

Enthalogenierung von Aminodihalogenboranen durch Na/K-Legierung in Gegenwart von Naphthalin, Bis(trimethylsilyl)butadiin und 2,5-Dimethyl-2,4-hexadien

Walter Maringgele, Henning Knop, Dietmar Bromm, Anton Meller*, Sven Dielkus, Regine Herbst-Irmer und George M. Sheldrick

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen,
Tammannstraße 4, W-3400 Göttingen

Eingegangen am 10. März 1992

Key Words: Aminoboranes / Diborylethyne / Diboryl oxide / 2,4,5-Triborabicyclo[1.1.1]pentane / 1,3-Diboretane

Dehalogenation of Aminodihalogenboranes by Na/K Alloy in the Presence of Naphthalene, Bis(trimethylsilyl)butadiyne, and 2,5-Dimethyl-2,4-hexadiene

Reaction of naphthalene with Na/K alloy and [(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]difluoroborane (**1**) in 1,2-dimethoxyethane yields the aminodimethoxyborane **2**, the bis(amino)-borane **3**, the diborylethyne **4**, and the diboryl oxide **5**. By addition of a mixture of bis(trimethylsilyl)butadiyne or 2,5-

dimethyl-2,4-hexadiene with dichloro(diisopropylamino)borane to Na/K alloy in hexane the 2,4,5-triborabicyclo[1.1.1]pentane **7** and the diboretane **8**, resp., are obtained. ^1H -, ^{11}B -, ^{13}C -, ^{19}F -, ^{29}Si -NMR-, IR, and MS data are given. For **2**–**4**, **7** and **8** X-ray structure analyses are performed.

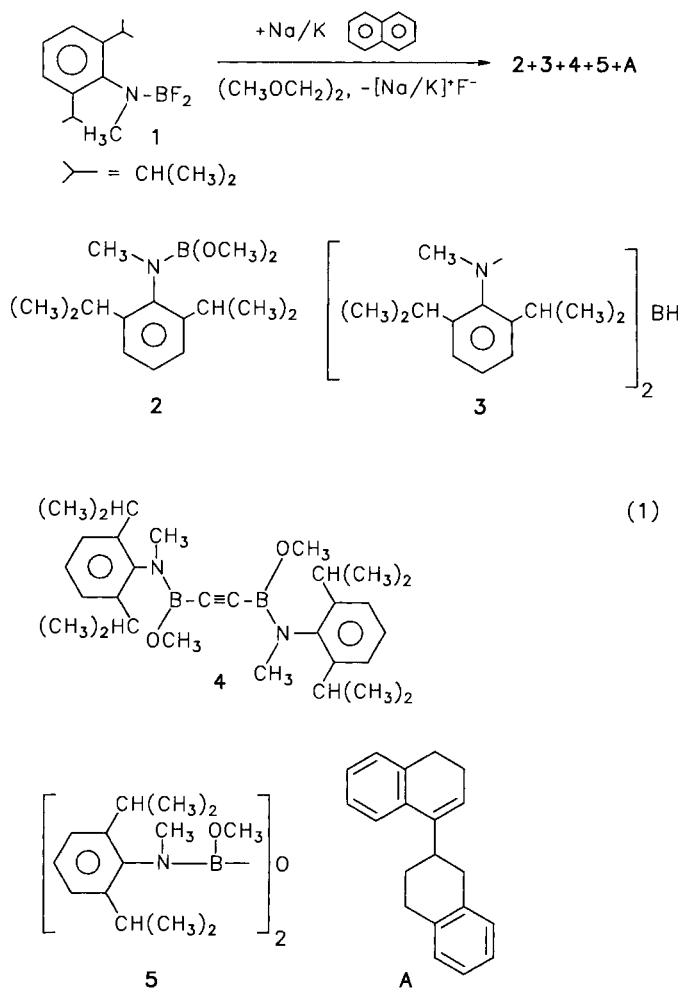
Klassische Strukturen von borreichen Bor-Kohlenstoff-Verbindungen sind dann stabil, wenn der Elektronenmangel am Bor über π -Bindungen von Aminogruppen ausgeglichen werden kann^[1–3]. Ebenso sind Carben-analoge Borverbindungen mit Aminogruppen weniger reaktiv als Organyl-substituierte Species^[4,5]. Eine zusätzliche Stabilisierung lassen sperrige Substituenten erwarten. Über die Borylierung aromatischer Verbindungen durch Dehalogenierungsprodukte von (Dialkylamino)dihalogenoboranen haben wir mehrfach berichtet^[6,7].

Ergebnisse und Diskussion

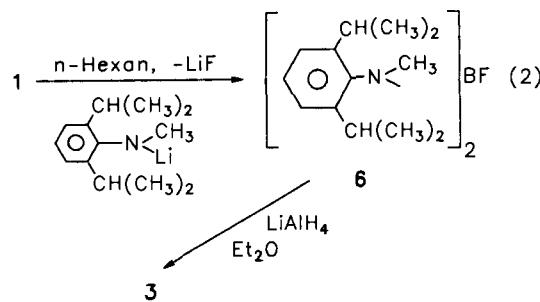
Als sterisch stark gehindertes Dihalogeno(diorganylarnino)boran haben wir [(2,6-Diisopropylphenyl)methylamino]difluoroboran (**1**) gewählt, welches infolge der Unmöglichkeit von 1,4-Additionen an den substituierten Aromaten selbst nicht mit seinen Dehalogenierungsprodukten reagiert und unschwer aus $\text{Et}_2\text{O} \cdot \text{BF}_3$ und 2,6-Diisopropyl-N-methylanilin in Gegenwart von Ethyldiisopropylamin zugänglich ist.

Setzt man Naphthalin mit Na/K-Legierung und anschließend mit **1** in 1,2-Dimethoxyethan um, so erhält man nach Gl. (1) [(2,6-Diisopropylphenyl)methylamino]dimethoxyboran (**2**), Bis[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]boran (**3**), 1,2-Bis{[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]methoxyboryl}ethin (**4**) sowie das bereits bekannte 1',2',3,3',4,4'-Hexahydro-1,2'-binaphthyl (**A**)^[8–10]. Massenspektrometrisch und ^{11}B -NMR-spektroskopisch wurde noch das Diboryl-oxid **5** nachgewiesen.

