

Die in Form farbloser (3) oder brauner Kristalle (4) anfallenden Verbindungen sind spektroskopisch und analytisch eindeutig charakterisiert. Aus den  $^1\text{H}$ -NMR-Spektren geht hervor, daß in 3 und 4 die  $\text{Cp}^*$ -Liganden  $\sigma$ -gebunden vorliegen und schneller fluktuieren als in 1. Durch die zusätzliche Koordination eines  $\sigma$ -Donor-Liganden kann offensichtlich auf die  $\pi$ -Koordination der  $\text{Cp}^*$ -Liganden verzichtet werden. Die  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Signale von 3 und 4 sind im Vergleich zu denen von 2 geringfügig nach höherem Feld verschoben und liegen im erwarteten Bereich<sup>[12]</sup>. Im  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum von 3 spiegelt sich der elektrophile Charakter des Si-Atoms in einer signifikanten Tieffeld-Verschiebung für das Signal des Isocyanid-C-Atoms wider<sup>[13]</sup>.

Die Komplexe 2, 3 und 4 sind weitere anschauliche Beispiele dafür, daß in Verbindungen von niederwertigen Hauptgruppenelementen der  $\text{Cp}^*$ -Ligand durch Haptizitätswechsel ( $\eta^5 \rightarrow \eta^1$ ) je nach Bedarf genutzt werden kann. Darüber hinaus sorgt der voluminöse  $\sigma$ -gebundene  $\text{Cp}^*$ -Ligand auch für eine kinetische Stabilisierung<sup>[14]</sup>.

### Experimentelles

2: Eine Lösung von 1.47 g (4.92 mmol) 1 in 20 mL Toluol wird bei  $-90^\circ\text{C}$  unter Rühren mit einer Suspension von 1.28 g (4.92 mmol) Carbonylgold(I)-chlorid in 15 mL Toluol versetzt und 1 h gerührt. Die nun tiefrote Lösung wird auf etwa  $-20^\circ\text{C}$  erwärmt, auf ca. 15 mL eingengt und langsam mit 15 mL *n*-Pentan versetzt; hierbei fällt 2 als tiefrotes Pulver aus, das mit *n*-Pentan gewaschen und im Vakuum getrocknet wird. Ausbeute 2.01 g (77%),  $\text{Fp} = 88-90^\circ\text{C}$  (Zers.);  $^1\text{H}$ -NMR (300.1 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , TMS):  $\delta = 1.25, 1.74, 1.79$  (s, breit, 3H:6H:6H,  $\sigma\text{-C}_5\text{Me}_5$ ), 1.98 (s, 15H,  $\pi\text{-C}_5\text{Me}_5$ );  $^{13}\text{C}$ -NMR (75.4 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , TMS):  $\delta = 11.6, 14.6, 21.1$  (breit,  $\sigma\text{-C}_5\text{Me}_5$ ), 59.2 (breit, „Allyl“- $\sigma\text{-C}_5\text{Me}_5$ ), 135.0, 136.5 (breit, „Vinyl“- $\sigma\text{-C}_5\text{Me}_5$ ), 13.7 (s,  $\pi\text{-C}_5\text{Me}_5$ ), 127.4 (s,  $\pi\text{-C}_5\text{Me}_5$ );  $^{29}\text{Si}$ -NMR (59.6 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , TMS):  $\delta = +82.8$ ; MS (70 eV):  $m/z$  530 [ $\text{M}^+$ , 1%], 395 [ $\text{M}^+ - \text{C}_5\text{Me}_5$ , 1], 233 [ $\text{AuCl}^+$ , 7], 163 [ $\text{C}_5\text{Me}_5\text{Si}$ , 100]; korrekte C,H,Cl-Analysen.

