

Journal of Organometallic Chemistry, 423 (1992) 329–337
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne
 JOM 22239

Siliciumverbindungen mit starken intramolekularen sterischen Wechselwirkungen

XLV *. Reaktionen von Tetra-*t*-butyldisilen mit CN-Mehrfachbindungen: Cycloadditionen und Umlagerungen **

Manfred Weidenbruch *, Axel Lesch

Fachbereich Chemie der Universität Oldenburg, Carl-von-Ossietzky-Straße 9–11, W-2900 Oldenburg (Deutschland)

Karl Peters und Hans Georg von Schnering

Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstraße 1, W-7000 Stuttgart 80 (Deutschland)

(Eingegangen den 17. Juli 1991)

Abstract

Photolysis of hexa-*t*-butylcyclotrisilane (**1**) in the presence of trimethylsilyl-substituted carbodiimides or ketenimines gives the acyclic compounds **8** and **9** in which the heterocumulene chains are extended by formal insertion of the silanimine moiety ${}^t\text{Bu}_2\text{SiNSiMe}_3$ into an NSi bond. The structure of **8** was confirmed by X-ray crystallography. Dimethyl-*N*-phenylketenimine, on the other hand, reacts with tetra-*t*-butyldisilene, generated photolytically from **1**, in a [2+2]-fashion, followed by a 1,4-hydrogen shift and ring closure to provide the tricyclic compound **10**. The X-ray structure analysis of **10** reveals a very long SiSi bond distance within the strained four-membered ring.

Zusammenfassung

Photolyse von Hexa-*t*-butylcyclotrisilan (**1**) in Gegenwart trimethylsilylsubstituierter Carbodiimide oder Ketenimine ergibt die acyclischen Verbindungen **8** und **9**, in denen die Heterokumulenkettens durch formalen Insertion der Silanimingruppe ${}^t\text{Bu}_2\text{SiNSiMe}_3$ in eine NSi-Bindung verlängert sind. Der Aufbau von **8** ist durch die Röntgenstrukturanalyse gesichert. Dimethyl-*N*-phenylketenimin reagiert hingegen mit photolytisch aus **1** erzeugtem Tetra-*t*-butyldisilen über eine [2+2]-Cycloaddition, gefolgt von einer 1,4-Wasserstoffverschiebung zum Tricyclus **10**, dessen Röntgenstrukturanalyse eine erheblich gedehnte SiSi-Bindung innerhalb des gespannten Vierrings aufzeigt.

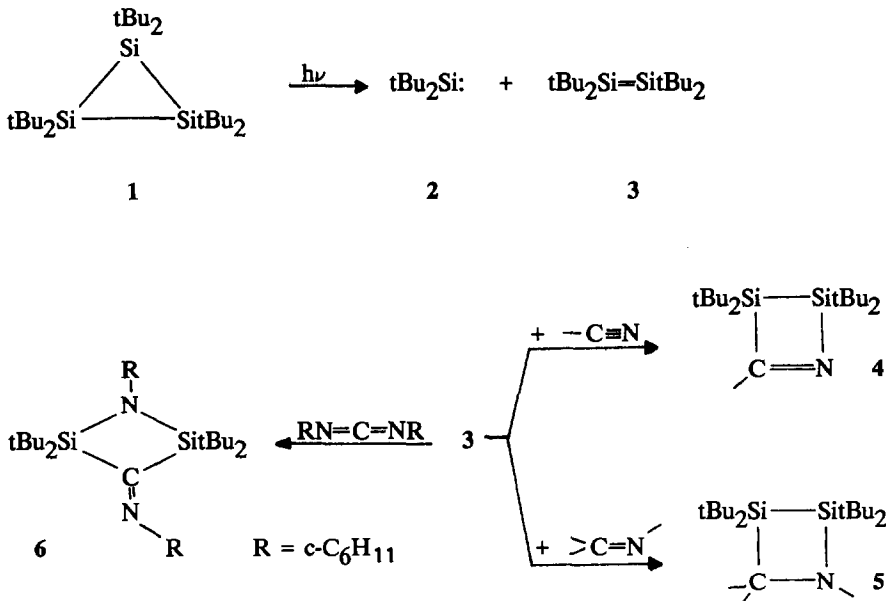
* Mitteilung XLIV, siehe Lit. 1.

