

Journal of Organometallic Chemistry, 388 (1990) 57–62
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne – Printed in The Netherlands
 JOM 20637

(Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilane und (Mercaptomethyl)-diorganylsilane: Synthese und Eigenschaften

Reinhold Tacke *, Beate Becker und Hartwig Lange

Institut für Anorganische Chemie, Universität Karlsruhe, Engesserstraße, D-7500 Karlsruhe (B.R.D.)

(Eingegangen den 8. Dezember 1989)

Abstract

The novel synthesis of the (thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilanes $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**9**) and $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**10**) and the (mercaptomethyl)diorganylsilanes $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SH}$ (**11**) and $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SH}$ (**12**) is described. The silanes **11** and **12** are easy to handle, whereas the structurally analogous (hydroxymethyl)diorganylsilanes $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OH}$ (**1**) and $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OH}$ (**2**) tend to undergo a base-catalyzed decomposition (formation of oligomeric (polymeric) alkoxy silanes and hydrogen). In contrast to the thermally unstable (acetoxymethyl)diorganylsilanes $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**3**) and $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**4**) (\rightarrow rearrangement to the corresponding acetoxy(methyl)diorganylsilanes $(\text{CH}_3)_3\text{SiOC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**5**) and $\text{CH}_3(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiOC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**6**)), the thio-analogues **9** and **10** are thermally stable (1 molar solutions in C_6D_6 , 30 h at 180°C).

Zusammenfassung

Die erstmalige Synthese der (Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilane $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**9**) und $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**10**) und der (Mercaptomethyl)diorganylsilane $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SH}$ (**11**) und $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{SH}$ (**12**) wird beschrieben. Während sich die Silane **9** und **10** leicht handhaben lassen, neigen die strukturanalogen (Hydroxymethyl)diorganylsilane $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OH}$ (**1**) und $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OH}$ (**2**) zu einer basenkatalysierten Zersetzung (Bildung oligomerer (polymerer) Alkoxy silane und Wasserstoff). Im Gegensatz zu den thermisch labilen (Acetoxymethyl)diorganylsilanen $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**3**) und $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}(\text{H})\text{CH}_2\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**4**) (\rightarrow Umlagerung zu den entsprechenden Acetoxy(methyl)diorganylsilanen $(\text{CH}_3)_3\text{SiOC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**5**) und $\text{CH}_3(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiOC}(\text{O})\text{CH}_3$ (**6**)) sind die Thio-Analoga **9** und **10** thermisch stabil (1-molare Lösungen in C_6D_6 , 30 h bei 180°C).

Einleitung

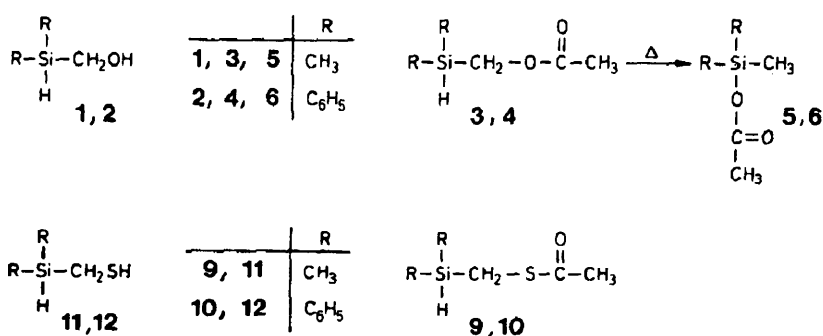
In vorangegangenen Mitteilungen haben wir über die Synthese der (Hydroxymethyl)diorganylsilane **1** und **2** [1] und der davon abzuleitenden (Acetoxymethyl)diorganylsilane **3** und **4** [2] berichtet (Schema 1). Die Silane **3** und **4** unterliegen einer thermisch induzierten Umlagerung zu den entsprechenden Acetoxy(methyl)diorganylsilanen **5** und **6** (Schema 1) [2].

