

# [Bis(trimethylsilyl)methylen](diisopropylamino)boran: ein Allen-homologes N=B=C-System

Roland Boese<sup>a</sup>, Peter Paetzold<sup>\*b</sup> und Alexander Tapper<sup>b</sup>

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen – Gesamthochschule<sup>a</sup>, Universitätsstraße 5–7, D-4300 Essen

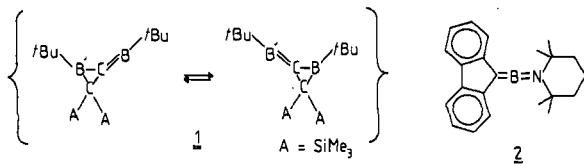
Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule Aachen<sup>b</sup>, Templergraben 55, D-5100 Aachen

Eingegangen am 29. Januar 1987

## [Bis(trimethylsilyl)methylene](diisopropylamino)borane: an Allene-Type N=B=C System

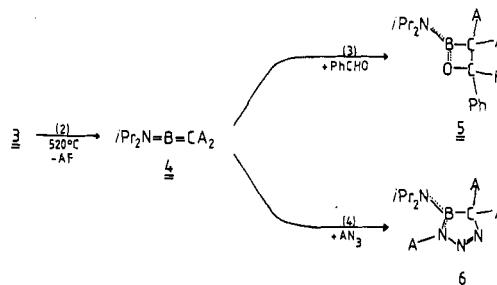
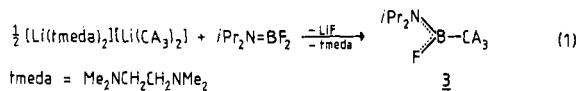
The title compound  $i\text{Pr}_2\text{N}=\text{B}=\text{C}(\text{SiMe}_3)_2$  (**4**) is formed as a storable colourless liquid by the elimination of  $\text{FSiMe}_3$  from  $\text{F}-(i\text{Pr}_2\text{N})\text{B}-\text{C}(\text{SiMe}_3)_3$  (**3**) at  $520^\circ\text{C}$ . The compounds  $\text{O}=\text{CHPh}$  and  $\text{Me}_3\text{SiN}_3$  are added to the  $\text{B}=\text{C}$  bond of **4** to give the [2 + 2] cycloaddition product **5** and the [2 + 3] cycloaddition product **6**, respectively. The alkylideneaminoborane **4** crystallizes in the space group  $P2_1/n$ . Perpendicular planes through  $\text{C}_2\text{NB}$  and  $\text{BCS}_2$  define an allene-type structure with a linear  $\text{N}=\text{B}=\text{C}$  skeleton, bond lengths 136.3 ( $\text{N}=\text{B}$ ) and 139.1 pm ( $\text{B}=\text{C}$ ).

Neutrale Moleküle mit zweifach koordiniertem Bor sind im Fall der Iminoborane vom Typ  $\text{R}'\text{B}\equiv\text{NR}$  bzw.  $\text{R}_2\text{N}\cdots\text{B}\equiv\text{NR}$  wohlbekannt<sup>1)</sup>. Von den entsprechenden Alkylidenboranen  $\text{R}'\text{B}=\text{CR}_2$  bzw.  $\text{R}_2\text{N}=\text{B}=\text{CR}_2$  ist der erste Typ durch die Verbindung **1** realisiert, für die aufgrund experimenteller Daten eine entartete Tautomerie angenommen wird<sup>2)</sup> und für die theoretischerseits weitergehende Strukturvorstellungen entwickelt wurden<sup>3)</sup>. Der zweite Typ, ein Allenhomologes Alkylidenaminoboran, wird durch die Verbindung **2** belegt<sup>4)</sup>.