Verbindung **4** entsteht offenbar durch Einschiebung der $[\text{B}-\text{N}(\text{CH}_3)\text{C}_6\text{H}_3(i\text{C}_3\text{H}_7)_2]$ -Einheit in die CH_2-O -Bindungen von 1,2-Dimethoxyethan und nachfolgende Dehydrierung zum Alkinderivat (unter Wasserstoffübertragung an

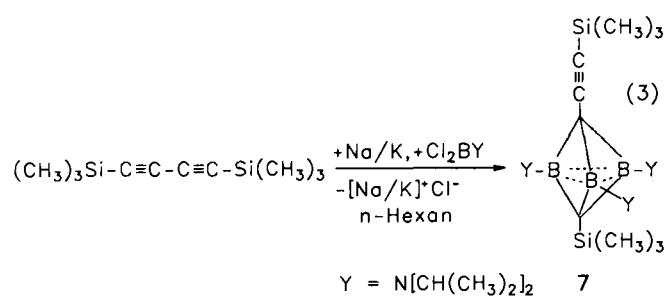


das Naphthalin). Der $\delta^{11}\text{B}$ -Wert für **3** liegt im Erwartungsbereich von 23.0, für **5** bei 18.5. Die Aufspaltung der Resonanzlinien der NCH_3 - und OCH_3 -Gruppen in drei Signale und der Aromaten-C-Atome in jeweils zwei Signale für **4** deuten auf ein Gemisch von zwei Isomeren hin. Um die Bildung der Verbindungen **2**, **4** und **5**, welche unter Mitwirkung des Lösungsmittels entstehen, auszuschalten, wurde die Reaktion auch in *n*-Hexan durchgeführt. Dabei wurde nur **3** isoliert. Es zeigt sich, daß das oder die Enthalogenierungsprodukt(e) von **1** möglicherweise aus sterischen Gründen nicht in der Lage sind, sich an das Ringsystem des Naphthalins zu addieren, wie wir das im Falle von (Diisopropylamino)diisobororan beobachtet haben^[11,12]. **3** wurde in besserer Ausbeute erhalten, wenn **1** zunächst mit 2,6-Diisopropyl-*N*-lithio-*N*-methylamin zu Bis[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]fluorboran (**6**) umgesetzt wurde, welches anschließend mit LiAlH_4 zu **3** hydriert wurde [Gl. (2)].



Bei der Enthalogenierung von Dichlor(diisopropylamino)boran mit Na/K-Legierung in Gegenwart von Norbornenderivaten wurden 1,2,3-Triborolane erhalten^[2]. Das mit 2,5-Norbornadien gebildete Triborolanderivat setzt sich in einer Retro-Diels-Alder-Reaktion zu 2,4,5-Tris(diisopropylamino)-2,4,5-triborabicyclo[1.1.1]pentan um^[2].

Dieser Verbindungstyp wurde nun auch bei der Reaktion von Bis(trimethylsilyl)butadiin mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran nach Gl. (3) erhalten.



2,4,5-Tris(diisopropylamino)-1-(trimethylsilyl)-3-[2-(trimethylsilyl)ethinyl]-2,4,5-triborabicyclo[1.1.1]pentan (**7**) ist, wie der $\delta^{11}\text{B}$ -Wert von 22.8 zeigt, nicht als 1,5-Dicarba-*clos*-pentaboran(5), sondern eher als klassisch gebundener Bicyclus zu betrachten^[2,13,14]. B–B-Wechselwirkungen sind aber doch wahrscheinlich, da man sonst das $\delta^{11}\text{B}$ -Signal (für eine C_2BN -Gruppierung) bei wesentlich tieferem Feld erwarten müßte^[15,16].

Führt man die Enthalogenierung von Dichlor(diisopropylamino)boran mit Na/K-Legierung in Gegenwart von 2,5-

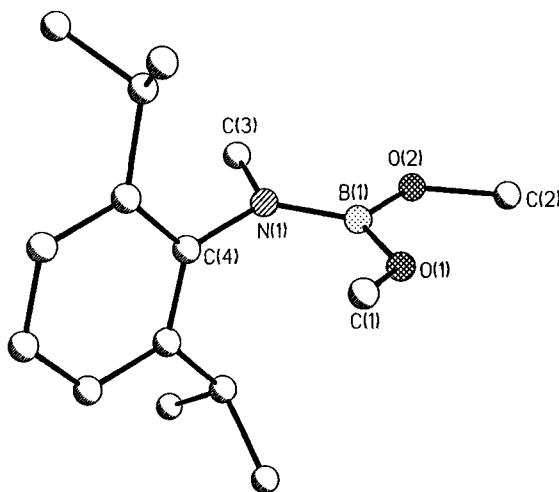


Abb. 1. Struktur von **2** im Kristall.
Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [$^\circ$]: B(1)–N(1) 141.0(2), B(1)–O(1) 136.5(2), B(1)–O(2) 136.8(2); N(1)–B(1)–O(1) 127.1(1), N(1)–B(1)–O(2) 116.1(1), O(1)–B(1)–O(2) 116.8(1)

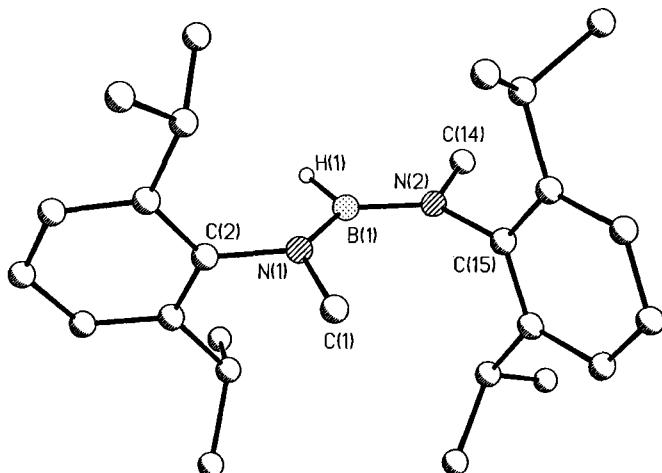
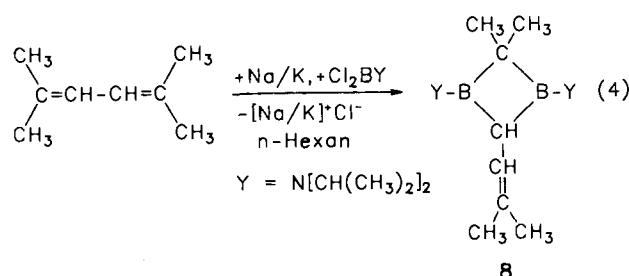


Abb. 2. Struktur von **3** im Kristall.
Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [$^\circ$]: B(1)–N(1) 141.3(2), B(1)–N(2) 141.2(2), B(1)–H(1) 111.5(20); N(1)–B(1)–N(2) 128.7(2), N(1)–B(1)–H(1) 115.7(7), N(2)–B(1)–H(1) 115.6(7)

Dimethyl-2,4-hexadien durch, entsteht nach Gl. (4) das Diboretanderivat **8**, das nur in geringer Ausbeute durch Kristallisation aus einer Fraktion der Destillate erhalten wurde.



Kristallstrukturanalysen der Verbindungen **2**–**4**, **7** und **8**^[17]

Abb. 1–5 zeigen die Strukturen der Verbindungen **2**–**4**, **7** und **8** im Kristall. Die Atomkoordinaten sind in den

Tab. 1–5 zusammengestellt. In Struktur 7 sind die Abstände der Boratome untereinander mit ca. 197 pm relativ kurz, aber für B–B-Bindungen zu lang. Schwache bindende (BB)-Wechselwirkungen werden auch durch das ^{11}B -NMR-Spektrum wahrscheinlich gemacht^[2].

