

Gerd Abeler, Heinrich Nöth\*) und Hannes Schick

Beiträge zur Chemie des Bors, XLIII<sup>1)</sup>

## Dimethylcarbamoyloxy- und Dimethylthiocarbamoylmercapto-diborane(4)<sup>2)</sup>

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Universität Marburg/Lahn

(Eingegangen am 12. Juni 1968)

Durch Einschlebung von CO<sub>2</sub> bzw. CS<sub>2</sub> in B–N-Bindungen von Dimethylamino-diboran(4)-Verbindungen resultieren Dimethylcarbamoyloxy- bzw. Dimethylthiocarbamoylmercapto-Derivate. Die im Vergleich zu R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>(OR)<sub>2</sub> und R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>(SR)<sub>2</sub> beträchtliche Stabilität von R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[OC(O)N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> (3) und R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[SC(S)N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> (2) wird auf das Vorliegen von Bor der Koordinationszahl 4 zurückgeführt.

Die Reaktionen von Kohlendioxid und Kohlenstoffdisulfid mit Aminoboranen<sup>3)</sup> zu Carbamoyloxy- bzw. Thiocarbamoylmercapto-Derivaten fallen unter den umfangreichen Reaktionstyp der 1,2-dipolaren Additionen oder „Einschiebungsreaktionen“<sup>4)</sup>. Wir haben sie auf Dimethylamino-diboran(4)-Verbindungen übertragen, um neuartige Diboran(4)-Derivate zu gewinnen und über diese weitere Einblicke in die Stabilitätsverhältnisse von B<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-Abkömmlingen zu erhalten. Verbindungen vom Typ R(X)B–B(X)R erwiesen sich bislang nur dann als stabil, wenn X durch Rückbindung die p<sub>z</sub>-Orbitale der Boratome beansprucht, was besonders ausgeprägt für X = NR<sub>2</sub> oder NHR der Fall ist. Hingegen mißlang die Synthese von Alkoxy- und Mercapto-Derivaten (X = OR, SR)<sup>5)</sup> wegen rascher Disproportionierung von R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>X<sub>2</sub> in RBX<sub>2</sub> und Polyborverbindungen bzw. deren Umwandlungsprodukte. Verbindungen R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[OC(O)NR<sub>2</sub>]<sub>2</sub> und R<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[SC(S)NR<sub>2</sub>]<sub>2</sub> verfügen über das gleiche Atomskelett C<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bzw. C<sub>2</sub>B<sub>2</sub>S<sub>2</sub> wie die oben genannten Alkoxy- und Mercapto-Derivate, jedoch können die Gruppierungen OC(O)NR<sub>2</sub> und SC(S)NR<sub>2</sub> im Gegensatz zu OR und SR als zweizählige Liganden fungieren<sup>6)</sup> und somit durch Erhöhung der Koordinationszahl der Boratome eine Änderung der Stabilitätsverhältnisse bewirken.

\*) Autor, an den Anfragen zu richten sind.

<sup>1)</sup> XLII. Mittel.: G. Schmid und H. Nöth, Chem. Ber. **101**, 2502 (1968).

<sup>2)</sup> Teile der Dissertationen von G. Abeler, Univ. München 1966, und H. Schick, Univ. München 1966.

<sup>3)</sup> R. H. Cragg, M. F. Lappert, H. Nöth, P. Schweizer und B. P. Tilley, Chem. Ber. **100**, 2377 (1967).

<sup>4)</sup> M. F. Lappert und B. Prokai, Advances Organometallic Chem. **5**, 225 (1967).

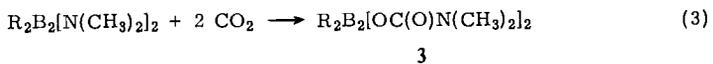
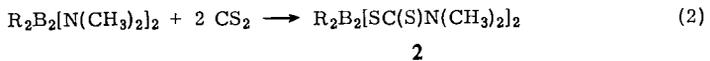
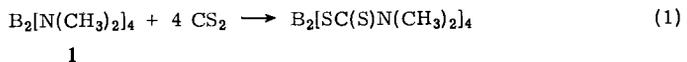
<sup>5)</sup> H. Nöth und P. Fritz, Z. anorg. allg. Chem. **324**, 129 (1963).

