

Synthese und Kernresonanzspektren von Methylphenyl-substituierten Trisilylphosphanen $\text{PSi}_3\text{Me}_n\text{Ph}_{9-n}$

Karl Hassler

Institut für Anorganische Chemie,
Technische Universität Graz, A-8010 Graz, Österreich

(Eingegangen 2. Dezember 1986. Revision 16. Oktober 1987.
Angenommen 22. Oktober 1987)

Synthesis and NMR Spectra of Methylphenyl Substituted Trisilylphosphanes $\text{PSi}_3\text{Me}_n\text{Ph}_{9-n}$

Trisilylphosphanes of the type $\text{PSi}_3\text{Me}_x\text{Ph}_{9-x}$ are formed when sodium-/potassiumphosphide reacts with methylphenylchlorosilanes $\text{Me}_n\text{Ph}_{3-n}\text{SiCl}$ or with mixtures of methylphenylchlorosilanes. The phosphanes $(\text{SiMe}_3)_n\text{P}(\text{SiMe}_m\text{Ph}_{3-m})_{3-n}$ ($n, m = 0, 1, 2, 3$) were separated and purified by distillation or crystallization and their ^{29}Si as well as ^{31}P -NMR-spectra were recorded.

(Keywords: Methylphenyltrisilylphosphanes; ^{31}P -NMR-Spectra; ^{29}Si -NMR-Spectra)

Einleitung

Bei der Identifizierung, Strukturaufklärung oder Diskussion der Bindungsverhältnisse von Silylphosphanen erweist sich neben der Phosphor-Kernresonanz die ^{29}Si -Resonanz als besonders wertvoll, weil zusätzlich zu den chemischen Verschiebungen $\delta^{29}\text{Si}$ die $^{31}\text{P}^{29}\text{Si}$ -Kopplungskonstanten verfügbar sind. Derzeit existieren aber nur wenige Untersuchungen über den Einfluß der Substituenten (sowohl am Si- als auch am P-Atom) auf die Kopplungskonstante $^1J(\text{SiP})$. Fritz [1] beschreibt die Spektren von Silylphosphanen des Typs $[(\text{CH}_3)_x\text{H}_{3-x}\text{Si}]_n\text{PH}_m[\text{CH}_3]_{3-m-n}$ ($n, m, x = 0, 1, 2, 3$) und diskutiert den Einfluß der Substituenten auf $\delta(^{29}\text{Si})$, $\delta(^{31}\text{P})$ und $^1J(\text{SiP})$, während Engelhardt [2] die ^{31}P -Verschiebung in der Verbindungsklasse $(R_3M)_3\text{P}$ ($M = \text{C}, \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}$; $R = \text{H}, \text{Me}$) untersucht. Als allgemeiner Trend in dieser Reihe ist eine erhöhte Abschirmung des Phosphor-Kernes bei fallender Elektronegativität von M bzw. steigenden MPM -Winkeln zu beobachten, der sich mit der

Tabelle 1. ^{31}P und ^{29}Si -Verschiebungen^a sowie SiP-Kopplungskonstanten der Trisilylphosphate $\text{PSi}_3\text{Me}_n\text{Ph}_{3-n}$

	$\delta^{31}\text{P}$	$\delta(\text{SiMe}_3)$	$\delta(\text{SiMe}_2\text{Ph})$	$\delta(\text{SiMePh}_2)$	$\delta(\text{SiPh}_3)$	$J(\text{SiP})$ [Hz]								
						SiMe_3	SiMe_2Ph	SiMePh_2	SiPh_3	SiMe_3	SiMe_2Ph	SiMePh_2	SiPh_3	
$\text{P}(\text{SiMe}_3)_3$	-251.0	2.8				27.3								
$\text{P}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMe}_2\text{Ph}$	-254.1	3.17	-1.64			26.5				26.5				
$\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2\text{SiMe}_3$	-255.0	3.60	-1.40			25.7				26.5				
$\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3$	-248.6		-1.36							26.5				
$\text{P}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiMePh}_2$	-255.1	3.49		-6.07		26.5				24.3				
$\text{P}(\text{SiMePh}_2)_2\text{SiMe}_3$	-255.8	4.34		-5.64		24.3				23.5				
$\text{P}(\text{SiMePh}_2)_3$	-256.9			-4.93						22.1				
$\text{P}(\text{SiMe}_3)_2\text{SiPh}_3$	-254.3	3.7			-7.05	23.5							25.7	
$\text{P}(\text{SiPh}_2)_2\text{SiMe}_3$	-255.0	5.10			-6.39	19.1							21.3	
$\text{P}(\text{SiPh}_2)_3$	-264.5				-6.17								17.4	
$\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2\text{SiMePh}_2$	-252.1		-1.19	-5.94					25.0	24.3				
$\text{P}(\text{SiMePh}_2)_2\text{SiMe}_2\text{Ph}$	-254.3		-1.00	-5.45					24.3	22.8				
$\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2\text{SiPh}_3$	-253.6		-1.01		-7.24				22.8				25.0	
$\text{P}(\text{SiPh}_2)_2\text{SiMe}_2\text{Ph}$	-257.9		-0.64		-6.62				19.9				20.6	
$\text{P}(\text{SiMePh}_2)_2\text{SiPh}_3$	-258.9			-4.77	-6.44					19.9 ± 1			19.9	
$\text{P}(\text{SiPh}_2)_2\text{SiMePh}_2$	-262.3			-4.57	-6.37					17.6 ± 1			17.6	