** Herrn Professor Dr. mult. Dr. h.c. Alois Haas zum 60. Geburtstag am 3. Januar 1992 gewidmet.

Einleitung

Stabile oder nahezu stabile Disilene reagieren mit einer Vielzahl an ungesättigten Verbindungen unter [2 + 2]-Cycloadditionen zu den entsprechenden Vierlingen [2]. Manche dieser Umsetzungen sind insofern ungewöhnlich, als sie atypisch für die CC-Doppelbindung von Alkenen sind. Beispielsweise reagiert Tetra-*t*-butyldisilen (**3**), das photochemisch aus Hexa-*t*-butylcyclotrisilan (**1**) erzeugt wird, glatt mit CN-Doppel- oder Dreifachbindungen zu Dihydro-1,2,3-azadisilet- (**4**) [3] und 1,2,3-Azadisiletan-Derivaten (**5**) [4]. Überraschend verläuft die Umsetzung von **3** mit Dicyclohexylcarbodiimid, da hieraus das umgelagerte 1,2,4-Azadisiletanimin (**6**) isoliert wird [5]. Die Bildung von **6** kann dadurch plausibel gemacht werden, daß zunächst eine [2 + 2]-Cycloaddition von **3** an eine der CN-Mehrfachbindungen des Carbodiimids angenommen wird, an die sich eine formale Insertion des Stickstoffs in die SiSi-Bindung anschließt. Auch bei Sauerstoffverbindungen wurden ähnliche Umlagerungen beobachtet. So führen die [2 + 3]-Cycloadditionen von Disilenen an Nitrobenzol [6] oder an ein Isocyanat [3] schließlich zu Molekülen, in denen sich die thermodynamisch begünstigte Disiloxan-Struktureinheit ausgebildet hat.

Um derartige Umlagerungen, die etwa durch eine Folge von Cycloreversion und erneute Cycloaddition gedeutet werden können, zu erschweren, haben wir statt der Carbodiimide nun Ketenimine in die Photolysen mit **1** eingesetzt. In diesen Fällen sollte nach erfolgter [2 + 2]-Cycloaddition von **3** an die CN-Mehrfachbindung die nun benachbarte CR₂-Gruppe eine deutlich geringere Tendenz zur formalen Insertion in die SiSi-Bindung aufweisen.



Schema 1.

Ergebnisse und Diskussion

Photolyse von **1** in Gegenwart des trimethylsilylsubstituierten Ketenimins **7** führt überraschend zu einer Verbindung, die nach der Elementaranalyse und dem Massenspektrum aus **7** und einer zusätzlichen Di-*t*-butyl-*N*-trimethylsilylsilanimin-Einheit zusammengesetzt ist. Die starke Bande im Schwingungsspektrum der Substanz bei 2060 cm^{-1} macht neben anderen Hinweisen deutlich, daß auch nach der Reaktion die Heterokumuleneinheit von **7** erhalten geblieben ist.

Letzte Sicherheit über den Aufbau des Umsetzungsproduktes ergibt die Röntgenstrukturanalyse (Fig. 1, Tab. 1 und Tab. 2), die es als das kettenverlängerte Ketenimin-Derivat **8** ausweist. In Übereinstimmung mit den Strukturdaten anderer Ketenimine [7] liegt die CC-Bindungslänge im typischen Doppelbindungsbereich, während der CN-Abstand fast dem einer Kohlenstoff-Stickstoff-Dreifachbindung entspricht. Die hohe CN-Bindungsordnung äußert sich zudem in dem mit 159° erheblich aufgeweiteten Bindungswinkel C(4)–N(3)–Si(2).