<sup>6)</sup> C. M. Harris und St. Livingstone in, Chelating Agents and Metal Chelates (Herausgeber M. F. Dwyer und D. P. Mellor), S. 95–142, Academic Press, New York 1964.

## Reaktionen

Leitet man  $\text{CO}_2$  in eine Petrolätherlösung von  $\text{B}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$  (**1**) ein, so fällt schwerlösliches  $\text{B}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2[\text{OC}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$  aus. Auch bei 30–60 at  $\text{CO}_2$ -Druck erfolgt keine  $\text{CO}_2$ -Aufnahme bis zu  $\text{B}_2[\text{OC}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$ ; es reagieren auch in relativ langer Zeit bei Raumtemperatur nicht mehr als 3 Mol  $\text{CO}_2$  je Mol **1** ab. Dieses Ergebnis ist insofern überraschend, als  $\text{CS}_2$  glatt nach (1) Tetrakis(dimethylthiocarbamoyl-mercapto)-diboran(4) liefert und sich  $\text{B}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3$  zwar mit  $\text{CO}_2$  zu  $\text{B}[\text{OC}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3$ , nicht aber mit  $\text{CS}_2$  umsetzt<sup>3)</sup>.

Wenngleich wir für diese Beobachtungen noch keine voll befriedigende Erklärung geben können, so scheint die Aminoborierung von  $\text{CS}_2$  durch Dimethylamino-diboran(4)-Verbindungen wohl aus sterischen Gründen gegenüber den Boran(3)-Derivaten begünstigt.  $\text{B}_2[\text{NH}-\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$  und  $\text{ClB}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3$  nehmen Schwefelkohlenstoff leicht zu  $\text{B}_2[\text{SC}(\text{S})\text{NHN}(\text{CH}_3)_2]_4$  bzw.  $\text{ClB}_2[\text{SC}(\text{S})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3$  auf. Ebenso glatt erhält man Diorganyl-bis(dimethylthiocarbamoyl-mercapto)-diborane(4) **2** nach (2), die auch ausschließlich bei  $\text{CS}_2$ -Unterschuß anfallen und somit auf die relative Instabilität von  $\text{R}_2\text{B}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2[\text{SC}(\text{S})\text{N}(\text{CH}_3)_2]$  hinweisen.



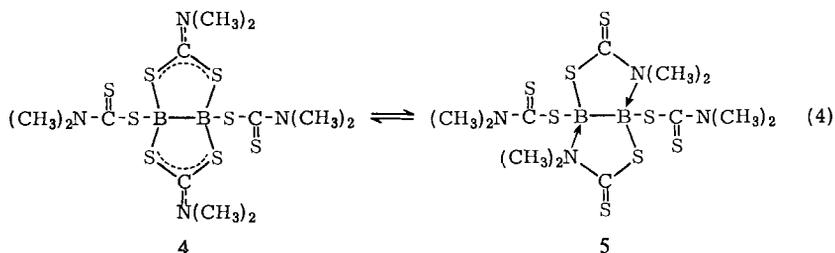
	2, 3a	2, 3b	2c
R	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>

Die Verbindungsklasse **3** resultiert bei der  $\text{CO}_2$ -Reaktion von Dialkyl-bis(dimethylamino)-diboranen(4). Bei Normaldruck erzeugte Verbindungen zersetzen sich langsam; unter Druck im Autoklaven hergestellt, sind sie weitaus beständiger. Dann zerfällt z. B. **3a** i. Vak. erst bei 130° in Umkehr zur Bildung gemäß (3). Dieser Stabilitätsunterschied könnte strukturbedingt sein (s. w. u.).

