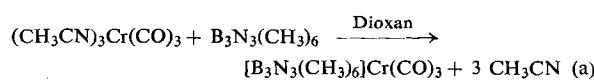


Hexamethylborazol-chromtricarbonyl^[1]

Von R. Prinz und H. Werner^[*]

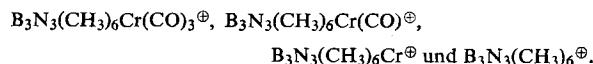
Dem Dibenzolchrom^[2] und Benzol-chromtricarbonyl^[3] analoge Komplexe mit dem isoelektronischen Borazol waren bisher nicht bekannt.

Mit dem Hexamethylborazol-chromtricarbonyl wurde erstmals ein solcher Komplex gemäß Gl. (a) durch mehrstündig-



diges Röhren bei 30 °C unter 15 Torr erhalten, dessen Zusammensetzung durch Elementaranalyse aller Bestandteile

Isotopenverhältnisse ¹⁰B : ¹¹B und ¹⁴N : ¹⁵N stimmen überein):



Die chemischen und die spektroskopischen Eigenschaften sprechen also dafür, daß Hexamethylborazol-chromtricarbonyl eine den Aromaten-metalltricarbonylen analoge Verbindung ist. Eine Röntgenstrukturanalyse soll weitere Beweise hierfür erbringen. Nach noch nicht abgeschlossenen Versuchen scheinen auch die analogen Molybdän- und Wolfram-Komplexe des Hexamethylborazols zugänglich zu sein.

Eingegangen am 14. November 1966 [Z 379]

Tabelle 1. Vergleich des Hexamethylborazol-chromtricarbonyls mit einem typischen π -Komplex und einem Lewis-Basen-Komplex.

	$\text{B}_3\text{N}_3(\text{CH}_3)_6\text{Cr}(\text{CO})_3$	$\text{C}_6(\text{CH}_3)_6\text{Cr}(\text{CO})_3$	$(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NH}_2)_3\text{Cr}(\text{CO})_3$ [1]
Aussehen	orangegelbe, nadel-förm. Krist.	gelbe Krist.	gelb. Pulver
Verhalten i. Hochvak.	sublimiert ab 90 °C ohne Zers.	sublimiert ab 90 °C ohne Zers.	sublimiert nicht
Zers.-P. (°C)	141	250	183
Luftbeständigk.	Tags	Tags	einige Std.
Löslichkeit. in Bzl.	gut	gut	nicht
IR: $\nu(\text{CO})$ (cm ⁻¹)	1867 in C_6H_{12} 1963 (m)	1888 in C_6H_{12} 1962 [5]	1724 in KBr 1873
UV-Maxima (in C_6H_{12}) $\tilde{\nu}$ (cm ⁻¹)	25320 3,65 36760 3,78 (sh) u. log ε 46080 4,37	30960 3,98 45670 4,42 49500 4,44	unlös. in Cyclohexan
Dipolmoment in Bzl. (D)	$7,24 \pm 0,05$	$6,22 \pm 0,02$ [6]	unlös.

bestätigt ist. In Benzol osmotisch bestimmtes Molekulargewicht: 297. (Die Darstellung von $(\text{CH}_3\text{CN})_3\text{Cr}(\text{CO})_3$ wurde von Tate^[4] beschrieben.)

Folgende Ionen wurden massenspektrometrisch nachgewiesen^[7] (Atlas Massenspektrometer CH 4, 50 eV; gef. u. ber.

Tabelle 2. Kernmagnetische Resonanzspektren [7].

	$\text{B}_3\text{N}_3(\text{CH}_3)_6\text{Cr}(\text{CO})_3$			
	$\text{N}-\text{CH}_3$	$\text{B}-\text{CH}_3$	$\text{N}-\text{CH}_3$	$\text{B}-\text{CH}_3$
¹ H-NMR [a]	$\tau = 7,11$	$\tau = 9,29$	$\tau = 7,11$	$\tau = 9,51$
¹⁴ N-NMR [b]	+299 ppm		+252 ppm	

[a] Varian A 60, 60 MHz, in CDCl_3 mit CHCl_3 als internem Standard.
[b] Varian HR 100, 7,22 MHz, 23 490 Gauß; Bezugssignal: NO_3^- -Gruppe von NH_4NO_3 , extern; Eichung mit Seitenbandentechnik; in Dioxan.

[*] Dipl.-Chem. R. Prinz
Dr. H. Werner
Anorganisch-Chemisches Laboratorium
der Technischen Hochschule München
8 München
Arcisstraße 21

[1] R. Prinz, Dissertation, Technische Hochschule München, 1967.

[2] E. O. Fischer u. W. Hafner, Z. Naturforsch. 10b, 665 (1955).

[3] E. O. Fischer u. K. Öfele, Chem. Ber. 90, 2532 (1957).

[4] D. P. Tate, W. R. Knipple u. J. M. Augl, Inorg. Chem. 1, 433 (1962).

[5] R. D. Fischer, Dissertation, Universität München, 1961.

[6] E. O. Fischer u. S. Schreiner, Chem. Ber. 92, 938 (1959).

[7] Herrn Dr. K. Schwarzhans danken wir für die ¹⁴N-NMR-Untersuchung, Herrn Dr. J. Müller für die Aufnahme des Massenspektrums.

VERSAMMLUNGSBERICHTE

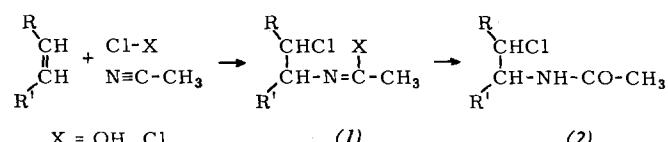
Gekoppelte Addition an die Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindung

Von W. Theilacker^[*]

Bei Versuchen, die Addition von HOCl aus wässriger Lösung an Cyclohexen mit Acetonitril als Lösungsvermittler kinetisch zu verfolgen, wurde gefunden, daß das Acetonitril mitreagiert und so in einer gekoppelten Reaktion 2-Chlorcyclohexylacetamid (2) [X = OH; R + R' = (CH_2)₄] entsteht.

[*] Prof. Dr. W. Theilacker
Institut für organische Chemie
der Technischen Hochschule Hannover
3 Hannover
Callinstraße 46

Diese Reaktion läßt sich auf andere Olefine und Nitrile übertragen, an Stelle von HOCl kann man Chlor und Wasser anwenden. Cairns, Graham, Barrick und Schreiber^[11] haben Chlor unter Ausschluß von Wasser an Olefin-Nitril-Gemische addiert und so Imidchloride (1) [X = Cl] erhalten,



[1] T. L. Cairns, P. J. Graham, P. L. Barrick u. R. S. Schreiber, J. org. Chemistry 17, 751 (1952).