

Beiträge zur Chemie des Bors, 127<sup>1)</sup>

## Hexamethylborazin-Galliumtrichlorid: Struktur in Lösung und in festem Zustand

Klaus Anton und Heinrich Nöth\*

Institut für Anorganische Chemie der Universität München,  
Meiserstr. 1, D-8000 München 2

Eingegangen am 9. Dezember 1981

Contributions to the Chemistry of Boron, 127<sup>1)</sup>

### Hexamethylborazine-Gallium Trichloride: Structure in Solution and in the Solid State

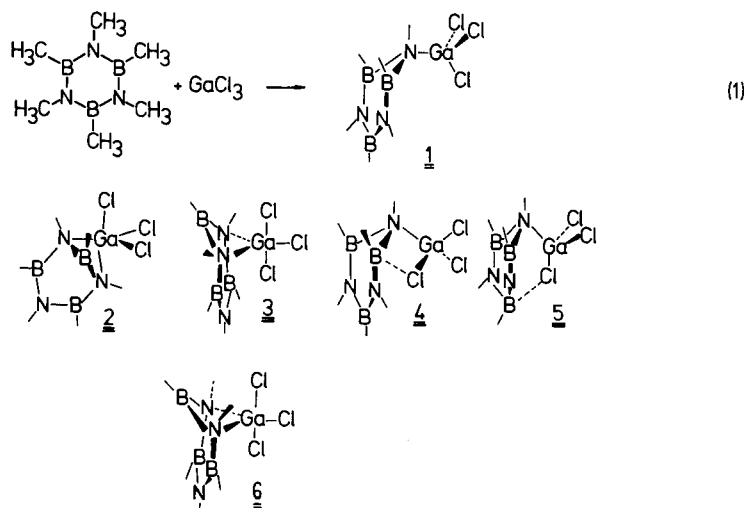
Hexamethylborazine forms a 1:1 adduct **1** with gallium trichloride. It is isostructural with hexamethylborazine-aluminium tribromide. The BN heterocycle is no longer planar, and the molecule adapts almost  $C_3$  symmetry and contains a tetracoordinated nitrogen atom. **1** shows fluxional behavior in toluene solution at room temperature. The coordinated  $GaCl_3$  will no longer change its coordination site at  $T < 220$  K (two signals each for the  $CH_3N$ - and  $CH_3B$ -protons). However, at  $T < 195$  K an additional splitting of the signals is observed – three signals for each type of  $CH_3$  groups: this would be consistent with a pentacoordinated gallium atom and a bidentate borazine ligand.

Hexamethylborazin bildet mit Aluminiumtribromid ein stabiles, kristallines 1:1-Addukt. In ihm ist nur ein N-Atom des Ringes an  $AlBr_3$  koordiniert. Durch die Addukt-Bildung geht nicht nur die Planarität des Borazin-Ringes verloren, sondern man beobachtet zugleich verschiedene BN-Bindungslängen<sup>2)</sup>. Da in einer Elementgruppe die Tendenz zu größeren Koordinationszahlen mit steigender Ordnungszahl zunimmt, könnte man beim Übergang zu Gallium- und Indium-Verbindungen erwarten, daß Borazin-Derivate als zwei- und dreizählige Liganden wirken. Aus diesem Grunde untersuchten wir die Donoreigenschaften von Hexamethylborazin gegenüber  $GaCl_3$  und  $InBr_3$ , erhielten aber nur mit  $GaCl_3$  ein 1:1-Addukt<sup>3)</sup>, gemäß (1).

### NMR-Untersuchung in Lösung

In Toluol weist das <sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von **1** bei Raumtemperatur nur zwei Signale im Flächenverhältnis 1:1 auf ( $\delta$  <sup>1</sup>H 0.61 und 2.75), desgleichen ein einziges <sup>11</sup>B-NMR-Signal bei  $\delta$  <sup>11</sup>B 41.5 mit einer Halbhöhenbreite von 345 Hz. Dies entspricht völlig den Verhältnissen von  $(CH_3BNCH_3)_3 \cdot AlBr_3$ <sup>2)</sup>. Danach wechselt der Akzeptor  $GaCl_3$  im Rahmen der NMR-Zeitskala rasch seine Koordinationsstelle – das Molekül zeigt fluktuierenden Charakter.