3, 4: a) aus 2: Zu 594 mg (1.12 mmol) 2 in 7 mL Toluol gibt man unter Rühren bei  $0^\circ\text{C}$  die äquimolare Menge an *tert*-Butylisocyanid oder Pyridin. Nach wenigen Sekunden (4) bzw. einigen Stunden (3) entfärbt sich die tiefrote Lösung. Abziehen des Lösungsmittels, Aufnehmen in *n*-Hexan, Filtration und Kristallisation führen zu farblosem 3 (80%) bzw. braunem 4 (36%). b) aus 1: Zu einer Lösung von 1.62 g (5.4 mmol) 1 in 10 mL Toluol gibt man bei  $0^\circ\text{C}$  eine Lösung aus 1.70 g (5.4 mmol) *tert*-Butylisocyanidgold(I)-chlorid oder 1.68 g (5.4 mmol) Pyridingold(I)-chlorid in 10 mL Toluol. Nach mehrstündigem Rühren läßt man auf Raumtemperatur erwärmen, entfernt die flüchtigen Bestandteile im Vakuum, nimmt den Rückstand wiederum in Toluol auf, filtriert und isoliert 3 (78%) bzw. 4 (62%) durch Kristallisation bei etwa  $-60^\circ\text{C}$ . Umkristallisation aus *n*-Hexan/Toluol (4/1) führt zu analysenreinen Produkten. 3:  $\text{Fp} = 110^\circ\text{C}$  (Zers.);  $^1\text{H}$ -NMR ( $[\text{D}_8]$ Toluol,  $-60^\circ\text{C}$ ):  $\delta = 0.31$  (s, 9H,  $\text{CMe}_3$ ), 1.87, 1.92, 1.96, 2.32, 2.54 (s, 6H:6H:6H:6H:6H,  $\text{C}_5\text{Me}_5$ );  $^1\text{H}$ -NMR ( $[\text{D}_8]$ Toluol,  $+60^\circ\text{C}$ ):  $\delta = 0.65$  (s, 9H,  $\text{CMe}_3$ ), 1.93 (s, 30H,  $\text{C}_5\text{Me}_5$ );  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 13.5$  (breit,  $\text{C}_5\text{Me}_5$ ), 29.7 ( $\text{CMe}_3$ ), 57.8 ( $\text{CMe}_3$ ), 134.5 (sehr breit  $\text{CMe}_3$ ), 165.0 (CN- $\text{CMe}_3$ );  $^{29}\text{Si}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = +71.2$ ; IR (CsI):  $\tilde{\nu}[\text{cm}^{-1}] = 2231, 2208$  (N $\equiv$ C); korrekte C,H,N-Analysen; Molmasse (kryoskopisch in Benzol): 621 g  $\text{mol}^{-1}$  (ber. 614.1 g  $\text{mol}^{-1}$ ). - 4:  $\text{Fp} = 72-74^\circ\text{C}$ ;  $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 1.74$  (s, breit, 30H,  $\text{CMe}_5$ ), 7.56, 7.90, 8.49 (m, 2H:2H:1H,  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ );  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 13.6$  (breit,  $\text{C}_5\text{Me}_5$ ), 65.7 („Allyl“- $\text{C}_5\text{Me}_5$ ), 125.9 ( $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ ), 135.8 (breit, „Vinyl“- $\text{C}_5\text{Me}_5$ ), 139.2, 150.0 ( $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ );  $^{29}\text{Si}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = +54.3$ ; korrekte C,H,N-Analysen.

Eingegangen am 23. Januar 1990 [Z 3753]