Wir berichten hier über die Darstellung der von **1–4** abzuleitenden Thio-Analoga, den (Mercaptomethyl)diorganylsilanen **11** und **12** und den (Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilanen **9** und **10** (Schema 1). Ziel dieser synthetischen Arbeiten war ein Eigenschafts-Vergleich der O/*S*-Analoge **1/11**, **2/12**, **3/9** und **4/10**. Im Zusammenhang mit unseren Untersuchungen zur thermischen Stabilität von Elementsauerstoffsäure-Estern von (Hydroxymethyl)diorganylsilanen (vgl. hierzu Ref. 2–6) waren wir vor allem an der Frage interessiert, ob die (Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilane **9** und **10** in Analogie zu den entsprechenden (Acetoxymethyl)diorganylsilanen **3** und **4** einer thermisch induzierten Umlagerung unterliegen.

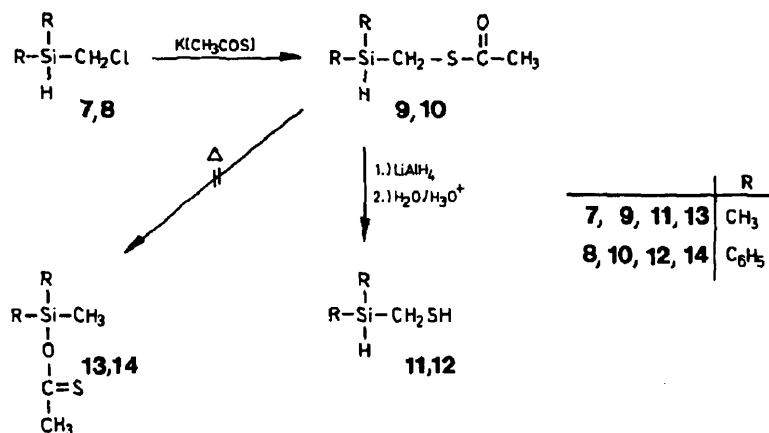
Ergebnisse und Diskussion

Die Synthese der (Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilane **9** und **10** gelang auf einfache Weise gemäß Schema 2 durch Umsetzung der entsprechenden (Chloromethyl)diorganylsilane **7** und **8** mit Kaliumthioacetat in THF bei Raumtemperatur (Ausbeute 63 bzw. 76%). Durch Umsetzung von **9** bzw. **10** mit Lithiumaluminiumhydrid in Diethylether – gefolgt von einer sauren wässrigen Aufarbeitung – konnten dann die entsprechenden (Mercaptomethyl)diorganylsilane **11** und **12** dargestellt werden (Schema 2). Unseres Wissens sind die Silane **9** und **10** die ersten Vertreter der Stoffklasse der (Thioacetoxy-*S*-methyl)diorganylsilane, die Silane **11** und **12** die ersten Vertreter der Stoffklasse der (Mercaptomethyl)diorganylsilane.

Die Verbindungen **9**, **11** und **12** sind farblose, im Vakuum unzersetzt destillierbare Flüssigkeiten, **10** liegt bei Raumtemperatur als farbloser, kristalliner Feststoff vor. Während die (Hydroxymethyl)diorganylsilane **1** und **2** sehr leicht zu einer basenkatalysierten, unter Wasserstoff-Entwicklung ablaufenden Selbstzerersetzung zu oligomeren (polymeren) Alkoxysilanen und Wasserstoff neigen [1], sind die entsprechenden Thio-Analoga **9** und **10** vergleichsweise stabil – ein Verhalten, das sich zwanglos durch die unterschiedliche Reaktivität strukturanaloger Alkohole ROH



Schema 1



Schema 2

(bzw. Alkoxide RO^-) und Mercaptane RSH (bzw. Mercaptide RS^-) gegenüber Hydridosilanen deuten läßt (vgl. hierzu z.B. Ref. 7–9; zur Chemie von SiS-Verbindungen vgl. Ref. 10). Auch die O/S-Analoga 3/9 und 4/10 zeigen ein sehr unterschiedliches chemisches Verhalten. Während 3 und 4 einer thermisch induzierten Umlagerung zu den entsprechenden Silanen 5 und 6 unterliegen (Schema 1), sind die Thio-Analoga 9 und 10 thermisch stabil: Nach 30-stündigem Erhitzen 1-molarer Lösungen von 9 und 10 auf 180°C konnte keine Umlagerung zu den von 5 und 6 abzuleitenden Thio-Analoga 13 und 14 beobachtet werden (^1H -NMR-Analyse). Dieses Ergebnis soll an anderer Stelle im Zusammenhang mit der mechanistischen Deutung der thermisch induzierten Umlagerung von Elementsaure-estern von (Hydroxymethyl)diorganylsilanen diskutiert werden.