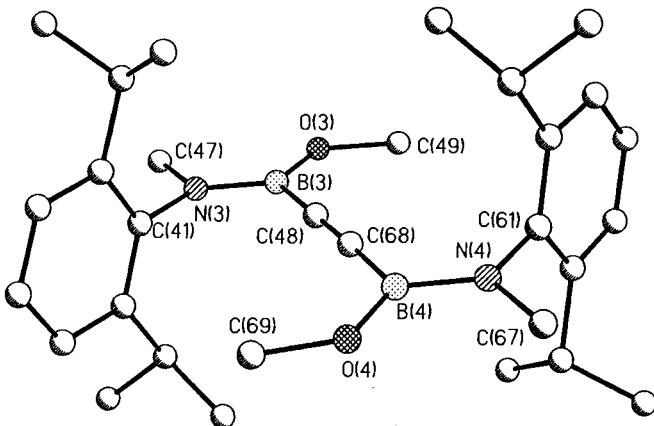


Abb. 3. Struktur eines Moleküls von 4 im Kristall.
Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [$^{\circ}$]: B(1)–O(1) 136.7(4), B(2)–O(2) 136.6(4), B(3)–O(3) 136.9(4), B(4)–O(4) 137.4(4), B(1)–C(8) 154.2(5), B(2)–C(28) 154.0(5), B(3)–C(48) 153.2(5), B(4)–C(68) 153.6(5), C(8)–C(8a) 121.9(6), C(28)–C(28a) 121.9(6), C(48)–C(68) 121.6(5); O(1)–B(1)–N(1) 119.2(3), O(2)–B(2)–N(2) 119.2(3), O(3)–B(3)–N(3) 118.7(3), O(4)–B(4)–N(4) 117.9(3), O(1)–B(1)–C(8) 120.5(3), O(2)–B(2)–C(28) 122.1(3), O(3)–B(3)–C(48) 121.9(3), O(4)–B(4)–C(68) 121.8(3), N(1)–B(1)–C(8) 120.3(3), N(2)–B(2)–C(28) 118.8(3), N(3)–B(3)–C(48) 119.4(3), N(4)–B(4)–C(68) 120.4(3)

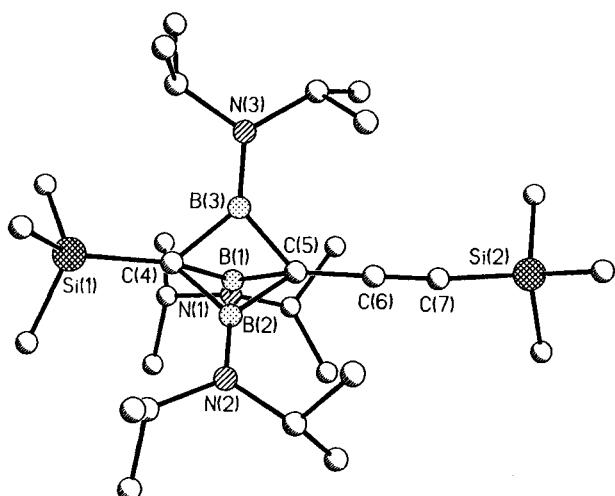


Abb. 4. Struktur von 7 im Kristall.
Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [$^{\circ}$]: B(1)–C(4) 160.1(4), B(2)–C(4) 160.1(5), B(3)–C(4) 160.0(5), B(1)–C(5) 160.3(4), B(2)–C(5) 160.8(5), B(3)–C(5) 159.3(5), B(1)–N(1) 139.4(4), B(2)–N(2) 139.1(5), B(3)–N(3) 140.2(4), C(4)–Si(1) 184.6(3), C(5)–C(6) 142.7(4), C(6)–C(7) 120.8(4); B(1)–C(4)–B(2) 76.1(2), B(1)–C(4)–B(3) 76.1(2), B(2)–C(4)–B(3) 76.2(2), B(1)–C(5)–B(2) 75.9(2), B(1)–C(5)–B(3) 76.2(2), B(2)–C(5)–B(3) 76.2(2), C(4)–B(1)–C(5) 89.2(2), C(4)–B(2)–C(5) 89.0(2), C(4)–B(3)–C(5) 89.6(2), N(1)–B(1)–C(4) 135.1(3), N(2)–B(2)–C(4) 135.6(3), N(3)–B(3)–C(4) 134.5(3), N(1)–B(1)–C(5) 135.7(3), N(2)–B(2)–C(5) 135.4(3), N(3)–B(3)–C(5) 135.9(3)

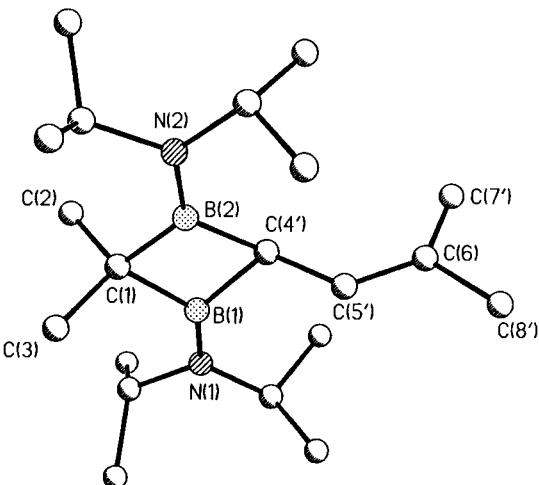


Abb. 5. Struktur von 8 im Kristall.
Ausgewählte Bindungsabstände [pm] und -winkel [$^{\circ}$]: B(1)–C(1) 161.4(3), B(1)–C(4') 163.1(5), B(1)–C(4'') 163.6(5), B(2)–C(1) 161.6(3), B(2)–C(4') 163.9(5), B(2)–C(4'') 163.2(5), C(4')–C(5') 148.5(5), C(4'')–C(5'') 148.4(6), C(5')–C(6) 136.7(4), C(5'')–C(6) 138.2(4); C(1)–B(1)–C(4'), 96.3(2), C(1)–B(1)–C(4'') 95.8(2), C(1)–B(1)–C(4'') 95.9(2), C(1)–B(1)–N(1) 133.0(2), C(4')–B(1)–N(1) 129.7(2), C(1)–B(2)–N(2) 130.0(2), C(4')–B(1)–N(1) 133.0(2), C(4')–B(1)–N(1) 133.7(2), C(4')–B(2)–N(2) 133.3(2), C(4')–B(2)–N(2) 133.2(2), B(1)–C(4')–C(5') 123.1(4), B(1)–C(4'')–C(5') 122.9(4), B(2)–C(4')–C(5') 122.7(4), B(2)–C(4'')–C(5') 121.7(4), C(4')–C(5')–C(6) 127.4(4), C(4'')–C(5')–C(6) 126.5(4)

Für die Förderung dieser Arbeit danken wir der Volkswagenstiftung und dem Fonds der Chemischen Industrie.

Experimenteller Teil

Alle Reaktionen wurden unter Ausschluß von Feuchtigkeit unter trockenem N_2 ausgeführt. — Analysen: Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen und Analytisches Labor des Instituts für Anorganische Chemie, Universität Göttingen. — NMR (Standards): ^1H , ^{13}C , ^{29}Si (TMS, int.), ^{11}B ($\text{Et}_2\text{O} \cdot \text{BF}_3$ ext.), ^{19}F (C_6F_6 int.); Bruker AM 250. — MS: EI (70 eV), FI: Varian MAT CH5. — Ausgangsverbindungen: 2,6-Diisopropyl-N-methylanilin^[18,19], $\text{Cl}_2\text{BN}(\text{iPr})_2$ ^[20].

