

SYNTHESE UND UNTERSUCHUNG VON 1,3-DI-t-BUTYL-2,4-DIMETHYL-1,3-DIAZA-2,4-DIBOROLIDIN

GÜNTER SCHMID*, DOROTHEE VEHRESCHILD-YZERMANN und ROLAND BOESE

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen, Universitätsstr. 5-7, D-4300 Essen 1 (B.R.D.)

(Eingegangen den 4. Dezember 1986)

Summary

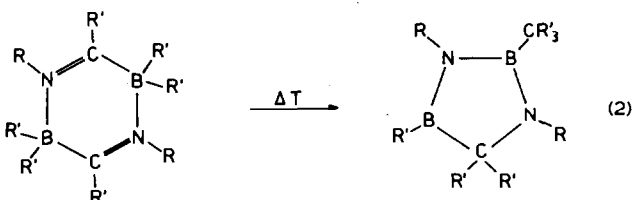
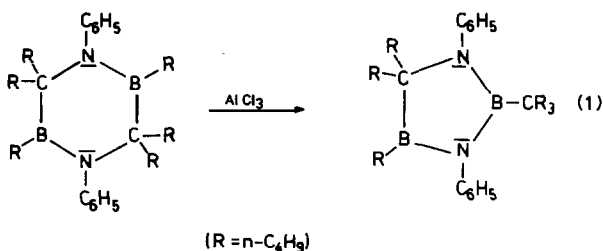
N,N'-Di-*t*-butylamino-*N,N'*-dilithiomethylborane (1) and bromomethyldimethylbromostannane (2) react in diethyl ether to give 1,3-di-*t*-butyl-2,4,4-trimethyl-1,3-diaza-4-stanna-2-borolidine (3). The X-ray structure analysis of 3 at -125°C shows the existence of a planar $\overline{\text{CSnNBN}}$ five-membered ring. ($P2_1/c$; a 1164.7(4), b 1494.5(9), c 1874.4(19) pm, β 102.37(4) $^{\circ}$; V 3.187(3) $\times 10^9$ pm 3 .) The $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$ group can be substituted by BCH_3 yielding a colourless liquid 1,3-di-*t*-butyl-2,4-dimethyl-1,3-diaza-2,4-diborolidine (5), in 15% yield. An intermediate adduct 4, consisting of 3 and CH_3BBr_2 , is characterized. 5 was investigated by ^1H , ^{11}B , ^{13}C NMR and mass spectroscopy.

Zusammenfassung

N,N'-Di-*t*-butylamino-*N,N'*-dilithio-methylboran (1) und Bromomethyl-dimethyl-bromostannan (2) reagieren in Diethylether zu 1,3-Di-*t*-butyl-2,4,4-trimethyl-1,3-diaza-4-stanna-2-borolidin (3). Die Röntgenstrukturanalyse von 3 bei -125°C zeigt das Vorliegen eines planaren $\overline{\text{CSnNBN}}$ -Fünfrings. ($P2_1/c$; a 1164.7(4), b 1494.5(9), c 1874.4(19) pm, β 102.37(4) $^{\circ}$; V 3.187(3) $\times 10^9$ pm 3 . Die $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$ -Gruppe kann durch BCH_3 ersetzt werden, wobei sich 1,3-Di-*t*-butyl-2,4-dimethyl-1,3-diaza-2,4-diborolidin (5) in 15% Ausbeute als farblose Flüssigkeit bildet. Als Zwischenprodukt (4) wird ein Addukt aus 3 und CH_3BBr_2 charakterisiert. 5 wird ^1H , ^{11}B -, ^{13}C -NMR und massenspektroskopisch untersucht.

H. Witte beschrieb 1965 den ersten Vertreter der 1,3-Diaza-2,4-diborolidine (früher 2,4-Diboraimidazolidine), den er durch Umlagerung eines 2,5-Diborapiperazin-Derivates erhielt [1].

Später gelang es Casanova et al., durch thermische Umlagerung von Bor-Stickstoff-Sechsringheterocyclen eine Reihe von Derivaten dieses Fünfrings herzustellen [2].