^a $\delta(^{31}\text{P})$ gegen 85% H_3PO_4 , $\delta(^{29}\text{Si})$ gegen TMS [ppm]

Theorie von *Letcher* und *van Wazer* [3] für Phosphorverbindungen der KZ 3 zumindest teilweise erklären läßt.

Kernresonanzspektren

Die NMR-Parameter der vermessenen Substanzen sind in Tabelle I zusammengefaßt. Die Daten der Verbindungen $(\text{SiMe}_3)_2\text{PSiMe}_n\text{Ph}_{3-n}$, $\text{SiMe}_3\text{P}[\text{SiMe}_n\text{Ph}_{3-n}]_2$ und $\text{P}[\text{SiMe}_n\text{Ph}_{3-n}]_3$ wurden anhand der Reinsubstanzen (siehe Exp. Teil) erhalten, während sonst Gemische verschiedener Silylphosphane vermessen wurden. Beispielhaft sind in Abb. 1 das ^{29}Si - sowie das ^{31}P -Spektrum der Reaktionsprodukte der Umsetzung eines Gemisches von ClSiMe_2Ph und ClSiMePh_2 mit Na/K-Phosphid angegeben, wobei zur Anreicherung höher phenylierter Produkte im Vakuum fraktioniert wurde. Für die dargestellten Spektren wurde eine Fraktion zwischen 210 und 280 °C ausgewählt. Über die Synthese der Derivate $(\text{Ph}_3\text{Si})_n\text{P}(\text{SiMe}_3)_{3-n}$ wurde bereits berichtet [4].

Bei Verbindungen, die sowohl SiMePh_2 - als auch SiPh_3 -Gruppen enthielten, kam es in einigen Fällen wegen des geringen Unterschiedes ihrer ^{29}Si -Verschiebungen zu Überlagerungen einzelner Dublett-Kompo-

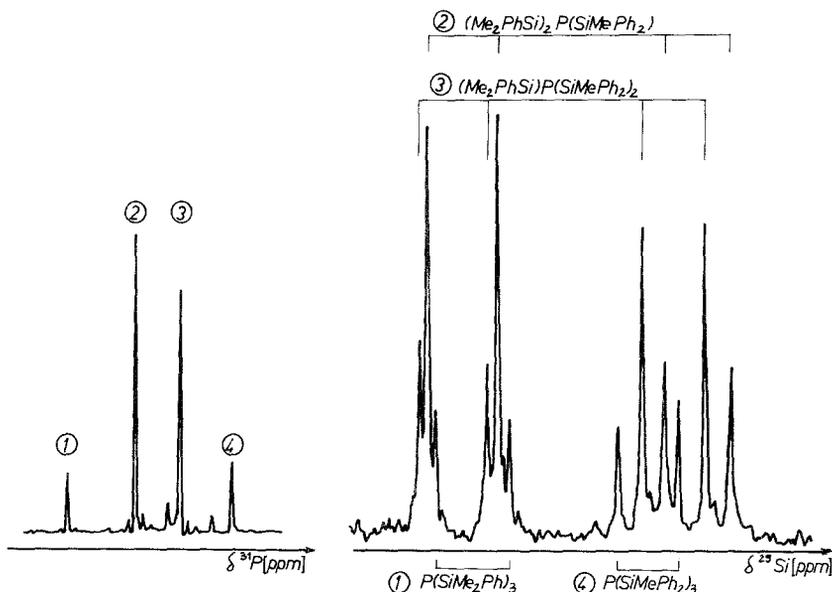
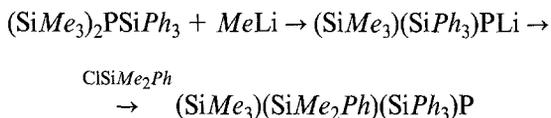


Abb. 1. ^{31}P - und ^{29}Si -Kernresonanzspektren eines Gemisches von $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3$, $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2(\text{SiMePh}_2)$, $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})(\text{SiMePh}_2)_2$ und $\text{P}(\text{SiMePh}_2)_3$ im Siedebereich zwischen 210 und 280 °C

nennten, so daß Kopplungskonstanten oder δ -Werte nicht die übliche Genauigkeit besitzen. In diesen Fällen ist in Tabelle 1 eine aufgrund der Linienbreiten geschätzte Fehlerschranke angegeben.