[(2,6-Diisopropylphenyl)methylamino]difluoroboran (1): Zu 2.32 mol (327.9 g) $\text{Et}_2\text{O} \cdot \text{BF}_3$ wurden unter Eiskühlung 1.26 mol (162.8 g) Ethyldiisopropylamin und anschließend 1.26 mol (241.1 g) 2,6-Diisopropyl-N-methylanilin getropft. Nach Erwärmen auf 20 °C und 2stdg. Rühren werden die gebildeten Salze in der Drucknutsche abgetrennt, gewaschen, aus dem Filtrat wird der Ether abdestilliert und die Mischung dann über eine 20-cm-Vigreux-Kolonne fraktioniert. Man erhält 239.2 g 1 (79%, bezogen auf Diisopropylmethylanilin) als farblose Flüssigkeit mit Sdp. 47 °C/0.0013 mbar. — ^1H -NMR (C_6D_6): δ = 1.18 (d, 3J = 6.9 Hz, 12H, CHCH_3), 2.69 (s, 3H, NCH_3), 3.07 (sept, 3J = 6.9 Hz, 2H, CHCH_3), 7.08 (m, 3H, 3- bis 5-H). — ^{13}C -NMR (CDCl_3): δ = 24.06, 24.47, 24.48 (CHCH_3), 28.02 (CHCH_3), 37.08 (NCH_3), 123.99 (C-3,5), 127.63 (C-4), 138.14, 138.18 (C-1), 145.90, 145.92 (C-2,6). — ^{11}B -NMR (C_6D_6): δ = 17.2 ($h_{1/2}$ = 356 Hz). — ^{19}F -NMR (CDCl_3): δ = 30.3 [dd, $^2J(\text{FF})$ = 370, $^1J(\text{BF})$ = 46 Hz]. — MS (EI). m/z (%) = 239 (46) [M^+], 224 (100); (FI): 239 (100).

$\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{BF}_2\text{N}$ (239.2) Ber. C 65.15 H 8.61 N 6.50
Gef. C 65.30 H 8.43 N 6.66

Arbeitsvorschrift zur Darstellung von 2–5 und A: Zu einer intensiv gerührten Suspension von 1 mol Na/K-Legierung (26.1 g K,

7.6 g Na) in 1000 ml 1,2-Dimethoxyethan (DME) bzw. *n*-Hexan werden innerhalb 1 h 128.2 g (1.0 mol) Naphthalin gegeben. Die Suspension in DME (ockerfarbig) wird noch 6 h nachgeheizt, jene in *n*-Hexan (schwarz) 3 h unter Rückfluß erhitzt. Nach Zutropfen von jeweils 119.6 g (0.5 mol) **1** wird noch 6 h unter Rückfluß erhitzt. Für DME resultiert zunächst eine blaue, für *n*-Hexan eine violette Suspension, die sich beide beim Erhitzen nach Schwarz verfärbten. Nach Entfernen des Lösungsmittels im Rotationsverdampfer wird der Rückstand fraktionierend destilliert. Zuerst gehen jeweils etwa 64 g Naphthalin bei 80°C/0.002 mbar über, danach werden bei höherer Temperatur Fraktionen gewonnen, die dann jeweils nochmals über eine 20-cm-Vigreux-Kolonne fraktioniert werden. Man erhält schließlich aus der Reaktion mit DME 17 g (13%) **2** (Sdp. 75°C/0.002 mbar, Schmp. 36°C), 8.2 g (8%) **3** (Sdp. 175°C/0.002 mbar, Schmp. 145°C) und 37 g (29%, hier bezogen auf C₁₀H₈) **4** (Sdp. ≈ 200°C/0.002 mbar). **5** wurde massenspektroskopisch in einer Fraktion bei 125°C/0.002 mbar nachgewiesen (*m/z* 480), konnte aber nicht rein erhalten werden. **4** fiel in farblosen, prismatischen Kristallen an, als eine bei 190°C/0.002 mbar siedende Fraktion mit Toluol zum Sieden erhitzt und langsam abgekühlt wurde. Schmp. 190°C. Von **2** und **3** wurden Einkristalle durch Kristallisation aus *n*-Hexan erhalten. Bei der Reaktion in *n*-Hexan fiel als einziges Reaktionsprodukt **3**, 24.8 g (25%), Sdp. 165°C/0.002 mbar, an.

Darstellung von 6: 0.11 mol (20.9 g) 2,6-Diisopropyl-*N*-methyl-anilin werden in 200 ml *n*-Hexan gelöst und mit 0.11 mol *n*-Butyllithium lithiiert (2 h unter Rückfluß). Die erhaltene Suspension wird in kleinen Portionen zu 26.3 g (0.11 mol) **1** in 100 ml *n*-Hexan gegeben. Man erhitzt noch 2 h unter Rückfluß, trennt von Ungleistem in der Drucknutsche heiß ab, destilliert das Lösungsmittel in eine Kühlsäule und trocknet nach nochmaligem Umkristallisieren aus Hexan den gelblichen Feststoff i. Vak. Ausb. 38.6 g (85%) **6**, Schmp. 151°C.

Darstellung von 3 ausgehend von 6: Eine Suspension von 0.094 mol (38.6 g) **6** in 100 ml Diethylether wird unter Röhren zu 0.15 ml (5.7 g) LiAlH₄ in 300 ml Et₂O getropft. Dann wird 2 h unter Rückfluß erhitzt. Die Salze werden abgefiltert, der Ether wird im Rotationsverdampfer entfernt und **3** durch Kristallisation aus Et₂O/Hexan erhalten, das i. Vak. getrocknet wird. Ausb. 30.5 g (83%), Schmp. 145°C.

[(2,6-Diisopropylphenyl)methylamino]dimethoxyboran (**2**): Schmp. 36°C. – ¹H-NMR (C₆D₆): δ = 1.17 (dd, ³J = 6.9 Hz, 12H, CHCH₃), 2.91 (s, 6H, OCH₃), 3.34 (sept, ³J = 6.9 Hz, 2H, CHCH₃), 3.60 (s, br, 3H, NCH₃), 7.02 – 7.09 (m, 3H, 3- bis 5-H). – ¹³C-NMR (C₆D₆): δ = 24.00, 25.76 (CHCH₃), 28.29 (CHCH₃), 39.60 (NCH₃), 51.14, 52.59 (OCH₃), 124.16 (C-3,5), 127.12 (C-4), 143.24 (C_q-1), 147.12 (C_q-2,6). – ¹¹B-NMR (C₆D₆): δ = 20.1 (*h*_{1/2} = 645 Hz). – MS (EI): *m/z* (%) = 263 (100) [M⁺]; (FI): 263 (100).