Die analog vorgenommene Photolyse von **1** in Gegenwart von Bis(trimethylsilyl)carbodiimid ergibt ebenfalls ein Produkt **9**, in dem die Heterokumulenkette wiederum um eine Silanimin-Einheit verlängert ist. Eine plausible Deutung für die Bildung von **8** (und von **9**) liefert Schema 2, das von einer primär ablaufenden [2 + 2]-Cycloaddition des Disilens **3** an die CN-Mehrfachbindung in **7** ausgeht. Durch eine Cycloreversion, gefolgt von einer weiteren Cycloaddition an **7**

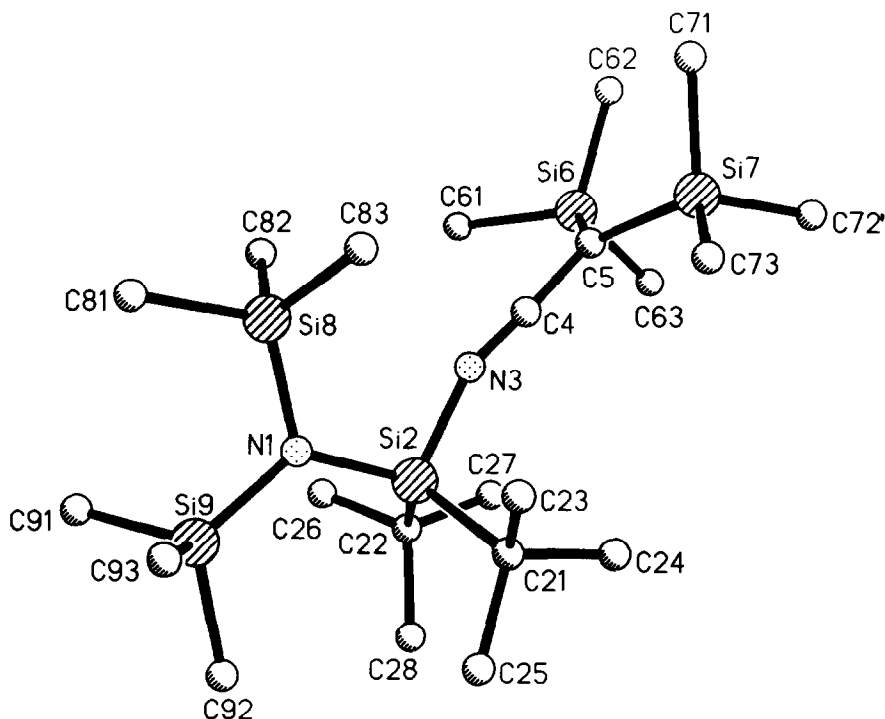


Fig. 1. Molekül von **8** im Kristall mit der Benennung der Atome wie in Tab. 1 und Tab. 2 (ohne Wasserstoffatome).

Tabelle 1

Ortsparameter ($\times 10^4$); isotrope Temperaturkoeffizienten U_{eq} ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) (Standardabweichungen) von **8**

Atom	x	y	z	U
Si(2)	9138(1)	1571(1)	1501(1)	50(1)
Si(6)	5238(1)	903(1)	2365(1)	76(1)
Si(7)	7115(1)	15(1)	3020(1)	79(1)
Si(8)	8307(1)	1166(1)	-1330(1)	69(1)
Si(9)	10121(1)	1947(1)	-832(1)	73(1)
N(1)	9214(3)	1572(1)	-169(3)	50(1)
N(3)	8069(3)	1145(1)	1510(3)	59(1)
C(4)	7406(3)	904(1)	1934(4)	55(2)
C(5)	6652(3)	632(1)	2349(4)	60(2)
C(21)	10486(4)	1306(2)	2722(4)	73(2)
C(22)	8554(4)	2151(2)	2091(5)	69(2)
C(23)	10754(4)	818(2)	2168(5)	103(3)
C(24)	10260(5)	1212(2)	4094(4)	124(3)
C(25)	11599(4)	1597(2)	2923(5)	130(3)
C(26)	7752(5)	2404(2)	932(5)	137(3)
C(27)	7868(4)	2038(2)	3108(5)	105(3)
C(28)	9468(5)	2518(2)	2833(6)	156(4)
C(61)	4818(4)	1388(2)	1065(5)	95(2)
C(62)	4094(4)	432(2)	2004(5)	123(3)
C(63)	5308(5)	1162(2)	4044(5)	114(3)
C(71)	6270(7)	-465(2)	2010(6)	205(5)
C(72)	6933(6)	-53(2)	4712(5)	165(4)
C(73)	8610(5)	-110(2)	3078(8)	233(6)
C(81)	8579(5)	1175(2)	-3041(4)	134(3)
C(82)	6773(4)	1329(2)	-1621(5)	109(3)
C(83)	8526(5)	521(2)	-844(5)	115(3)
C(91)	9285(5)	2322(2)	-2259(5)	128(3)
C(92)	10926(5)	2418(2)	341(5)	127(3)
C(93)	11257(4)	1585(2)	-1315(5)	108(3)