Obwohl sich bei Umsetzungen von Gemischen dreier verschiedener Silane mit Na/K-Phosphid auch die vollständig asymmetrischen Phosphane wie z. B. $(SiMe_3)(SiMe_2Ph)(SiMePh_2)P$ bildeten, konnten in den ^{29}Si -Spektren nicht immer alle Verschiebungen und Kopplungskonstanten eindeutig identifiziert werden. In Tabelle 1 fehlen daher die Daten für diese Verbindungen. Wir hoffen aber, durch Umsetzungen des Typs



einige der asymmetrischen Phosphane als Reinsubstanzen zu erhalten.

Die Spektren wurden auf einem BRUKER-WH 90 NMR-Spektrometer (17.88 MHz für ^{29}Si , 36, 43 MHz für ^{31}P) bei etwa 30°C aufgezeichnet. Typische Aufnahmeparameter für die ^{29}Si -Spektren waren 3000 Hz Sweep-Weite bei 8 K Datenpunkten, Pulswinkel von etwa 25° sowie Breitbandentkopplung im „Inversed gated“-Verfahren bei einem Delay von 20 s. Die Substanzen wurden in C_6D_6 als internem Lock gelöst (Konzentrationen um 30–40%). Die ^{29}Si -chemischen Verschiebungen der Substanzen unterschieden sich in verschiedenen Lösungen um weniger als 0.1 ppm, während die ^{31}P -Verschiebungen größere Unterschiede aufwiesen (bis zu 2 ppm). Die Genauigkeit der SiP-Kopplungskonstanten liegt im Normalfall bei ± 0.3 Hz.

Über die IR- und *Ra*-Spektren wird nachstehend berichtet [6].

Experimentelles

Die Darstellung aller Silylphosphane folgt der in [4] angegebenen Vorgangsweise. Eine in *DME* hergestellte Suspension von Na_3P/K_3P [5] wird mit dem entsprechenden Chlorsilan $Me_{3-n}Ph_nSiCl$ (bzw. Mischungen von Chlorsilanen) umgesetzt. In den folgenden Arbeitsvorschriften ist daher hauptsächlich die Aufarbeitung der Reaktionsmischungen beschrieben. Sämtliche Reaktionen sind nicht ausbeutemaximiert, so daß durch Änderungen der Vorschriften durchaus Verbesserungen zu erwarten sind. Alle Silylphosphane sind empfindlich gegen Sauerstoff und Feuchtigkeit, so daß die CH-Analysen nicht immer die gewohnte Genauigkeit aufweisen.



10 g (58.5 mmol) *PhMe_2SiCl* und 12.7 g (117 mmol) Me_3SiCl werden bei 20°C zu einer Suspension von 58.5 mmol Na_3P/K_3P zugetropft. Man erhitzt zur Vervollständigung der Reaktion noch mehrere Stunden zum Sieden, filtriert heiß und unterwirft das Filtrat nach Abziehen des Lösungsmittels einer Vakuumdestil-

lation. Bei 80—85 °C/0.05 mm gehen etwa 4.5 g (~ 22%) $(\text{SiMe}_3)_2\text{PSiMe}_2\text{Ph}$ als farblose, ölige Flüssigkeit über.

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{14}\text{H}_{29}$:

Ber. Si 26.92 C 53.85 H 9.29.
Gef. Si 26.40 C 53.60 H 9.10.

$\text{SiMe}_3\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2$

111.1 g (650 mmol) PhMe_2SiCl und 35.3 g (325 mmol) Me_3SiCl werden wie oben beschrieben mit 325 mmol $\text{Na}_3\text{P}/\text{K}_3\text{P}$ umgesetzt. Die Vakuumdestillation erbringt bei 135 °C/0.05 mm etwa 17 g (~ 14%) einer öligen, farblosen Flüssigkeit, die nach einiger Zeit in der Vorlage erstarrt (Schmelzpunkt: 92—95 °C).

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{19}\text{H}_{31}$:

Ber. Si 22.46 C 60.90 H 8.29.
Gef. Si 22.54 C 60.56 H 8.22.

$(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3\text{P}$

60 g (352 mmol) Me_2PhSiCl werden wie beschrieben mit 117.3 mmol $\text{Na}_3\text{P}/\text{K}_3\text{P}$ umgesetzt. Man filtriert heiß vom entstandenen NaCl/KCl ab, beim Abkühlen kristallisiert $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3$ in langen, farblosen Nadeln aus. Ausbeute nach mehrmaligem Umkristallisieren etwa 30 g (~ 20%) $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3$, Schmelzpunkt 132—134 °C.

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{24}\text{H}_{33}$:

Ber. Si 19.27 C 66.06 H 7.57.
Gef. Si 19.56 C 66.10 H 7.52.