C₁₅H₂₆BNO₂ (263.2) Ber. C 68.23 H 10.00 B 4.10 N 5.41
Gef. C 68.45 H 9.96 B 4.11 N 5.32

Bis[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]boran (**3**): Schmp. 145°C. – ¹H-NMR (C₆D₆): δ = 1.39 (dd, ³J = 6.8 Hz, 12H, CHCH₃), 1.50 (vt, ³J = 6.8 Hz, 12H, CHCH₃), 2.34 (s, 3H, NCH₃), 3.08 (s, 3H, NCH₃), 3.61 (sept, ³J = 6.8 Hz, 2H, CHCH₃), 3.78 (sept, ³J = 6.8 Hz, 2H, CHCH₃), 7.24 – 7.33 (m, 6H, 3- bis 5-H, 3'- bis 5'-H). – ¹³C-NMR (C₆D₆): δ = 25.16, 26.11 (CHCH₃), 28.31, 28.51 (CHCH₃), 37.98, 45.77 (NCH₃), 124.32, 124.45 (C-3,5,3',5'), 127.05, 127.47 (C-4,4'), 143.90, 146.37, 146.75, 148.17 (C_q-1,2,6,2',6',1'). – ¹¹B-NMR (C₆D₆): δ = 27.8 (*h*_{1/2} = 525 Hz). – MS (EI): *m/z* (%) = 391 (100) [M⁺ – H]; (FI): 392 (100). – IR (KBr): ν(BH) 2502 cm⁻¹.

C₂₆H₄₁BN₂ (392.4) Ber. C 79.52 H 10.65 B 2.62 N 7.06
Gef. C 79.58 H 10.53 B 2.75 N 7.14

1,2-Bis{[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]methoxyboryl}ethin (**4**): Schmp. 190°C. Keine Analyse, da zu wenig Reinsubstanz. – ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 1.02 (d), 1.12 (d), 1.15 (d), 1.23 (d), 1.27 (d) (CHCH₃, ³J = 6.5 Hz, insgesamt 8 CH₃CH), 2.51 (s), 2.88 (s), 2.99 (s), 3.14 (s) (OCH₃, NCH₃). Im Fuß der Signale bei 2.8 – 3.1 finden sich die CHCH₃-Signale als m (4H), 7.1 – 7.3 (m, 6H, C₆H₃). – ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = 24.08, 24.22, 24.27, 24.34, 24.40, 24.61, 24.70, 24.95 (CHCH₃); 27.66, 27.70, 27.72, 27.94 (CHCH₃); 36.60,

Tab. 1. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **2**. $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	3338(1)	1792(2)	6117(1)	28(1)
O(1)	4383(1)	2304(2)	6060(1)	42(1)
C(1)	4753(1)	2819(3)	5343(1)	53(1)
O(2)	3250(1)	969(2)	6831(1)	37(1)
C(2)	4225(1)	571(3)	7458(1)	51(1)
N(1)	2332(1)	2035(1)	5521(1)	27(1)
C(3)	1277(1)	1404(2)	5687(1)	36(1)
C(4)	2165(1)	3185(2)	4836(1)	25(1)
C(5)	2094(1)	4881(2)	4996(1)	27(1)
C(51)	2183(1)	5558(2)	5875(1)	31(1)
C(52)	3164(2)	6746(3)	6119(1)	53(1)
C(53)	1095(1)	6399(2)	5964(1)	43(1)
C(6)	1931(1)	5967(2)	4320(1)	33(1)
C(7)	1822(1)	5399(2)	3508(1)	36(1)
C(8)	1864(1)	3727(2)	3357(1)	34(1)
C(9)	2028(1)	2593(2)	4009(1)	28(1)
C(91)	2045(1)	766(2)	3811(1)	34(1)
C(92)	3004(2)	315(2)	3385(1)	51(1)
C(93)	925(1)	234(2)	3257(1)	43(1)

Tab. 2. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **3**. $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	4409(2)	1501(2)	4488(2)	26(1)
N(1)	4975(1)	2704(1)	5502(1)	25(1)
C(1)	4915(2)	3853(1)	5402(2)	34(1)
C(2)	6005(2)	2966(1)	6818(1)	26(1)
C(3)	5441(2)	3038(1)	7686(1)	30(1)
C(4)	6477(2)	3348(2)	8964(2)	36(1)
C(5)	8010(2)	3565(2)	9370(2)	37(1)
C(6)	8541(2)	3480(2)	8505(2)	35(1)
C(7)	7560(2)	3187(1)	7220(1)	29(1)
C(8)	3738(2)	2720(2)	7229(2)	40(1)
C(9)	2888(3)	1330(2)	6759(3)	76(1)
C(10)	3428(2)	3485(2)	8243(2)	54(1)
C(11)	8188(2)	3071(2)	6294(2)	38(1)
C(12)	8623(2)	1942(2)	6067(2)	58(1)
C(13)	9555(2)	4268(2)	6759(2)	49(1)
N(2)	3572(1)	1093(1)	3136(1)	26(1)
C(14)	3095(2)	-208(2)	2229(2)	39(1)
C(15)	3082(2)	1829(1)	2482(1)	25(1)
C(16)	1627(2)	1864(1)	2174(1)	30(1)
C(17)	1193(2)	2603(2)	1567(2)	38(1)
C(18)	2149(2)	3273(2)	1262(2)	41(1)
C(19)	3555(2)	3206(2)	1541(2)	37(1)
C(20)	4051(2)	2482(1)	2147(1)	28(1)
C(21)	551(2)	1146(2)	2506(2)	40(1)
C(22)	288(3)	2031(2)	3487(2)	65(1)
C(23)	-1000(2)	210(2)	1287(2)	56(1)
C(24)	5605(2)	2424(2)	2429(2)	36(1)
C(25)	6932(2)	3720(2)	3212(2)	51(1)
C(26)	5562(2)	1704(2)	1165(2)	62(1)

36.97, 39.79, 40.35, 54.19, 54.23, 55.05 (NCH_3 , OCH_3); 123.52, 123.59, 123.68, 126.36, 126.54, 126.78 (C-3 bis -5), 145.34, 145.44, 146.32, 146.41 (C_6). — $^{11}\text{B-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 23.0$ ($h_{1/2} = 400$ Hz). — MS