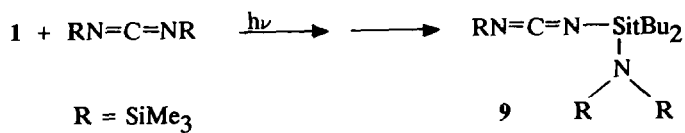
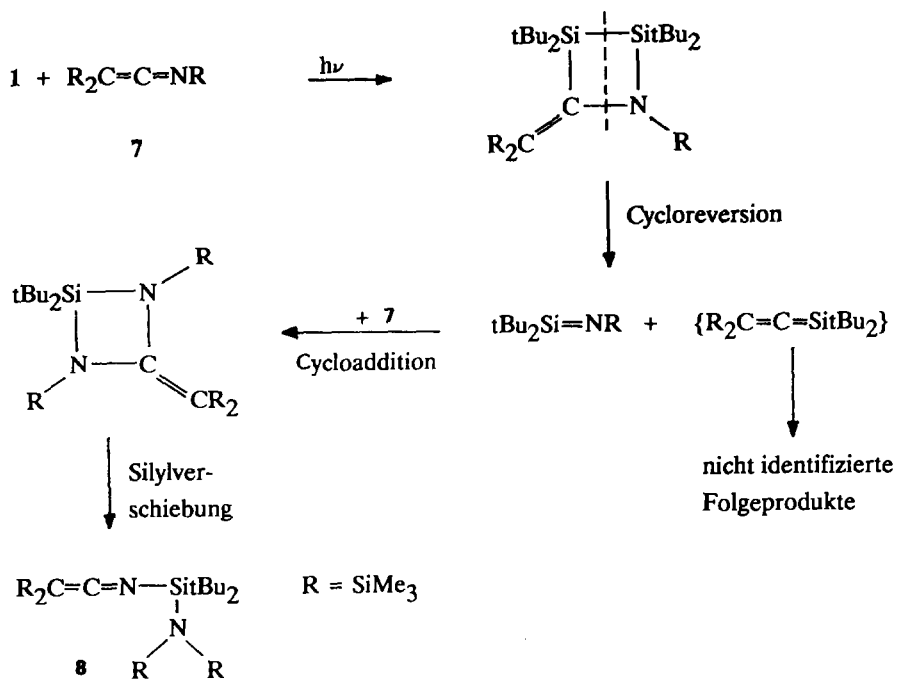
entsteht ein neuer Vierring, der schließlich unter Silylverschiebung und Ringöffnung die isolierte Verbindung **8** (oder **9**) liefert.

Ein solcher Vorschlag ist sicherlich mit vielen Unsicherheiten behaftet. Um zumindest den einleitenden Schritt, die Addition von **3** an die CN-Mehrfachbindung zu sichern, sind wir von einem Ketenimin ausgegangen, dessen Substituenten nicht die ausgeprägte Wanderungstendenz der Trimethylsilylgruppe aufweisen

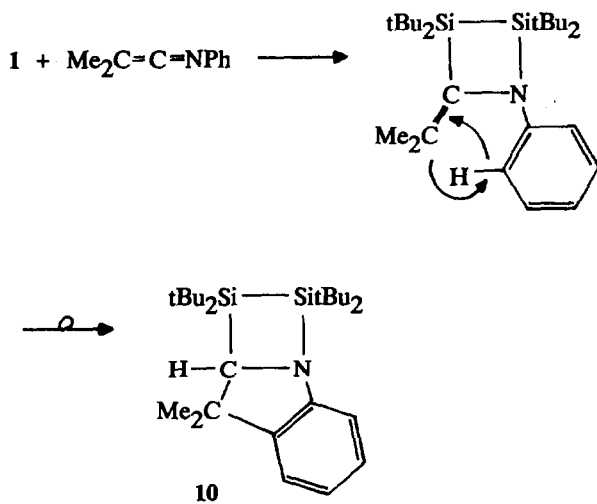
Tabelle 2

Ausgewählte Bindungsabstände (pm) und Bindungswinkel ($^\circ$) mit Standardabweichungen von **8**

