



Supporting Information

© Wiley-VCH 2006

69451 Weinheim, Germany

Developing a Functional Group Chemistry of Organolithium Compounds: Photochemical [2+2] Cycloaddition of Alkenyl-substituted Li-Cyclopentadienides

Jan Paradies, Gerhard Erker*, Roland Fröhlich

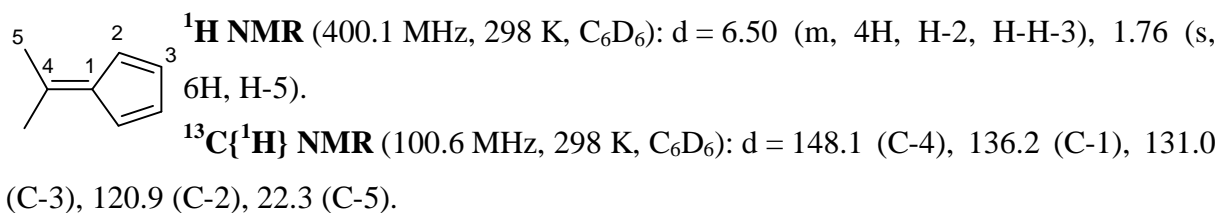
[*] Dipl. Chem. J. Paradies, Prof. Dr. G. Erker, Dr. R. Fröhlich
Organisch-Chemisches Institut der Universität Münster
Corrensstrasse 40, 48149 Münster, Germany
Fax: (+49)251-833-36503
E-mail: erker@uni-muenster.de

Darstellung der Fulvene

Darstellung von 6,6-Dimethylfulven (6a)

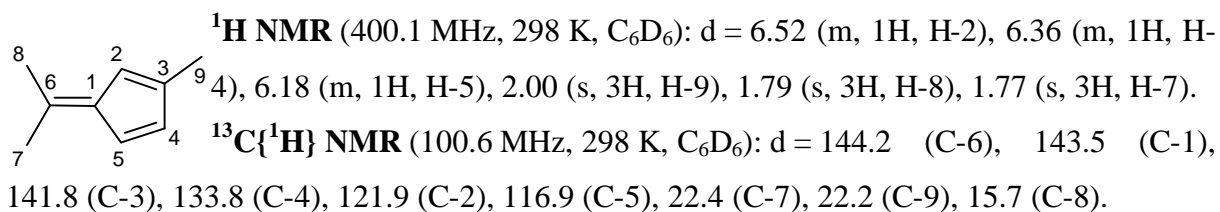
Zu einer Lösung von 16.5 g (20 mL, 250 mmol) frisch destillierten Cyclopentadien (**5a**) und 5.37 g (6.88 mL, 92.6 mmol) Aceton in 50 mL Methanol werden bei 0 °C 15.3 mL (13.1 g, 185 mmol) Pyrrolidin langsam zugetropft. Nach beendeter Zugabe läßt man 2 Stunden bei dieser Temperatur rühren. Die Lösung wird unter Eiskühlung mit Eisessig neutralisiert. Nach Zugabe von 50 mL Wasser und ebensoviel Volumen Pentan werden die Phasen getrennt und die wäßrige Phase noch mit jeweils 50 mL Pentan extrahiert. Die vereinte organische Phase wird mit Magnesiumsulfat getrocknet, das Trockenmittel abfiltriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Das Rohprodukt wird im Vakuum (1 mbar) bei 60 °C destilliert.

Ausbeute: 20.8 g (196 mmol, 79%)



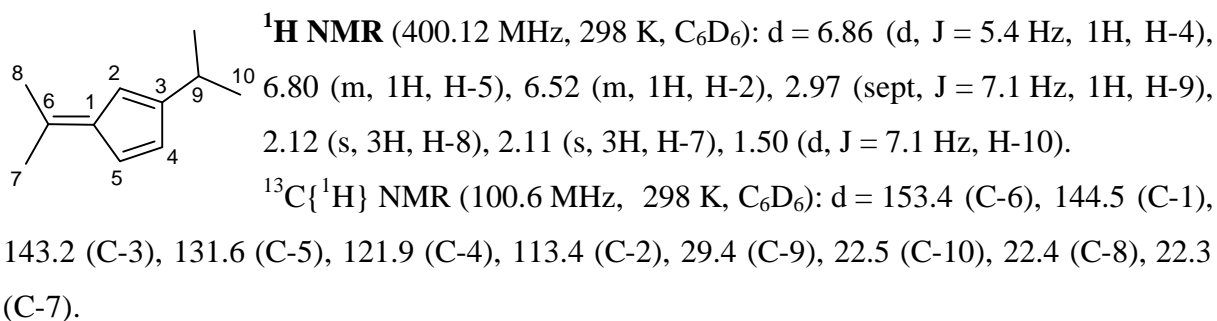
Darstellung von 3,6,6-Trimethylfulven (6b)

Zu einer Lösung von 30.0 g (374 mmol) frisch destillierten Methylcyclopentadien (**5b**) und 27.5 mL (21.8 g, 374 mmol) Aceton in 250 mL Methanol werden unter Eiskühlung 77.32 mL (66.5 g, 935 mmol) Pyrrolidin langsam zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird weitere zwei Stunden bei dieser Temperatur gerührt und anschließend ebenfalls unter Eiskühlung mit Eisessig neutralisiert. Nach versetzen mit 50 mL Pentan wird die organische Phase abgetrennt und die wäßrige drei Mal mit je 50 mL Pentan extrahiert. Die vereinte organische Phase wird über Magnesiumsulfat getrocknet, das Trockenmittel abfiltriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Das Rohprodukt wird im Vakuum bei 75 °C und 1 mbar destilliert. Man erhält 25.5 g (221 mmol, 59%) des leuchtend gelben Fulvens.



Darstellung von 3-Isopropyl-6,6-dimethylfulven (6c)

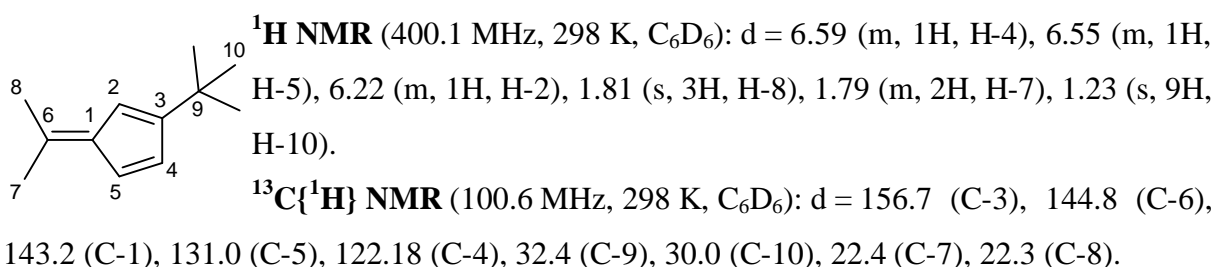
Zu einer Lösung von 21.6 g (200 mmol) *iso*Propylcyclopentadien (**5c**) und 14.6 mL (11.6 g, 200 mmol) Aceton in 250 mL Methanol werden bei 0 °C 33.1 mL (28.4 g, 400 mmol) Pyrrolidin langsam zugetropft. Man läßt 3 Stunden bei dieser Temperatur rühren und neutralisiert vorsichtig die leuchtend gelbe Lösung mit Essigsäure. Es wird mit 50 mL Pentan und 100 mL Wasser versetzt und die organische Phase abgetrennt. Die wäßrige Phase wird noch vier Mal mit je 50 mL Pentan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden über Magnesiumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Das zurückbleibende gelbe Öl wird im Vakuum (18 mbar) bei 90 °C destilliert. Man erhält 17.2 g (116 mmol, 58%) des Fulvens, welches im Tiefkühlschrank gelagert wird.