Wir berichten hier mit der Titelverbindung **4** über einen weiteren Vertreter der neuen Klasse. Zu ihrer Gewinnung führt man das bekannte  $[\text{Li}(\text{tmeda})\text{CA}_3]_2$  nach Gl. (1) in das (Diisopropylamino)-fluor[tris(trimethylsilyl)methyl]boran (**3**) über, aus welchem sich im Thermolyserohr in der Gasphase nach Gl. (2) Fluortrimethylsilan abspalten lässt. Die so erhaltene Titelverbindung **4** stellt eine bei Raumtemperatur lagerfähige farblose Flüssigkeit dar, die bei ca.  $-10^\circ\text{C}$  kristallisiert. — Der Aufbau von **4** folgt aus der röntgenographischen Bestimmung der Molekülstruktur im Kristall. Erwartungsgemäß kann man den NMR-Spektren das Vorhandensein nur einer Sorte an Isopropylgruppen entnehmen (im Gegensatz zu **3**). Zwei IR-Banden im Intensitätsverhältnis 1:4 bei 1766 und 1710  $\text{cm}^{-1}$  ordnen wir  $\nu_{as}(\text{N}^{10}\text{BC})$  und  $\nu_{as}(\text{N}^{11}\text{BC})$  zu. — Die Reaktion von **4** mit Benzaldehyd gibt nach Gl. (3) unter [2 + 2]-Cycloaddition das Oxaboretan **5**, in völliger Analogie zur Reaktion von **2** mit Benzaldehyd<sup>4)</sup>. Mit Azidotrimethylsilan erhält man das Produkt **6** einer [2 + 3]-Cycloaddition nach Gl. (4), aus dem sich nicht

ohne weiteres  $\text{N}_2$  abspalten lässt; die Reaktion von **2** mit  $\text{AN}_3$  führt dagegen unter Abspaltung von  $\text{N}_2$  zum entsprechenden NCB-Dreiring.



Zur Bearbeitung der Molekül- und Kristallstruktur von **4** wurde bei  $-30^\circ\text{C}$  ein Kristall gezogen und bei  $-153^\circ\text{C}$  vermessen. Einzelheiten zur Strukturbestimmung finden sich im experimentellen Teil. Die Ergebnisse sind in Tab. 1–3 sowie in Abb. 1 dargestellt<sup>\*</sup>. Wie beim isoelektronischen Allen ist das zentrale Gerüst, hier die NBC-Kette, linear gebaut, und die beiden durch  $\text{C}_2\text{NB}$  und  $\text{BCS}_2$

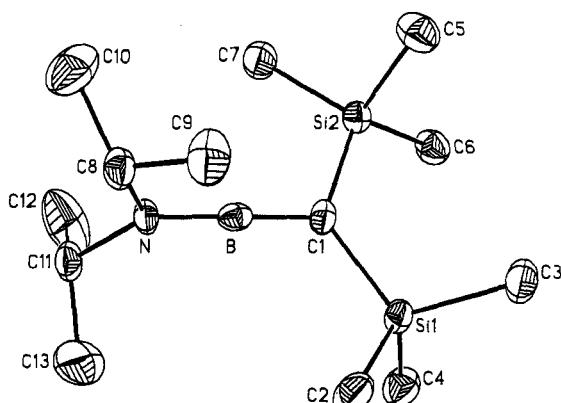


Abb. 1. Molekülstruktur von **4** (Ellipsoide mit 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen)

<sup>\*</sup> Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52279, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

definierten, das Zentralgerüst flankierenden Bindungsebenen stehen mit 83.8° nahezu senkrecht aufeinander. Die BN- und die BC-Bindungslängen von 136.3 bzw. 139.1 pm entsprechen ziemlich kurzen Doppelbindungen. In der vergleichbaren Verbindung **2** betragen die BN- und die BC-Bindungslängen 135.3 bzw. 142.4 pm<sup>5)</sup>. Die übrigen Strukturdaten von **4** zeigen keine Auffälligkeiten.

Tab. 1. Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und isotrope Thermalparameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) von **4**

	x	y	z	U
Si(1)	11574(1)	1127(1)	2450(1)	23(1)*
Si(2)	9200(1)	2437(1)	1169(1)	24(1)*
N	8742(2)	2547(2)	3693(1)	21(1)*
B	9339(3)	2235(2)	2976(2)	21(1)*
C(1)	9957(3)	1923(2)	2246(2)	23(1)*
C(2)	12324(3)	1176(2)	3636(2)	36(1)*
C(3)	12978(3)	1616(2)	1799(2)	36(1)*
C(4)	11211(3)	-277(2)	2167(2)	36(1)*
C(5)	10110(3)	3686(2)	940(2)	38(1)*
C(6)	9454(3)	1505(2)	265(2)	31(1)*
C(7)	7272(3)	2725(3)	1138(2)	38(1)*
C(8)	9055(3)	3573(2)	4120(2)	30(1)*
C(9)	10477(3)	3989(3)	3945(2)	43(1)*
C(10)	7885(4)	4341(3)	3841(3)	55(1)*
C(11)	7691(3)	1884(2)	4080(2)	29(1)*
C(12)	6476(4)	1603(4)	3394(2)	69(2)*
C(13)	8389(4)	946(3)	4515(3)	75(2)*

\* Äquivalente isotrope Werte U, berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$ -Tensors.