Experimentelles

Alle Reaktionen wurden unter einer Schutzgasatmosphäre von trockenem Stickstoff durchgeführt; die verwendeten Lösungsmittel waren wasserfrei. Der Siedebereich des verwendeten Petrolethers betrug $40\text{--}65^\circ\text{C}$. Schmelzpunkte (unkorrigiert): Gerät 530 der Fa. Büchi (Ölbad). ^1H -NMR-Spektren (Lösungsmittel CDCl_3 bzw. C_6D_6 ; int. Standard TMS (δ 0.00)): WM-400-Gerät (400.1 MHz) der Fa. Bruker. ^{13}C -NMR-Spektren (Lösungsmittel und int. Standard CDCl_3 (δ 77.05) bzw. C_6D_6 (δ 128.0)): WM-400-Gerät (100.6 MHz) der Fa. Bruker. Die Signalzuordnungen wurden durch DEPT-Experimente unterstützt; die Ergebnisse dieser Experimente sind in den Zuordnungen enthalten. ^{29}Si -Spektren (Lösungsmittel C_6D_6 , int. Standard TMS (δ 0.0, Referenzfrequenz von TMS in C_6D_6 19.867178 MHz)): AM-200-Gerät (39.8 MHz) der Fa. Bruker. Massenspektren (70 eV; die angegebenen m/z -Werte (ausgewählte Schlüsselfragmente, registriert ab $m/z \geq 40$) basieren auf den Massenzahlen der jeweiligen Isotope mit der größten natürlichen relativen Häufigkeit): 8430-Gerät der Fa. Finnigan MAT. IR-Spektren: AccuLab-9-Gerät der Fa. Beckman bzw. IR-1420-Gerät der Fa. Perkin Elmer. Das verwendete Kaliumthioacetat (Fluka 60595) wurde vor Gebrauch unter N_2 -Atmosphäre zermörsert. Kieselgel (Kieselgel 60, Korngröße 0.063–0.200 mm, 70–230 mesh ASTM, Merck 7734) und Al_2O_3 (Al_2O_3 90 aktiv, neutral, Merck 1077) wurden von der Fa. Merck bezogen.

(Chlormethyl)dimethylsilan (7)

7 wurde in Anlehnung an Lit. 11 – allerdings mit wässriger Aufarbeitung – dargestellt: Zu einer Suspension von 10.6 g (0.28 mol) LiAlH_4 in 100 ml Diethylether wurde unter Rühren und Eiskühlung im Verlauf von 20 min eine Lösung von 143.1 g (1 mol) Chlor(chlormethyl)dimethylsilan in 100 ml Diethylether getropft. Das Reaktionsgemisch wurde 20 h bei Raumtemperatur gerührt und anschließend vorsichtig bei 0°C zu 100 ml 12.5%iger Salzsäure gegeben. Man trennte die wässrige Phase ab, extrahierte diese zweimal mit je 30 ml Pentan, trocknete die vereinigten organischen Phasen über Al_2O_3 , destillierte das Lösungsmittel bei Normaldruck ab und destillierte den Rückstand fraktionierend über eine Vigreux-Kolonnen. Es wurden 58.0 g (53%) einer farblosen Flüssigkeit erhalten, Sdp. $81\text{--}82^\circ\text{C}$ (Lit. 11: $50\text{--}52^\circ\text{C}/740$ Torr). $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): δ -0.12 (d, J 3.8 Hz, 6H; SiCH_3), 2.42 (d, J 2.6 Hz, 2H; SiCH_2Cl), 4.01 (tsept, J 3.6 Hz, J 2.6 Hz, $J(\text{SiH})$ 192.4 Hz, 1H; SiH). $^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6): δ -6.0 (SiCH_3), 28.7 (SiCH_2Cl). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -12.5 . IR (CCl_4): 2140 cm^{-1} (SiH). MS: m/z 108 ($<2\%$, M^+), 107 (3% , $M^+ - \text{H}$), 93 (25% , $M^+ - \text{CH}_3$), 59 (100% , $M^+ - \text{CH}_2\text{Cl}$), 43 (17% , SiCH_3^+). $\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$ (108.6).