Darstellung von 3-tertButyl-6,6-dimethylfulven (6e)

Zu einer Lösung von 30 g (246 mmol) *tert*Butylcyclopentadien (**5e**) und 9.5 g (12.2 mL, 164 mmol) Aceton in 100 mL Methanol werden bei 0 °C 33.6 mL (28.9 g, 410 mmol) Pyrrolidin langsam zugegeben. Nach beendeter Zugabe läßt man 2 Stunden bei dieser Temperatur rühren. Die Lösung wird unter Eiskühlung mit Eisessig neutralisiert. Nach Zugabe von 50 mL Wasser und ebensoviel Volumen Pentan werden die Phasen getrennt und die wäßrige Phase noch mit jeweils 50 mL Pentan extrahiert. Die vereinte organische Phase wird über Magnesiumsulfat getrocknet, das Trockenmittel abfiltriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Das Rohprodukt wird im Vakuum ($5 \cdot 10^{-3}$ mbar) bei 40 °C destilliert.

Ausbeute: 17.5 g (116 mmol, 72%).

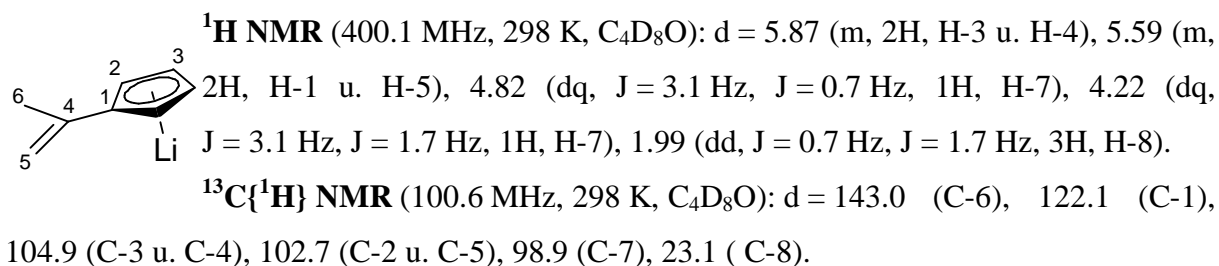


Darstellung der Lithiumcyclopentadieniden

Darstellung von 1-Methyl-1-cyclopentadienyl-ethenyllithium (7a)

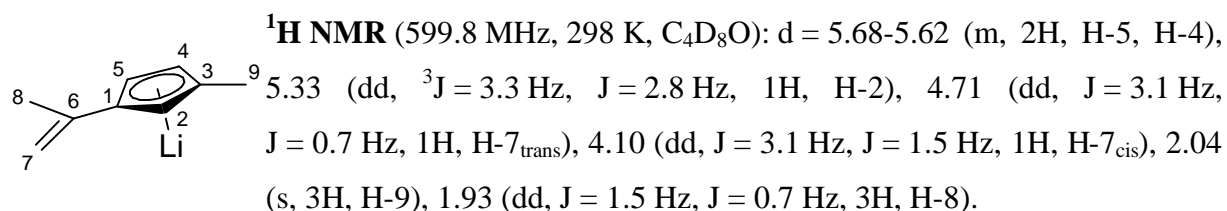
Zu einer Lösung von 6.11 g (65.7 mmol) Lithiumdiisopropylamid in 100 mL trockenem Diethylether werden bei 0 °C 6.98 g (65.7 mmol) 6,6-Dimethylfulven (**6a**) in 10 mL trockenem Diethylether langsam zugegeben. Man läßt zwei Stunden bei dieser Temperatur

rühren und entfernt anschließend das Kältebad. Nach weiteren zwei Stunden rühren bei Raumtemperatur wird das weiß ausfallende Lithiumsalz direkt auf einer Schutzgasfritte gesammelt. Der weiße Feststoff wird zunächst zwei Mal mit je 10 mL Diethylether und anschließend zwei Mal mit je 10 mL Pentan gewaschen. Das Produkt wird im Ölpumpenvakuum getrocknet. Man erhält 5.90 g (52.7 mmol, 80%) des Produktes als weißen Feststoff.



Darstellung von 1-Methyl-1-(3-methylcyclopentadienyl)ethenyllithium (7b)

Zu einer Lösung von 8.90 g (83.3 mmol) Lithiumdiisopropylamid in 100 mL Diethylether werden bei 0 °C 10.0 g (83.3 mmol) 3,6,6-Trimethylfulven (**2**) in 30 mL Diethylether vorgelöst langsam zugetropft. Man läßt zwei Stunden bei dieser Temperatur rühren und entfernt dann das Kältebad. Nach Rühren über Nacht fällt ein weißer Feststoff aus, der auf einer Schutzgasfritte gesammelt wird. Der Feststoff wird zwei Mal mit je 20 mL Diethylether und mit je 30 mL Pentan gewaschen und im Ölpumpenvakuum getrocknet. Man erhält 7.43 g (58.9 mmol, 71%) des Lithiumsalzes als weißen Feststoff.



$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 298 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 142.8 (C-6), 120.8 (C-1), 115.3 (C-3), 104.9 (C-2), 101.9 (C-4), 100.3 (C-5), 97.9 (C-7), 22.8 (C-8), 15.5 (C-9).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.68/100.3 (H-5/C-5), 5.67/101.9 (H-4/C-4), 5.33/104.9 (H-2/C-2), 4.71/97.9 (H-7_{trans}/C-7), 4.10/97.9 (H-7_{cis}/C-7), 2.04/15.48 (H-9/C-9), 1.93/22.9 (H-8/C-8).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.68/120.8, 115.3, 104.9, 101.9 (H-5/C-1, C-3, C-2, C-4), 5.67/120.8, 115.3, 104.9, 100.3 (H-4/C-1, C-3, C-5, C-5), 5.33/120.8, 155.3, 101.9,

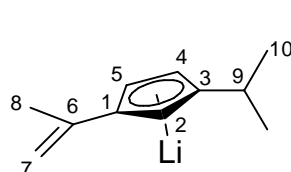
100.3 (H-2/C-1, C-3, C-4, C-5), 4.71/120.8, 22.9 (H-7_{trans}/C-1, C-8), 4.10/120.8, 22.9 (H-7_{cis}/C-1, C-8), 2.04/115.3, 104.9, 101.9 (H-9/C-3, C-2, C-4), 1.93/142.8, 120.8, 97.9 (H-8/C-6, C-1, C-7).

⁷Li DNMR (233.1 MHz): d = -7.4 (278K), -7.3 (268K), -7.3 (258K), -7.2 (248K), -7.1 (238K), -6.9 (228K), -6.8 (218K), -6.2 (208K), -5.9 (198K), -6.2, -12.2 (188K), -6.5, -12.1 (178K), -6.8, -12.1, -12.3 (168K).

Elementaranalyse: C₉H₁₁Li (126.125 g/mol): ber. C 85.71%, H 8.79%, gef. C 85.02%, H 9.27%

Darstellung von 1-Methyl-1-(3-isopropylcyclopentadienyl)ethenyllithium (7c)

Zu einer Lösung von 7.22 g (67.5 mmol) Lithiumdiisopropylamid in 80 mL Diethylether werden bei 0 °C 10.0 g (67.5 mmol) 3-Isopropyl-6,6-dimethylfulven (**3**) in 30 mL Diethylether vorgelöst langsam zugetropft. Nach beendeter Zugabe läßt man über Nacht auf Raumtemperatur erwärmen und sammelt den ausfallenden weißen Feststoff auf einer Schutzgasfritte. Der weiße Feststoff wird mit je 20 mL Diethylether und je 30 mL Pentan gewaschen und das Produkt im Ölpumpenvakuum getrocknet (7.52 g, 48.8 mmol, 72%).

