

- [1] III. Mitteilung über Asterane; II. Mitteilung: *H. Musso u. U. Biethan*, Chem. Ber. 100, 119 (1966).
 - [2] Ausbeuten nach präparativer Gaschromatographie: Wilkens Autoprep, Säule SE 30, 145 °C, H₂.
 - [3] Analytisches Gaschromatogramm: Perkin-Elmer F 6, Säule 1G3, 140 °C, N₂.
 - [4] *L. Friedman u. H. Schechter*, J. Amer. chem. Soc. 51, 5512 (1959).
 - [5] Nach persönlicher Mitteilung von Prof. *W. v. E. Doering* entsteht bei der Wolff-Kishner-Reduktion von Tricyclo[3.3.1.0^{2,8}]nona-3,6-dien-9-on (Barbaralon) ein Gemisch von drei Substanzen, in dem (13) zu 30 % enthalten ist und aus dem (13) gaschromatographisch abgetrennt werden konnte ($F_p = 30-31^{\circ}\text{C}$). Die IR- und NMR-Daten stimmen mit denen unseres Präparates überein.
 - [6] Varian A 60, Tetramethylsilan als innerer Standard.

$K_p = 105,5^\circ\text{C}$ (unter teilweiser Zersetzung), $F_p = -77$ bis -78°C . Die Zusammensetzung der Verbindung wird durch das Ergebnis der Elementaranalyse und die Bestimmung des Molekulargewichts (gef. 164, kryoskopisch in Benzol, ber. 167) bewiesen.

Das ^{19}F -NMR-Spektrum von (2) zeigt für die FSO_2 -Gruppe das erwartete Triplet, für die SF_2 -Gruppe ein Dublett (Spin-Spin-Kopplung der F-Atome). Bei Raumtemperatur ist keine N-F-Kopplung zu beobachten. Der Stickstoff bewirkt lediglich eine Verbreiterung der Banden; bei -50°C erhält man schärfere Signale.

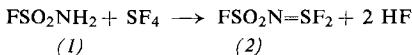
Chemische Verschiebungen (ppm) [a]				
	30 °C	-50 °C	Multiplizität	Intensität
δ_{SF_2}	-40,0	-35,7	Dublett	2
δ_{SF}	-62,2	-44,0	Triplette	1

[a] Bezogen auf Freon 11 (CCl_3F) als äußeren Standard.

Synthese von *N*-(Fluorosulfuryl)schwefeldifluoridimid

Von *O. Glemser, H. W. Roesky und P. R. Heinze* [**]

Sulfurylfluoridamid (1), durch Ammonolyse von Disulfurylfluorid^[1] dargestellt, reagiert mit Schwefeltetrafluorid und Natriumfluorid als HF-Fänger bei Raumtemperatur mit 72 % Ausbeute zu *N*-(Fluorosulfuryl)schwefeldifluoridimid (2).



Wegen der leichten Zugänglichkeit kann (2) zur Darstellung weiterer N,S-Verbindungen dienen.

(2) ist eine wasserklare, übelriechende Flüssigkeit, die sich mit Spuren von Wasser unter HF-Abspaltung zersetzt;

Die Kopplungskonstante ist $J_{\text{FF}} = 9 \text{ Hz}$.

Das IR-Spektrum (kapillarer Film) zeigt im NaCl-Bereich folgende starke Banden: 1443, 1258, 1222, 848, 795, 735, 684 cm⁻¹, die den möglichen sieben Valenzschwingungen zuzuordnen sind. Weitere starke Absorptionen bei 552, 473, 408 und 305 cm⁻¹ werden Deformationsschwingungen zugeordnet.

Eingegangen am 21. Dezember 1966 [Z 403]

[*] Prof. Dr. O. Glemser,
 Dr. H. W. Roesky und Dipl.-Chem. P. R. Heinze
 Anorganisch-Chemisches Institut der Universität
 34 Göttingen Hospitalstraße 8-9

[1] R. Appel u. G. Eisenhauer, Z. anorg. allg. Chem. 310, 90 (1961).

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Symposium über Heterocyclen-Chemie

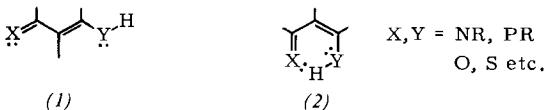
Vom 5. bis 7. Oktober 1966 lud das Institut für Organische Chemie der Technischen Hochschule Stuttgart zum 1. Deutschen Symposium über Heterocyclische Chemie ein.

Aus den Vorträgen:

Zur Frage des aromatischen Charakters von Sechsring-Chelaten

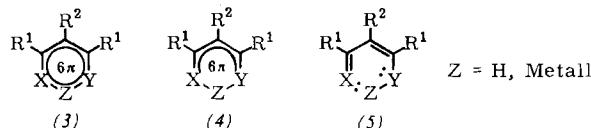
E. Daltrozzo und K. Feldmann, München

Verbindungen des Typs (1) sind zur Bildung 6-gliedriger H-Brücken-Chelate (2) fähig, in denen der Brückensauerstoff auch durch Metalle ersetzt werden kann.



Bezüglich ihrer π -Elektronenverteilung lassen sich solche cyclische 6π -Elektronensysteme in cyclisch konjugierte (3) und nicht cyclisch konjugierte (4) einteilen. Charakteristischer Unterschied zwischen den Aromaten (3) und den „Quasiaromaten“^[1] (4) ist die durch den Ringstrom verursachte Verschiebung der NMR-Signale am Ring sitzender Protonen.

[1] Nomenklatur nach *D. M. G. Lloyd* u. *D. R. Marshall*, Chem. and Ind. 1964, 1760.



Für eine Reihe von H-Brücken- und Metall-Chelaten der Struktur (5) ($X = Y = N-R$, O; $R^1, R^2 = H$, Alkyl, Aryl, Aralkyl) wurde untersucht, ob diesen im Grundzustand aromatischer Charakter, d. h. Struktur (3), oder die quasiaromatische Struktur (4) zukommt. UV- und NMR-Daten im Vergleich mit den Daten von Modellsubstanzen, für die cyclische oder nicht cyclische π -Elektronenkonjugation gesichert ist, sprechen in allen Fällen für Struktur (4), d. h. über das Brückenglied Z findet keine π -Elektronen-Wechselwirkung statt.

Das gilt erstens für die H-Brücken-Chelate ($Z = H$; $X = Y = N - R$ für $R = \text{Benzyl, Phenyl, C}_2\text{H}_5$, Cyclohexyl; $R^1, R^2 = H$, Alkyl, Aryl) [2, 3], zweitens für die cyclischen Acetylacetonate

[2] Für das 2-Benzylamino-4-benzyliminopent-2-en ($X = Y = N-CH_2-C_6H_5$, $R^1 = CH_3$, $R^2 = H$) hat L. C. Dorman kürzlich (Tetrahedron Letters 1966, 459) aromatische Struktur abgeleitet. Die aus UV- und NMR-Spektren dieser Verbindung und ihres Salzes gezogenen Schlüsse sind falsch.

[3] Basen der Form (1) liegen in einem *cis-trans*-Gleichgewicht (1) \rightleftharpoons (2) vor, dessen Lage stark von Substituenten und Lösungsmittel abhängt; dasselbe gilt für deren Metallderivate und ist bei der Frage nach dem aromatischen Charakter dieser Verbindungen zu beachten.