(Chlormethyl)diphenylsilan (8)

8 wurde in Anlehnung an Lit. 12 mit 70%iger Ausbeute dargestellt, Sdp. $102^\circ\text{C}/0.01$ Torr (Lit. 12: $180\text{--}190^\circ\text{C}/17$ mmHg). $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): δ 2.93 (d, J 3.1 Hz, 2H; SiCH_2Cl), 5.11 (t, J 3.0 Hz, $J(\text{SiH})$ 204.9 Hz, 1H; SiH), $7.1\text{--}7.2$ und $7.4\text{--}7.5$ (m, 10H; SiC_6H_5). $^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6): δ 26.5 (SiCH_2Cl), 128.4 ($m\text{-C}$), 130.5 ($p\text{-C}$), 131.7 ($i\text{-C}$), 135.7 ($o\text{-C}$). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -17.2 . IR (Film): 2160 cm^{-1} (SiH). MS: m/z = 232 (8% , M^+), 183 (100% , $M^+ - \text{CH}_2\text{Cl}$), 105 (10% , SiC_6H_5^+). $\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{ClSi}$ (232.8).

Dimethyl(thioacetoxy-S-methyl)silan (9)

Ein Gemisch aus 8.0 g (73.6 mmol) **7** und 10.1 g (88.4 mmol) Kaliumthioacetat in 90 ml THF wurde 24 h bei Raumtemperatur gerührt. Man entfernte das Lösungsmittel im Vakuum, nahm den Rückstand in 200 ml Petrolether auf, filtrierte über 50 g Kieselgel (aufgeschwemmt in Diethylether), befreite das Filtrat unter vermindertem Druck vom Lösungsmittel und destillierte den Rückstand im Vakuum fraktionierend über eine Vigreux-Kolonnen. Es wurden 6.9 g (63%) einer farblosen Flüssigkeit erhalten, Sdp. $82^\circ\text{C}/68$ Torr. $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 0.13 (d, J 3.6 Hz, 6H; SiCH_3), 2.12 (d, J 3.2 Hz, 2H; SiCH_2S), 2.31 (s, 3H; $\text{C}(\text{O})\text{CH}_3$), 3.95 (tsept, J 3.6 Hz, J 3.2 Hz, $J(\text{SiH})$ 192.1 Hz, 1H; SiH). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): δ -4.6 (SiCH_3), 11.7 (SiCH_2S), 30.1 ($\text{C}(\text{O})\text{CH}_3$), 196.4 ($\text{C}(\text{O})\text{CH}_3$). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -13.2 . $^{29}\text{Si-NMR}$ (CDCl_3): δ -13.7 . IR (Film): 2125 (SiH), 1695 cm^{-1} ($\text{C}=\text{O}$). MS: m/z 147 (31% , $M^+ - \text{H}$), 133 (76% , $M^+ - \text{CH}_3$), 105 (42% , $M^+ - \text{CH}_3\text{CO}$), 59 (67% , $M^+ - \text{CH}_2\text{SC}(\text{O})\text{CH}_3$), 43 (100% , SiCH_3^+ und/oder CH_3CO^+). Gef.: C, 40.7; H, 8.2; Si, 18.9. $\text{C}_3\text{H}_{12}\text{OSSi}$ (148.3) ber.: C, 40.50; H, 8.16; Si, 18.94%.