 ¹H NMR (599.8 MHz, 298 K, C₄D₈O): d = 5.76 (pt, J = 2.4 Hz, 1H, H-2), 5.70 (dd, J = 3.3 Hz, J = 2.4 Hz, 1H, H-4), 5.46 (dd, J = 3.3 Hz, J = 2.4 Hz, 1H, H-5), 4.76 (dd, J = 3.1 Hz, J = 0.7 Hz, 1H, H-7_{trans}), 4.16 (dd, J = 3.1 Hz, J = 1.4 Hz, 1H, H-7_{cis}), 2.75 (q, J = 7.1 Hz, 1H, H-9), 1.96 (dd, J = 1.44 Hz, J = 0.7 Hz, 3H, H-8), 1.21 (s, 6H, H-10).

¹³C{¹H} NMR (150.8 MHz, 298 K, C₄D₈O): d = 142.8 (C-6), 129.0 (C-3), 120.2 (C-1), 102.1 (C-5), 101.1 (C-4), 98.0 (C-7), 29.6 (C-9), 25.8 (C-10), 22.9 (C-8).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.56/101.5 (H-5/C-5), 5.70/101.0 (H-4/C-4), 4.77, 4.17/98.1 (H-7_{cis/trans}/C-7), 1.21/33.6 (H-10/C-10), 1.96/22.9 (H-8/C-8).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.76/129.0, 120.2, 102.1, 101.1 (H-2/C-3, C-1, C-5, C-4), 5.70/129.0, 120.2, 102.1, 99.5 (H-4/C-3, C-1, C-5, C-2), 5.46/129.0, 120.2, 101.1, 99.5 (H-5/C-3, C-1, C-4, C-2), 4.76/120.2, 22.9 (H-7_{trans}/C-1, C-8), 4.16/120.2, 22.9 (H-7_{cis}/C-1, C-8), 1.96/142.8, 120.2, 98.0 (H-8/C-6, C-1, C-7), 1.15/129.0, 29.6, 25.8 (H-10/C-3, C-9, C-10).

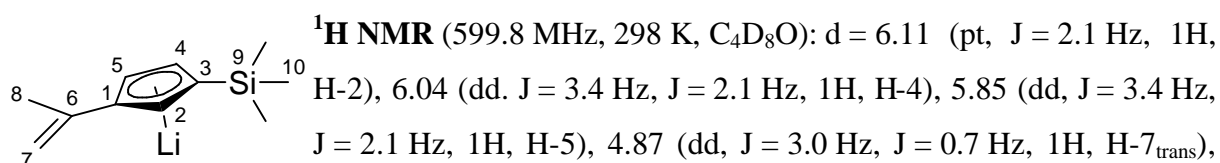
^7Li DNMR (233.1 MHz): $d = -7.5$ (278K), -7.5 (268K), -7.5 (258K), -7.3 (248K), -7.2 (238K), -6.8 (228K), -5.6 (218K), -4.9 , -12.0 (208K), -5.0 , -12.0 (198K), -6.2 , -12.2 (188K), -1.5 , -6.7 , -12.2 (178K), -1.2 , -6.8 , -12.2 , -12.3 (168K).

Elementaranalyse: $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{Li}$ (154.178 g/mol): ber. C 85.69%, H 9.81%, gef. C 85.01%, H 9.24%

Darstellung von 1-Methyl-1-(3-trimethylsilylcyclopentadienyl)ethynyllithium (7d)

Zu einer Lösung von 7.5 g (66.9 mmol) 1-Methyl-1-cyclopentadienyl-ethynyllithium (**5**) in 50 mL Tetrahydrofuran werden bei 0 °C 10.3 mL (8.72 g, 80.3 mmol) Chlortrimethylsilan langsam zugetropft. Man läßt eine Stunde bei dieser Temperatur rühren wobei ein weißer Feststoff ausfällt. Das Kältebad wird entfernt und noch weitere zwei Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Die Reaktion wird durch Zugabe von 30 mL Wasser und 30 mL Diethylether beendet. Nach Phasentrennung wird die wäßrige Phase zwei Mal mit je 40 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigte organische Phase wird über Magnesiumsulfat getrocknet und das Trockenmittel abfiltriert. Nach entfernen des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer bleibt ein gelbliches Öl zurück. Nach säulenchromatographischer Aufreinigung (Laufmittel: Pentan) erhält man 6.56 g (37.0 mmol, 55%) eines Isomergemisches von Trimethyl-(3-(prop-1-en-2-yl)cyclopenta-2,4-dienyl)silan als schwach gelbes Öl.

Zu einer Lösung von 1.81 g (16.9 mmol) Lithiumdiisopropylamid in 50 mL Diethylether werden bei 0 °C eine Lösung von 3.00 g (16.9 mmol) Trimethyl-(3-(prop-1-en-2-yl)cyclopenta-2,4-dienyl)silan in 10 mL Diethylether zugetropft. Nach rühren über Nacht fällt das Produkt als weißer Feststoff aus und wird auf einer Schutzgasfritte gesammelt. Das Produkt wird zwei Mal mit je 10 mL Diethylether und anschließend zwei Mal mit je 10 mL Pentan gewaschen. Nach trocknen im Ölpumpenvakuum erhält man 2.86 g (15.6 mmol, 92%) des Lithiumsalzes als weißen Feststoff.



4.27 (dd, $J = 3.0$ Hz, $J = 1.4$ Hz, 1H, H-7_{cis}), 2.00 (dd, $J = 1.4$ Hz, $J = 0.7$ Hz, 3H, H-8), 0.11 (s, 9H, H-10).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 298 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): $\delta = 142.6$ (C-6), 125.2 (C-1), 112.6 (C-5), 111.2 (C-3), 110.1 (C-2), 105.5 (C-4), 99.8 (C-7), 23.1 (C-8), 1.3 (C-10).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): $\delta = 6.11/110.1$ (H-2/C-2), 6.04/105.5 (H-4/C-4), 5.85/112.62 (H-5/C-5), 4.87/99.8 (H-7_{trans}/C-7) 4.27/99.8 (H-7_{cis}/C-7), 2.00/23.1 (H-8/C-8), 0.11/1.3 (H-10/C-10).

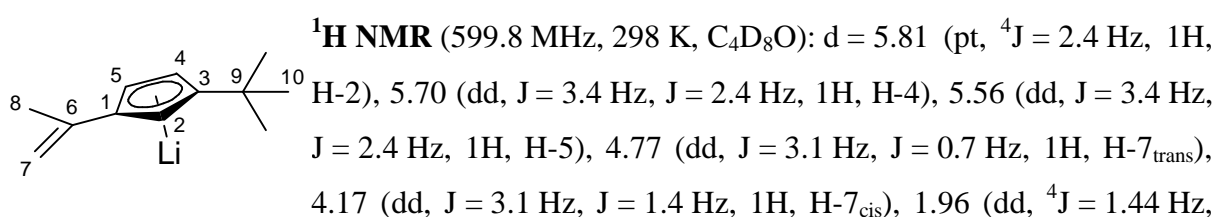
GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): $\delta = 6.11/125.2$, 112.6, 111.2, 105.5 (H-2/C-1, C-5, C-3, C-4), 6.04/125.2, 112.6, 111.2, 110.1 (H-4/C-1, C-5, C-3, C-2), 5.85/125.2, 111.2, 110.1, 105.5 (H-5/C-1, C-3, C-2, C-4), 4.87/125.2, 23.1 (H-7_{trans}/C-1, C-8) 4.27/125.2, 23.1 (H-7_{cis}/C-7), 2.00/142.6, 125.2, 99.8 (H-8/C-6, C-1, C-7), 0.11/111.2, 1.3 (H-10/C-3, C-10).

^7Li DNMR (233.1 MHz): $\delta = -7.6$ (298K), -7.5 (288K), -7.5 (278K), -7.4 (268K), -7.4 (258K), -7.1 (248K), -6.5 (238K), -5.9 (228K), -5.4 , -12.2 (218K), -5.0 , -12.4 (208K), -4.7 , -12.4 (198K), -4.5 , -12.5 (188K), -4.5 , -12.4 , -12.5 (178K).