## Struktur

Die Frage, ob die dargestellten Verbindungen Bor der Koordinationszahl 3 oder 4 enthalten, beantwortet die <sup>11</sup>B-Kernresonanzspektroskopie. Während die in Benzol monomer löslichen Diboran(4)-Derivate **2a**, **3a** und **3b** nur ein einziges <sup>11</sup>B-Kernresonanzsignal für vierbindiges Bor anzeigen — denn gegenüber  $\text{R}_2\text{B}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$  verlagert sich das Signal um 36–38 ppm zu höherem Feld —, finden sich in den  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ -Lösungen von  $\text{B}_2[\text{SC}(\text{S})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$  zwei breite <sup>11</sup>B-Signale bei –28 und –2 ppm (gegen externen  $\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ -Standard). Da auch mehrfaches Umkristallisieren am Flächenverhältnis von ~1.0: 2.5 nichts ändert, können wir ein Gleichgewicht (4) in Lösung annehmen, denn die Lage beider Signale spricht für das Vor-

liegen von Bor der Koordinationszahl 4. Eine Modellbetrachtung der am Gleichgewicht beteiligten Partner zeigt, daß **4** sterisch günstiger als **5** ist, wobei wir das Signal bei  $-28$  ppm **5**, das bei  $-2$  ppm liegende hingegen **4** zuschreiben. Eine Beteiligung



von  $\text{B}_2[\text{SC}(\text{S})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$  mit  $\text{sp}^2$ -hybridisierten B-Atomen an (**4**) kann man ausschließen, da z. B.  $\text{B}_2[\text{S}_2\text{C}_2\text{H}_4]_2$  ein  $^{11}\text{B}$ -Kernresonanzsignal bei  $-68$  ppm aufweist und sein Dimethylamin-Addukt bei  $-11.8$  ppm<sup>7)</sup>. Auch die beträchtliche Hydrolyse-resistenz spricht gegen eine Struktur mit dreibindigen Boratomen.

Hingegen enthält die gegen Hydrolyse empfindliche Verbindung  $\text{B}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2\text{[OC}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$  Bor der Koordinationszahl 3, dessen  $^{11}\text{B}$ -Kernresonanzsignal bei  $-31.4$  ppm liegt. Daß in diesem Falle keine Erhöhung der Koordination am Bor stattfindet, dürfte auf die  $(\text{CH}_3)_2\text{N}-\text{B}$ -Gruppen zurückzuführen sein, welche die Lewis-Acidität der Verbindung stark herabsetzen.

Für Verbindungen des Typs **2** und **3** mit vierbindigem Bor sind verschiedene Strukturen möglich. Da sie alle im  $^1\text{H}$ -Kernresonanzspektrum für die  $(\text{CH}_3)_2\text{N}$ -Gruppe nur ein einziges scharfes Signal geben (vgl. Tab.), kann B-N-Koordination ausgeschlossen werden. Folglich müssen die  $(\text{CH}_3)_2\text{NCS}_2$ - bzw.  $(\text{CH}_3)_2\text{NCO}_2$ -Liganden

Kernresonanzspektroskopische Daten der Dialkyl-bis(dimethylcarbamoyloxy)- (**3**) und -bis (dimethylthiocarbamoylmercapto)-diborane(**4**) (**2**)

	Schmp.	$\delta^{11}\text{B}$ <sup>a)</sup> [ppm]	$\delta^1\text{H}$ N-CH <sub>3</sub> <sup>b)</sup> [ppm]	$\delta^1\text{H}$ B-R <sup>b)</sup> [ppm]	Flächen- verhältnis N-CH <sub>3</sub> : B-R
<b>2a</b>	257°	-13.9	-2.76	-1.37	2.0 : 1.0
<b>3a</b>	93°	-15.2	-2.32	-0.58	2.1 : 1.0
<b>3b</b>	54-55°	-16.6	-2.57	-1.31 <sup>c)</sup>	1.0 : 1.5

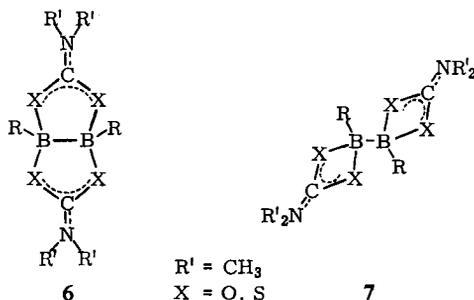
<sup>a)</sup> Gegen externen  $\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ -Standard in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ -Lösung.

<sup>b)</sup> Gegen internen  $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ -Standard in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ -Lösung.