Diphenyl(thioacetoxy-S-methyl)silan (10)

10 wurde analog zu **9** aus 9.0 g (38.7 mmol) **8** und 5.3 g (46.4 mmol) Kaliumthioacetat in 45 ml THF hergestellt. Es wurden 8.0 g (76%) einer farblosen Flüssigkeit erhalten, die bei -20°C kristallisierte und sich aus Ether/Petrolether (1/5 (v/v)) bei -20°C umkristallisieren ließ. Sdp. $131^\circ\text{C}/0.001$ Torr, Schmp.

41°C. $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 2.26 (s, 3H; C(O)CH_3), 2.65 (d, J 3.7 Hz, 2H; SiCH_2S), 4.96 (t, J 3.6 Hz, $J(\text{SiH})$ 204.7 Hz, 1H; SiH), 7.3–7.4 und 7.5–7.6 (m, 10H; SiC_6H_5). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): δ 10.1 (SiCH_2S), 30.0 (C(O)CH_3), 128.1 (*m*-C), 130.2 (*p*-C), 132.2 (*i*-C), 135.1 (*o*-C), 195.8 (C(O)CH_3). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -16.8. IR (Film): 2140 (SiH), 1700 cm^{-1} (C=O). MS: m/z 271 (7%, $M^+ - \text{H}$), 257 (3%, $M^+ - \text{CH}_3$), 195 (100%, $M^+ - \text{C}_6\text{H}_5$), 183 (78%, $M^+ - \text{CH}_2\text{SC(O)CH}_3$), 105 (33%, SiC_6H_5^+). Gef.: C, 66.6; H, 6.0; Si, 10.1. $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{OSSi}$ (272.4) ber.: C, 66.13; H, 5.92; Si, 10.31%.

(Mercaptomethyl)dimethylsilan (11)

Zu einer Suspension von 5.62 g (148 mmol) LiAlH_4 in 100 ml Diethylether wurde unter Eiskühlung und Rühren innerhalb von 30 min eine Lösung von 27.43 g (185 mmol) **9** in 100 ml Diethylether/Pentan (1/1 (v/v)) getropft. Nach beendeter Zugabe ließ man 3.5 h unter Rückfluß rühren. Das erkaltete Reaktionsgemisch wurde vorsichtig durch Zugabe zu 200 ml 12.5%iger, eisgekühlter Salzsäure hydrolysiert. Man trennte die wässrige Phase ab, extrahierte diese dreimal mit je 40 ml Pentan, trocknete die vereinigten organischen Phasen über Na_2SO_4 , destillierte das Lösungsmittel unter Normaldruck über eine Vigreux-Kolonnen ab, destillierte den Rückstand fraktionierend über eine Vigreux-Kolonnen (die zur Destillation bestimmten Glasgeräte wurden durch 12stündiges Einwirken von konz. Salzsäure und anschließendes Trocknen auf 150°C vorbehandelt) und destillierte erneut. Es wurden 8.45 g (43%) einer farblosen, übel riechenden Substanz erhalten, Sdp. 104°C . $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): δ -0.03 (d, J 3.7 Hz, 6H; SiCH_3), 0.95 (t, J 7.2 Hz, 1H; SH), 1.36 (dd, J 7.1 Hz, J 2.9 Hz, 2H; SiCH_2S), 3.99 (m, $J(\text{SiH})$ 189.5 Hz, 1H; SiH). $^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6): δ -5.2 (SiCH_3), 5.6 (SiCH_2S). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -9.9. IR (Film): 2120 cm^{-1} (SiH). MS: m/z 105 (100%, $M^+ - \text{H}$), 91 (21%, $M^+ - \text{CH}_3$), 73 (43%, $M^+ - \text{SH}$), 59 (98%, $M^+ - \text{CH}_2\text{SH}$). Gef.: C, 33.9; H, 9.1. $\text{C}_3\text{H}_{10}\text{SSi}$ (106.3) ber.: C, 33.91; H, 9.49%.