Beim Abkühlen der Lösung auf 225 K spalten die  $CH_3N$ -Signale, bei 220 K die  $CH_3B$ -Signale auf:  $\delta$  <sup>1</sup>H( $NCH_3$ ): 2.97 (1), 2.63 (2); ( $BCH_3$ ): 0.69 (1), 0.59 (2)<sup>4)</sup>. Das Flächenverhältnis der Signale steht mit der Konstitution **1** im Einklang, gemäß der das Borazin als einzähliger Ligand wirkt. Die Koaleszenztemperatur liegt aber um 56 K niedriger als in  $(CH_3BNCH_3)_3 \cdot AlBr_3$ . Bei 195 K erfolgt im Fall von **1** eine weitere Aufspaltung der Protonenresonanzsignale in jeweils drei für die  $CH_3N$ - und  $CH_3B$ -Gruppen ( $\delta$  <sup>1</sup>H( $NCH_3$ ): 2.97 (1), 2.67 (1), 2.56 (1); ( $BCH_3$ ): 0.74 (1), 0.62 (1), 0.54 (1).



Die Signale bei 2.67 und 0.54 ppm sind breiter als die übrigen. Diese Beobachtung läßt sich mit einer Konstitution **2** erklären, gemäß der das Borazin als zweizähliger Ligand anzusehen ist. Das zu **2** stellungsisomere **3** mit beiden N-Atomen in der Äquatorebene kann man ausschließen, da für dieses Molekül eine Spiegelebene zu erwarten ist und somit nur zwei Signale. Eine echte Alternative zu **2** sehen wir in dem Rotameren **4**, in dem durch eine schwache koordinative Wechselwirkung zwischen einem Chlor- und Bor-Atom ebenfalls jeweils drei magnetisch nicht äquivalente Methylgruppen erzeugt würden. Aus geometrischen Überlegungen halten wir **3** für weniger wahrscheinlich als **2**. Die Konstitution **5** braucht hingegen aus Symmetriegründen nicht diskutiert zu werden.

Die NMR-Ergebnisse deuten somit an, daß Hexamethylborazin in der Kälte als zweizähliger Ligand die Koordinationszahl 5 am Ga-Atom ermöglicht. Aus diesem Grunde war die Kristallstrukturuntersuchung von **1** von besonderem Interesse.

### Kristall- und Molekülstruktur<sup>5)</sup>

**1** kristallisiert wie  $(\text{CH}_3\text{NBCH}_3)_3 \cdot \text{AlBr}_3$  monoklin in der Raumgruppe  $P2_1/a$  mit  $Z = 4$ . Die Elementarzellen sind einander sehr ähnlich, wie die in Tab. 1 aufgeführten Daten zeigen. Eine Kontraktion erfolgt bei **1** im Vergleich mit dem  $\text{AlBr}_3$ -Addukt vor allem in der  $a$ - und  $c$ -Achse, während sich die  $b$ -Achse nur um 0.5% ändert. Dies legt nahe, daß die beiden Hexamethylborazin-Addukte isostrukturell sein könnten. Die Röntgenstrukturbestimmung bestätigte diese Vermutung.

Tab. 2 enthält die Ortskoordinaten (ohne H-Atome) und  $B_{ij}$ -Werte der Temperaturfaktoren, Tab. 3 die Bindungslängen und -winkel, Tab. 4 die Interplanarwinkel und Abb. 1 zeigt einen ORTEP-Plot des Moleküls.

Im Vergleich zur Röntgenstrukturbestimmung von  $(\text{CH}_3\text{BNCH}_3)_3 \cdot \text{AlBr}_3$  ( $R_w = 0.076$ ) wurde bei **1** ein  $R$ -Wert von 0.046 erreicht. Daher stehen hier genauere Strukturdaten zur Verfügung. Herausragendes Merkmal von **1** ist, daß die BN-Bindungsabstände des Borazin-Ringes wesentlich „symmetrischer“ als im  $\text{AlBr}_3$ -Addukt sind, d. h. der Borazin-Ring besitzt nahezu  $C_s$ -Symmetrie. Den langen B2–N1- und B6–N1-Abständen (152.4, 152.2 pm) folgen kurze B2–N3- sowie B6–N5-Abstände (139.2, 139.6 pm). Wiederum längere BN-Bindungen findet man für B4–N3 und B4–N5 (146.7, 143.6 pm). Die einzelnen Bindungsabstandspaare sind aufgrund der Standardabweichungen als praktisch gleich lang anzusehen. Die Planarität des Hexamethylborazin-Ringes