Tab. 2. Bindungslängen (pm) von **4**

Si(1)-C(1)	183.8(3)	Si(1)-C(2)	187.1(3)
Si(1)-C(3)	187.8(3)	Si(1)-C(4)	186.1(3)
Si(2)-C(1)	183.9(2)	Si(2)-C(5)	186.6(3)
Si(2)-C(6)	186.6(3)	Si(2)-C(7)	187.0(3)
N-B	136.3(4)	N-C(8)	147.4(3)
N-C(11)	149.1(3)	B-C(1)	139.1(4)
C(8)-C(9)	151.2(4)	C(8)-C(10)	150.4(4)
C(11)-C(12)	150.5(4)	C(11)-C(13)	148.3(5)

Tab. 3. Bindungswinkel (°) von **4**

C(1)-Si(1)-C(2)	110.8(1)	C(1)-Si(1)-C(3)	111.5(1)
C(2)-Si(1)-C(3)	107.4(1)	C(1)-Si(1)-C(4)	111.3(1)
C(2)-Si(1)-C(4)	107.2(1)	C(3)-Si(1)-C(4)	108.6(1)
C(1)-Si(2)-C(5)	109.6(1)	C(1)-Si(2)-C(6)	111.7(1)
C(5)-Si(2)-C(6)	107.0(1)	C(1)-Si(2)-C(7)	111.3(1)
C(5)-Si(2)-C(7)	107.9(1)	C(6)-Si(2)-C(7)	109.1(1)
B-N-C(8)	122.4(2)	B-N-C(11)	122.0(2)
C(8)-N-C(11)	115.6(2)	N-B-C(1)	179.6(3)
Si(1)-C(1)-Si(2)	125.0(1)	Si(1)-C(1)-B	117.0(2)
Si(2)-C(1)-B	117.8(2)	N-C(8)-C(9)	111.5(2)
N-C(8)-C(10)	110.4(2)	C(9)-C(8)-C(10)	111.8(2)
N-C(11)-C(12)	110.6(2)	N-C(11)-C(13)	110.5(2)
C(12)-C(11)-C(13)	112.6(3)		

## Experimenteller Teil

NMR-Spektren: Bruker WP 80 SY (<sup>1</sup>H) bzw. WH 270 (<sup>13</sup>C) und Jeol JNM-PS-100 (<sup>11</sup>B). — Massenspektren: Varian MAT CH 5 (70 eV).

**Bis[1,2-(dimethylamino)ethan]lithium-bis(trimethylsilyl)methyl/lithiat:** Diese Verbindung, deren Konstitution in der Literatur angegeben ist<sup>6)</sup>, haben wir hergestellt, indem wir zu einer Lösung von 5.0 g (21.5 mmol) Tris(trimethylsilyl)methan und 2.5 g (21.5 mmol) tmeda in 30 ml Hexan 13.5 ml einer 1.6 M Lösung von LiBu in Hexan gegeben haben. Nach 80 h Rühren bei Raumtemp. wird ein farbloser Feststoff filtriert, mit Hexan gewaschen und aus Toluol umkristallisiert. Ausb. 4.9 g (64%). — <sup>1</sup>H-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta =$

0.41 (s, 27H, SiMe<sub>3</sub>), 1.48 (br., 4H, NCH<sub>2</sub>), 1.79 (br., 12H, NCH<sub>2</sub>). — <sup>13</sup>C-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta =$  8.2 (q, SiMe<sub>3</sub>), 45.9 (q, NCH<sub>2</sub>), 57.0 (t, NCH<sub>2</sub>).