Elementaranalyse: $\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{SiLi}$ (126.125 g/mol): ber. C 72.09%, H 8.80%; gef. C 71.80%, H 9.36%

Darstellung von 1-Methyl-1-(3-tertbutylcyclopentadienyl)ethenyllithium (7e)

Zu einer Lösung von 12.3 g (115 mmol) Lithiumdiisopropylamid in 150 mL trockenem Diethylether werden bei 0 °C 17.3 g (115 mmol) 3-tertButyl-6,6-dimethylfulven (**6e**) in 50 mL trockenem Diethylether langsam zugetropft. Man läßt zwei Stunden bei dieser Temperatur rühren und entfernt anschließend das Kältebad. Nach weiteren zwei Stunden rühren bei Raumtemperatur wird das weiß ausfallende Lithiumsalz direkt auf einer Schutzgasfritte gesammelt. Der weiße Feststoff wird zunächst zwei Mal mit je 20 mL Diethylether und anschließend zwei Mal mit je 30 mL Pentan gewaschen. Das Produkt wird im Ölpumpenvakuum getrocknet. Man erhält 13.9 g (89.7 mmol, 78%) des Produktes als weißen Feststoff.



$J = 0.7$ Hz, 3H, H-8), 1.21 (s, 9H, H-10).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 298 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): $\delta = 143.0$ (C-6), 132.4 (C-3), 119.9 (C-1), 101.5 (C-5), 101.0 (C-4), 98.8 (C-2), 98.1 (C-7), 32.3 (C-9), 33.6 (C-10), 22.9 (C-8).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): $\delta = 5.56/101.5$ (H-5/C-5), 5.70/101.0 (H-4/C-4), 4.77, 4.17/98.1 (H-7_{cis/trans}/C-7), 1.21/33.6 (H-10/C-10), 1.96/22.9 (H-8/C-8).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): $\delta = 5.81/132.4$, 119.9, 101.5, 101.0 (H-2/C-3, C-1, C-5, C-4), 5.70/132.4, 119.9, 101.5, 98.8 (H-4/C-3, C-1, C-5, C-2), 5.56/132.4, 119.9, 101.0, 98.8 (H-5/C-3, C-1, C-4, C-2), 4.77/143.0, 119.9, 22.9 (H-7_{trans}/C-6, C-1, C-8), 4.17/143.0, 119.9, 22.9 (H-7_{cis}/C-6, C-1, C-8), 1.96/143.0, 119.9, 98.1 (H-8/C-6, C-1, C-7), 1.21/132.4, 33.6, 32.3 (H-10/C-3, C-10, C-9).

^7Li DNMR (233.1 MHz): $\delta = -7.5$ (298K), -7.4 (278K), -7.4 (268K), -7.4 (258K), -7.1 (248K), -6.2 (238K), -5.1 (228K), -4.6, -12.1 (218K), -3.8, -12.2 (208K), -1.9, -12.2 (198K), -1.3, -12.2, -12.3 (188K), -1.3, -12.2, -12.3 (178K), -1.1, -12.2, -12.3 (168K).

Elementaranalyse: $\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{Li}$ (168.073 g/mol): ber. C 85.69%, H 10.19%, gef. C 85.28%, H 10.88%

X-ray crystal structure analysis of **8e**: formula $\text{C}_{18}\text{H}_{33}\text{LiN}_2$, $M = 284.40$, yellow crystal 0.60 x 0.30 x 0.30 mm, $a = 9.587(1)$, $b = 14.916(1)$, $c = 27.077(1)$ Å, $V = 3872.0(5)$ Å³, $\rho_{\text{calc}} = 0.976$ g cm⁻³, $\mu = 0.056$ mm⁻¹, empirical absorption correction ($0.967 \leq T \leq 0.984$), $Z = 8$, orthorhombic, space group *Pbca* (No. 61), $\rho = 0.71073$ Å⁻¹, $T = 198$ K, θ and ϕ scans, 24431 reflections collected ($\pm h, \pm k, \pm l$), $[(\sin \theta)/\lambda] = 0.59$ Å⁻¹, 3401 independent ($R_{\text{int}} = 0.056$) and 2199 observed reflections [$I \geq 2 \sigma(I)$], 214 refined parameters, $R = 0.075$, $wR^2 = 0.240$, max. residual electron density 0.27 (-0.26) e Å⁻³, hydrogen atoms calculated and refined as riding atoms, *tert.*-butyl group refined with split positions (ratio 0.83 to 0.17(1)), minor component only with isotropic thermal parameters. Data set was collected with a Nonius KappaCCD diffractometer, equipped with a rotating anode generator. Programs used: data collection COLLECT (Nonius B.V., 1998), data reduction Denzo-SMN (Z. Otwinowski, W. Minor, *Methods in Enzymology*, **1997**, 276, 307-326), absorption correction Denzo (Z. Otwinowski, D. Borek, W. Majewski, W. Minor, *Acta Cryst.* **2003**, A59, 228-234) and SORTAV (R.H. Blessing, *Acta Cryst.* **1995**, A51, 33-37; R.H. Blessing, *J. Appl. Cryst.* **1997**, 30, 421-426), structure solution SHELXS-97 (G.M. Sheldrick, *Acta Cryst.* **1990**, A46, 467-473), structure

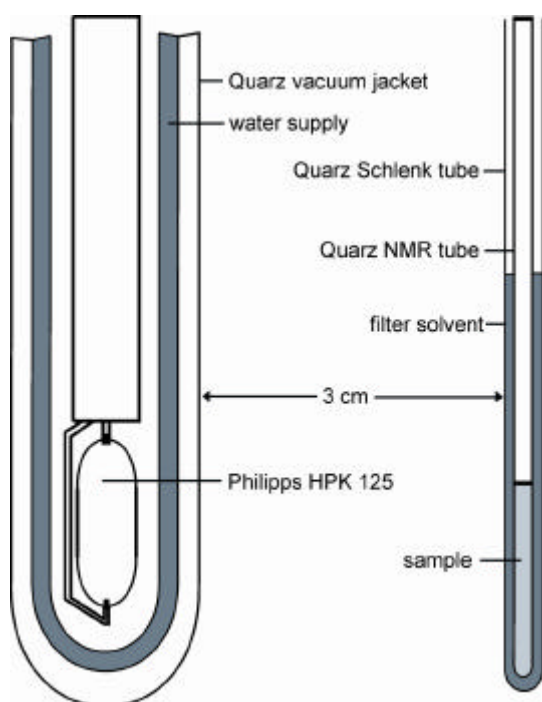
solution SHELXS-97 (G.M. Sheldrick, *Acta Cryst.* **1990**, *A46*, 467-473), structure refinement SHELXL-97 (G.M. Sheldrick, Universität Göttingen, 1997), graphics SCHAKAL (E. Keller, Universität Freiburg, 1997).

CCDC 286924 contains the supplementary crystallographic data for this paper. These data can be obtained free of charge at www.ccdc.cam.ac.uk/conts/retrieving.html [or from the Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ, UK; fax: (internat.) +44(1223)336-033, E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk].

Darstellung der cyclobutyl-substituierten Lithiumsalze durch photochemisch induzierte [2+2] Cycloaddition

Allgemeine Vorschrift zur Darstellung der 1,2-Bis(3-alkylcyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutyl-lithiumsalzen

Eine ca. 0.26 M Lösung des entsprechenden Ethenyllithiumsalzes (ca. 22 mg in 0.5 mL TDF) in TDF werden in ein Quarz NMR-Röhrchen gefüllt. Dieses wird mit einem Septum verschlossen und in ein 1 cm dickes und ca. 20 cm langes Schlenkrohr gegeben. Um das Röhrchen wird nun mit einer Spritze 5 mL trockenes Aceton gefüllt (der Flüssigkeitsspiegel des Aceton muß oberhalb der TDF-Lösung sein). Dieses Schlenkrohr wird wie in der Abbildung gezeigt in ein durch einen Kryostaten auf -90 °C gekühltes Kältebad mit THF als Kühlflüssigkeit in einem Abstand von ca. 3 cm vom Quarzfilter entfernt montiert. Die Probe wird entsprechend der Zeitangaben mit einer Philips-HPK-Hg-Hochdrucklampe (125 W) bestrahlt.