Tab. 1. Kristallstrukturdaten von **1** und  $(\text{CH}_3\text{BNCH}_3)_3 \cdot \text{AlBr}_3$ 

|  |   |  |
|--|---|--|
| Summenformel                             | $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{B}_3\text{Cl}_3\text{GaN}_3$ ( <b>1</b> ) | $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{AlB}_3\text{Br}_3\text{N}_3$ |
| Formelmasse                              | 340.7   | 431.4  |
| <i>a</i> [pm]                            | 1328.5 (4)  | 1371.9 (7)   |
| <i>b</i> [pm]                            | 870.6 (3)   | 874.9 (2)  |
| <i>c</i> [pm]                            | 1376.8 (5)  | 1391.9 (5)   |
| $\beta$ [°]                              | 107.89 (3)  | 107.60 (4)   |
| <i>V</i> [pm <sup>3</sup> ]              | $1.5158 \cdot 10^6$   | $1.5924 \cdot 10^6$  |
| <i>Z</i>                                 | 4   | 4  |
| Raumgruppe                               | $P2_1/a$  | $P2_1/a$   |
| $\mu$ (cm <sup>-1</sup> )                | 24.1  | 74.1   |
| $d_{\text{exp}}$ (g · cm <sup>-3</sup> ) | 1.53  | 1.75   |
| $d_r$ (g · cm <sup>-3</sup> )            | 1.49  | 1.79   |
| Zahl der unabhängigen Reflexe            | 2672  | 2036   |
| davon mit $I > 1.92 \sigma(I)$           | 2101  | 1708*  |
| Zahl der Parameter                       | 145   | 145  |

\* $I > 7 \sigma(I)$ .Tab. 2. Ortsparameter und  $B_{ij}$ -Werte der Nichtwasserstoffatome von **1**. Die H-Atomlagen wurden in der abschließenden Verfeinerung festgehalten, desgleichen  $B$  (= 8.0)