**(Diisopropylamino)fluor/tris(trimethylsilyl)methyl/boran (3):** Zu einer Suspension von 8.0 g (11.3 mmol) [Li(tmeda)<sub>2</sub>][Li(CA<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] in 50 ml Hexan werden 6.8 g (45.6 mmol) (Diisopropylamino)disilboran<sup>7)</sup> gegeben. Nach 7 d Erhitzen dieser Mischung unter Rückfluß filtriert man, dampft das Filtrat zur Trockne ein und sublimiert den Rückstand bei 75–85°C/0.005 Torr. Man erhält 6.4 g (78%) farbloses Produkt, Schmp. 215–217°C. — <sup>1</sup>H-NMR ( $\text{CDCl}_3$ , -30°C):  $\delta =$  0.17 [d,  $J(\text{HF}) = 0.9$  Hz, 27H, SiMe<sub>3</sub>], 1.05 [d,  $J(\text{HH}) = 6.5$  Hz, 6H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  I], 1.19 [dd,  $J(\text{HH}) = 6.9$  Hz,  $J(\text{HF}) = 1.7$  Hz, 6H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  II], 3.12 [sept/d,  $J(\text{HH}) = 6.9$  Hz,  $J(\text{HF}) < 1$  Hz, 1H,  $\text{CHMe}_2$  II], 3.84 [sept/d,  $J(\text{HH}) = 6.5$  Hz,  $J(\text{HF}) < 1$  Hz, 1H,  $\text{CHMe}_2$  I]. — <sup>11</sup>B-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta =$  32.3 [d,  $J(\text{BF}) = 49$  Hz]. — <sup>13</sup>C-NMR ( $\text{CDCl}_3$ , -30°C):  $\delta =$  5.6 (q, SiMe<sub>3</sub>), 22.3 [q,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  I], 23.8 [qd,  $J(\text{CH}) = 126$  Hz,  $J(\text{CF}) = 6$  Hz,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  II], 44.9 (d,  $\text{CHMe}_2$  I), 46.4 [dd,  $J(\text{CH}) = 132$  Hz,  $J(\text{CF}) = 6$  Hz,  $\text{CHMe}_2$  II]. [Wir vermuten eine *cis/trans*-Stellung der Isopropylgruppe I (II) zum F-Atom bezüglich der BN-Doppelbindung.] — MS:  $m/z$  (%) = 361 (3, M<sup>+</sup>), 346 (53, M – CH<sub>3</sub>), 330 (5, M – CH<sub>3</sub> – CH<sub>4</sub>), 318 (45, M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), 304 (21, M – CH<sub>3</sub> – C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), 288 (38, M – SiMe<sub>3</sub>), 284 (25, M – CH<sub>3</sub> – C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>F), 269 (45, M – FSiMe<sub>3</sub>), 261 (23, M – NiPr<sub>2</sub>), 258 (33, M – CH<sub>3</sub> – CH<sub>4</sub> – Me<sub>2</sub>SiCH<sub>3</sub>), 254 (100, M – CH<sub>3</sub> – FSiMe<sub>3</sub>), 226 (27, M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> – FSiMe<sub>3</sub>), 212 (33, M – CH<sub>3</sub> – C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> – FSiMe<sub>3</sub>), u.a.

$\text{C}_{16}\text{H}_{41}\text{BFNSi}_3$  (361.6) Ber. C 53.15 H 11.43 N 3.87  
Gef. C 53.02 H 11.76 N 3.53

**[Bis(trimethylsilyl)methylen]/diisopropylamino/boran (4):** 5.0 g (13.8 mmol) 3 werden im Verlauf von 4 h bei einem 0.005 Torr nie übersteigenden Druck in ein auf 520°C geheiztes Thermolyserohr bekannter Bauart<sup>8)</sup> sublimiert. Die bei -183°C an einem Kühlfinger kondensierten Thermolyseprodukte tropfen nach Erwärmen auf -78°C zusammen mit 5 ml Pentan, das vorab am Kühlfinger kondensiert war, in eine Vorlage, aus der bei -30°C Fluorotrimethylsilan zusammen mit Pentan i. Vak. entfernt werden. Bei Sdp. 48°C/0.08 Torr destilliert man das Produkt, das bei -80°C aus Pentan umkristallisiert wird: 2.5 g (67%). — <sup>1</sup>H-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta =$  0.20 (s, 18H, SiMe<sub>3</sub>), 0.95 [d,  $J = 6.5$  Hz, 12H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ], 2.54 [sept,  $J = 6.5$  Hz, 2H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ]. — <sup>11</sup>B-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta =$  46.3. — <sup>13</sup>C-NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , -50°C):  $\delta =$  3.9 (q, SiMe<sub>3</sub>), 24.1 [q,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ], 45.2 (s, BCSi<sub>2</sub>), 49.8 [d,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ]. — MS:  $m/z$  (%) = 269 (13, M<sup>+</sup>), 254 (85, M – CH<sub>3</sub>), 226 (21, M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), 212 (96, M – CH<sub>3</sub> – C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), 196 (10, M – SiMe<sub>3</sub>), 170 (25, M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), 155 (100, M – CH<sub>3</sub> – C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), u.a.