$(\text{SiMe}_3)_2\text{PSiMePh}_2$

20 g (86 mmol) Ph_2MeSiCl und 56 g (518 mmol) Me_3SiCl werden mit einer Suspension von $\text{Na}_3\text{P}/\text{K}_3\text{P}$ in *DME*, dargestellt aus 6.2 g P, 10.1 g Na und 7.9 g K, umgesetzt und die Reaktionsprodukte einer Vakuumdestillation unterworfen. Bei 135 °C/0.05 mm gehen etwa 10 g $(\text{SiMe}_3)_2\text{PSiMePh}_2$ über (~ 31%), das nach einiger Zeit in der Vorlage erstarrt (Schmelzpunkt 72—74 °C).

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{19}\text{H}_{31}$:

Ber. Si 22.46 C 60.9 H 8.29.
Gef. Si 22.9 C 60.40 H 8.55.

$\text{SiMe}_3\text{P}(\text{SiMePh}_2)_2$

100 g (430 mmol) ClSiMePh_2 und 23.3 g (215 mmol) ClSiMe_3 werden mit der äquivalenten Menge Na/K -Phosphid umgesetzt und die Reaktionsprodukte einer Vakuumdestillation unterworfen. Man erhält etwa 15 g (14%) des Silylphosphans als farbloses, zähes Öl (180—190 °C/0.05 mm) das auch nach längerer Aufbewahrung nicht erstarrte.

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{29}\text{H}_{35}$:

Ber. Si 16.89 C 69.82 H 7.02.
Gef. Si 16.54 C 69.50 H 7.30.



232.5 g (1 000 mmol) ClSiMePh_2 werden mit der äquivalenten Menge Na/K-Phosphid umgesetzt. Ähnlich wie $\text{SiMe}_3\text{P}(\text{SiMePh}_2)_2$ zeigt auch $\text{P}(\text{SiMePh}_2)_3$ wenig Neigung zur Kristallisation. Versuche das Silylphosphan aus Lösungsmitteln wie *DME* oder Benzin umzukristallisieren schlugen fehl: stets konnte nur ein farbloses Öl isoliert werden. Die Ausbeute betrug 100 g (= 48%).

Elementaranalyse $\text{PSi}_3\text{C}_{39}\text{H}_{39}$:

Ber. Si 13.52 H 6.31.

Gef. Si 13.87 H 6.26.

Diskussion

Chemische Verschiebung der ^{31}P -Signale

Abbildung 2 zeigt die Abhängigkeit von $\delta^{31}\text{P}$ von der Anzahl n der Phenylgruppen im Molekül. Allgemein läßt sich eine Hochfeldverschiebung mit zunehmendem n erkennen, Isomere mit gleichen n haben ähnliche Verschiebungswerte, sofern sie keinen SiMe_3 -Substituenten tragen.

Die Verschiebungswerte aller Verbindungen, die keine SiMe_3 -Gruppen enthalten, korrelieren in guter Näherung linear mit der Anzahl der Phenylgruppen, während sie für die Trisilylphosphane mit SiMe_3 -Substituenten (in Abb. 2 durch ausgefüllte Kreise gekennzeichnet) deutlich davon abweichen. Offenbar übt ein SiMe_3 -Substituent einen Einfluß auf die ^{31}P -Verschiebung aus, der sich von jenem der SiMe_2Ph -, SiMePh_2 - und SiPh_3 -Gruppen deutlich unterscheidet. Möglicherweise sind Anisotropieeffekte dafür verantwortlich, die aber in der Theorie von *van Wazer* [3] nicht berücksichtigt werden.

In diesem Zusammenhang sei schließlich noch darauf hingewiesen, daß der Ersatz der Methylgruppen des $\text{P}(\text{SiMe}_3)_3$ durch elektroneivere Substituenten wie z. B. *Ph*, aber auch Fluor [$\delta^{31}\text{P}$ von $\text{P}(\text{SiF}_3)_3 = -324.9$ ppm] [7] zu einer verstärkten Abschirmung des Phosphorkernes führt, daß dies aber auch für elektropositive Substituenten wie etwa — SiMe_3 gilt. In der Reihe $\text{P}(\text{SiMe}_3)_3$, $\text{P}(\text{Si}_2\text{Me}_5)_3$ und $\text{P}[\text{SiMe}(\text{SiMe}_3)_2]_3$ sinkt δP von -251 auf -273.8 ppm und -303.3 ppm [8]. Offensichtlich erreicht innerhalb der bisher bekannten Trisilylphosphane die Abschirmung des Phosphorkernes beim $\text{P}(\text{SiMe}_3)_3$ ein Minimum, das nicht mehr unterschritten wird [mit weniger Ausnahmen wie z. B. $\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_3$].