Wir suchten nach einem allgemeinen Zugang zu dieser wenig bekannten Verbindungsklasse, wobei unser Interesse den am C-Atom unsubstituierten Vertretern galt. Diese sind mittels der erwähnten Synthesen nicht erhältlich. Wegen der isoelektronischen Beziehungen zum Cyclopentadien sind diese Ringe als potentielle Komplexliganden von grossem Interesse. Über die hierzu ebenfalls isoelektronischen, nur eine BN-Gruppe enthaltenden 1,2-Azaborole bzw. 1,2-Azaborollyganden haben wir vielfach berichtet [3].

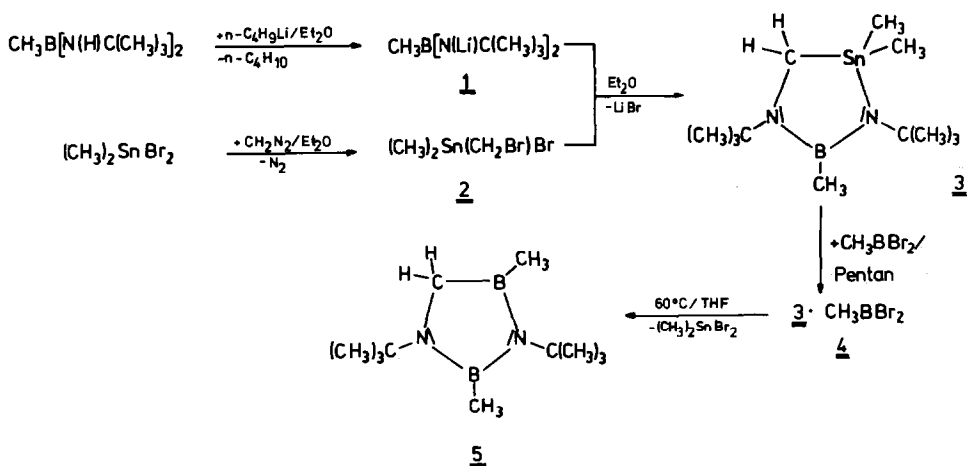
Ergebnisse

N,N'-Di-*t*-butylamino-*N,N'*-dilithio-methylboran (1) [4] und Bromomethyl-dimethyl-bromostannan (2) [5] reagieren in Diethylether unter LiBr-Abspaltung in 60% Ausbeute zu 1,3-Di-*t*-butyl-2,4,4-trimethyl-1,3-diaza-4-stanna-2-borolidin (3). 3 bildet farblose, luftempfindliche Kristalle, kann aber bei 56–58°C und 10⁻² Torr als Flüssigkeit destilliert werden, welche nach dem Erkalten wieder kristallisiert. Mit Methyl-dibromboran gelingt der Austausch der Dimethylstannyl- gegen die Methylborgruppe zum gewünschten 1,3-Di-*t*-butyl-2,4-dimethyl-1,3-diaza-2,4-diborolidin (5). Die Reaktion verläuft über ein aus Pentan isolierbares Zwischenprodukt 4, das sich in siedendem THF unter Abspaltung von Dimethyldibromostannan zu 5 umsetzt. In Schema 1 sind die Reaktionen, die zu 5 führen, zusammengefasst.

Das farblose, flüssige 5 kann bei einer Badtemperatur von ~110°C und 10⁻² bis 10⁻³ Torr umkondensiert werden, wobei grosse Verluste durch Zersetzung eintreten. Die Endausbeute an farblosem 5 beträgt nur ca. 15%. Die Verbindung ist aussergewöhnlich luftempfindlich, selbst bei sorgfältigem Arbeiten unter Stickstoff lässt sich partielle Zersetzung nicht verhindern.

Röntgenstrukturanalyse von 3

Ein Kristall von den ungefähren Dimensionen von 0.32 × 0.27 × 0.21 mm³ wurde in einer Glaskapillare auf einem Nicolet R3-Vierkreisdiffraktometer mit Mo-K_α-Strahlung und Graphitmonochromator bei -125°C (±0.5°C) vermessen. Die