**2-(Diisopropylamino)-4-phenyl-3,3-bis(trimethylsilyl)-1,2-oxaboratan (5):** Eine Lösung von 1.7 g (6.3 mmol) 4 und 0.67 g (6.3 mmol) Benzaldehyd in 40 ml Hexan wird 15 h bei Raumtemp. gerührt. Der nach Entfernen des Lösungsmittels i. Vak. erhaltene farblose Feststoff wird zweimal bei -80°C aus Pentan kristallisiert. Man erhält 1.2 g (51%) 5, Schmp. 124°C. — <sup>1</sup>H-NMR ( $\text{CD}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta =$  -0.21 (s, 9H, SiMe<sub>3</sub> I), 0.27 (s, 9H, SiMe<sub>3</sub> II), 1.13 [d,  $J = 6.7$  Hz, 3H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  Ia], 1.16 [d,  $J = 6.7$  Hz, 3H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  Ib]; Ia und Ib sind diastereotop und gehören zur Isopropylgruppe I], 1.33 [d,  $J = 6.8$  Hz, 3H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  IIa], 1.43 [d,  $J = 6.8$  Hz, 3H,  $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  IIb]; IIa und IIb sind diastereotop und gehören zur Isopropylgruppe II], 3.22 [sept,  $J = 6.8$  Hz, 1H,  $\text{CHMe}_2$  II], 3.61 (sept,  $J = 6.7$  Hz, 1H,  $\text{CHPh}$ ), 7.20–7.41 (5H, Ph). — <sup>11</sup>B-NMR ( $\text{CD}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta =$  34.8. — <sup>13</sup>C-NMR ( $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta =$  1.0 (q, SiMe<sub>3</sub> I oder II), 2.8 (q, SiMe<sub>3</sub> II oder I), 21.9, 22.3, 23.9, 24.1 (4 q, CH<sub>3</sub> Ia, Ib, IIa bzw. IIb von iPr), 27.6 (s, Ring-BCC), 43.4, 46.7 (2 d, CH I bzw. II von iPr), 80.6 (d, Ring-CCO), 126.7, 127.1,

127.6 (3 d, C-2 bis C-6 von Ph), 142.4 (s, C-1 von Ph). — MS:  $m/z$  (%) = 375 (4,  $M^+$ ), 360 (25, M — CH<sub>3</sub>), 318 (1, M — CH<sub>3</sub> — C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), 269 (35, M — PhCHO), 254 (100, M — CH<sub>3</sub> — PhCHO), 248 (1, M — OBN*i*Pr<sub>2</sub>), 233 (6, M — CH<sub>3</sub> — OBN*i*Pr<sub>2</sub>), 226 (20, M — C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> — PhCHO), 212 (18, M — CH<sub>3</sub> — C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> — PhCHO), 159 (13, Me<sub>2</sub>SiCCPh<sup>+</sup>), 155 (36, M — CH<sub>3</sub> — PhCHO — C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), u. a.

C<sub>20</sub>H<sub>38</sub>BNOSi<sub>2</sub> (375.5) Ber. C 63.97 H 10.20 N 3.73  
Gef. C 63.85 H 10.47 N 3.55

**4-(Diisopropylamino)-3,5,5-tris(trimethylsilyl)- $\Delta^1$ -1,2,3,4-triazaborolin (6):** Eine Lösung von 2.0 g (7.4 mmol) **4** und 0.85 g (7.4 mmol) Azidotrimethylsilan in 25 ml Hexan wird 5 d unter Rückfluß erhitzt. Nach der Entfernung des Lösungsmittels i. Vak. erhält man nach zweimaligem Umkristallisieren aus Pentan bei —80°C 0.42 g (15%) **6**, Schmp. 137°C. — <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 60°C): δ = 0.16 (s, 18H, CSiMe<sub>3</sub>), 0.21 (s, 9H, NSiMe<sub>3</sub>), 1.27 [d,  $J$  = 7.1 Hz, 6H, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> I], 1.28 [d,  $J$  = 7.0 Hz, 6H, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> II], 3.72 (sept,  $J$  = 7.0 Hz, 1H, CHMe<sub>2</sub> II), 4.65 (sept,  $J$  = 7.1 Hz, 1H, CHMe<sub>2</sub> I). — <sup>11</sup>B-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = 36.5. — <sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>): δ = —0.3 (q, NSiMe<sub>3</sub>), 3.1 (q, CSiMe<sub>3</sub>), 25.0, 25.3 [2 q, CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> I bzw. II], 47.1, 50.4 (2 d, CHMe<sub>2</sub> I bzw. II); bei —30°C: δ = 30.7 (s, Ring-C). — MS:  $m/z$  (%) = 384 (8,  $M^+$ ), 369 (32, M — CH<sub>3</sub>), 356 (24, M — N<sub>2</sub>), 341 (60, M — CH<sub>3</sub> — N<sub>2</sub> oder M — C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), 297 (32, M — CH<sub>3</sub> — Me<sub>2</sub>SiCH<sub>2</sub>), 283 (54, M — N<sub>2</sub> — SiMe<sub>3</sub>), 271 (100, M — N<sub>2</sub> — C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> — C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), u.a.

