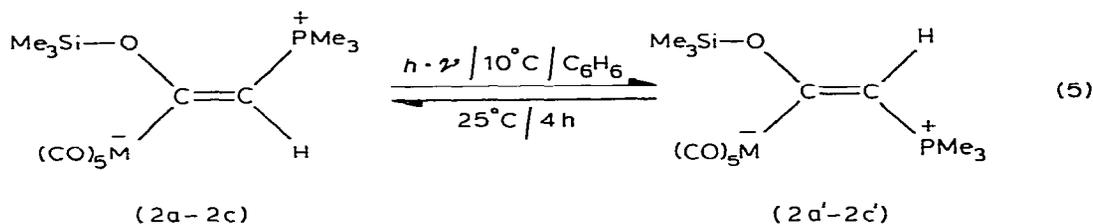
4. Der Torsionswinkel Cr—C(1)—C(21)—P beträgt nur 7.2°, erlaubt also eine gute Wechselwirkung des π -Systems der Ylid-Funktion mit dem Carbenkohlenstoff.

5. Wegen des hohen π -Donor-Vermögens der Ylid-Funktion ist eine Beteiligung des Siloxysubstituenten an der elektronischen Stabilisierung von C(1) nicht notwendig [16]. Der C(1)—O(1)-Abstand ist daher länger als in $(\text{CO})_5\text{Cr}$ - (alkoxycarben)-Komplexen [17] oder in $(\text{CO})_5\text{CrC}(\text{Furyl})\text{OSi}(\text{SiMe}_3)_3$ [16], und das Silicium-Atom liegt nicht in der Carben-Ebene.

Obwohl durch den Torsionswinkel Cr—C(1)—O(1)—Si von 36.4° eine Anordnung dreier so voluminöser Reste wie $\text{Cr}(\text{CO})_5$, OSiMe_3 und CHPMe_3 um das (sp^2 -hybridisierte) Kohlenstoffatom C(1) überhaupt erst ermöglicht wird, deuten die Verzerrung der O—Si—C(Me)- bzw. C(21)—P—C(Me)-Winkel und die starken Unterschiede in den C(1)—Cr—C(CO)-Winkeln auf eine sterisch angespannte Situation hin. Auch der relativ grosse Winkel C(1)—O(1)—Si lässt sich dahingehend interpretieren; π -Wechselwirkung zwischen Sauerstoff und Silicium könnte jedoch zum gleichen Ergebnis führen (vgl. [17]).

Die Röntgenstruktur zeigt, dass 2a (und sicherlich auch 2b, 2c) ausschliess-

lich als das räumlich günstigere *E*-Isomer erhalten wird. Dieses kann jedoch bei photochemischer Behandlung in das *Z*-Isomer 2a'(2b', 2c') umgewandelt werden, in dem die beiden räumlich anspruchsvollsten Molekül-Einheiten Me₃P⁺ und (CO)₅M⁻ nun die ungünstige *cis*-Stellung an der C=C-Doppelbindung einnehmen [18].



2a'–2c' lassen sich maximal zu 90% anreichern (Bestrahlungsdauer 4 Stdn.). Bei 25°C erfolgt innerhalb von 4 Stunden quantitative Rückisomerisierung [19]. *E*- und *Z*-Isomer unterscheiden sich, wie die nachfolgende Gegenüberstellung für 2c/2c' dokumentiert, in sämtlichen NMR-Parametern.

	2c	2c'
$\delta(\text{CH}=\text{P})/{}^2J(\text{HCP})$	4.85/35.0	4.84/26.0 (C ₆ H ₆)
$\delta(\text{CH}_3-\text{P})/{}^2J(\text{HCP})$	0.56/13.8	1.07/13.6
$\delta(\text{CH}_3-\text{Si})$	0.42	0.40
$\delta({}^{29}\text{Si})/{}^4J(\text{SiOCCP})$	16.24/1.1	10.77/1.3 (C ₆ D ₆)
$\delta({}^{31}\text{P})$	-7.8	+4.33 (C ₆ D ₆)

Experimenteller Teil

(1) *Tetramethylphosphonium*[*pentacarbonyl*][η^1 -(2-trimethylphosphoranyliden)acetyl]chromat (1a): Zu einer Suspension von 286 mg (1.3 mmol) Cr(CO)₆ in 20 cm³ Pentan werden bei -78°C unter kräftigem Rühren innerhalb 30 min 236 mg (2.6 mmol) Me₃P=CH₂ in 5 cm³ Pentan getropft. Es bildet sich langsam ein Niederschlag von hellgelben, pyrophorem [Me₄P]-[(CO)₅CrC(O)CH=PMe₃] (1a), der bei -40°C abgefrittet wird. 1a zersetzt sich selbst unter N₂-Atmosphäre bei Raumtemperatur schnell unter Braunfärbung und wird deshalb sofort weiter umgesetzt.