(Mercaptomethyl)diphenylsilan (12)

Zu einer Suspension von 600 mg (15.8 mmol) LiAlH_4 in 30 ml Diethylether wurde bei 0°C unter Rühren innerhalb von 10 min eine Lösung von 5.37 g (19.7 mmol) **10** in 20 ml Diethylether getropft. Nach beendeter Zugabe ließ man 7 h unter Rückfluß rühren. Das erkaltete Reaktionsgemisch wurde unter starkem Rühren unter Eiskühlung zu 20 ml 12.5%iger Salzsäure gegeben, die wässrige Phase abgetrennt und diese dreimal mit je 20 ml Diethylether extrahiert. Man trocknete die vereinigten organischen Phasen über Na_2SO_4 , entfernte das Lösungsmittel unter vermindertem Druck und destillierte den Rückstand im Kugelrohrverdampfer ($100\text{--}130^\circ\text{C}/0.1\text{ Torr}$; die zur Destillation bestimmten Glasgeräte wurden durch 12stündiges Einwirken von konz. Salzsäure und anschließendes Trocknen bei 150°C vorbehandelt). Es wurden 3.06 g (67%) einer farblosen Flüssigkeit erhalten. $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 1.24 (t, J 7.2 Hz, 1H; SH), 2.19 (dd, J 7.1 Hz, J 3.4 Hz, 2H; SiCH_2S), 4.97 (t, J 3.5 Hz, $J(\text{SiH})$ 202.7 Hz, 1H; SiH), 7.3–7.6 (m, 10H; SiC_6H_5). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): δ 3.9 (SiCH_2S), 128.2 (*m*-C), 130.2 (*p*-C), 132.3 (*i*-C), 135.3 (*o*-C). $^{29}\text{Si-NMR}$ (C_6D_6): δ -13.3. IR (Film): 2130 cm^{-1} (SiH). MS: m/z 230 (25%, M^+), 183 (100%, $M^+ - \text{CH}_2\text{SH}$), 105 (9%, SiC_6H_5^+). Gef.: C, 68.5; H, 6.4; Si, 11.8. $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{SSi}$ (230.4) ber.: C, 67.77; H, 6.12; Si, 12.19%.

Untersuchungen zur thermischen Stabilität von 9 und 10

Eine ca. 1 M Lösung von **9** bzw. **10** in C₆D₆ wurde im abgeschmolzenen NMR-Röhrchen 30 h auf 180 °C erhitzt. ¹H-NMR-spektroskopisch konnte keine Veränderung festgestellt werden.

Danksagung

Diese Arbeit wurde dankenswerterweise von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und vom Fonds der Chemischen Industrie unterstützt. Der Bayer AG danken wir für großzügige Chemikalienspenden.

Literatur

- 1 R. Tacke, H. Lange und A. Bentlage, Chem. Ber., 115 (1982) 3673.
- 2 R. Tacke und H. Lange, Chem. Ber., 116 (1983) 3685.
- 3 R. Tacke, M. Link, A. Bentlage-Felten und H. Zilch, Z. Naturforsch. B, 40 (1985) 942.
- 4 R. Tacke, M. Link und H. Zilch, Chem. Ber., 118 (1985) 4637.
- 5 S. Sarge, H.K. Cammenga, B. Becker, R. Rohr-Aehle und R. Tacke, J. Thermal Analysis, 33 (1988) 1185.
- 6 R. Tacke und R. Rohr-Aehle, J. Organomet. Chem., 354 (1988) 139.
- 7 I.I. Lapkin und A.S. Novichkova, J. Gen. Chem. USSR, 43 (1973) 775; Übersetzung aus: Zh. Obshch. Khim., 43 (1973) 776.
- 8 R.J.P. Corriu, F. Larcher und G. Royo, J. Organomet. Chem., 129 (1977) 299.
- 9 R. Tacke, H. Lange und M.T. Attar-Bashi, Liebigs Ann. Chem., (1982) 1946.
- 10 D. Brandes, J. Organomet. Chem. Libr., 7 (1979) 257.
- 11 H. Schmidbaur und S. Waldmann, Chem. Ber., 97 (1964) 3381.
- 12 Z.V. Belyakova und S.A. Golubtsov, J. Gen. Chem. USSR, 31 (1961) 2966; Übersetzung aus: Zh. Obshch. Khim., 31 (1961) 3178.