Chemische Verschiebung der ^{29}Si -Signale

Die Abhängigkeit der chemischen Verschiebung von der Anzahl der Phenylsubstituenten ist in Abb. 3 und 4 dargestellt. Abbildung 3 zeigt den Einfluß der Phenylgruppen am ipso-Siliciumatom, wobei die Substituenten an den beiden restlichen Si-Atomen nicht verändert werden. Man

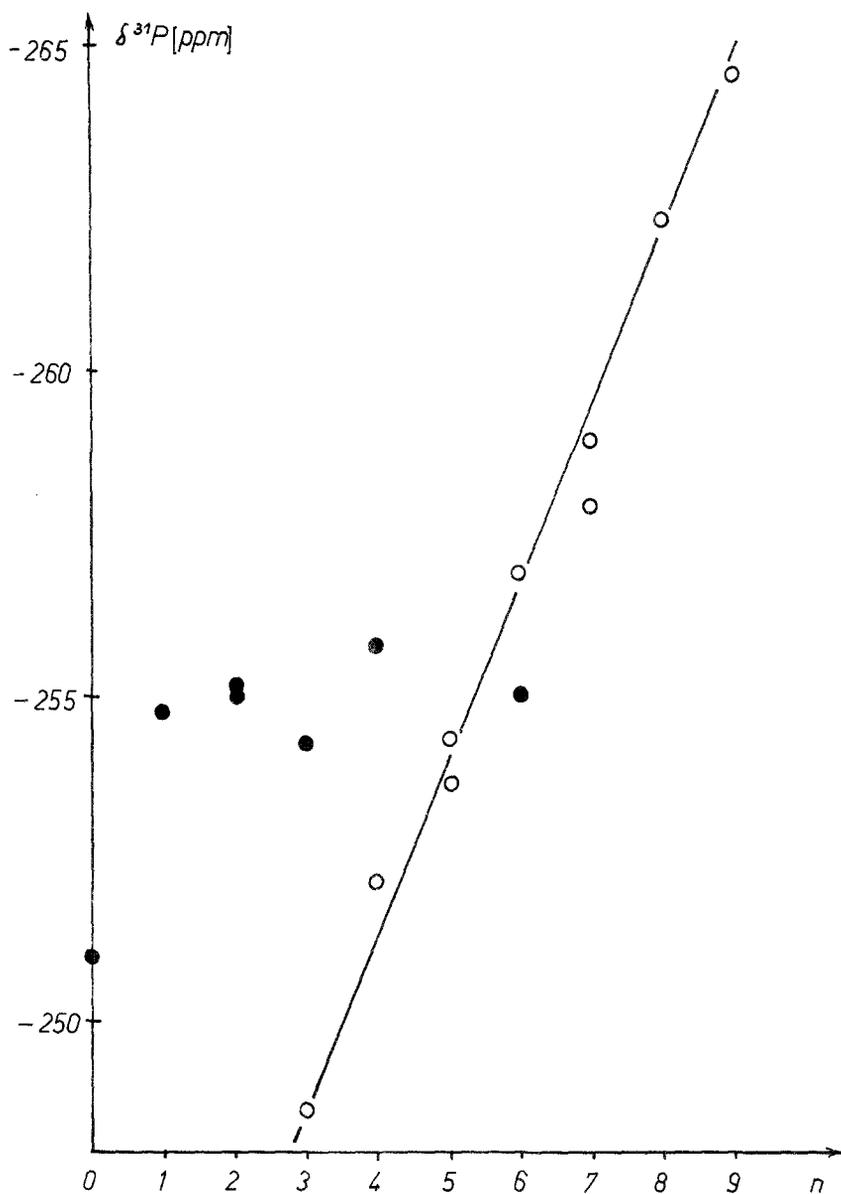


Abb. 2. $\delta^{31}\text{P}$ der Trisilylphosphane $\text{PSi}_3\text{Me}_{9-n}\text{Ph}_n$ (● Silylphosphane mit SiMe_3 -Gruppen; ○ ohne SiMe_3 -Gruppen)