Si(2)-N(3)	173.4(3)	N(3)-C(4)	119.9(6)
C(4)-C(5)	132.3(5)	C(5)-Si(6)	184.9(4)
C(5)-Si(7)	186.0(4)	Si(2)-N(1)	174.1(3)
Si(2)-C(21)	190.9(4)	Si(2)-C(22)	190.2(5)
Si(2)-N(1)-Si(8)	118.8(2)	Si(2)-N(1)-Si(9)	125.3(2)
Si(8)-N(1)-Si(9)	116.0(2)	N(1)-Si(2)-N(3)	103.4(2)
Si(2)-N(3)-C(4)	158.8(3)	N(3)-C(4)-C(5)	177.5(4)



Schema 2.



Schema 3.

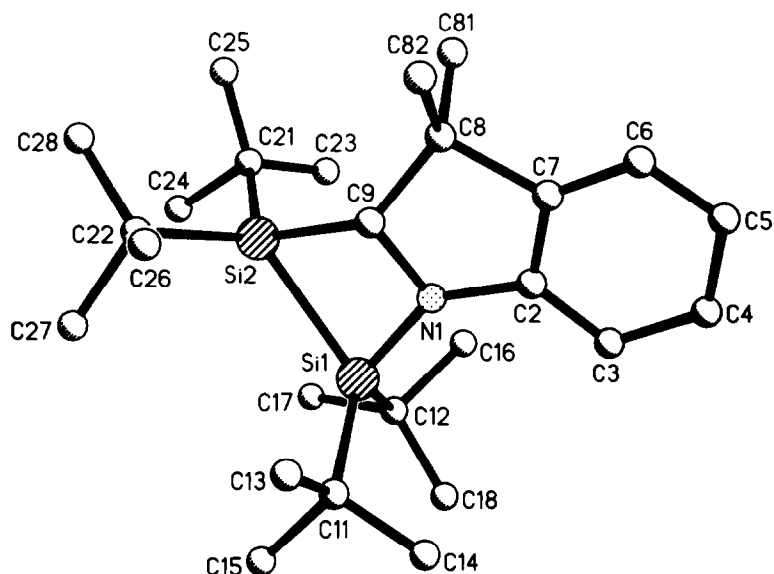


Fig. 2. Molekül von **10** im Kristall mit der Benennung der Atome wie in Tab. 3 und Tab. 4 (ohne Wasserstoffatome).

Tabelle 3

Ortsparameter ($\times 10^4$); isotrope Temperaturkoeffizienten U_{eq} ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) (Standardabweichungen) von **10**

Atom	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i>
Si(1)	2101(1)	8254(1)	2358(1)	43(1)
Si(2)	3817(1)	7330(1)	1962(1)	44(1)
N(1)	1505(2)	7373(2)	637(3)	44(1)
C(2)	465(3)	7055(2)	-584(3)	44(1)
C(3)	-589(3)	7480(2)	-912(4)	59(1)
C(4)	-1496(3)	7042(3)	-2241(4)	70(2)
C(5)	-1360(3)	6203(3)	-3234(4)	71(2)
C(6)	-316(3)	5785(2)	-2894(4)	60(1)
C(7)	602(3)	6206(2)	-1584(3)	43(1)
C(8)	1874(3)	5925(2)	-1059(3)	45(1)
C(9)	2296(3)	6601(2)	603(4)	61(1)
C(11)	1179(3)	8109(2)	3998(3)	57(1)
C(12)	2140(4)	9520(2)	1996(4)	72(2)
C(13)	1157(4)	7109(3)	4260(5)	87(2)
C(14)	-211(3)	8217(3)	3546(5)	91(2)
C(15)	1763(4)	8795(3)	5580(4)	97(2)
C(16)	2018(4)	9498(3)	226(4)	92(2)
C(17)	3389(4)	10112(3)	2911(5)	109(2)
C(18)	1090(5)	10052(3)	2528(6)	119(3)
C(21)	5150(3)	7849(3)	1048(4)	69(1)
C(22)	4512(3)	6659(2)	3515(4)	59(1)
C(23)	4680(4)	8421(3)	-151(5)	99(2)
C(24)	6134(4)	8535(3)	2365(5)	113(2)
C(25)	5789(4)	7089(3)	149(5)	108(2)
C(26)	3612(4)	5782(3)	3537(5)	85(2)
C(27)	4787(4)	7320(3)	5172(4)	91(2)
C(28)	5722(4)	6278(4)	3260(6)	124(3)
C(81)	2680(3)	6070(3)	-2273(4)	84(2)
C(82)	1799(4)	4900(2)	-928(5)	87(2)