Tab. 3. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von 4. $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	3984(2)	1387(1)	6103(2)	26(2)
C(2)	3629(2)	1893(2)	6057(2)	31(2)
C(3)	3016(2)	1836(2)	6030(2)	39(3)
C(4)	2762(2)	1296(2)	6042(2)	40(2)
C(5)	3112(2)	804(2)	6081(2)	36(3)
C(6)	3725(2)	836(2)	6111(2)	30(2)
C(11)	4089(2)	278(2)	6150(2)	41(3)
C(12)	3755(2)	-127(2)	5633(2)	54(4)
C(13)	4208(2)	-27(2)	6740(2)	58(3)
C(14)	3896(2)	2495(2)	6044(2)	37(3)
C(15)	3509(2)	2828(2)	5487(2)	57(3)
C(16)	3949(2)	2836(2)	6602(2)	52(3)
N(1)	4622(1)	1432(1)	6133(1)	25(2)
C(7)	4697(2)	1458(2)	5556(2)	34(2)
B(1)	5128(2)	1453(2)	6660(2)	26(3)
C(8)	5028(2)	1448(2)	7258(1)	32(2)
O(1)	5715(1)	1480(1)	6641(1)	35(2)
C(9)	6249(2)	1541(2)	7173(2)	48(3)
C(21)	1(2)	1806(1)	6141(2)	25(2)
C(22)	338(2)	1298(2)	6137(2)	29(2)
C(23)	929(2)	1357(2)	6112(2)	35(3)
C(24)	1177(2)	1896(2)	6089(2)	39(2)
C(25)	848(2)	2390(2)	6112(2)	39(3)
C(26)	254(2)	2359(2)	6135(2)	28(2)
C(34)	-85(2)	2912(2)	6178(2)	37(3)
C(35)	-192(2)	3300(2)	5638(2)	54(3)
C(36)	262(2)	3241(2)	6749(2)	54(4)
C(31)	81(2)	696(2)	6176(2)	37(3)
C(32)	120(2)	295(2)	5687(2)	49(3)
C(33)	423(2)	418(2)	6779(2)	53(3)
N(2)	-627(1)	1760(1)	6146(1)	24(2)
C(27)	-1112(2)	1752(2)	5556(2)	36(2)
B(2)	-758(2)	1750(2)	6667(2)	25(3)
C(28)	-214(2)	1773(2)	7263(1)	30(3)
O(2)	-1364(1)	1726(1)	6634(1)	33(2)
C(29)	-1516(2)	1706(2)	7161(2)	49(3)
C(41)	2775(2)	-422(1)	8837(2)	26(2)
C(42)	3284(2)	-83(2)	8839(2)	30(2)
C(43)	3225(2)	521(2)	8857(2)	36(3)
C(44)	2691(2)	772(2)	8874(2)	40(3)
C(45)	2193(2)	432(2)	8859(2)	39(3)
C(46)	2223(2)	-173(2)	8840(2)	27(2)
C(51)	1658(2)	-527(2)	8809(2)	36(3)
C(52)	1117(2)	-407(2)	8234(2)	52(3)
C(53)	1471(2)	-430(2)	9349(2)	53(3)
C(54)	3874(2)	-348(2)	8810(2)	36(2)
C(55)	3946(2)	-223(2)	8212(2)	47(3)
C(56)	4448(2)	-131(2)	9312(2)	51(3)
N(3)	2826(1)	-1051(1)	8836(1)	26(2)
C(47)	3047(2)	-1312(2)	9426(2)	35(3)
B(3)	2652(2)	-1380(2)	8316(2)	27(3)
C(48)	2424(2)	-1068(2)	7717(2)	31(3)
O(3)	2693(1)	-1973(1)	8358(1)	35(2)
C(49)	2534(2)	-2321(2)	7831(2)	49(3)
C(61)	1780(2)	-1427(1)	6080(2)	25(2)
C(62)	2271(2)	-1754(2)	6030(2)	30(2)
C(63)	2206(2)	-2358(2)	5999(2)	38(3)
C(64)	1673(2)	-2621(2)	6013(2)	38(3)
C(65)	1194(2)	-2292(2)	6055(2)	39(3)
C(66)	1232(2)	-1687(2)	6093(2)	30(2)
C(71)	689(2)	-1346(2)	6135(2)	41(3)
C(72)	92(2)	-1482(2)	5619(2)	54(3)
C(73)	604(2)	-1460(2)	6728(2)	63(3)
C(74)	2867(2)	-1480(2)	6024(2)	37(3)
C(75)	3413(2)	-1631(2)	6586(2)	53(3)
C(76)	3003(2)	-1657(2)	5472(2)	56(3)
N(4)	1833(1)	-797(1)	6113(1)	25(2)
C(67)	1652(2)	-504(2)	5540(2)	33(3)
B(4)	2041(2)	-494(2)	6649(2)	27(3)
C(68)	2246(2)	-825(2)	7239(2)	30(2)
O(4)	2058(1)	103(1)	6628(1)	34(2)
C(69)	2303(2)	438(2)	7166(2)	46(3)

(EI): m/z (%) = 488 (100) [M^+]. — Die ^1H - und ^{13}C -NMR-Daten legen den Schluß nahe, daß 4 als Gemisch zweier rotationsisomerer Verbindungen vorliegt. Eine eindeutige Zuordnung der NMR-Signale war deshalb nicht möglich.

Bis{[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]methoxyboryl}oxid (5) $\text{C}_{26}\text{H}_{46}\text{B}_2\text{N}_2\text{O}_3$ (480.30) wurde massenspektrometrisch in der Fraktion $125^\circ\text{C}/0.002$ mbar (EI): m/z (%) = 480 (10) [M^+] und durch $^{11}\text{B-NMR}$ (C_6D_6 , $\delta = 18.5$, $h_{1/2} = 130$ Hz) nachgewiesen.

Bis{[(2,6-diisopropylphenyl)methylamino]fluorboran} (6): Schmp. 151°C . — $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): $\delta = 1.20$ (d, $^3J = 6.5$ Hz, 12H, CHCH_3), 1.34 (d, $^3J = 6.5$ Hz, 12H, CHCH_3), 2.16 (s, br, 3H, NCH_3), 2.86 (s, br, 3H, NCH_3), 3.42 (sept, unaufgelöst, 2H, CHCH_3), 3.59 (sept, unaufgelöst, 2H, CHCH_3), 7.07–7.15 (m, 6H, 3- bis 5-H, 3'- bis 5'-H). — $^{11}\text{B-NMR}$ (C_6D_6): $\delta = 20.3$ ($h_{1/2} = 500$ Hz). — $^{19}\text{F-NMR}$ (C_6D_6): $\delta = 33.2$. — MS (EI): m/z (%) = 410 (24) [M^+], 191 (100); (FI): 410 (100).

Arbeitsvorschrift zur Darstellung von 7 und 8: 0.1 mol (20 g) Bis(trimethylsilyl)butadiin bzw. 0.1 mol (11 g) 2,5-Dimethyl-2,4-hexadien wird zusammen mit 0.4 mol (74.7 g) $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{-C}_3\text{H}_7)_2$ in 500 ml *n*-Hexan gelöst und das Gemisch innerhalb von 30 min zu 1 mol Na/K-Legierung (26.2 g K, 7.6 g Na) in 1 l Hexan getropft. Dann wird 8 h bei Raumtemp. gerührt und schließlich 2 d unter Rückfluß erhitzt. Danach wird abgefiltert, vom Filtrat das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt und schließlich in einer Mikrodestille destilliert. 7 [Sdp. 112 – $127^\circ\text{C}/0.002$ mbar, 18.5 g (34%),