Bei Belichtungszeiten über zwei Tagen muß das Aceton ausgewechselt werden, da dieses ebenfalls photochemisch umgewandelt wird.

Eintrag	Belichtungszeit / d	Umsatz / %
7e	2	95
7d	3	83
7c	3	61
7b	4	39

Darstellung von 1,2-Bis(3-tertbutyl-cyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutylen-lithium (10e)

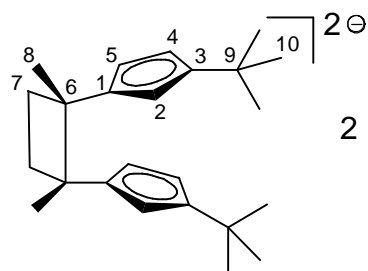
Eine NMR-Probe von **7e** wird wie oben beschrieben vorbereitet und 48 Stunden bei $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit UV-Licht bestrahlt, wobei verschiedene Filtersysteme verwendet werden. Die Umsetzung in Abhängigkeit der Filter ist in der folgenden Tabelle aufgeführt.

Eintrag	Filter	Temperatur / $^{\circ}\text{C}$	Belichtungszeit / Tagen	Umsatz / %
1	Pyrex/Ethanol/THF/TDF	-40	4	10
2	Pyrex/Ethanol/THF/TDF	-90	4	10
3	Quarz/Ethanol/THF/TDF	-40	4	30
4	Quarz/Ethanol/THF/TDF	-90	2	30
5	Quarz/THF/THF/TDF	-90	2	30
6	Quarz/Aceton/THF/TDF	-90	2	95
7	Quarz/THF/Aceton/TDF	-90	1	55
8	Quarz/THF/Toluol	-90	1	65
9	Quarz/THF/Aceton/TDF	-90	1.5	96

ca. 0.26 M Lösung in TDF

Durch Verwendung der Probe aus Eintrag 9 mit dem Filtersystem 5 erhält man die Cycloreversionsprodukte zu 70% und 30% cyclisiertes Lithiumsalz ohne Anzeichen von Zersetzungsprodukten.

Das Produkt kann ebenfalls durch Belichten (Philips-HPK-Hg-Hochdrucklampe, 125 W) mit einem Pyrexfilter bei Raumtemperatur vollständig geöffnet werden.



$^1\text{H NMR}$ (599.8 MHz, 348 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 5.23 (m, 1H, H-2), 5.17 (m, 1H, H-4), 5.15 (m, 1H, H-5), 2.49 (m_{AA'BB'}, 1H, H-7_{cis}), 1.83 (m_{AA'BB'}, 1H, H-7_{trans}), 1.47 (s, 3H, H-8), 1.09 (s, 9H, H-10).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 348 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 129.4 (C-3), 127.1 (C-1), 102.9 (C-5), 101.3 (C-2), 97.6 (C-4), 48.3 (C-6), 33.3 (C-10), 32.1 (C-9), 31.3 (C-7), 25.9 (C-8).

4), 48.3 (C-6), 33.3 (C-10), 32.1 (C-9), 31.3 (C-7), 25.9 (C-8).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.23/101.3 (H-2/C-2), 5.17/97.1 (H-4/C-4), 5.15/102.9 (H-5/C-5), 2.49/31.3 (H-7_{cis}/C-7), 1.83/31.3 (H-7_{trans}/C-7), 1.47/26.1 (H-8/C-8), 1.09/33.3 (H-10/C-10).

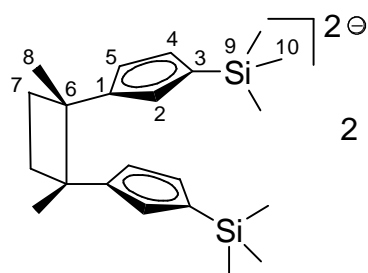
GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 2.49/127.1, 25.9 (H-7_{cis}/C-1, C-8), 1.83/127.1, 25.9 (H-7_{trans}/C-1, C-8), 1.47/127.1, 48.3 (H-8/C-1, C-6), 1.09/129.4, 33.3, 32.1 (H-10/C-3, C-10, C-9) (Kopplungen der Cp-H mit Cp-C werden nicht beobachtet).

NOE (599.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): d = 2.49/5.23, 5.15, 1.83, 1.47, 1.09 (H-7_{cis}/ H-2, H-5, H-7_{trans}, H-8, H-10), 1.83/2.49, 1.47, 1.09 (H-7_{trans}/H-7_{cis}, H-8, H-10).

⁷Li D-NMR (233.1 MHz): δ = -9.1 (328K), -8.7 (318K), -8.0 (308K), -7.3, -12.5 (288K), -7.2, -12.6 (278K), -6.8, -12.7 (268K), -6.5, -12.7 (258K), -12.4, -12.7 (248K), -12.4, -12.5, -12.8 (238K), -2.6, -12.4, -12.5, -12.8 (228K), -1.8, -12.3, -12.4, -12.6 (218K), -1.4, -12.3, -12.4, -12.6 (208K), -1.3, -12.3, -12.4, -12.5 (198K).

Darstellung von 1,2-Bis(3-trimethylsilyl-cyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutylenlithium (10d)

Eine NMR-Probe von **7d** wird wie oben beschrieben vorbereitet und 36 Stunden bei -90 °C mit UV-Licht und bestrahlt. Es wird ausschließlich das Filtersystem Quarz/THF/Aceton/TDF verwendet. Man erhält 83% des Cyclisierungsproduktes.



¹H NMR (599.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): d = 5.49-5.41 (m, 3H, H-2, H-4, H-5), 2.52 (m_{AA'}BB', 1H, H-7_{cis}), 1.86 (m_{AA'}BB', 1H, H-7_{trans}), 1.48 (s, 3H, H-8), -0.01 (s, 9H, H-10).

¹³C{¹H} NMR (150.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): d = 132.5 (C-1), 112.7 (C-3), 111.4 (C-2), 109.3 (C-5), 108.8 (C-

4), 48.5 (C-6), 31.5 (C-7), 25.9 (C-8), 1.19 (C-10).

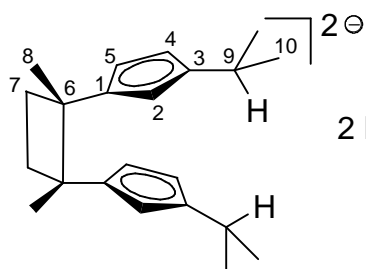
GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.46/111.4 (H-2/C-2), 5.46/108.8 (H-4/C-4), 5.44/109.3 (H-5/C-5), 2.52/31.5 (H-7_{cis}/C-7), 1.86/31.5 (H-7_{trans}/C-7), 1.48/25.9 (H-8/C-8), -0.01/1.19 (H-10/C-10).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.46/132.5, 112.7, 111.4, 109.3, 108.8, (H-2 u. H-4 u. H-5/C-1, C-3, C-5, C-4), 2.52/132.5, 48.5, 25.9 (H-7_{cis}/C-1, C-6, C-8), 1.86/132.5, 48.5, 25.9 (H-7_{trans}/C-1, C-6, C-8), 1.48/132.5, 48.5, 31.5, 25.9 (H-8/C-1, C-6, C-7, C-8), -0.01/112.7, 1.19 (H-10/C-3, C-10).