Tabelle 4

Ausgewählte Bindungsabstände (pm) und Bindungswinkel (°) mit Standardabweichungen von **10**

Si(1)–Si(2)	246.0(1)	Si(1)–N(1)	174.5(2)
Si(2)–C(9)	193.7(3)	N(1)–C(9)	149.4(4)
Si(1)–C(11)	192.5(4)	Si(1)–C(12)	193.9(4)
Si(2)–C(21)	193.6(4)	Si(2)–C(22)	194.9(4)
Si(2)–Si(1)–N(1)	74.9(1)	Si(1)–N(1)–C(9)	108.3(2)
N(1)–C(9)–Si(2)	98.7(2)	C(9)–Si(2)–Si(1)	72.4(1)
Si(1)–N(1)–C(2)	142.8(2)	C(9)–N(1)–C(2)	107.9(2)

Tatsächlich führt die Photolyse von **1** in Gegenwart von Dimethyl-*N*-phenylketenimin zu einem Produkt, das eine Disilen-Einheit im Molekül enthält. Allerdings weisen die spektroskopischen Daten der isolierten Verbindung auch hier auf eine Umlagerungsreaktion hin. So zeigt beispielsweise das ^{13}C -NMR-Spektrum im Bereich der Phenylkohlenstoffatome sechs statt der erwarteten vier Signale. Am besten lassen sich die Ergebnisse der Elementaranalyse und der verschiedenen spektroskopischen Methoden mit der Konstitution des tricyclischen Systems **10** in Einklang bringen.

Die Röntgenstrukturanalyse (Fig. 2, Tab. 3 und Tab. 4) sichert diesen Vorschlag und zeigt zusätzlich eine Besonderheit, die vielleicht als Erklärungsmöglichkeit für die Bildung von **8** und **9** und für früher beobachtete Umlagerungsreaktionen [3,5,6] dienen kann. Mit 246.0(1) pm ist die SiSi-Bindung in **10** erheblich gedehnt und weist auf starke Spannungen innerhalb des viergliedrigen Ringes hin, die als Auslöser für die postulierten Cycloreversionen in Frage kommen könnten. Im Falle von **10** wird nach der [2 + 2]-Cycloaddition von **3** an die CN-Mehrfachbindung durch 1,4-Wasserstoffverschiebung und nachfolgenden Ringschluß ein starrer Tricyclus erhalten, der keine Cycloreversion des Vierrings mehr zuläßt.

Obleich auch diese Reaktionsweise nicht alle Fragen beantwortet, so macht sie doch deutlich, daß in allen Fällen vermutlich als einleitender Schritt eine [2 + 2]-Cycloaddition von **3** an die CN-Mehrfachbindung anzunehmen ist.

Experimentelles

Zur Aufnahme der Spektren dienten folgende Geräte: ^1H -NMR und ^{13}C -NMR (C_6D_6): Bruker AM 300; Massenspektren: Varian-MAT 212; IR-Spektren: Perkin-Elmer 1430. Die Photolysen wurden mit der Quecksilberhochdrucklampe TQ 150 der Firma Heraeus vorgenommen. Die Elementaranalysen führten die Analytischen Laboratorien, W-5250 Engelskirchen, durch.

Bis(trimethylsilyl)carbodiimid und Tris(trimethylsilyl)ketenimin wurden von Petrarch, Bristol, PA (USA) bezogen. Dimethyl-*N*-phenylketenimin wurde nach der Methode von Bestmann et al. [8] aus Isobuttersäureanilid [9] erhalten.