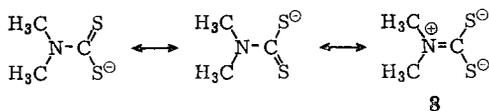
<sup>c)</sup> Maximum des Multipliketts.

bidentat über O- und S-Atome wirken.  $^1\text{H}$ -Kernresonanzspektroskopisch kann zwischen **6** und **7** jedoch nicht unterschieden werden. In **6** dürfte die Ringspannung geringer als in **7** sein, weshalb wir der Struktur **6** den Vorzug vor **7** geben, ohne allerdings einen strengen Beweis führen zu können. Möglich scheint, daß den instabilen Verbindungen vom Typ **3** die Struktur **7**, den stabilen hingegen **6** zukommt.

<sup>7)</sup> C. N. Welch und S. G. Shore, *Inorg. Chem.* **7**, 225 (1968).



Der Aufbau eines Vierringsystems, wie es in **7** vorliegt, läßt sich an einfachen Boranderivaten, z. B.  $Cl_2BSC(S)N(CH_3)_2$ <sup>8)</sup>, und vor allem an Metallkomplexen<sup>9)</sup> zeigen. In derartigen Verbindungen findet man im IR-Spektrum eine sehr starke und charakteristische Bande zwischen 1575 und 1606/cm. Im Gegensatz dazu liegt die entsprechende Bande von  $B_2[SC(S)N(CH_3)_2]_4$  bei 1520/cm, desgleichen auch in **2a** und **2b**. Da man nach *Chatt et al.*<sup>9)</sup> diese Bande einer  $C=N$ -Schwingung zuschreibt, gemäß



einer sehr starken Beteiligung von **8** an der Mesomerie der Thiocarbamoylmercapto-Gruppe, scheint uns die Verschiebung dieser Bande zu kleineren Wellenzahlen in **2** zugunsten der Fünfringstruktur zu sprechen.

Das gleiche Argument kann man auch für **3** anführen. Hier finden sich die charakteristischen Banden der Säureamidgruppierung im Bereich von 1630–1540/cm (**3a**: 1630, 1613, 1552/cm; **3b**: 1625, 1604, 1540/cm), während man sie in Systemen, in denen nur Vierringe möglich sind<sup>8)</sup>, zwischen 1689 und 1600/cm antrifft.

Die gegenüber  $R_2B_2(OR)_2$  und  $R_2B_2(SR)_2$  beträchtlich erhöhte thermische Stabilität von **2** und **3** ist also auf die Erhöhung der Koordinationszahl am Boratom zurückzuführen. Die Begünstigung der B–O- und B–S- gegenüber einer B–N-Koordination deuten wir im Sinne einer besseren Ladungsverteilung sowie zusätzlich entsprechend der Theorie harter und weicher Säuren und Basen, die im Falle der Thiocarbamoylmercapto-Verbindungen eine Koordination über den Schwefel gegenüber dem Stickstoff begünstigt.

Für die Förderung dieser Arbeit danken wir dem *Fonds der Chemischen Industrie*, der *Badischen Anilin- & Soda-Fabrik AG* sowie der *Deutschen Forschungsgemeinschaft*. Herrn Dr. *H. Vahrenkamp* wissen wir Dank für die Aufnahme zahlreicher Kernresonanzspektren.

<sup>8)</sup> P. Schweizer, Dissertat., Univ. München 1965.

<sup>9)</sup> J. Chatt, L. A. Duncanson und L. M. Venanzi, *Nature* [London] **177**, 1042 (1956).

## Beschreibung der Versuche

Alle Versuche benötigen Ausschluß von Feuchtigkeit und das Arbeiten unter Stickstoff.  $B_2[N(CH_3)_2]_4$  (**1**) entsteht beim Enthalgieren von  $ClB[N(CH_3)_2]_2^{10)}$ ,  $R_2B_2[N(CH_3)_2]_2$  analog aus  $ClBR[N(CH_3)_2]_2^{15)}$ .  $ClB_2[N(CH_3)_2]_3$  erhält man aus **1** und  $BCl_3^{11)}$ ,  $B_2[NH-N(CH_3)_2]_4$  aus **1** und  $H_2N-N(CH_3)_2^{12)}$ . Mol.-Geww. ermittelte man kryoskop. in Benzol nach *Beckmann*, Kernresonanzspektren fertigte ein Varian HA-100-Kernresonanzspektrometer, IR-Spektren ein IR-Spektrophotometer der Firma Perkin-Elmer, Modell 21 bzw. das Modell Infracord oder Beckman IR 10.