NOE (599.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): $d = 2.52/5.54, 5.43, 1.86, 1.48, -0.01$ (H-7_{cis}/H-2, H-5, H-7_{trans}, H-8, H-10), $1.86/2.52, 1.48, -0.01$ (H-7_{trans}/H-7_{cis}, H-8, H-10).

Darstellung von 1,2-Bis(3-isopropyl-cyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutyl-lithium (10c)

Eine NMR-Probe von **7c** wird wie oben beschrieben vorbereitet und vier Tage bei -90 °C mit UV-Licht und bestrahlt. Es wird ausschließlich das Filtersystem Quarz/THF/Aceton/TDF verwendet. Man erhält 61% des Cyclisierungsproduktes.



¹H NMR (599.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): $d = 5.16$ (m, 1H, H-2), 5.12 (m, 1H, H-4), 5.10 (m, 1H, H-5), 2.56 (sep, ³J = 6.9 Hz, 1H, H-9), 2.45 (m_{AA'}BB', 1H, H-7_{cis}), 1.82 (m_{AA'}BB', 1H, H-7_{trans}), 1.45 (s, 3H, H-8), 1.03 (dd, ³J = 6.9 Hz, J = 3.0 Hz).

¹³C{¹H} NMR (150.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): $d = 127.5$ (C-1), 126.2 (C-3), 102.7 (C-4), 102.2 (C-2), 97.9 (C-5), 48.3 (C-6), 31.3 (C-7), 29.1 (C-9), 25.9 (C-8), 25.8 (C-10).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): $d = 5.16/102.2$ (H-2/C-2), $5.12/102.7$ (H-4/C-4), $5.10/97.6$ (H-5/C-5), $2.56/29.1$ (H-9/C-9), $2.45/31.3$ (H-7_{cis}/C-7), $1.82/31.3$ (H-7_{trans}/C-7), $1.45/25.9$ (H-8/C-8), $1.03/25.8$ (H-10/C-10).

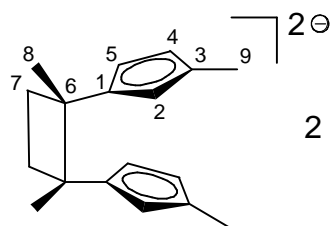
GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): $d = 2.45/127.5, 48.3, 31.3, 25.9$ (H-7_{cis}/C-1, C-6, C-7, C-8), $1.82/127.5, 48.3, 31.3, 25.9$ (H-7_{trans}/C-1, C-6, C-7, C-8), $1.45/127.5, 48.3, 31.3$ (H-8/C-1, C-6, C-7), $1.03/126.2, 29.7, 25.8$ (H-10/C-3, C-9, C-10).

(Kopplungen der Cp-H mit Cp-C werden nicht beobachtet)

NOE (599.8 MHz, 348 K, C₄D₈O): $d = 2.45/\text{alle Resonanzen}, 1.82/\text{alle Resonanzen}$

Darstellung von 1,2-Bis(3-methyl-cyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutyl-lithium (10b)

Eine NMR-Probe von **7b** wird wie oben beschrieben vorbereitet und vier Tage bei -90 °C mit UV-Licht und bestrahlt. Es wird ausschließlich das Filtersystem Quarz/THF/Aceton/TDF verwendet. Man erhält 39% des Cyclisierungsproduktes.



$^1\text{H NMR}$ (599.8 MHz, 348 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 5.08 (m, 1H, H-2), 5.05 (m, 1H, H-4), 4.99 (m, 1H, H-5), 2.39 ($m_{\text{AA}'\text{BB}'}$, 1H, H-7_{cis}), 1.83 (s, 3H, H-9), 1.80 ($m_{\text{AA}'\text{BB}'}$, 1H, H-7_{trans}), 1.41 (s, 3H, H-8).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 348 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 128.1 (C-1), 112.8 (C-3), 104.9 (C-2), 101.9 (C-4), 101.3 (C-5), 48.0 (C-6), 31.4 (C-7), 25.8 (C-9), 25.8 (C-8).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 5.08/104.9 (H-8/C-8), 5.05/102.9 (H-4/C-4), 4.99/101.3 (H-5/C-5), 2.39/31.4 (H-7_{cis}/C-7), 1.83/25.8 (H-9/C-9), 1.80/31.4 (H-7_{trans}/C-7), 1.41/25.8 (H-8/C-8).

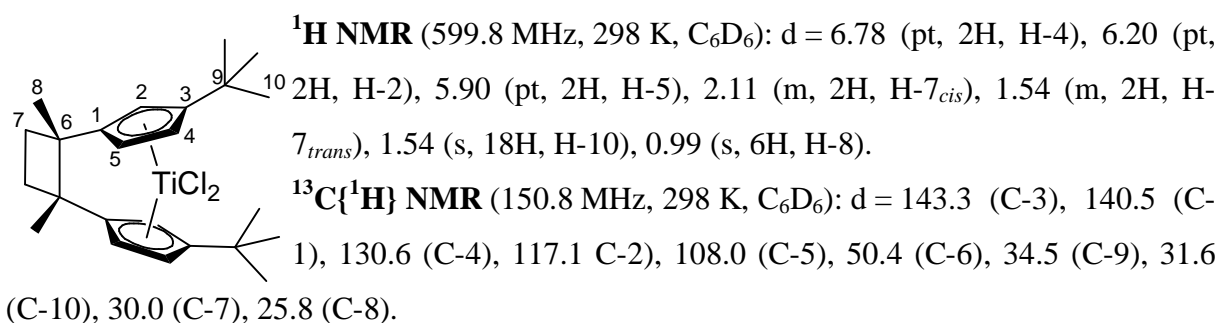
GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 2.39/128.1 (H-7_{cis}/C-1), 1.83/112.8, 104.9, 101.9 (H-9/C-3, C-2, C-4), 1.80/25.8 (H-7_{trans}/C-8), 1.41/128.1, 48.0, 31.4 (H-8/C-1, C-6, C-7).

(Kopplungen der Cp-H mit Cp-C werden nicht beobachtet)

NOE (599.8 MHz, 348 K, $\text{C}_4\text{D}_8\text{O}$): d = 2.39/1.80 (H-7_{cis}/H-7_{trans}).

Darstellung von [1,1'-Di(3-tertbutylcyclopentadienyl)-1,1'-dimethyl]cyclobutylentitandichlorid (11e)

Ein Gemisch von 211 mg (0.63 mmol) 1,2-Bis(3-tertbutylcyclopentadienyl)-1,2-dimethylcyclobutyllithium (**10e**) und 232 mg (0.63 mmol) Tris(tetrahydrofuran)titantrichlorid werden bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ in 20 mL vorgekühlten Tetrahydrofuran gelöst und über Nacht auf Raumtemperatur erwärmt. Anschließend werden 105 mg (0.38 mmol, 0.6 eq) wasserfreies Bleidichlorid fest hinzugegeben. Man läßt vier Stunden bei Raumtemperatur rühren und entfernt das Lösungsmittel im Vakuum. Der dunkel rote Feststoff wird in 60 mL Pentan aufgerührt und die unlöslichen Bestandteile über Celite abfiltriert. Der Feststoff wird sooft mit Pentan gewaschen bis das Filtrat farblos ist. Das dunkel rote Filtrat wird im Vakuum bei $-50\text{ }^\circ\text{C}$ eingengt wobei ein roter Feststoff ausfällt. Man engt weiter ein und nimmt die überstehende Lösung mit einer Sprite ab. Der Rückstand wird im Vakuum getrocknet. Man erhält das Titanocen in einem Diastereomerenüberschuss *rac/meso* von 6/1. Eine zweite Fraktion wird aus der Lösung durch Lagerung bei $-30\text{ }^\circ\text{C}$ erhalten. Man erhält das rote Produkt in einer Gesamtausbeute von 82% (227 mg, 0.51 mmol).