*Bis(trimethylsilyl)-N-di-*t*-butyl[bis(trimethylsilyl)amino]silylketenimin (8)*

Eine Lösung von 0.43 g (1.00 mmol) **1** [10] und 0.52 g (2.00 mmol) Tris(trimethylsilyl)ketenimin in 100 ml *n*-Hexan wurde 4 h bei Raumtemperatur belichtet. Danach war kein **1** mehr nachweisbar (DC-Analyse). Fraktionierende Destillation ergab bei 120°C/0.01 mbar 0.5 g gelbes Öl, das nach zweimaliger Kristallisation

aus n-Pentan 0.35 g (72% Ausbeute) farblose Kristalle von **8**, Fp. 96°C, lieferte. $^1\text{H-NMR}$: δ 0.30 (s, 9H); 0.34 (s, 18H); 0.45 (s, 9H); 1.16 (s, 18H, ^tBu) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$: δ 3.05; 7.01; 7.17; 11.54 (C=C=N); 23.18 (C_q, ^tBu); 29.66 (C_p, ^tBu); 154.77 (C=C=N) ppm. MS (EI, 70 eV): m/z 486 (M^+ , 3%); 471 ($M^+ - \text{Me}$, 20); 429 ($M^+ - ^t\text{Bu}$, 100). IR (cm⁻¹): $\nu(\text{CN})$ 2060vs. Gef.: C, 53.98; H, 11.01; N, 5.65. C₂₂H₅₄N₂Si₅ (487.12) ber.: C, 54.25; H, 11.17; N, 5.75%.

*Di-*t*-butyl[bis(trimethylsilyl)amino]silyl(trimethylsilyl)carbodiimid (9)*

In 100 ml n-Hexan wurden 0.45 g (2.4 mmol) Bis(trimethylsilyl)carbodiimid und 0.50 g (1.2 mmol) **1** solange (ca. 3 h) belichtet, bis die zunächst gelbe Lösung farblos geworden war. Zweimalige fraktionierende Destillation ergab 0.40 g (80%) farbloses Öl, Kp. 95–100°C/0.01 mbar. $^1\text{H-NMR}$: δ 0.16 (s, 9H); 0.30 (s, 9H); 0.46 (s, 9H); 1.16 (s, 18H, ^tBu) ppm. $^{13}\text{C-NMR}$: δ 1.52; 6.99; 23.63 (C_q, ^tBu); 29.90 (C_p, ^tBu); 122.39 (N=C=N) ppm. MS (EI, 70 eV): m/z 400 ($M^+ - \text{Me}$, 20%); 358 ($M^+ - ^t\text{Bu}$, 100). MS (CI, Isobutan): m/z 416 ($M\text{H}^+$, 100). IR (cm⁻¹): $\nu(\text{CN})$ 2210vs. Gef.: C, 51.76; H, 10.76; N, 10.08. C₁₈H₄₅N₃Si₄ (415.92) ber.: C, 51.98; H, 10.91; N, 10.10%.

Tabelle 5

Kristall- und Meßdaten von **8** und **10**

	8	10
Empirische Formel	C ₂₂ H ₅₄ N ₂ Si ₅	C ₂₆ H ₄₇ NSi ₂
Molare Masse (g mol ⁻¹)	487.12	429.84
<i>a</i> (pm)	1194.2(3)	1094.5(2)
<i>b</i> (pm)	2749.8(7)	1460.6(2)
<i>c</i> (pm)	1026.9(2)	880.2(2)
α (°)		102.14(2)
β (°)	105.07(2)	99.46(2)
γ (°)		96.39(1)
<i>V</i> (× 10 ⁶ pm ³)	3255(1)	1341.5(5)
<i>Z</i>	4	2
<i>d</i> _{ber.} (g cm ⁻³)	0.994	1.064
Kristallsystem	monoklin	triklin
Raumgruppe	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>P</i> $\bar{1}$
Diffraktometer	Siemens R3m/V	Siemens R3m/V
Mo- <i>K</i> _α -Strahlung, λ (pm)	71.069	71.069
Monochromator	Graphit	Graphit
Kristallgröße (mm)	0.45 × 0.45 × 0.4	0.2 × 0.4 × 0.1
Datensammlung	Wyckoff-scan	Wyckoff-scan
2 θ _{max} (°)	55	55
Unabhängige Reflexe	7527	6189
Beobachtet (<i>F</i> > 3 σ (<i>F</i>))	4732	4535
<i>F</i> _o / Parameter-Verhältnis	18.06	17.24
Lösungsmethode SHELXTL PLUS ^{a,b}	Direktes Verfahren	Direktes Verfahren
<i>R</i> , <i>R</i> _w	0.079, 0.065	0.072, 0.062