*Bis(dimethylamino)-bis(dimethylcarbamoyloxy)-diboran(4)*: In eine Lösung von 4.26 g  $B_2[N(CH_3)_2]_4$  (**1**) in 10 ccm Petroläther (40–60°) leitet man langsam 5 Stdn. lang trockenes  $CO_2$  und ersetzt bei Bedarf immer wieder das Lösungsmittel. Danach filtriert man 4.9 g (80%) feinteilige Kristalle ab und wäscht gründlich mit Pentan aus. Nach Umlösen aus  $CH_2Cl_2$ /Petroläther Zers.-P. > 240°.

$C_{10}H_{24}B_2N_4O_4$  (286.3) Ber. B 7.56 N 19.58 Gef. B 7.41 N 19.51

*Reaktion von  $B_2[N(CH_3)_2]_4$  mit  $CO_2$  unter Druck*: Der Glaseinsatz eines Rührautoklaven wird mit 10 g  $B_2[N(CH_3)_2]_4$  (**1**) und 10 ccm Benzol beschickt und dann  $CO_2$  bis zu einem Druck von 40 at aufgepreßt. Nach 12 Stdn. war kein weiterer Umsatz mehr erkennbar. Die Gewichtszunahme betrug 6.4 g, entsprechend einem Umsatz von 2.85 Mol  $CO_2$  je Mol des Diboran(4)-Derivates.

*Tetrakis(dimethylthiocarbamoylmercapto)-diboran(4)*,  $B_2[SC(S)N(CH_3)_2]_4$ : 4.26 g **1** werden mit 25 ccm  $CS_2$  versetzt. Nach 30 Stdn. filtriert man den gelben Kristallbrei ab, wäscht mit wenig  $CS_2$  nach und löst aus  $CH_2Cl_2$  um. Ausb. 8.3 g (77%) leicht gelbliche Nadeln, Zers. > 200°.

$C_{12}H_{24}B_2N_4S_8$  (502.9) Ber. C 28.74 H 4.81 B 4.32 N 11.14 S 51.04  
Gef. C 26.49 H 4.77 B 4.22 N 11.10 S 50.93

*Tetrakis(dimethylaminothiocarbamoylmercapto)-diboran(4)*,  $B_2[SC(S)NHN(CH_3)_2]_4$ : In 10 ccm Pentan werden 2.58 g  $B_2[NH-N(CH_3)_2]_4$  gelöst und mit 5 ccm  $CS_2$  versetzt. Den Kristallbrei filtriert man nach 12 Stdn. ab und wäscht ihn mit Petroläther. Ausb. 4.36 g (75%), Zers. > 260°.

$C_{12}H_{28}B_2N_8S_8$  (562.9) Ber. B 3.74 N 19.38 Gef. B 3.60 N 19.31

*Tris(dimethylthiocarbamoylmercapto)-chloro-diboran(4)*,  $ClB_2[SC(S)N(CH_3)_2]_3$ : Wie vorstehend aus 4.85 g  $ClB_2[N(CH_3)_2]_3$  und 20 ccm  $CS_2$ . Ausb. 4.6 g (42%); Schmp. 164–165°.

$C_9H_{18}B_2ClN_3S_6$  (453.5) Ber. B 5.04 Cl 8.27 N 8.91 Gef. B 5.11 Cl 8.00 N 9.75

*1.2-Dimethyl-1.2-bis(dimethylthiocarbamoylmercapto)-diboran(4) (2a)*: 5.96 g (42.6 mMol)  $(CH_3)_2B_2[N(CH_3)_2]_2$  und 3.24 g (42.5 mMol)  $CS_2$  werden in 10 ccm Benzol einige Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Nach Einengen auf das halbe Vol. trennt man 5.5 g (88.5%) **2a**, Schmp. 257°, ab. Destillation des Filtrats gibt 2.6 g (87%)  $(CH_3)_2B_2[N(CH_3)_2]_2$  vom Sdp. 1236–40° zurück. Einsatz von  $CS_2$ -Überschuß liefert nahezu quantitativ. Ausbeuten von **2a**.

