

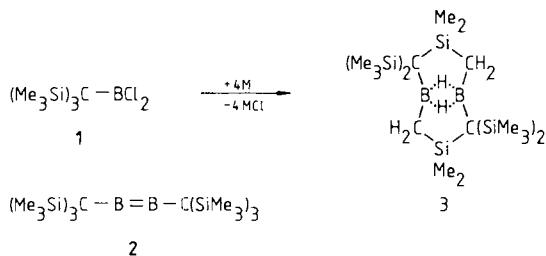
Autoren, die eine „Zuschrift“ veröffentlichen wollen, sollten vor der Abfassung ihres Manuskripts unbedingt die „Hinweise für Autoren“ lesen, die jeweils im Januarheft eines Jahrgangs nach dem Inhaltsverzeichnis gedruckt sind; auf Anforderung können sie auch von der Redaktion erhalten werden.

Ein 1,2:2,1-Bis(2-silapropan-1,3-diyl)diboran(6) als Stabilisierungsprodukt von Bis(trisyl)diboran(2)?

Von *Theo Mennekes, Peter Paetzold\** und *Roland Boese\**

*Professor Edwin Hengge zum 60. Geburtstag gewidmet*

Im Zuge unserer Untersuchungen über zweifach koordiniertes Bor<sup>[1]</sup> wollten wir aus dem bekannten Dichlor[tris(trimethylsilyl)methyl]boran **1**<sup>[2]</sup> mit Na/K-Legierung in einer Art Wurtzscher Synthese das entsprechende Diboran(2) **2** gewinnen. Wir hofften, der sperrige „Trisyli“-Rest ( $\text{Me}_3\text{Si}$ )<sub>3</sub>C würde **2** kinetisch stabilisieren. Erhalten wurde jedoch die Verbindung **3**. Ihre Konstitution folgt aus NMR-, IR-



IR- und Massenspektren<sup>[3]</sup> und wird durch eine Röntgenstrukturanalyse (Abb. 1) bestätigt<sup>[4]</sup>.

**3** hat  $C_1$ -Symmetrie. In zwei nicht planaren Fünfringen mit gemeinsamer B-B'-Kante sind die Atome B, B', C, C', C2 und C2' nahezu coplanar angeordnet, und das Parallelogramm B-H1-B'-H1' liegt nahezu senkrecht zur Ebene jener Atome. Der Abstand B ··· B' (1.856 Å) ist dem B-B-Abstand in *trans*-1,2-Bis(trisylyl)diboran(6)<sup>[5]</sup> ähnlich (1.839 Å) und deutlich größer als der B-B-Abstand in B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> (1.76 Å)<sup>[6]</sup>. Die 1,5-Disila-3,7-diboracyclooctan-Struktur von **3** mit doppelter 3,7-transanularer H-Brücken-Verknüpfung erinnert an ein strukturanalytisch gesichertes, ebenso transanular verbrücktes 1,6-Diboracyclodecan<sup>[7]</sup>.

Es ist naheliegend, daß als Zwischenprodukte bei der Umsetzung von **1** mit Na/K das Trisylyborandiyl ( $\text{Me}_3\text{Si})_3\text{CB}^-$ : oder das Dichlorbis(trisyly) diboran(4) auftreten, die durch Dimerisierung bzw. durch einen zweiten Dechlorierungsschritt zu **2** reagieren können. Intramolekulare Additionen von C-H-Bindungen an ungesättigte Systeme, wie man sie bei der Stabilisierung von **2** zum isolierten Produkt **3** vermu-

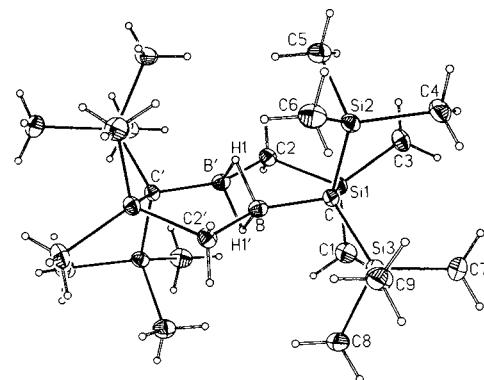


Abb. 1. Zentrosymmetrische Struktur von **3** im Kristall. Ausgewählte Abstände, Winkel und Torsionswinkel ( $\text{\AA}$ ) bzw. [ $^\circ$ ], Standardabweichungen in Klammern): B ··· B' 1.856(3), B-H1 1.266(15), B'-H1 1.280(14), B-C 1.605(2), C-Si1 1.918(2), Si1-C2 1.896(2), C2-B' 1.586(3); B-H1-B' 93.6(9), H1-B-H1' 86.4(9), C-B' ··· B' 112.7(2), C-B-C' 137.5(1), B-C-Si1 101.0(1), C-Si1-C2 104.3(1), Si1-C2-B' 103.9(1), Si1-C-Si2 110.6(1), Si1-C-Si3 113.9(1), Si2-C-Si3 112.7(1), C1-Si1-C2 106.7(1); B-C-Si1-C2 27.0, C-Si1-C2-B' - 27.6, Si1-C2-B' ··· B 17.5, Si1-C-B' ··· B' - 17.7, C2-B' ··· B-C 0.4.

ten muß, sind allgemein verbreitet und speziell in der Bor-chemie bekannt, z. B. bei der Stabilisierung von  $\text{RB}\equiv\text{O}$  ( $\text{R} = 2,4,6\text{-Tri-}tert\text{-butylphenyl}$ ),  $\text{C}_6\text{F}_5\text{B}\equiv\text{NR}$  ( $\text{R} = \text{Mesityl}$ ) und  $\text{R}_2\text{NB}\equiv\text{NNR}_2$  ( $\text{NR}_2 = 2,6\text{-Dimethylpiperidino}$ )<sup>[18]</sup>.