(2) *Pentacarbonyl*[1-trimethylphosphoranylidenmethyl(trimethylsiloxy)carben]chrom(0) (2a). 1a wird in 20 cm³ auf -40°C gekühltem Pentan suspendiert und unter kräftigem Rühren mit einer Lösung von 289 mg (1.3 mmol) Me₃SiOSO₂CF₃ in 5 cm³ Pentan versetzt. Es bildet sich ein braungelber Niederschlag, der nach 2 h Rühren bei dieser Temperatur filtriert, zweimal mit je 5 cm³ Pentan gewaschen und im Ölpumpenvakuum getrocknet wird. Danach wird dreimal mit 10 cm³ Benzol extrahiert und gelbbraunes 2a nach Einengen der vereinigten Extrakte auf 10 cm³ mit 30 cm³ Pentan gefällt. Ausb.: 253 mg (51%). Schmp. 92°C.

¹H-NMR (C₆H₆, int. Stand. δ (ppm) 7.25): δ 4.78 (d, 1H, HC=P, ²J(HCP) 34.2 Hz); δ 0.60 (d, 9H, CH₃P, ²J(HCP) 13.4 Hz); δ 0.44 (s, 9H, CH₃Si). ³¹P-¹H-NMR (C₆H₆, H₃PO₄ ext.): δ -11.8. ¹³C-¹H-NMR (C₆D₆, TMS int.): δ

250.9 (d, M—C, $^2J(\text{CCP})$ 10.0 Hz); δ 222.0 (s, CO_{trans}); δ 211.6 (s, CO_{cis}); δ 94.7 (d, C—P, $J(\text{CP})$ 67.6 Hz); δ 11.3 (d, CH₃P, $J(\text{CP})$ 57.3 Hz); δ 2.1 (s, CH₃Si). IR (C₆H₆): $\nu(\text{CO})$ 2035(w) A₁⁽²⁾, 1951(vw) B₁. 1915(s) (E), 1902(s) (E), 1897(m) A₁⁽¹⁾ cm⁻¹. $\nu(\text{C}=\text{C})$ 1582(m) cm⁻¹. Gef. C, 40.07; H, 5.23. Molmasse $[M]^+$ 382. C₁₃H₁₉CrO₆PSi (382.35) ber.: C, 40.84; H, 5.01%.

2b: Schmp. 104°C. Gef. C, 35.72; H, 5.01. Molmasse $[M]^+$ 426. C₁₃H₁₉MoO₆PSi (426.29) ber.: C, 36.63; H, 4.49%. **2c**: Schmp. 98°C. Gef. C, 29.68; H, 3.72. Molmasse $[M]^+$ 486. C₁₃H₁₉O₆PSiW (514.20) ber.: C, 30.37; H, 3.72%.

(3) *Photochemische Isomerisierung von 2a–2c zu 2a'–2c'*. Eine hellgelbe Lösung von 1558 mg (3.05 mmol) **2c** (772 mg (2.02 mmol) **2a** bzw. 805 mg (1.89 mmol) **2b**) in 40 (30) cm³ Benzol wird bei 10°C 10 h bestrahlt (Quarzlampe Q 150 Hanau). Es tritt eine intensive Gelbfärbung ein. ¹H-NMR-spektroskopisch lässt sich eine 90 proz. Isomerisierung zum *Z*-Isomer **2a'–2c'** feststellen. Nach 4 h Stehen bei Raumtemp. hat sich das *Z*-Isomer völlig rückgebildet.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Verband der Chemischen Industrie für finanzielle Unterstützung, ausserdem der Höchst AG, Werk Knapsack für eine Chemikalienspende.