$C_8H_{18}B_2N_2S_4$  (292.2) Ber. C 32.89 H 6.21 B 7.41 N 9.59 S 43.90  
Gef. C 33.52 H 6.63 B 7.06 N 9.45 S 42.70  
Mol.-Gew. 290

<sup>10)</sup> H. Nöth und W. Meister, Chem. Ber. **94**, 509 (1961).

<sup>11)</sup> H. Nöth, W. Meister und H. Schick, J. Organometal. Chem. **1**, 401 (1964).

<sup>12)</sup> H. Schick, Dissertat., Univ. München 1966.

*1.2-Dibutyl-1.2-bis(dimethylthiocarbamoylmercapto)-diboran(4)* (**2b**): Man erhitzt 1.0 g ( $C_4H_9$ )<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> 5 Stdn. in CS<sub>2</sub> unter Rückfluß. Nach Verjagen von CS<sub>2</sub> verfestigt sich das gelbe Öl in einigen Tagen. Nach Umlösen aus Äther/Pentan erhält man 0.85 g (50%) **2b** vom Schmp. 102–103°. **2b** ist in Benzol, CS<sub>2</sub> und Äther gut, in Pentan schwer löslich. Es reduziert AgNO<sub>3</sub>-Lösung zu Ag.

C<sub>14</sub>H<sub>30</sub>B<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>4</sub> (376.4) Ber. C 44.67 H 8.05 B 5.75 N 7.45 S 34.09  
 Gef. C 44.89 H 8.19 B 5.45 N 7.44 S 33.7  
 Mol.-Gew. 386

*1.2-Diphenyl-1.2-bis(dimethylthiocarbamoylmercapto)-diboran(4)* (**2c**): Wie vorstehend dargestellt aus 1.5 g (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>. **2c** ist in Äther, Benzol und Petroläther unlöslich, gut löslich in heißem Äthylenchlorid. Schmp. 280° (Zers.).

C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>B<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>4</sub> (416.3) Ber. C 51.92 H 5.34 B 5.20 N 6.73 S 30.81  
 Gef. C 51.89 H 5.97 B 5.1 N 6.6 S 29.9

*1.2-Dimethyl-1.2-bis(dimethylcarbamoyloxy)-diboran(4)* (**3a**): Man setzt 2.80 g (20 mMol) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> in einem Rollautoklaven bei 70 at mit CO<sub>2</sub> um. Nach 48 Stdn. spült man 4.5 g (98%) festen Inhalt mit Petroläther heraus. Die stark reduzierend wirkende Verbindung zersetzt sich unter Schmelzen bei 93° langsam. Sie löst sich gut in Benzol und CHCl<sub>3</sub>, schlecht in Pentan.

C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>B<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (227.9) Ber. C 42.17 H 7.96 B 9.50 N 12.29  
 Gef. C 41.60 H 8.13 B 9.2 N 12.10  
 Mol.-Gew. 223

*1.2-Dibutyl-1.2-bis(dimethylcarbamoyloxy)-diboran(4)* (**3b**)

a) Wie vorstehend mit 99% Ausb., Schmp. 54–55° (aus Pentan). Gut löslich in Benzol, Äther, CHCl<sub>3</sub>, wenig in Pentan und Petroläther. Das Produkt veränderte sich während eines Monats unter N<sub>2</sub> nicht, hatte sich jedoch in einer zugeschmolzenen Ampulle in 2 Jahren teilweise verflüssigt.

C<sub>14</sub>H<sub>30</sub>B<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (312.1) Ber. C 53.89 H 9.69 B 6.93 N 8.98  
 Gef. C 53.07 H 9.73 B 6.8 N 8.90  
 Mol.-Gew. 305

b) Beim Einleiten von CO<sub>2</sub> in eine Lösung von (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub>B<sub>2</sub>[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> in 20 ccm Petroläther (40–80°) scheiden sich erst nach geraumer Zeit Kristalle ab. Diese zersetzen sich innerhalb weniger Stdn. bei Raumtemp., Schmp. 48–50° (Zers.) (Gef. B 6.6 N 8.9).

[246/68]