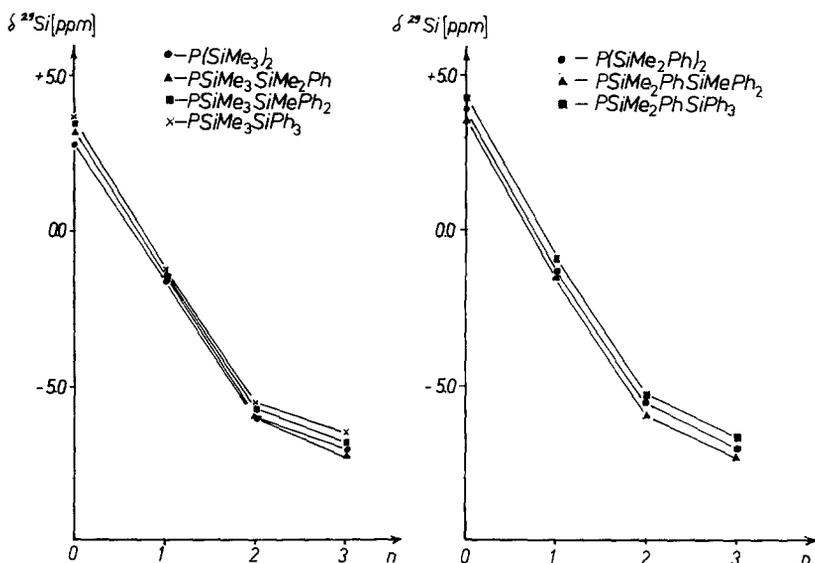


Abb. 3. Einfluß der Phenylgruppen am ipso-Siliciumatom auf die chemische Verschiebung der Trisilylphosphane $\text{Ph}_n\text{Me}_{3-n}\text{Si}-\text{PXY}$ ($X, Y = \text{SiMe}_3, \text{SiMe}_2\text{Ph}, \text{SiMePh}_2, \text{SiPh}_3$)

erkennt deutlich einen parabelähnlichen Verlauf, wie er bereits von *Ernst et al.* [9] aufgefunden und auf die Summe der Elektronegativitäten zurückgeführt worden ist.

Der Einfluß der entfernten Phenylgruppen (Abb. 4) ist in sehr guter Näherung linear, lediglich die Steigungen der einzelnen Geraden sind etwas unterschiedlich. Dieses Verhalten wird z. B. auch bei den Disilanen $\text{SiH}_{3-x}\text{Ph}_x-\text{SiH}_{3-n}\text{Ph}_n$ beobachtet [10], aber nicht bei den analogen Chlordisilanen $\text{SiCl}_{3-x}\text{Ph}_x-\text{SiCl}_{3-n}\text{Ph}_n$.

SiP-Kopplungskonstanten

Das Vorzeichen der SiP-Kopplungskonstante in $\text{P}(\text{SiH}_3)_3$ ist positiv (+ 42.2 Hz [11]), aufgrund der stetigen Änderungen zu den Verbindungen $\text{P}[\text{SiMe}_x\text{H}_{3-x}]_3$ [1] hin und der Regelmäßigkeit in der Reihe der Phenylmethyltrisilylphosphane ist für letztere eine Vorzeichenumkehr auszuschließen.

Mit zunehmender Anzahl n von Phenylgruppen im Molekül $\text{PSi}_3\text{Ph}_n\text{Me}_{9-n}$ ist eine Verkleinerung der Kopplungskonstante zu beobachten (wegen des negativen gyromagnetischen Verhältnisses des ^{29}Si -Kernes entspricht dies einer Vergrößerung der reduzierten Kopplungs-

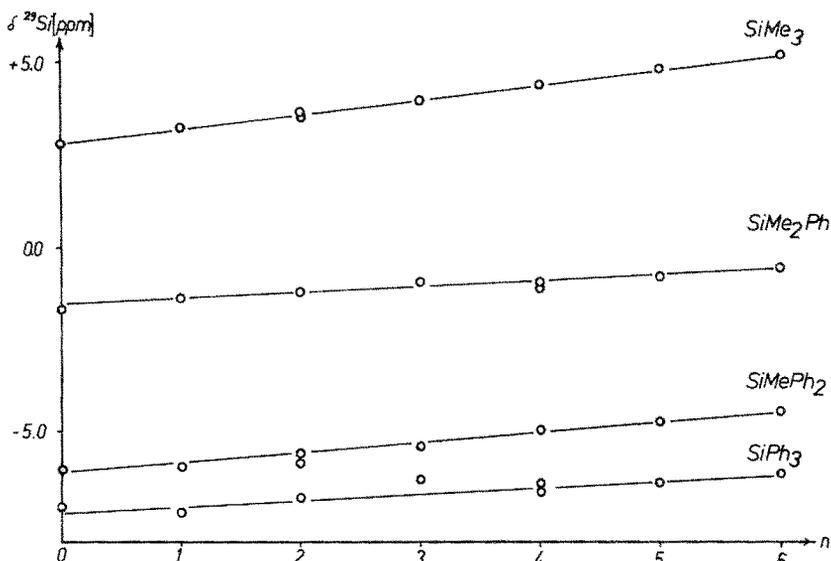


Abb. 4. Einfluß der entfernten Phenylgruppen auf die chemische Verschiebung der Trisilylphosphane $XPSi_2Me_{6-n}Ph_n$ ($X = SiMe_3, SiMe_2Ph, SiMePh_2, SiPh_3$)

konstante K). Beispielhaft sind in Abb. 5 die Kopplungskonstanten $J(PSiMe_3)$ und $J(PSiMe_2Ph)$ gegen die Anzahl der Phenylgruppen an den beiden übrigen Si-Atomen aufgetragen, während Abb. 6 den Einfluß der Phenylgruppen an der beobachteten Bindung selbst wiedergibt (wenn diesmal die Substituenten an den beiden restlichen Si-Atomen nicht verändert werden). Unerwartet ist, daß nicht der Bindung unmittelbar benachbarte Phenylgruppen (2 Bindungen entfernt) die Kopplungskonstante stärker beeinflussen, als dies Phenylgruppen tun, die nur eine Bindung entfernt sind. Inwieweit dieses Verhalten auf Änderungen der SiPSi-Winkel zurückgeht, kann ohne Strukturdaten nicht entschieden werden.