Literatur

- 1 W. Malisch, H. Blau und U. Schubert, Chem. Ber., zur Publikation eingereicht.
- 2 Teilweise vorgetragen auf dem XI. Leeds-Sheffield Meeting on Organometallic Chemistry and Catalysis, Leeds, 1981.
- 3 W. Malisch, H. Blau und U. Schubert, Angew. Chem., 92 (1980) 1065; Angew. Int. Ed. Engl., 19 (1980) 1020.
- 4 W.C. Kaska, D.K. Mitchell, R.F. Reichelderfer und W.D. Korte, J. Amer. Chem. Soc., 96 (1974) 2847.
- 5 H. Blau und W. Malisch, Angew. Chem., 92 (1980) 1063; Angew. Int. Ed. Engl., 19 (1980) 1019.
- 6 Von MeOSO₂F wird z.B. **1c** zu [Me₃EtP]OSO₂F und W(CO)₆ abgebaut. Das Alkylierungsagens reagiert vorzugsweise mit den: gemäss **1** in geringen Mengen vorliegenden Me₃P=CH₂, wodurch das Gleichgewicht sukzessive zur Seite der Ausgangskomponenten verschoben wird.
- 7 Als alternativer Zugang zu **2a–2c** wurde von uns bereits früher die unter Addition an den Carbonylkohlenstoff und nachfolgender C→O-Silylverschiebung ablaufende Umsetzung von Me₃P=CHSiMe₃ mit M(CO)₆ beschrieben. W. Malisch, H. Blau und S. Voran, Angew. Chem., 90 (1978) 827; Angew. Int. Ed. Engl., 17 (1978) 780.
- 8 Im Gegensatz dazu wird der "nucleophilere Ylidcarbenkomplex" MeC₅H₂(CO)₂Mn=C(OMe)CH=PMe₃ von MeOSO₂F an der Ylidfunktion methyliert. Vgl. Lit. [3].
- 9 Für Cp(CO)(Me₃P)FeC(OMe)=CH₂ (Schmp. 38°C) beträgt die chemische Verschiebung der Vinylprotonen $\delta(\text{H}_A)$ 4.55 ppm, $\delta(\text{H}_B)$ 4.77 ppm, die der Vinylkohlenstoffatome $\delta(\text{C}(1))$ 183 ppm, $\delta(\text{C}(2))$ 90 ppm; $\nu(\text{C}=\text{C})$ 1580 cm⁻¹. W. Malisch und G. Grötsch, Publikation in Vorbereitung.
- 10 Die Me₃P=CH-Einheit entwickelt unter den bislang untersuchten Carbenkohlenstoff-Substituenten das höchste Elektronendonormögen. Z.B. beträgt $\delta(\text{C}_{\text{Carben}})$ für (CO)₂Cr=C(OSiMe₃)Me 374.94 ppm. E.O. Fischer, T. Selmayr, F.R. Kreissl und U. Schubert, Chem. Ber., 110 (1977) 2574.
- 11 Der Aufbau einer Vinylereinheit durch C(Carbanion)–C(Carben)-Wechselwirkung wird für [(Ph₃P)N]–[(CO)₅WC(OMe)CH₂] postuliert. R.L. Andersson und C.P. Casey, J. Amer. Chem. Soc., 96 (1974) 1230.
- 12 E.O. Fischer, R.B.A. Pardy und U. Schubert, J. Organometal. Chem., 181 (1979) 37.
- 13 E.O. Fischer, D. Himmelreich, R. Cai, H. Fischer, U. Schubert und B. Zimmer-Gasser, Chem. Ber., 114 (1981) 3209.
- 14 C. Krüger, persönliche Mitteilung.
- 15 E.A.V. Ebsworth, T.E. Fraser und D.W.H. Rankin, Chem. Ber., 110 (1977) 3494.
- 16 U. Schubert, J. Organometal. Chem., 185 (1980) 373.
- 17 U. Schubert, M. Wiener und F.H. Köhler, Chem. Ber., 112 (1979) 708.

- 18 Eine gehinderte Rotation um die C—O(Si)-Bindung entfällt als Ursache dieses Isomerisierungsphänomens. Aufgrund der speziellen Bindungsverhältnisse sind selbst bei -80°C noch keine diskreten Rotameren nachweisbar. C.G. Kreiter und E.O. Fischer, *Angew. Chem.*, 81 (1969) 780; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 8 (1969) 761.
- 19 H. Kessler, *Angew. Chem.*, 82 (1970) 237; H.O. Kalinowski und H. Kessler, *Topics in Stereochemistry*, Vol. 7, Interscience, New York, 1973, S. 295.