^a Die Positionen der Wasserstoffatome wurden berechnet und isotrop mit konstanten Parametern bei den Verfeinerungen berücksichtigt. ^b Weitere Informationen zu den Kristallstrukturanalysen können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55551, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

*1,1,2,2-Tetra-*t*-butyl-8,8-dimethyl-1,8-dihydro-2H-[1,2,3]azadisiletol[1,4-*a*]indol (10)*

Eine Lösung von 0.64 g (1.50 mmol) **1** und 0.44 g (3.00 mmol) Dimethyl-*N*-phenylketenimin in 100 ml *n*-Hexan wurde 3.5 h belichtet. Danach war kein **1** mehr nachweisbar (DC-Analyse). Fraktionierende Destillation der Lösung ergab bei 160°C/0.01 mbar 0.7 g gelbes Öl, das nach zweimaliger Kristallisation aus *n*-Pentan 0.40 g (62%) farblose Kristalle von **10**, Fp. 160°C, lieferte. ¹H-NMR: δ 1.24 (s, 9H, ^tBu); 1.27 (s, 9H, ^tBu); 1.32 (s, 18H, ^tBu); 1.33 (s, 3H, CH₃); 1.37 (s, 3H, CH₃); 4.15 (s, 1H, CH); 6.72–7.09 (m, 4H) ppm. ¹³C-NMR: δ 22.14; 22.69; 25.17; 26.18; 29.02; 30.23; 31.22; 31.70; 32.65; 32.75; 45.81; 74.81; 110.37; 117.94; 122.27; 127.28; 143.80; 150.16 ppm. MS (EI, 70 eV): *m/z* 429 (*M*⁺, 7%); 372 (*M*⁺ – ^tBu, 47). Gef.: C, 72.40; H, 10.84; N, 3.17. C₂₆H₄₇NSi₂ (429.84) ber.: C, 72.65; H, 11.02; N, 3.26%.

Dank

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Förderung unserer Arbeiten.

Literatur

- 1 M. Weidenbruch, A. Lesch und K. Peters, *J. Organomet. Chem.*, 407 (1991) 31.
- 2 Übersichten: R. West, *Angew. Chem.*, 99 (1987) 1231; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 26 (1987) 1201; T. Tsumuraya, S.A. Batcheller und S. Masamune, *Angew. Chem.*, 103 (1991) 916; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 30 (1991) 902.
- 3 M. Weidenbruch, B. Flintjer, S. Pohl und W. Saak, *Angew. Chem.*, 101 (1989) 89; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 28 (1989) 95.
- 4 M. Weidenbruch, B. Flintjer, S. Pohl, W. Saak und J. Martens, *J. Organomet. Chem.*, 338 (1988) C1.
- 5 M. Weidenbruch, A. Lesch, K. Peters und H.G. von Schnering, *Chem. Ber.*, 123 (1990) 1795.
- 6 G.R. Gillette, J. Maxka und R. West, *Angew. Chem.*, 101 (1989) 90; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 28 (1989) 54.
- 7 W. Runge in S. Patai und Z. Rappoport (Hrsg.), *The Chemistry of Ketenes, Allenes, and Related Compounds*, Part 2, Wiley, Chichester, 1980, S. 45.
- 8 H.J. Bestmann, J. Lienert und L. Mott, *Liebigs Ann. Chem.*, 718 (1968) 24.
- 9 Houben-Weyl, *Methoden der Organischen Chemie*, Band XI/2, Stickstoffverbindungen II, Thieme-Verlag, Stuttgart, 1958, S. 10.
- 10 A. Schäfer, M. Weidenbruch, K. Peters und H.G. von Schnering, *Angew. Chem.*, 96 (1984) 311; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 23 (1984) 302.