Tab. 4. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von 7. $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(4)	2575(2)	5228(2)	2903(1)	26(1)
C(5)	1163(2)	5178(2)	3670(1)	26(1)
C(6)	245(3)	5124(2)	4142(1)	30(1)
C(7)	-566(3)	5063(2)	4519(2)	36(1)
Si(1)	3728(1)	5257(1)	2269(1)	34(1)
C(1)	5242(2)	5260(3)	2644(2)	46(1)
C(2)	3602(3)	6225(2)	1743(2)	45(1)
C(3)	3628(3)	4324(2)	1707(2)	49(1)
Si(2)	-1901(1)	4837(1)	4976(1)	40(1)
C(8)	-2354(4)	3748(3)	4783(2)	71(2)
C(9)	-1609(3)	4937(3)	5865(2)	73(2)
C(10)	-3063(4)	5583(3)	4713(2)	69(2)
B(1)	1170(3)	5204(3)	2887(2)	27(1)
N(1)	321(2)	5199(2)	2396(1)	31(1)
C(11)	-959(2)	5170(3)	2522(2)	41(1)
C(12)	-1378(3)	5958(2)	2883(2)	49(1)
C(13)	-1324(3)	4357(3)	2852(2)	52(1)
C(14)	661(3)	5211(3)	1703(1)	40(1)
C(15)	220(4)	5997(3)	1354(2)	56(2)
C(16)	302(4)	4418(3)	1350(2)	57(2)
B(2)	2195(3)	5830(2)	3493(2)	28(1)
N(2)	2590(2)	6590(2)	3748(1)	30(1)
C(21)	3582(3)	7034(2)	3445(2)	35(1)
C(22)	3197(4)	7843(2)	3111(2)	52(1)
C(23)	4598(3)	7176(3)	3919(2)	54(2)
C(24)	2032(3)	7027(2)	4307(2)	40(1)
C(25)	2154(4)	6541(2)	4942(2)	52(1)
C(26)	757(3)	7269(2)	4164(2)	53(2)
B(3)	2237(3)	4588(2)	3476(2)	28(1)
N(3)	2694(2)	3820(2)	3696(1)	33(1)
C(31)	3725(3)	3432(2)	3379(2)	40(1)
C(32)	3424(4)	2583(2)	3069(2)	59(2)
C(33)	4779(3)	3361(3)	3839(2)	60(2)
C(34)	2201(4)	3347(2)	4250(2)	52(2)
C(35)	958(3)	3043(2)	4108(2)	59(2)
C(36)	2286(4)	3837(3)	4884(2)	65(2)

Tab. 5. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) von **8**. $U(\text{eq})$ wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(2)	6122(4)	9205(2)	8657(1)	40(1)
C(3)	2627(4)	10097(2)	8630(1)	40(1)
C(1)	3838(3)	8979(2)	8287(1)	30(1)
B(1)	3630(4)	8630(2)	7365(1)	31(1)
N(1)	4422(3)	9408(2)	6831(1)	29(1)
B(2)	2504(4)	7473(2)	8228(1)	31(1)
N(2)	1820(3)	6764(2)	8800(1)	29(1)
C(4')	2641(9)	7037(5)	7303(3)	26(4)
C(5')	752(7)	6350(4)	6786(2)	27(2)
C(6)	538(4)	5143(2)	6303(1)	38(2)
C(7')	2094(8)	4268(6)	6125(3)	40(3)
C(8')	-1673(8)	4642(6)	5867(3)	39(3)
C(4'')	1899(1)	7236(5)	7309(3)	30(4)
C(5'')	2115(7)	5967(4)	6801(2)	30(3)
C(7'')	1232(1)	3878(6)	5870(4)	59(6)
C(8'')	-1676(9)	5257(7)	6186(4)	55(4)
C(11)	4174(3)	9018(2)	5989(1)	33(1)
C(12)	1862(4)	8793(3)	5690(1)	50(2)
C(13)	5244(4)	7826(2)	5708(1)	46(2)
C(14)	5644(3)	10780(2)	7105(1)	34(1)
C(15)	7954(4)	10933(3)	6891(1)	47(1)
C(16)	4527(4)	11864(2)	6854(1)	45(2)
C(21)	605(3)	5367(2)	8696(1)	33(1)
C(22)	1887(4)	4351(2)	8309(1)	48(2)
C(23)	-1584(4)	5243(3)	8291(1)	45(1)
C(24)	2292(3)	7408(2)	9613(1)	33(1)
C(25)	3726(4)	6682(2)	10044(1)	41(1)
C(26)	264(4)	7599(2)	10019(1)	40(1)

bezogen auf das eingesetzte Diin) und **8** (Sdp. 92–100°C/0.002 mbar, ca. 3 g) fielen als gelbe Öle an, aus denen sich bei längerer Lagerung farblose Kristalle abschieden, die für die Röntgenstrukturanalyse geeignet waren. Für **7** wurden diese Kristalle auch NMR-spektroskopisch untersucht, bei **8** reichte deren Menge dafür nicht aus.

2,4,5-Tris(diisopropylamino)-1-(trimethylsilyl)-3-/2-(trimethylsilyl)ethinyl]-2,4,5-triborabicyclo[1.1.1]pentan (**7**): Schmp. 126°C. — $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 0.102$ [s, 9H, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$], 0.104 (s, 9H, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$], 1.02 (d, $^3J = 6.9$ Hz, 18H, CHCH_3), 1.25 (d, $^3J = 6.9$ Hz, 18H, CHCH_3), 3.18 (br, 3H, CHCH_3), 3.74 (br, 3H, CHCH_3). — $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 1.03$, 1.89 (SiCH_3), 22.24, 25.14 (CHCH_3), 44.43, 54.65 (CHCH_3), 85.30, 113.63 ($\text{C}\equiv\text{C}$), die BC-Gruppen (C-1 und C-3) wurden nicht gefunden. — $^{11}\text{B-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 22.8$ ($h_{1/2} = 350$ Hz). — $^{29}\text{Si-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = -21.07$ und -14.00 (Intensität 1:1). — MS (EI): m/z (%) = 527 (1) [M^+]; (FI) 527 (100).

$\text{C}_{28}\text{H}_{60}\text{B}_3\text{N}_3\text{Si}_2$ (527.4) Ber. C 63.77 H 11.46 B 6.15 N 7.97 Gef. C 63.82 H 11.51 B 6.30 N 8.25

1,3-Bis(diisopropylamino)-2,2-dimethyl-4-(2-methyl-1-propenyl)-1,3-diboretan (**8**): Schmp. 72°C. Einkristalle gewinnt man direkt aus der bei 92–100°C/0.002 mbar erhaltenen Fraktion. — MS (EI): m/z (%) = 332 (15) [M^+]; (FI) 332 (100).

Kristallstrukturanalysen von 2–4, 7 und 8: Eine Zusammenfassung der Datensammlungsverfahren und der Kristalldaten wird in Tab. 6 gegeben. Die Datensammlungen erfolgten auf einem Stoe-Siemens-AED-Vierkreisdiffraktometer mit Mo-K_α -Strahlung ($\lambda = 71.073$ pm) bei einer Temperatur von -120°C . Die Strukturen wurden mit Hilfe direkter Methoden gelöst^[21]. Die Verfeinerung erfolgte bei den Strukturen **2**, **3** und **7** nach **F** mit dem Programm SHELX-76^[22] und bei den Strukturen **4** und **8** nach F^2 -Werten mit dem