|     | <i>x/a</i>   | <i>y/b</i>   | <i>z/c</i>  |           |           |           |
|-----|--------------|--------------|-------------|-----------|-----------|-----------|
| Ga  | 0.04921(4)   | 0.37576(8)   | 0.71918(5)  |           |           |           |
| Cl1 | -0.08679(11) | 0.26863(22)  | 0.61204(12) |           |           |           |
| Cl2 | 0.07127(12)  | 0.29226(23)  | 0.87092(11) |           |           |           |
| Cl3 | 0.03349(13)  | 0.62164(20)  | 0.71128(14) |           |           |           |
| N1  | 0.17528(28)  | 0.32181(45)  | 0.66760(28) |           |           |           |
| B2  | 0.20322(47)  | 0.15632(72)  | 0.70123(49) |           |           |           |
| N3  | 0.26814(31)  | 0.13360(56)  | 0.80079(31) |           |           |           |
| B4  | 0.31172(46)  | 0.26101(88)  | 0.87074(50) |           |           |           |
| N5  | 0.30722(30)  | 0.41045(48)  | 0.82548(32) |           |           |           |
| B6  | 0.25803(45)  | 0.43954(71)  | 0.72204(49) |           |           |           |
| C1  | 0.13329(40)  | 0.34251(67)  | 0.55253(37) |           |           |           |
| C2  | 0.15122(59)  | 0.02091(73)  | 0.62600(55) |           |           |           |
| C3  | 0.29123(58)  | -0.02606(72) | 0.84046(51) |           |           |           |
| C4  | 0.36256(48)  | 0.23191(83)  | 0.98712(43) |           |           |           |
| C5  | 0.37071(57)  | 0.53138(74)  | 0.89014(56) |           |           |           |
| C6  | 0.28000(48)  | 0.58282(74)  | 0.66388(51) |           |           |           |
|     | $B_{11}$     | $B_{22}$     | $B_{33}$    | $B_{12}$  | $B_{13}$  | $B_{23}$  |
| Ga  | 2.34(2)      | 4.34(3)      | 3.36(3)     | 0.09(3)   | 0.98(2)   | 0.05(3)   |
| Cl1 | 3.10(6)      | 8.30(12)     | 5.16(8)     | -1.86(7)  | 0.92(6)   | -0.82(8)  |
| Cl2 | 3.88(7)      | 8.92(12)     | 3.95(7)     | 0.59(8)   | 1.87(6)   | 1.44(8)   |
| Cl3 | 6.12(9)      | 4.55(8)      | 7.28(10)    | 1.79(8)   | 2.52(8)   | -0.16(9)  |
| N1  | 2.46(17)     | 2.69(21)     | 2.71(18)    | -0.03(15) | 0.92(15)  | -0.11(16) |
| B2  | 3.30(27)     | 2.90(35)     | 4.32(32)    | -0.25(24) | 1.78(25)  | -0.26(27) |
| N3  | 3.73(20)     | 3.24(22)     | 3.64(21)    | 0.39(20)  | 1.43(17)  | 0.77(22)  |
| B4  | 2.37(26)     | 5.39(43)     | 3.32(30)    | 0.70(27)  | 1.20(23)  | 0.10(31)  |
| N5  | 2.70(18)     | 2.78(25)     | 3.63(22)    | -0.37(16) | 0.48(16)  | -0.67(18) |
| B6  | 2.47(25)     | 2.15(26)     | 4.30(33)    | 0.06(21)  | 1.61(24)  | -0.11(25) |
| C1  | 3.72(25)     | 5.10(37)     | 2.80(23)    | 0.25(24)  | 1.06(20)  | 0.32(24)  |
| C2  | 7.26(41)     | 4.36(38)     | 6.95(40)    | -1.23(32) | 0.92(34)  | -1.04(34) |
| C3  | 8.30(45)     | 3.64(38)     | 6.48(40)    | 1.21(31)  | 2.12(35)  | 2.36(31)  |
| C4  | 5.17(32)     | 8.38(47)     | 3.31(28)    | 1.14(31)  | 1.26(25)  | 0.43(30)  |
| C5  | 6.36(39)     | 4.46(39)     | 7.56(43)    | 0.13(30)  | -0.31(34) | -1.14(34) |
| C6  | 4.55(31)     | 4.75(38)     | 7.22(39)    | -0.70(27) | 1.93(28)  | 0.76(31)  |

geht verloren<sup>6</sup>). Es liegt angenähert eine Halbsesselkonformation vor, in der die B6/N1/B2-Ebene gegenüber der Ausgleichsebene<sup>7</sup>) durch die Ringatome B2/N3/B4/N5/B6 um 31.3° geneigt ist (34.3° im  $\text{AlBr}_3$ -Addukt<sup>2</sup>). Die Atome N3/B4/C4/N5 liegen nahezu koplanar. Relativ groß sind hingegen die Interplanarwinkel C6/B6/N5//B6/N5/B4 mit 19.8°. Alle übrigen wichtigen Interplanarwinkel des Ringes mit Ausnahme zur N1/C1/Ga-Ebene liegen unter 12°.