Betrachtet man die Abhängigkeit der gemittelten Kopplungskonstanten \bar{J} (geometr. Mittel, $\sqrt[3]{J_1 \cdot J_2 \cdot J_3}$) von der Anzahl der Phenylgruppen, so unterscheiden sich $SiMe_3$ -substituierte Silylphosphane wiederum deutlich. Bei gleichem n weisen sie durchwegs eine kleinere Kopplungskonstante \bar{J} auf als Isomere ohne $SiMe_3$ -Substituenten, in beiden Fällen ergibt sich ein annähernd linearer Zusammenhang zwischen \bar{J} und n (Abb. 7).

Änderungen der SiPSi-Bindungswinkel (wegen des erhöhten Raumbedarfs einer Phenylgruppe dürften wohl nur Winkelauflösungen in Frage kommen) sollten über den Fermi-Kontakt-Term nicht nur SiP-Kopp-

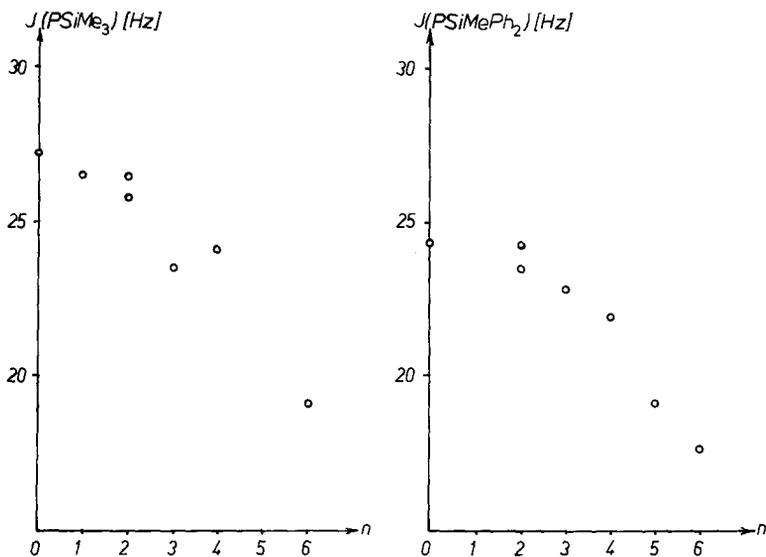


Abb. 5. Abhängigkeit der SiP-Kopplungskonstanten $\text{Me}_3\text{Si}-\text{P}$ (a) und $\text{MePh}_2\text{Si}-\text{P}$ (b) von der Anzahl der Phenylgruppen an den anderen Si-Atomen

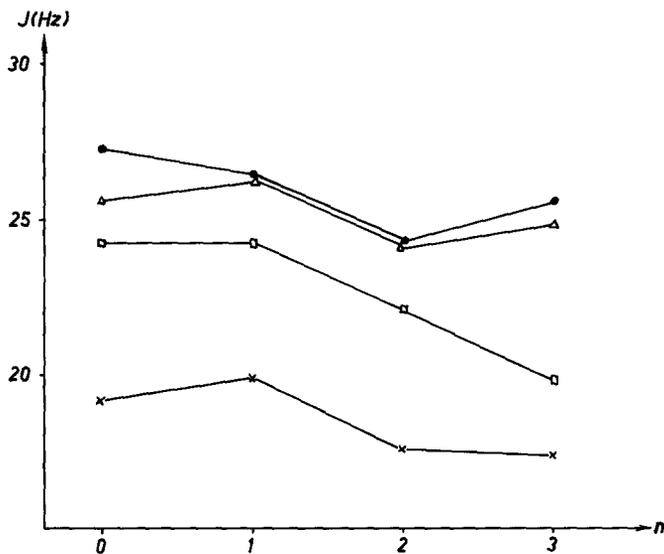


Abb. 6. Einfluß der der Bindung benachbarten Phenylgruppen auf die Kopplungskonstante $\text{PSiPh}_n\text{Me}_{3-n}$ [\circ $\text{Ph}_n\text{Me}_{3-n}\text{SiP}(\text{SiMe}_3)_2$; \triangle $\text{Ph}_n\text{Me}_{3-n}\text{P}(\text{SiMe}_2\text{Ph})_2$; \square $\text{Ph}_n\text{Me}_{3-n}\text{SiP}(\text{SiMePh}_2)_2$; \times $\text{Ph}_n\text{Me}_{3-n}\text{P}(\text{SiPh}_3)_2$]

