

Gerd Abeler, Heinrich Nöth\*) und Hannes Schick

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

## Dimethylcarbamoyloxy- und Dimethylthiocarbamoylmercaptodiborane(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. Dimethylthiocarbamoylmercaptoderivate. 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. Thiocarbamoylmercaptoderivaten 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 Mercaptoderivaten (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 Mercaptoderivate, 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.

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

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

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

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

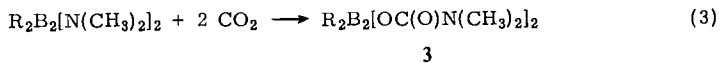
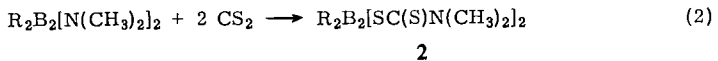
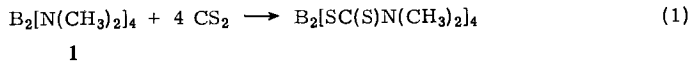
5) H. Nöth und P. Fritz, Z. anorg. allg. Chem. **324**, 129 (1963).

6) 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.



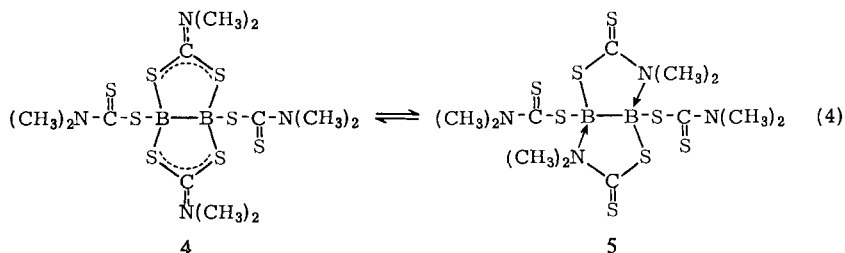
	2, 3a	2, 3b	2c
R	$\text{CH}_3$	$n\text{-C}_4\text{H}_9$	$\text{C}_6\text{H}_5$

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  $130^\circ$  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  $^{11}\text{B}$ -Kernresonanzspektroskopie. Während die in Benzol monomer löslichen Diboran(4)-Derivate **2a**, **3a** und **3b** nur ein einziges  $^{11}\text{B}$ -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  $^{11}\text{B}$ -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  $\sim 1.0 : 2.5$  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

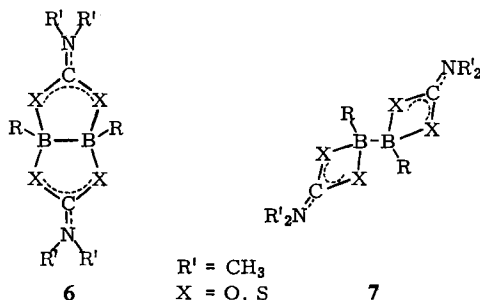
<sup>a)</sup> Gegen externen  $\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ -Standard in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ -Lösung.

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

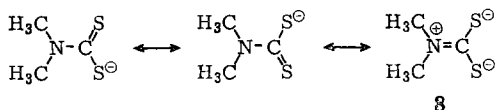
<sup>c)</sup> Maximum des Multipliketts.

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.

*Tetakis(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

*Tetakis(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]