Tab. 3. Bindungslängen (in pm) und Bindungswinkel (in Grad) von 1

|        |           |        |           |            |             |          |             |
|--------|-----------|--------|-----------|------------|-------------|----------|-------------|
| Ga-C11 | 216.2 (2) | C1-H11 | 99.6 (6)  | Cl1-Ga-Cl2 | 110.75 (7)  | B4-N5-B6 | 123.46 (48) |
| Ga-C12 | 214.6 (2) | C1-H12 | 96.7 (5)  | Cl2-Ga-Cl3 | 111.63 (7)  | B4-N5-C5 | 116.56 (49) |
| Ga-C13 | 215.0 (2) | C1-H13 | 104.2 (5) | Cl1-Ga-Cl3 | 110.30 (7)  | C5-N5-B6 | 119.42 (48) |
| Ga-N1  | 206.4 (4) |        |           |            |             |          |             |
| N1-B2  | 152.4 (7) | C2-H21 | 100.8 (7) | Cl1-Ga-N1  | 105.28 (12) | N1-B2-N3 | 116.95 (49) |
| N3-B2  | 139.2 (8) | C2-H22 | 99.2 (8)  | Cl2-Ga-N1  | 112.02 (12) | N1-B2-C2 | 119.27 (51) |
| N3-B4  | 146.7 (9) | C2-H23 | 73.8 (7)  | Cl3-Ga-N1  | 106.60 (12) | C2-B2-N3 | 123.61 (54) |
| N5-B4  | 143.6 (9) |        |           |            |             |          |             |
| N5-B6  | 139.6 (8) | C3-H31 | 102.4 (7) | Ga-N1-B2   | 104.97 (32) | N3-B4-N5 | 116.41 (52) |
|        |           | C3-H32 | 98.7 (7)  | Ga-N1-B6   | 102.54 (31) | N3-B4-C4 | 120.80 (54) |
| N1-B6  | 152.2 (7) | C3-H33 | 102.2 (8) | Ga-N1-C1   | 104.73 (29) | C4-B4-N5 | 122.77 (55) |
| N1-C1  | 152.1 (6) |        |           |            |             |          |             |
| N3-C3  | 149.1 (8) | C4-H41 | 105.3 (7) | B2-N1-C1   | 113.95 (40) | N5-B6-N1 | 144.96 (47) |
| N5-C5  | 146.7 (8) | C4-H42 | 91.0 (7)  | B6-N1-C1   | 114.36 (40) | N5-B6-C6 | 124.53 (52) |
| B2-C2  | 158.1 (9) | C4-H43 | 91.1 (7)  | B6-N1-B2   | 114.53 (42) | C6-B6-N1 | 120.47 (49) |
| B4-C4  | 155.7 (9) |        |           |            |             |          |             |
| B6-C6  | 155.7 (9) | C5-H51 | 99.4 (8)  | B2-N3-B4   | 122.68 (49) |          |             |
|        |           | C5-H52 | 105.0 (7) | B2-N3-C3   | 119.23 (49) |          |             |
|        |           | C5-H53 | 87.4 (7)  | C3-N3-B4   | 117.98 (48) |          |             |
|        |           |        |           |            |             |          |             |
|        |           | C6-H61 | 78.2 (7)  |            |             |          |             |
|        |           | C6-H62 | 99.3 (7)  |            |             |          |             |
|        |           | C6-H63 | 99.4 (7)  |            |             |          |             |

Tab. 4. Interplanarwinkel (in Grad) von 1

|                          |       |                    |       |  |      |
|--------------------------|-------|--------------------|-------|--|------|
| Ga/N1/C1//Ga/N1/B4       | 0.48  | C2/B2/N3//B2/N3/B4 | 2.80  | Atom-Abstände in pm von der Ebene B2/N3/B4/N5/B6 |      |
| Ga/N1/C1//Cl2/Ga/N1      | 17.23 | B2/N3/B4//B2/N3/C3 | 2.73  | B2:  | -9.1 |
| Ga/N1/B4//Cl2/Ga/N1      | 17.71 | B2/N3/C3//C3/N3/B4 | 2.60  | N3:  | 5.8  |
| C1/N1/B2//C1/N1/B6       | 45.58 | C3/N3/B4//N3/B4/N5 | 11.63 | B4:  | -6.6 |
|                          |       | N3/B4/N5//N3/B4/C4 | 1.67  | N5:  | -1.4 |
| B2/N1/B6//B2/N3/B4/N5/B6 | 31.26 | N3/B4/C4//C4/B4/N5 | 1.70  | B6:  | 5.6  |
|                          |       | C4/B4/N5//B4/N5/C5 | 11.44 |  |      |
|                          |       | B4/N5/C5//B4/N5/B6 | 8.66  |  |      |
|                          |       | B4/N5/B6//N5/B6/C6 | 19.75 |  |      |
|                          |       | B2/N3/B4//B4/N5/B6 | 11.91 |  |      |

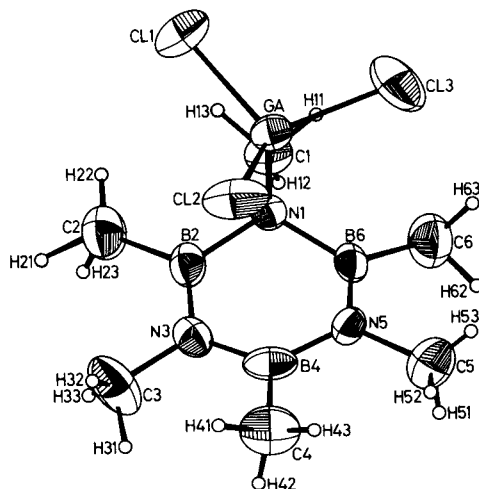


Abb. 1. ORTEP-Plot eines 1-Moleküls. Schwingungsellipsoide mit 50% Wahrscheinlichkeit