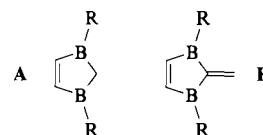
- [1] E. O. Fischer, A. Maasböl, *Angew. Chem.* 76 (1964) 645; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 3 (1964) 580.
- [2] P. Jutzi, W. Steiner, *Angew. Chem.* 88 (1976) 720; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 15 (1976) 684.
- [3] P. J. Davidson, M. F. Lappert, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1973, 317.
- [4] J. D. Cotton, P. J. Davidson, M. F. Lappert, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1976, 2275.
- [5] W. Petz, *Chem. Rev.* 86 (1986) 1019.
- [6] Die Existenz bisher beschriebener donorfreier Silylen-Komplexe erscheint fragwürdig [5, 11].
- [7] P. Jutzi, U. Holtmann, D. Kanne, C. Krüger, R. Blome, R. Gleiter, I. Hyla-Kryspin, *Chem. Ber.* 122 (1989) 1629.
- [8] T. A. Blinka, B. J. Helmer, R. West, *Adv. Organomet. Chem.* 23 (1984) 195; A. G. Brook, K. M. Baines, *ibid.* 25 (1986) 1.

- [9] P. Jutzi, *Chem. Rev.* 86 (1986) 983.
- [10] Eine  $\eta^2$ -Koordination läßt sich nur für die Festkörper-Strukturen nachweisen. In Lösung beobachtet man schnell fluktuierende  $\text{Cp}^*$ -Ringe: P. Jutzi, B. Hampel, K. Stroppel, C. Krüger, K. Angermund, P. Hofmann, *Chem. Ber.* 118 (1985) 2789; P. Jutzi, B. Hampel, M. B. Hursthouse, A. J. Howes, *J. Organomet. Chem.* 299 (1986) 19.
- [11] a) C. Zybilla, *Nachr. Chem. Tech. Lab.* 37 (1989) 248; b) C. Zybilla, D. L. Wilkinson, C. Lewis, G. Müller, *Angew. Chem.* 101 (1989) 206; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 28 (1989) 203, zit. Lit.
- [12] Die Koordination eines  $\sigma$ -Donor-Moleküls sollte bei gleichzeitiger Aufgabe der  $\pi$ -( $\text{Cp}^*$ )-Wechselwirkung die Elektronendichte am Silicium nur geringfügig verändern.
- [13] Vergleiche mit den  $^{13}\text{C}$ -NMR-Werten im freien *tert*-Butylisocyanid ( $\delta = 154.5$ ) und im Gold(I)-chlorid-Komplex ( $\delta = 132.2$ ).
- [14] P. Jutzi, *Comments Inorg. Chem.* 6 (1987) 123.

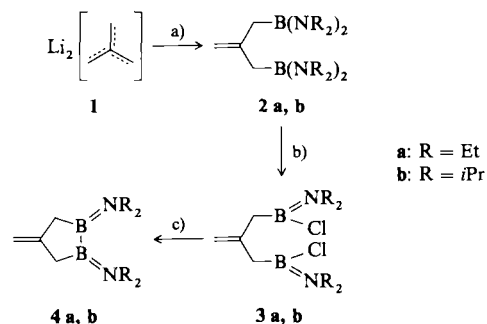
## Ungesättigte $\text{C}_3\text{B}_2$ -Ringe mit benachbarten Boratomen: Derivate von 4-Methylen-1,2-diboracyclopentan, Dilithium-2,3-diboratafulven und 1,2-Dibora-3-cyclopenten \*\*

Von Gerhard E. Herberich\*, Christian Ganter, Lars Wesemann und Roland Boese

Ungesättigte  $\text{C}_3\text{B}_2$ -Ringe mit nicht benachbarten Boratomen sind lange bekannt. So gibt es Derivate des 1,3-Dibora-4-cyclopentens **A**<sup>[1]</sup> und des 2-Methylen-1,3-dibora-4-cyclopentens **B**<sup>[2]</sup>. Ungesättigte  $\text{C}_3\text{B}_2$ -Ringe mit benachbarten Boratomen waren dagegen bisher unzugänglich. Wir beschreiben hier erste Beispiele für diesen Verbindungstyp.