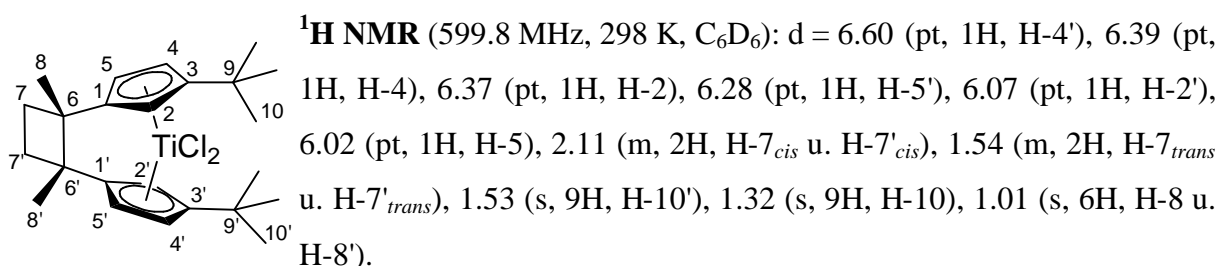
NMR-Spektroskopische Daten des *meso*-A Titanocens **11e**:

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.78/130.6 (H-4/C-4), 6.20/117.1 (H-2/C-2), 5.90/108.0 (H-5/C-5), 2.11/30.0 (H-7_{cis}/C-7), 1.54/30.0 (H-7_{trans}/C-7), 1.54/31.6 (H-10/C-10).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.78/143.3, 108.0 (H-4/C-3, C-5), 6.20/143.3, 140.5 (H-2/C-3, C-1), 5.90/140.5, 130.6 (H-5/C-1, C-4), 2.11/140.5, 50.4, 30.0, 25.8 (H-7_{cis}/C-1, C-6, C-7, C-8), 1.54/140.5, 50.4, 30.0, 25.8 (H-7_{trans}/C-1, C-6, C-7, C-8), 1.54/143.3, 130.3, 117.1, 34.5, 31.6 (H-10/C-3, C-4, C-2, C-9, C-10), 0.99/140.5, 50.4, 30.0, 25.8 (H-8/C-1, C-6, C-7, C-8).

GCOSY (599.8 MHz/599.8 MHz): d = 6.78/6.20, 5.90 (H-4/H-2, H-5), 6.20/6.78, 5.90 (H-2/H-4, H-5), 5.90/6.78, 6.20 (H-5/H-4, H-2), 2.11/1.54, 0.99 (H-7_{cis}/H-7_{trans}, H-8), 1.54/2.11, 0.99 (H-7_{cis}/H-7_{trans}, H-8).

NOE (599.8 MHz, 273 K, C_6D_6): d = 6.78/0.99 (H-4/H-10), 2.11/6.20, 1.54 (H-7_{cis}/H-2, H-7_{trans}), 1.54/2.11, 0.99 (H-7_{trans}/H-7_{cis}, H-8), 0.99/5.90, 1.54 (H-8/H-5, H-7_{trans}).

NMR-Spektroskopische Daten des *rac*-Titanocens **11e**:

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (150.8 MHz, 298 K, C_6D_6): d = 155.8 (C-3), 144.4 (C-3'), 143.3 (C-1), 140.7 (C-1'), 127.9 (C-4'), 120.2 (C-2), 117.1 (C-5'), 116.2 (C-4), 109.7 (C-2'), 106.7 (C-5), 50.5 (C-6), 49.8 (C-6'), 34.8 (C-9), 34.6 (C-9'), 31.5 (C-10), 30.4 (C-10'), 29.9 (C-7), 29.9 (C-7'), 25.6 (C-8'), 25.3 (C-8).

GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.60/127.9 (H-4'/C-4'), 6.39/116.2 (H-4/C-4), 6.37/120.2 (H-2/C-2), 6.28/117.1 (H-5'/C-5'), 6.07/109.5 (H-2'/C-2'), 6.02/106.7 (H-5/C-5),

2.11/29.9 (H-7_{cis} u. H-7'_{cis}/C-7 u. C-7'), 1.54/29.9 (H-7_{trans} u. H-7'_{trans}/C-7, C-7'), 1.53/30.4 (H-10'/C-10'), 1.32/31.5 (H-10/C-10), 1.01/25.6 (H-8'/C-8), 1.01/25.2 (H-8/C-8).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.60/144.4, 117.1, 109.5 (H-4'/C-3', C-5', C-2'), 6.39/155.8, 120.2, 106.7 (H-4/C-3, C-2, C-5), 6.37/155.8, 143.3, 116.2 (H-2/C-3, C-1, C-4), 6.28/140.7, 127.9 (H-5'/C-1', C-4'), 6.07/144.4, 140.7, 127.9 (H-2'/C-3', C-1', C-4'), 6.02/143.3, 120.2, 116.2 (H-5/C-1, C-2, C-4), 2.11/143.3, 140.7, 50.5, 49.8, 29.9, 25.6, 25.2 (H-7_{cis} u. H-7'_{cis}/C-1, C-1', C-6, C-6', C-7 u. C-7', C-8', C-8), 1.54/143.3, 140.7, 50.5, 49.8, 29.9, 25.6, 25.2 (H-7_{trans} u. H-7'_{trans}/C-1, C-1', C-6, C-6', C-7 u. C-7', C-8', C-8), 1.53/144.4, 34.6, 30.4 (H-10'/C-3', C-9', C-10'), 1.32/155.8, 34.7, 31.5 (H-10/C-3, C-9, C-10), 1.01/143.3, 140.7, 50.5, 49.8, 29.9, 25.6, 25.2 (H-8' u. H-8/C-1, C-1', C-6, C-6', C-7 u. C-7', C-8', C-8).

GCOSY (599.8 MHz/599.8 MHz): d = 6.60/6.28, 6.07 (H-4'/H-5', H-2'), 6.39/6.37, 6.02 (H-4/H-2, H-5), 6.37/6.39, 6.02 (H-2/H-4, H-5), 6.28/6.60, 6.07 (H-5'/H-4', H-2'), 6.07/6.60, 6.28 (H-2'/H-4', H-5'), 6.02/6.39, 6.37 (H-5/H-4, H-2), 2.11/1.54, 1.01 (H-7_{cis} u. H-7'_{cis}/H-7_{trans} u. H-7'_{trans}, H-8, H-8'), 1.54/2.11, 1.01 (H-7_{trans} u. H-7'_{trans}/H-7_{cis} u. H-7'_{cis}, H-8, H-8'), 1.01/2.11, 1.54 (H-8 u. H-8'/ H-7_{cis} u. H-7'_{cis}, H-7_{trans} u. H-7'_{trans}).

NOE (599.8 MHz, 273 K, C₆D₆): d = 6.60/6.28, 1.53 (H-4'/H-5', H-10'), 2.11/6.37, 6.28, 1.54 (H-7_{cis} u. H-7'_{cis}/H-2, H-5', H-7_{trans} u. H-7'_{trans}), 1.32/6.39, 6.37 (H-10/H-4, H-2), 1.01/6.07, 6.02, 1.54 (H-8 u. H-8'/H-2', H-5, H-7_{trans} u. H-7'_{trans}).