Die Orientierung der  $\text{GaCl}_3$ -Einheit in 1 ist ähnlich der des  $\text{AlBr}_3$  in seinem Hexamethylborazin-Addukt. Das Cl-Atom Cl2 ist in Richtung des Bor-Atoms B4 orientiert; die Normalen zu Ga/N1/B4 und Cl2/Ga/N1 schließen einen Winkel von  $17.7^\circ$  ein. Dies hat einen relativ kurzen intramolekularen Cl2-B4-Abstand (320.3 pm) zur Folge. Der kürzeste intramolekulare Kontakt liegt aber zwischen H13 und Cl1 (270.7 pm) vor. Alle intermolekularen BCl-Wechselwirkungen sind deutlich größer (B2/C11 344.2 pm, Cl1 B6' 342.6, B4Cl2' 348.2 pm).

Die Ga–Cl-Abstände in **1** entsprechen dem Mittelwert der Ga–Cl-Bindungslängen in  $\text{Ga}_2\text{Cl}_6$ <sup>8)</sup>, bzw. dem Ga–Cl-Abstand im  $\text{GaCl}_2(\alpha, \alpha'\text{-dipyridyl})^+$ -Kation<sup>9)</sup>. Ein direkter Vergleich des Ga–N-Abstands in **1** mit dem in  $\text{GaCl}_3 \cdot \text{NR}_3$  ist wegen fehlender Daten nicht möglich. In  $\text{GaH}_3 \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_3$  beträgt er 197.0 (9) pm<sup>10)</sup>, in  $[(\text{CH}_2)_2\text{NGaH}_2]_3$  198 pm<sup>11)</sup>. Danach ist der in **1** ermittelte Ga–N-Abstand für tetrakoordiniertes Gallium mit 206.4 (4) pm relativ lang, entsprechend einer schwachen Bindung. Er ist allerdings kürzer als bei Ga–N-Bindungen mit hexakoordiniertem Gallium (209–211 pm)<sup>9,12)</sup>.

In kristallinem **1** liegt somit ein einfaches Säure-Base-Addukt vor, das einen einzähnigen Borazin-Ring enthält. Die Molekülstruktur entspricht bezüglich der Ringe der schwingungsspektroskopisch geforderten  $C_s$ -Symmetrie<sup>13)</sup> weitgehend, die aber in **1** in festem Zustand nicht voll realisiert wird.

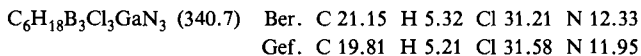
Wir danken der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* für die Förderung dieser Arbeit, desgleichen dem *Fonds der Chemischen Industrie* und der *BASF-Aktiengesellschaft* sowie Herrn Dr. habil. B. Wrackmeyer für anregende Diskussion und Fräulein H. Wagner für Mitarbeit bei der Röntgenstrukturbestimmung.

## Experimenteller Teil

NMR-Spektren: Bruker WP 200-Gerät, in Toluol mit  $\text{C}_6\text{D}_6$  als internem Lock. Röntgenstrukturbestimmung: Syntex R 3, Programmpaket XTL zur Strukturlösung.

*Hexamethylborazin-Galliumtrichlorid (1)*: Unter Argon-Schutzgas wurden in ein Schlenkgefäß 534.3 mg (3.05 mmol)  $\text{GaCl}_3$  und 499.8 mg (3.04 mmol) Hexamethylborazin eingewogen. Nach Zusatz von 12 ml Toluol erwärmte man auf 50 °C, bis eine klare Lösung vorlag. Bei langsamem Abkühlen, zuletzt im Kühlschrank (rd. 4 °C), fielen rechteckige Plättchen aus, die aus der kalten Lösung isoliert wurden. Ausb. 931.5 mg (90%), Schmp. 102 °C.

Die feuchtigkeitsempfindliche Verbindung löst sich gut in Benzol, Toluol oder  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , sehr schlecht in Hexan oder Pentan.