Zum Aufbau des  $\text{C}_3\text{B}_2$ -Ringgerüsts gehen wir von  $\text{Li}_2[\text{C}(\text{CH}_2)_3]$  **1**<sup>[3]</sup> aus und verwenden Syntheseschritte, die mit gesättigten Verbindungen wohlprobt sind (Schema 1). Die Borylierung mit  $\text{ClB}(\text{NR}_2)_2$  ( $\text{R} = \text{Et}, i\text{Pr}$ ) liefert die Diborylisobutene **2a,b**, die mit  $\text{HCl}$  die Chlorboryl-Verbindungen **3a,b** ergeben<sup>[4]</sup>; die nachfolgende B-B-Verknüpfung mit  $\text{Na/K}$ -Legierung in Hexan<sup>[5]</sup> führt zu den 4-Methylen-1,2-diboracyclopentanen **4a,b**. Der alternative direkte Auf-



Schema 1. a)  $\text{ClB}(\text{NR}_2)_2$ , THF,  $0^\circ\text{C}$ ; b)  $\text{HCl}$  ( $\text{Et}_2\text{O}$ ),  $-78^\circ\text{C}$ ; c)  $\text{NaK}_{2,8}$ , Hexan,  $20^\circ\text{C}$ .

[\*] Prof. Dr. G. E. Herberich, Dipl.-Chem. C. Ganter, Dr. L. Wesemann  
Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule  
Professor-Pirlet-Straße 1, D-5100 Aachen  
Dr. R. Boese  
Institut für Anorganische Chemie der Universität-Gesamthochschule  
Universitätsstraße 3-5, D-4300 Essen 1

[\*\*] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert.

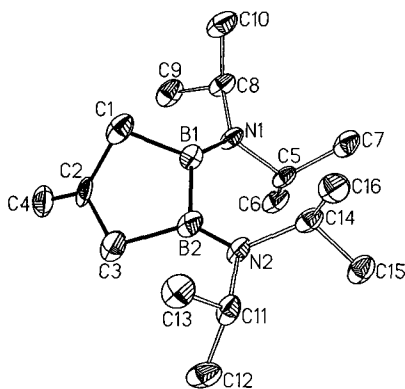


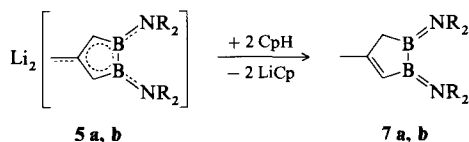
Abb. 1. Struktur von **4b** im Kristall. Ausgewählte Abstände [pm]: N1-B1 138.9(7), N2-B2 140.2(7), B1-B2 172.3(8), B1-C1 161.8(7), B2-C3 161.3(7), C1-C2 149.7(7), C2-C3 151.7(7), C2-C4 130.0(8).

bau des  $C_3B_2$ -Rings durch Umsetzung von **1** mit dem Diboran(4)-Baustein  $Cl_2B_2(NMe_2)_2$  gelang nicht.

Die Röntgenstrukturanalyse von **4b**<sup>[6]</sup> (Abb. 1) beweist das Vorliegen einer B-B-Bindung. **4b** zeigt eine ungewöhnliche Twistkonformation: Der Diederwinkel N2-B2-B1-N1 beträgt  $56.0^\circ$ , der Interplanarwinkel zwischen den Ebenen C3-B2-N2 und C1-B1-N1  $36.8^\circ$ . Die Aminoboran-Gruppen sind ebenfalls nicht planar mit Diederwinkeln von  $14.2^\circ$  zwischen den Ebenen C5-N1-C8 und B2-B1-C1 und von  $9.4^\circ$  zwischen den Ebenen C11-N2-C14 und C3-B2-B1. Diese Eigentümlichkeiten der Struktur beruhen auf dem hohen Raumanspruch der  $iPr_2N$ -Gruppen. Die B-C-Bindungen sind mit 161.3(7) und 161.8(7) pm leicht gedehnt<sup>[7]</sup>, während die B-N-Bindungen mit 138.9(7) und 140.2(7) pm leicht verkürzt sind<sup>[8]</sup>.