## *Arbeitsvorschrift*

1,2,2,1-Bis[2,2-dimethyl-1,1-bis(trimethylsilyl)-2-silapropyl-1,3-diyl]diboran(6) 3:  
Eine Lösung von 3.0 g 1 in 25 mL Hexan wird bei Raumtemperatur mit 0.90 g Na/K-Legierung (1:3) versetzt. Nach 4 d Erhitzen unter Rückfluß wird filtriert und so lange eingeengt, bis rohes Produkt kristallisiert, das einmal aus Hexan und zweimal aus Diethylether umkristallisiert wird. Man erhält 0.36 g farbloses 3 (15%), Fp = 250 °C. Das Produkt läßt sich unzersetzt an der Luft handhaben.

Eingegangen am 2. April 1990 [Z 3891]

CAS-Registry-Nummern:  
1, 124408-70-4; 3, 128054-44-4.

- [1] P. Paetzold, *Adv. Inorg. Chem.* 31 (1987) 123; R. Boese, P. Paetzold, A. Tapper, R. Ziembinski, *Chem. Ber.* 122 (1989) 1057; H. Bock, L. S. Cederbaum, W. von Niessen, P. Paetzold, P. Rosmus, B. Solouki, *Angew. Chem. 101* (1989) 77; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 28 (1989) 88.

[2] S. S. Al-Juaidi, C. Eaborn, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1989, 447.

[3] 3: NMR [ $\text{CDCl}_3$ , 25 °C, 80 MHz/TMS ( $^1\text{H}$ ), 32.08 MHz/ $\text{Et}_2\text{O} \cdot \text{BF}_3$ , ( $^{11}\text{B}$ ), 67.88 MHz/TMS ( $^{13}\text{C}$ )]:  $\delta(^1\text{H}) = -0.12 - 0.07$  (4H:  $\text{CH}_2$ ), 0.11 (s, 36H;  $\text{SiMe}_3$ ), 0.23 (s, 12H:  $\text{SiMe}_2$ );  $\delta(^{11}\text{B}) = 33.2$ ;  $\delta(^{13}\text{C}) = 0.1 - 6.5$  (BC), 2.2, 3.2 (2q;  $\text{SiMe}$ ); IR ( $\text{CCl}_4$ ):  $\tilde{\nu} = 1600 \text{ cm}^{-1}$  ( $\text{BH}_2\text{B}$ ); MS(70 eV):  $m/z$  484 ( $M^+$ , 22%), 469 ( $M^+ - \text{CH}_3$ , 66), 411 ( $M^+ - \text{SiMe}_3$ ), 58, 242 (1/2  $M^+$ , 57), 73 ( $\text{SiMe}^{\bullet}$ , 100).

[4] Einkristalle von 3 wurden aus Diethylether erhalten;  $a = 15.950(1)$ ,  $b = 8.938(1)$ ,  $c = 21.417(2)$  Å,  $\beta = 99.63^\circ$ ,  $V = 3010.2(3)$  Å $^3$ ,  $Z = 4$ ,  $\rho_{\text{ber}} = 1.070 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $C_2/c$  (Nr. 15); Kristallgröße 0.50 × 0.39 × 0.21 mm $^3$ ,  $T = 125 \text{ K}$ , Meßbereich 3 ≤ 20 ≤ 45°; 1981 unabhängige Reflexe, davon 1891 beobachtet mit  $F_0 \geq 4\sigma(F)$ ; anisotrope Temperaturfaktoren für die Nicht-Wasserstoffatome; 148 verfeinerte Parameter;  $R = 0.029$ ,  $R_w = 0.036$ . Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturerhebung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-320 101, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[5] S. S. Al-Juaidi, C. Eaborn, P. B. Hitchcock, J. D. Smith, *J. Organomet. Chem.* 385 (1990) 13; P. Paetzold, L. Geret, R. Boese, *ibid.* 385 (1990) 1.

[6] D. S. Jones, W. N. Lipscomb, *J. Chem. Phys.* 51 (1969) 3133.

[7] M. Yalpani, R. Boese, R. Köster, *Chem. Ber.* 120 (1987) 1843. Vgl. auch R. Köster in R. Köster (Hrsg.): *Houben-Weyl: Methoden der Organischen Chemie*, Bd. XIII/3a, Thieme, Stuttgart 1982, S. 328 ff.

[8] M. Grotelaes, P. Paetzold, *Chem. Ber.* 121 (1988) 809; P. Paetzold, A. Richter, T. Thijssen, S. Würtenberg, *ibid.* 112 (1979) 3811; W. Pieper, D. Schmitz, P. Paetzold, *ibid.* 114 (1981) 3801.

[\*] Prof. Dr. P. Paetzold, T. Mennekes

Prof. Dr. P. Faßbender, T. Mehmelkes  
Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule  
Templergraben 55, D-5100 Aachen

Dr. R. Boese  
Institut für Anorganische Chemie der Universität-Gesamthochschule  
Universitätsstraße 5-7, D-4300 Essen