### Kristallstrukturbestimmung

Ein Einkristall ( $0.2 \times 0.3 \times 0.3 \text{ mm}^3$ ) wurde unter Argon in einer Lindemann-Kapillare montiert, am Diffraktometer optisch zentriert und aus 25 unabhängigen Reflexen eine Orientierungsmatrix ermittelt sowie die Gitterkonstanten bestimmt. Aus der experimentell bestimmten Dichte folgte  $Z = 4$ .

Im Bereich  $2^\circ \leq 2\theta \leq 50^\circ$  wurden 5888 Reflexintensitäten im  $\omega$ -Scan gemessen ( $-15 \leq h \leq 15$ ;  $-10 \leq k \leq 10$ ;  $-16 \leq l \leq 16$ ) und nach jeweils 48 Messungen zwei Standardreflexe. Deren Intensität nahm über 173 h nur wenig ab. Auf eine empirische Absorptionskorrektur wurde verzichtet. Nach Mittelung und Datenreduktion standen die Intensitäten von 2101 symmetrieunabhängigen Reflexe mit  $I > 1.96\sigma(I)$  zur Verfügung. Aus systematischen Auslöschungen folgte eindeutig die Raumgruppe  $P2_1/a$  (Nr. 14 Internationale Tabellen). Wegen der sehr ähnlichen Abmessungen der Elementarzelle (bei gleicher Raumgruppe) mit jener von  $(\text{CH}_3\text{BNCH}_3)_3 \cdot \text{AlBr}_3$  wurden die Atomparameter von Al und Br für die Lagen von Ga und Cl eingesetzt. Damit ergab sich  $R$  zu 0.309. Der Fouriersynthese ließen sich danach die Lagen der Nichtwasserstoffatome entnehmen. Nach jeweils 3 Cyclen Verfeinerung mit isotropen, dann mit anisotropen Temperaturfaktoren konvergierte  $R$  bei 0.058. Einer Differenzfouriersynthese entnahmen wir nun die Lagen aller H-Atome. Deren Lage wurde mit fixiertem  $B = 8$  in 3 Cyclen verfeinert. Die abschließende Verfeinerung mit fixierten Atomparametern und  $B$  für die H-Atome schloß mit  $R = 0.048$  ab.

- 1) 126. Mitteil.: *H. Nöth* und *R. Staudigl*, Chem. Ber. **115**, 1555 (1982).
- 2) *K. Anton* und *H. Nöth*, Chem. Ber. **114**, 2723 (1981).
- 3) In  $\text{Br}_2$  setzte sich in siedendem Benzol in 12 Stunden nicht mit Hexamethylborazin um.
- 4) Wegen der größeren Linienbreite der  $\text{CH}_3\text{B}$ -Protonensignale erkennt man deren Aufspaltung erst bei einer, verglichen mit den  $\text{CH}_3\text{N}$ -Protonensignalen, um rd.  $5^\circ\text{C}$  niedrigeren Temperatur.
- 5) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 50124, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- 6) Obwohl die Kristallstruktur von Hexamethylborazin noch unbekannt ist, darf man aufgrund der Struktur anderer Borazine annehmen, daß seine Gerüststruktur  $D_{3h}$ -Symmetrie besitzt.
- 7) Abstände von dieser Ausgleichsebene betragen (in pm): B2 - 6.7, N3 9.3, B4 - 4.6, N5 - 2.1, B6 4.2.
- 8) *D. P. Stevenson* und *D. P. Schomaker*, J. Am. Chem. Soc. **64**, 2514 (1942).
- 9) *R. Restivo* und *G. J. Palenik*, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1972**, 341.
- 10) *D. F. Shriver* und *C. E. Nordman*, Inorg. Chem. **2**, 1298 (1968).
- 11) *W. Harrison*, *A. Storr* und *J. Trotter*, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1972**, 1554.
- 12) *G. Beran*, *A. J. Carty*, *H. A. Patel* und *G. J. Palenik*, J. Chem. Soc. D (Chem. Commun.) **1970**, 222; *Ch. C. Lennard*, Inorg. Chim. Acta **1967**, 347.
- 13) *H. von Behren*, Diplomarbeit, Univ. Münster 1966.

[430/81]