**4a** läßt sich mit Lithium-[2,2,6,6-tetramethylpiperidid] (LiTMP) in THF zum mäßig löslichen, roten Dilithium-[2,3-diboratafulven]-Derivat **5a** metallieren. Analog gibt **4b** mit *tert*-Butyllithium in Hexan das orangerote Bis(diisopropylamino)-Derivat **5b**. Eine einfach metallierte Zwischenstufe kann dabei NMR-spektroskopisch nicht beobachtet werden. Die Metallierungsprodukte **5** ergeben mit Tetramethylethyldiamin (TMEDA) kristalline Addukte **6** ( $\equiv 5 \cdot (TMEDA)_2$ ). Die  $^{11}B$ -NMR-Signale von **6a, b** ( $\delta = 43$ ) sind relativ zu denen von **4a, b** ( $\delta = 52$  bzw. 54) mäßig hochfeldverschoben und liegen im gleichen Bereich wie die einfacher Boratethen-Ionen<sup>[9]</sup>.

Die Dianionen **5** werden durch Cyclopentadien ohne Nebenreaktion in die zu den 4-Methylen-Derivaten **4** isomeren 4-Methyl-1,2-dibora-3-cyclopentene **7** mit jetzt *endocyclischer* Doppelbindung überführt.



## Experimentelles

Standard für  $^1H$ - und  $^{13}C$ -NMR-Spektren: TMS int., für  $^{11}B$ -NMR-Spektren:  $BF_3 \cdot OEt_2$  ext.

**2a**: Destillation bei  $115^\circ C/10^{-6}$  bar (81%). –  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 4.54$  (quint.,  $^4J = 1.3$  Hz,  $H_2C=$ ), 1.63 (t,  $^4J = 1.3$  Hz, 2  $BCH_2$ ),  $Et_2N$ : 2.98 (q), 1.02 (t);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 34$ .

**2b**: Kristallisation aus Hexan (53%),  $F_p = 98-99^\circ C$ . –  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 4.62$  (m,  $H_2C=$ ), 1.71 (m, 2  $BCH_2$ ),  $iPr_2N$ : 3.56 (sept.), 1.15 (d);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 36$ .

**3a, b**: Filtration und Umkondensieren bei  $85^\circ C/10^{-6}$  bar (94%) bzw. bei  $150^\circ C/10^{-6}$  bar (89%).

**4a**: 16.0 g (0.055 mol) **3a** werden in Hexan bei  $20^\circ C$  mit 7.0 g (0.053 mol)  $NaK_{2.8}$  3d gerührt. Filtrieren durch Kieselgur, Abziehen des Solvens und Umkondensieren ( $45^\circ C/10^{-6}$  bar) liefern 6.0 g (50%) **4a**. – MS:  $m/z$  220 (100%,  $M^+$ ).  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 4.57$  (quint.,  $^4J = 1.6$  Hz,  $H_2C=$ ), 1.89 (t,  $^4J = 1.6$  Hz, 2  $BCH_2$ ),  $Et_2N$ : 3.24 (q), 3.14 (q), 1.11 (t), 1.08 (t);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 52$ .

**4b**: 3.3 g (9.5 mmol) **3b** werden mit 1.0 mL  $NaK_{2.8}$  wie bei **4a** beschrieben umgesetzt und zuletzt noch 24 h unter Rückfluß erhitzt. Umkondensieren ( $90^\circ C/10^{-6}$  bar) liefert 2.0 g **4b** (76%),  $F_p = 47-48^\circ C$ . – MS:  $m/z$  276 (87%,  $M^+$ ).  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 4.58$  (quint.,  $^4J = 1.6$  Hz,  $H_2C=$ ), 2.06 (t,  $^4J = 1.6$  Hz, 2  $BCH_2$ ),  $iPr_2N$ : 3.72 (sept.), 3.34 (sept.), 1.25 (d), 1.11 (d);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 54$ .