Schmelzpunkt: 202.6 °C, Zersetzungspunkt: 319.7 °C

IR (KBr): $\tilde{\nu}$ [cm⁻¹] = 3107(w), 2955(s), 2867(m), 1499(m), 1685(w), 1459(m), 1365(m), 1239(m), 1172(w), 1057(w), 875(m), 814(m), 675(m)

Elementaranalyse: C₂₄H₃₄TiCl₂ (440.152 g/mol): ber. C 65.32%, H 7.77%; gef. C 64.93%, H 7.73%

X-ray crystal structure analysis of *meso*-A **11e**: formula C₂₄H₃₄Cl₂Ti, *M* = 441.31, red crystal 0.20 x 0.10 x 0.10 mm, *a* = 10.128(1), *b* = 18.348(1), *c* = 24.157(1) Å, *V* = 4489.1(5) Å³, ρ_{calc} = 1.306 g cm⁻³, μ = 0.626 cm⁻¹, empirical absorption correction (0.885 ≤ *T* ≤ 0.940), *Z* = 8, orthorhombic, space group *P*2₁2₁2₁ (No. 19), β = 0.71073 Å, *T* = 198 K, θ and *f* scans, 26612 reflections collected ($\pm h, \pm k, \pm l$), $[(\sin \theta)/\lambda] = 0.62$ Å⁻¹, 9021 independent (*R*_{int} = 0.074) and 6382 observed reflections [*I* ≥ 2 σ(*I*)], 503 refined parameters, *R* = 0.050, *wR*² = 0.093, two

almost identical molecules in the asymmetric unit, Flack parameter -0.04(2), max. residual electron density 0.44 (-0.30) e Å⁻³, hydrogens calculated and refined as riding atoms.

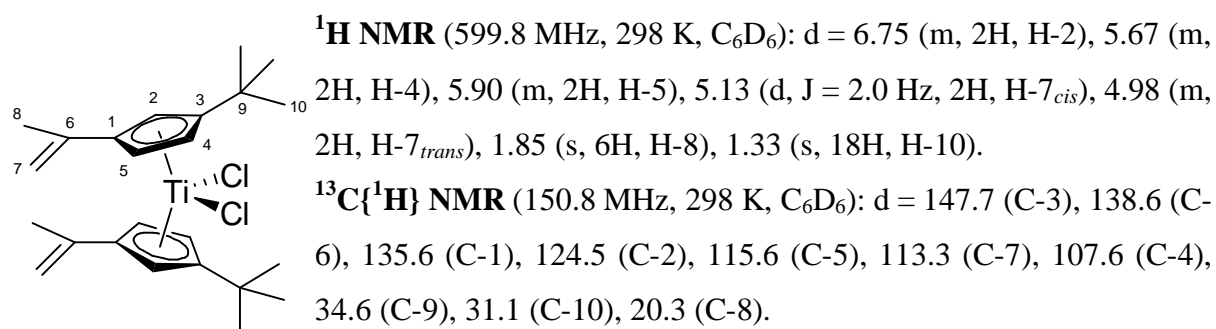
Crystallographic data (excluding structure factors) for the structures reported in this paper have been deposited with the Cambridge Crystallographic Data Centre as supplementary publication CCDC 289990.

Copies of the data can be obtained free of charge on application to The Director, CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB2 1EZ, UK [fax: int. code +44(1223)336-033, e-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk].

Darstellung von Bis[1-[3-tertbutylcyclopentadienyl]-1-methyl-ethenyl]titan-dichlorid

2.35 g (5.94 mmol) Tris(tetrahydrofuran)titantrichlorid werden zusammen mit 2.00 g (11.9 mmol) 2-[3-tertButylcyclopentadienyl]-2-methyl-ethenyllithium (**7e**) eingewogen und bei -78 °C mit 30 mL vorgekühlten Toluol versetzt. Man läßt über Nacht auf Raumtemperatur erwärmen. Anschließend werden 825 mg (2.97 mmol, 0.6 äq.) Bleidichlorid fest hinzugegeben und für weitere vier Stunden gerührt. Dabei verfärbt sich die Lösung von rot nach rotbraun. Das Lithiumchlorid und das elementare Blei werden über Celite abfiltriert und das Filtrat im Vakuum vom Lösungsmittel befreit. Der zurückbleibende braunrote Feststoff wird in Pentan suspendiert und abgefrittet. Man erhält 2.27 g (5.13 mmol, 86%) des Titanocens als braunrotes Pulver.

NMR spektroskopische Daten des Hauptisomers:

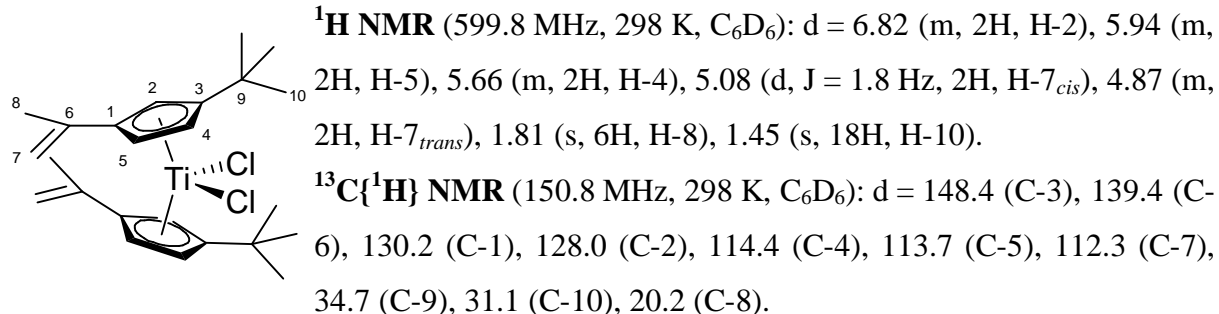


GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.75/124.5 (H-2/C-2), 5.90/115.6 (H-5/C-5), 5.67/107.6 (H-4/C-4), 5.13/113.3 (H-7_{cis}/C-7), 4.98/113.3 (H-7_{trans}/C-7), 1.85/20.3 (H-8/C-8), 1.33/31.1 (H-10/C-10).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.75/147.7, 138.6, 135.6, 115.6 (H-2/C-3, C-6, C-1, C-5), 5.90/138.6, 135.6, 124.5, 107.6 (H-5/C-6, C-1, C-2, C-4), 5.67/147.7, 124.5, 115.6 (H-4/C-3, C-2, C-5), 5.13/138.6, 135.6, 20.3 (H-7_{cis}/C-6, C-1, C-8), 4.98/138.6, 135.6, 20.3 (H-

$7_{trans}/C-6, C-1, C-8)$, 1.85/138.6, 135.6, 113.3 (H-8/C-6, C-1, C-7), 1.33/147.7, 34.6, 31.1 (H-10/C-3, C-9, C-10).

NMR spektroskopische Daten des Minderisomers:



GHSQC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.82/128.0 (H-2/C-2), 5.94/113.7 (H-5/C-5), 5.66/114.4 (H-4/C-4), 5.08/112.3 (H-7_{cis}/C-7), 4.87/112.3 (H-7_{trans}/C-7), 1.81/20.2 (H-8/C-8), 1.45/31.1 (H-10/C-10).

GHMBC (599.8 MHz/150.8 MHz): d = 6.82/148.4, 139.4, 130.2, 114.4, 113.7 (H-2/C-3, C-6, C-1, C-4, C-5), 5.94/139.4, 130.2, 128.0, 114.4 (H-5/C-6, C-1, C-2, C-4), 5.66/148.4, 130.2, 128.0, 113.7 (H-4/C-3, C-1, C-2, C-5), 5.08/139.4, 130.2, 20.2 (H-7_{cis}/C-6, C-1, C-8), 4.87/139.4, 130.2, 20.2 (H-7_{trans}/C-6, C-1, C-8), 1.81/,139.4, 130.2, 112.3 (H-8/C-6, C-1, C-7), 1.45/148.4, 34.7, 31.1 (H-10/C-3, C-9, C-10).

IR (KBr): $\tilde{\nu}$ [cm^{-1}] = 3085(m), 2955(m), 1652(m), 1558(m), 1505(s), 1456(s), 1373(m), 899(m), 850(m).

Schmelzpunkt: 160.9 °C, Zersetzungspunkt: 330.0 °C

Elementaranalyse: berechnet für $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{TiCl}_2$ (g/mol) C 65.32%, H 7.77%, gefunden C 64.82%, H 7.81%