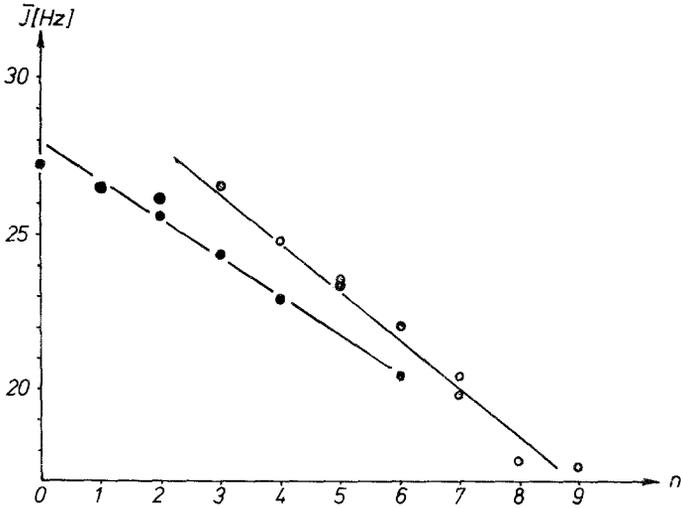


Abb. 7. Zusammenhang zwischen gemittelter Kopplungskonstante \bar{J} und der Anzahl der Phenylgruppen (● Silylphosphane mit SiMe_3 -Gruppen; ○ ohne SiMe_3 -Gruppen)

lungskonstanten beeinflussen. Parallel hierzu erfolgende Änderungen der Hybridisierungsparameter sollten sich auch auf $\delta(^{31}\text{P})$ auswirken, so daß eine enge Korrelation zwischen beiden Größen nicht überraschend wäre. Abbildung 8 zeigt diesen Zusammenhang. Wiederum weichen Silylphosphane mit SiMe_3 -Gruppen vom Verhalten der restlichen Verbindungen ab.

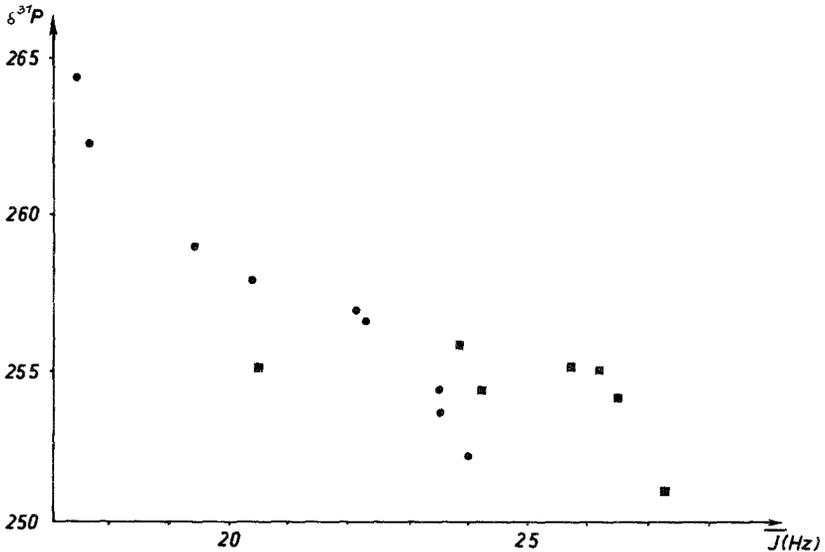


Abb. 8. Zusammenhang zwischen gemittelter Kopplungskonstante \bar{J} und Verschiebung der ^{31}P -Kerne (● Silylphosphane ohne SiMe_3 -Gruppen; ■ mit SiMe_3 -Gruppen)

Literatur

- [1] *Fritz G, Schäfer H* (1974) *Z Anorg Allg Chem* 409: 137
- [2] *Engelhardt G* (1972) *Z Anorg Allg Chem* 387: 52
- [3] *Letcher JH, van Wazer JR* (1967) *Topics in phosphorus chemistry*, vol 5. Wiley, New York
- [4] *Hassler K* (1982) *Monatsh Chem* 113: 421
- [5] *Becker G, Hölderich W* (1975) *Chem Ber* 108: 2484
- [6] *Hassler K*, im Druck
- [7] *Sharp KG* (1977) *J Chem Soc Chem Comm* 1977: 564
- [8] *Hassler K* (1988) *Monatsh Chem* 119: 863
- [9] *Ernst CR, Spialter L, Buell GR, White OL* (1974) *J Am Chem Soc* 96: 5375
- [10] *Söllradl H, Hengge E* (1983) *J Organomet Chem* 243: 257
- [11] *Crosbie KD, Sheldrick GM* (1971) *Mol Phys* 20: 317