**6a**: 2.0 g (0.0091 mol) **4a** werden in THF bei  $-78^\circ C$  mit 2.7 g (0.018 mol) LiTMP versetzt. Man erwärmt auf  $20^\circ C$  und zieht dann alles Flüchtige im Vakuum ab (zuletzt 12 h bei  $10^{-6}$  bar). Kristallisation aus 10 mL Hexan und 3 mL TMEDA (0.02 mol) bei  $-30^\circ C$  liefert dunkelorange Kristalle. –  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $[D_8]THF$ ): Signale der beiden H6 und H1/H4 bei  $\delta = 1.05$  verdeckt;  $Et_2N$ : 3.15 (q), 1.05 (t), TMEDA: 2.29 (s), 2.18 (s);  $^{11}B$ -NMR ( $[D_8]THF$ ):  $\delta = 43$ ;  $^{13}C$ -NMR (67.88 MHz,  $[D_8]THF$ , 203 K):  $\delta = 79.4$  (t,  $^1J = 150$  Hz, C6), 76.4 (d,  $^1J = 130$  Hz, C1), 72.8 (d,  $^1J = 128$  Hz, C4), 163.9 (s, C5),  $Et_2N$ : 47.3 (t), 46.8 (t), 44.6 (t), 44.3 (t), 16.9 (q), 16.5 (q), 14.9 (q), 14.5 (q), TMEDA: 57.4 (tm), 45.9 (qm), bei 300 K sind C1 und C4 äquivalent, ebenso die vier Et-Gruppen.

**6b**: 1.0 g (3.6 mmol) **4b** in 25 mL Pentan werden bei  $-78^\circ C$  mit 4.5 mL 1.7 M  $tBuLi$  (7.6 mmol, in Hexan) und 1.2 mL (7.7 mmol) TMEDA versetzt. Man rührt 24 h bei  $20^\circ C$ . Einengen auf 10 mL und Kristallisation bei  $-30^\circ C$  liefern dunkelorange Kristalle. –  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $[D_{10}]Et_2O$ ): Signale der beiden H6 und H1/H4 bei  $\delta = 1.2$  verdeckt,  $iPr_2N$ : 3.72 (sept.), 1.21 (d), TMEDA: 2.28 (s), 2.24 (s);  $^{11}B$ -NMR ( $[D_{10}]Et_2O$ ):  $\delta = 43$ ;  $^{13}C$ -NMR (67.88 MHz,  $[D_{10}]Et_2O$ , 213 K):  $\delta = 167.0$  (s, C5), 77.8 (d,  $^1J = 131$  Hz, C1,4), 74.4 (t,  $^1J = 150$  Hz, C6),  $iPr_2N$ : 53.8 (d), 24.3 (q), 23.5 (q) (bei 300 K äquivalent), TMEDA: 57.2 (t), 46.3 (q).

**7a**: Zu **5a** in THF, hergestellt aus 5.45 g (24.8 mmol) **4a** und 7.7 g (52.4 mmol) LiTMP, gibt man bei  $-78^\circ C$  3.6 g (55 mmol) Cyclopentadien. Man zieht das THF ab, nimmt in Hexan auf und frittet vom LiCp über Kieselgur ab. Abziehen des Flüchtigen und Umkondensieren ( $50^\circ C/10^{-6}$  bar) ergibt 4.0 g **7a** (73%). – MS:  $m/z$  220 (68%,  $M^+$ ).  $^1H$ -NMR (270 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 6.00$  (s,  $=CH$ ), 1.97 (s, Me), 1.57 (s,  $BCH_2$ ),  $Et_2N$ : 3.29 (q), 3.26 (q), 3.20 (q), 3.12 (q), 1.14 (t), 1.12 (t), 1.09 (t), 1.08 (t);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 49$ .