Tab. 6. Datensammlung und Kristalldaten der Strukturen **2–4, 7 und 8**

Verbindung	2	3	4	7	8
Molekülfomel	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{BNO}_2$	$\text{C}_{26}\text{H}_{41}\text{BN}_2$	$\text{C}_{30}\text{H}_{46}\text{B}_2\text{N}_2\text{O}_2$	$\text{C}_{28}\text{H}_{60}\text{B}_3\text{N}_3\text{Si}_2$	$\text{C}_{20}\text{H}_{42}\text{B}_2\text{N}_2$
M	263.2	392.4	488.31	527.4	332.2
Kristallsystem	monoklin	triklin	monoklin	orthorhombisch	triklin
Raumgruppe	$\text{P}2_1/\text{c}$	$\text{P}\bar{1}$	$\text{C}2/\text{c}$	$\text{P}2_1\text{2}_1\text{2}_1$	$\text{P}\bar{1}$
a [pm]	1223.6(3)	1027.1(3)	2297.5(4)	1139.1(2)	634.6(1)
b [pm]	811.3(2)	1225.8(4)	2298.5(6)	1589.9(3)	1022.3(2)
c [pm]	1633.0(3)	1250.7(4)	2415.9(4)	2046.4(3)	1776.5(4)
α [°]	90	107.88(2)	90	90	99.37(1)
β [°]	102.31(2)	113.04(2)	110.62(2)	90	92.15(2)
γ [°]	90	103.45(2)	90	90	99.44(2)
V [nm ³]	1.584	1.262	11.941	3.706	1.119
Z	4	2	16	4	2
d_r [Mg m ⁻³]	1.104	1.032	1.087	0.945	0.986
μ [mm ⁻¹]	0.071	0.059	0.066	0.114	0.055
Kristallgröße [mm]	0.5 × 0.7 × 0.8	0.2 × 0.3 × 0.4	0.4 × 0.4 × 0.5	0.3 × 0.5 × 0.5	0.3 × 0.4 × 0.5
Reflexanzahl:					
gemessen	4581	4580	9872	5384	5278
unabhängig	3620	4410	7760	4732	3930
beobachtet [$F > \rho\sigma(F)$]	2912	3562	7758	4002	3927
p	3	3	-	3	-
Max. 2θ [°]	55	50	45	45	50
R	0.051	0.047	-	0.047	-
R1 (für $F > 4\sigma(F)$)	-	-	0.070	-	0.055
R_w	0.054	0.048	-	0.043	-
wR2 (für alle Daten)	-	-	0.174	-	0.148
g bzw. g1/g2	0.00035	0.0003	0.0543/15.7389	0.0004	0.0517/0.3912
Anzahl der verfeinerten Parameter	177	270	673	328	273

Programm SHELXL-92^[23]. Alle Nicht-Wasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Wasserstoffe an Kohlenstoffatomen wurden ideal positioniert ($C_{sp^3}-H = 100$ pm und $C_{sp^2}-H = 96$ pm) und nach dem Reitermodell verfeinert. Die $U(H)$ -Werte wurden bei 4 auf den 1.2- bzw. 1.5fachen Wert der $U(C)$ -Werte festgesetzt und bei den anderen Strukturen gruppenweise verfeinert. Das Wasserstoffatom am Bor in Struktur 3 wurde frei verfeinert. Bei Struktur 8 sind die Atome C(4'), C(5'), C(7') und C(8') ungeordnet. Das Besetzungsverhältnis beträgt 0.5:0.5. Bei Struktur 4 liegen ein ganzes und zwei halbe Moleküle in der asymmetrischen Einheit vor. Chemisch äquivalente 1-2- und 1-3-Abstände wurden mit Ähnlichkeitsrestraints verfeinert. Das Gewichtungsschema betrug bei der F -Verfeinerung $w^{-1} = \sigma^2(F) + g \cdot F^2$ und bei der F^2 -Verfeinerung $w^{-1} = [\sigma^2(F_o^2) + (g_1 \cdot P)^2 + g_2 \cdot P]$ mit $P = [\max(F_o^2, 0) + 2 \cdot F_c^2]/3$. Abschließende Differenz-Fourier-Synthesen enthielten keine wesentlichen Maxima.

- ^[1] G. E. Herberich, H. Ohst, H. Mayer, *Angew. Chem.* **1984**, *96*, 975; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1984**, *23*, 969.
- ^[2] D. Bromm, U. Seibold, M. Noltemeyer, A. Meller, *Chem. Ber.* **1991**, *124*, 2645–2649.
- ^[3] A. Krämer, H. Pritzkow, W. Siebert, *Angew. Chem.* **1990**, *102*, 333; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1990**, *29*, 292.
- ^[4] O. M. Nefedov, S. P. Kolesnikov, A. I. Ioffe, *J. Organomet. Chem. Rev. Library* **1977**, *5*, 181.
- ^[5] R. Köster, *Methoden der organischen Chemie (Houben-Weyl)*, 4. Aufl., Georg Thieme Verlag, Stuttgart und New York, **1982**, Bd. XIII/3a, S. 2–4.
- ^[6] A. Meller, *Pure Appl. Chem.* **1991**, *63*, 395.
- ^[7] A. Meller, C. Böker, U. Seibold, D. Bromm, W. Maringgele, A. Heine, R. Herbst-Irmer, E. Pohl, D. Stalke, M. Noltemeyer, G. M. Sheldrick, *Chem. Ber.* **1991**, *124*, 1907.

- ^[8] L. E. Harris, E. J. Eisenbraun, *J. Org. Chem.* **1972**, *37*, 336.
- ^[9] J. J. de Vlieger, A. P. G. Kieboom, H. van Bekkum, *J. Org. Chem.* **1986**, *51*, 1389.
- ^[10] F. Fink, M. Bilayet Hossein, D. van der Helm, *J. Org. Chem.* **1980**, *45*, 4769.
- ^[11] A. Meller, W. Maringgele, G. Elter, D. Bromm, M. Noltemeyer, G. M. Sheldrick, *Chem. Ber.* **1987**, *120*, 1437.
- ^[12] A. Meller, D. Bromm, W. Maringgele, D. Böhler, *J. Organomet. Chem.* **1988**, *347*, 11.
- ^[13] T. Onak, R. P. Drake, G. B. Dunks, *Inorg. Chem.* **1964**, *3*, 1686.
- ^[14] C.-C. S. Cheung, R. A. Beaudet, G. A. Segal, *J. Am. Chem. Soc.* **1970**, *92*, 4158.
- ^[15] H. Nöth, B. Wrackmeyer, *Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy of Boron Compounds*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, **1978**.
- ^[16] Um eine bindungstheoretische Klärung wird sich Herr P. Botschwinia (Institut für Physikalische Chemie, Göttingen) bemühen. Ergebnisse werden unter Bezugnahme auf diese Arbeit veröffentlicht werden.
- ^[17] Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-56297, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- ^[18] *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, 16. Aufl., Berlin, **1986**, S. 201 ff.
- ^[19] J. March, *Advanced Organic Chemistry*, 3rd ed., John Wiley & Sons, New York, **1985**, S. 364 ff.
- ^[20] K. Niedenzu, H. Beyer, J. W. Dawson, H. Jenne, *Chem. Ber.* **1963**, *96*, 2653.
- ^[21] G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., Sect. A* **1990**, *46*, 467.
- ^[22] G. M. Sheldrick, *SHELX-76*, Cambridge, **1976**.
- ^[23] G. M. Sheldrick, *SHELXL-92*, Göttingen, **1992**.

[116/92]

CAS-Registry-Nummern

1: 142039-14-3 / 2: 142039-15-4 / 3: 142039-16-5 / 4: 142039-17-6 /
5: 142039-18-7 / 6: 142039-19-8 / 7: 142039-20-1 / 8: 142065-08-5 /

A: 23439-78-3 / $Cl_2BN(i-C_3H_7)_2$: 44873-49-6 / 2,6-Diisopropyl-N-methylanilin: 103110-98-1 / Naphthalin: 91-20-3 / Bis(trimethylsilyl)butadiin: 4526-07-2 / 2,5-Dimethyl-2,4-hexadien: 764-13-6