C<sub>16</sub>H<sub>41</sub>BN<sub>4</sub>Si<sub>3</sub> (384.6) Ber. C 49.97 H 10.75 N 14.57  
Gef. C 49.53 H 10.79 N 14.38

**Röntgenstrukturanalyse von 4:** Ein Einkristall von **4** wurde bei 243 K in einer Kapillare von 0.3 mm Durchmesser auf einem Nicolet-R3-Diffraktometer mit fokussierter Infrarotstrahlung<sup>9)</sup> gezo- gen. Zelldimensionen bei 120 K:  $a$  = 953.5(3),  $b$  = 1272.9(5),  $c$  =

1536.6(8) pm,  $\beta$  = 97.40(3) $^\circ$ ,  $V$  = 1.850(1) pm<sup>3</sup>, monoklin, Raumgruppe  $P2_1/n$ ,  $Q_{\text{ber.}}$  = 0.9724 g/cm<sup>3</sup>,  $\mu$  = 1.71 cm<sup>—1</sup>,  $Z$  = 4. 2172 unabhängige Intensitäten, davon 1921 beobachtet [ $F_o \geqq 3.5\sigma(F)$ ],  $2\Theta_{\text{max}} = 45^\circ$ ; Strukturlösung mit Direkten Methoden und Verfeinerung mit SHELXTL<sup>10)</sup>, die Wasserstoffatome wurden als starre Gruppen in die Verfeinerung einbezogen,  $R$  = 0.0486,  $R_w$  = 0.0502,  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 4 \cdot 10^{-4} \cdot F^2$ , maximale Restelektronendichte 0.33 e/Å<sup>3</sup>.

#### CAS-Registry-Nummern

3: 107769-12-0 / 4: 107769-13-1 / 5: 107769-14-2 / 6: 107769-15-3 / (Me<sub>3</sub>Si)<sub>3</sub>CH: 1068-69-5 / [Li(tmeda)<sub>2</sub>][Li(C(SiMe<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]: 109843-82-8 / *i*Pr<sub>2</sub>NBF<sub>4</sub>: 38751-90-5 / PhCHO: 100-52-7 / Me<sub>3</sub>SiN<sub>3</sub>: 4648-54-8

- <sup>1)</sup> P. Paetzold, *Adv. Inorg. Radiochem.* **31** (1987) (im Druck).
- <sup>2)</sup> H. Klusik, A. Berndt, *Angew. Chem.* **95** (1983) 895; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **22** (1983) 877.
- <sup>3)</sup> P. H. M. Budzelaar, P. von R. Schleyer, W. Krogh-Jespersen, *Angew. Chem.* **96** (1984) 809; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **23** (1984) 825.
- <sup>4)</sup> B. Glaser, H. Nöth, *Angew. Chem.* **97** (1985) 424; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **24** (1985) 416.
- <sup>5)</sup> H. Nöth, Univ. München, Privatmitteilung.
- <sup>6)</sup> C. Eaborn, P. B. Hitchcock, J. D. Smith, A. C. Sullivan, *J. Organomet. Chem.* **263** (1984) C23.
- <sup>7)</sup> M. Kämper, *Dissertation*, Univ. München, 1968.
- <sup>8)</sup> P. Paetzold, A. Richter, T. Thijssen, S. Würtenberg, *Chem. Ber.* **112** (1979) 3811.
- <sup>9)</sup> D. Brodalla, D. Mootz, R. Boese, W. Oßwald, *J. Appl. Crystallogr.* **18** (1985) 316.
- <sup>10)</sup> G. M. Sheldrick, SHELXTL, *ein komplettes Programmsystem zum Lösen, Verfeinern und Darstellen von Kristallstrukturen aus Beugungsdaten* (Rev. 4.1) (1983).

[21/87]