**7b**: Zu 2.0 g (7.2 mmol) **4b** in 30 mL Pentan gibt man bei  $-78^\circ C$  9.0 mL 1.7 M  $tBuLi$  (15 mmol, in Hexan) und rührt 24 h bei  $20^\circ C$ . Man wäscht den Niederschlag mehrmals mit wenig Pentan, gibt dann 30 mL Pentan zu, versetzt bei  $-78^\circ C$  mit 1.2 g (18 mmol) Cyclopentadien und rührt bei  $20^\circ C$ , bis die rote Farbe verschwunden ist (2 h). Abfiltrieren des LiCp, Einengen und Umkondensieren ( $90^\circ C/10^{-6}$  bar) gibt 0.2 g **7b** (10%),  $F_p = 50^\circ C$ . –  $^1H$ -NMR (80 MHz,  $CDCl_3$ ):  $\delta = 6.23$  (s,  $HC=$ ), 1.95 (s, Me), 1.72 (s, br,  $BCH_2$ ),  $iPr_2N$ : 3.74 (sept.), 3.33 (sept.), 1.24 (d), 1.11 (d);  $^{11}B$ -NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta = 51$ .

Eingegangen am 26. März, veränderte Fassung am 25. Mai 1990 [Z 3879]

- [1] P. Binger, *Angew. Chem.* 80 (1968) 288; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 7 (1968) 286; W. Siebert, U. Ender, W. Herter, *Z. Naturforsch. B* 40 (1985) 326; J.-K. Uhm, H. Röhmich, H. Wadepohl, W. Siebert, *ibid.* B 43 (1988) 306.
- [2] V. Schäfer, H. Pritzkow, W. Siebert, *Chem. Ber.* 122 (1989) 401.
- [3] J. Klein, A. Medlik, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1973, 275.
- [4] Die entsprechende  $Me_2N$ -Verbindung ist polymer und daher für den nächsten Schritt nicht brauchbar.
- [5] R. J. Brotherton, A. L. McCloskey, L. L. Petterson, H. Steinberg, *J. Am. Chem. Soc.* 82 (1960) 6242; H. Nöth, W. Meister, *Chem. Ber.* 94 (1961) 509.
- [6] Nicolet R3m/V,  $MoK_\alpha$ -Strahlung,  $T = 120$  K. **4b**:  $P2_1/c$  (Nr. 14),  $a = 627.4(8)$ ,  $b = 1736.2(1)$ ,  $c = 1707.3(2)$  pm,  $\beta = 95.52(9)^\circ$ ;  $V = 1.8512(3.1)$  nm<sup>3</sup>;  $Z = 4$ ;  $\rho_{ver.} = 0.989$  g cm<sup>-3</sup>; 2447 unabhängige Reflexe, davon 1577 mit  $F \geq 4 \sigma(F_0)$ ,  $2\theta_{max} = 45^\circ$ ; Nichtwasserstoffatome anisotrop verfeinert, H-Atome auf berechneten Lagen mitgeführt und ihre isotropen Temperaturfaktoren gruppenweise verfeinert: 195 Parameter,  $R = 0.078$ ,  $R_w = 0.076$  mit  $w^{-1} = \sigma^2(F_0) + 0.00082 F_0^2$ . Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-320120, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [7] Vgl. 157.8(1) pm in  $BMe_3$ ; L. S. Bartell, B. L. Carroll, *J. Chem. Phys.* 42 (1965) 3076; 158.0(4) pm (Mittel) in  $BPh_3$ ; F. Zettler, H. D. Hausen, H. Hess, *J. Organomet. Chem.* 72 (1974) 157; 159.0(2) pm in 1,2,4,5-Tetrakis(dimethylamino)-1,2,4,5-tetraboran: H. Fisch, H. Pritzkow, W. Siebert, *Angew. Chem.* 96 (1984) 595; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 608.
- [8] Für (Dialkylamino)borane sind 141–142 pm typisch: P. Paetzold, *Adv. Inorg. Chem.* 31 (1987) 123.
- [9] Typisch:  $\delta(^{11}B) = 41$ : M. V. Garad, A. Pelter, B. Singaram, J. W. Wilson, *Tetrahedron Lett.* 24 (1983) 637.