SCHEMA 1

Zelldimensionen ergaben sich durch die Verfeinerung der Diffraktometerwinkel von 25 Reflexen ($15^\circ \geq 2\theta \geq 25^\circ$), die monokline Symmetrie wurde durch Schwenkaufnahmen bestätigt. Zelldimensionen (-125°C): a 1164.7(4), b 1494.5(9), c 1874.4(10) pm, β 102.37(4)°, V 3.187(3) $\times 10^9$ pm³. Die systematischen Auslöschungen führten zur Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14, Int. Tables) mit $Z = 8$ und D_x 1.38 g/cm³, $F_{000} = 1360$, μ 15.89 cm⁻¹. 4885 unabhängige Intensitäten wurden mit der ω -scan Technik ($2\theta_{\text{max}} = 48^\circ$) gemessen, von denen 3874 als beobachtet behandelt wurden ($F_0 \geq 3.5\sigma(F)$). Die Struktur wurde mit Pattersonmethoden sowie nachfolgenden Differenz-Fourier- und Block-Kaskaden-Verfeinerungen mit Hilfe des SHELXTL-Programms [6] und den dort enthaltenen Streufaktoren auf einem NOVA 3/12-Rechner von Data General gelöst. Die Methylgruppen wurden als starre Gruppen (C–H-Abstand 96 pm, H–C–H-Winkel 109.5°) mit einem isotropen Temperaturfaktor für die H-Atome verfeinert, der dem 1.2-fachen des zugehörigen C-Atoms entspricht. Die Positionen der Wasserstoffatome an C(5) und C(25) wurden aus einer Differenz-Fourier-Synthese ermittelt und mit einem gemeinsamen Temperaturfaktor von 0.029(7) Å² in die Atomliste einbezogen. Die Verfeinerung des letzten Modells mit 356 Parametern konvergierte mit einer maximalen Variation zu Fehlern von 0.02 bei einem R -Wert von 0.0379 und einem R_w -Wert von 0.0332 ($w^{-1} = \sigma^2(F) + 9 \times 10^{-5} \cdot F^2$). Die maximale Restelektronendichte betrug 0.96e/Å³ in einem Abstand von 112 pm vom Schweratom.

Figur 1 zeigt die Molekülstruktur von 3, in Tab. 2 sind die wichtigsten Bindungslängen und -winkel zusammengestellt.

Die Ringatome N(1), B(2), N(3), Sn(4) und C(5) bilden ein weitgehend planares, aber stark verzerrtes Fünfeck, wobei die Verzerrung auf das grosse Zinnatom zurückzuführen ist. Der Innenwinkel am Sn-Atom beträgt nur 85.7° und wird durch die grossen Sn–N- bzw. Sn–C-Abstände ermöglicht. Das Boratom bleibt von der Verzerrung praktisch unbeeinflusst, es hat nahezu ideal trigonal planare Umgebung. Dazu tragen die aus den B–N-Abständen (144–145 pm) sich ableitenden π -Bindungsanteile bei, wie sie für Aminoborane typisch sind. Neben dem kleinen

TABELLE 1. ATOMKOORDINATEN ($\times 10^4$) UND ANISOTROPE TEMPERATURPARAMETER DER FORM $\exp[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + U_{22}k^2b^{*2} + U_{33}l^2c^{*2} + 2U_{12}a^*b^*hk + 2U_{13}hla^*c^* + 2U_{23}klb^*c^*)]$ ($\text{pm}^2 \times 10^{-1}$) FÜR 3 (Die Standardabweichungen in Klammern sind auf die jeweils letzte Stelle der Zahlenwerte bezogen.)

Atom	x/a	y/b	z/c	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
N(1)	-715(4)	6187(3)	7169(2)	28(3)	19(3)	15(2)	-1(2)	2(2)	-2(2)
B(2)	-72(5)	5482(4)	7615(3)	18(3)	25(4)	23(4)	2(3)	8(3)	-2(3)
N(3)	643(4)	5725(3)	8317(2)	29(3)	21(3)	16(2)	3(2)	4(2)	-3(2)
Sn(4)	776(1)	7102(1)	8403(1)	25(1)	18(1)	19(1)	-2(1)	3(1)	-2(1)
C(5)	-429(5)	7130(4)	7374(3)	25(3)	15(3)	24(3)	-2(2)	3(2)	-2(3)
C(6)	-1550(5)	6072(4)	6445(3)	24(3)	31(4)	21(3)	-1(2)	2(2)	-2(2)
C(7)	-2365(5)	6427(3)	6427(3)	31(4)	54(5)	31(4)	3(3)	-6(3)	-14(3)
C(8)	-2401(6)	6877(4)	6275(4)	48(4)	48(5)	31(4)	-2(3)	-12(3)	13(3)
C(9)	-862(5)	6007(5)	5835(3)	45(4)	47(5)	17(3)	3(3)	4(3)	-5(3)
C(10)	-121(5)	4470(4)	7334(3)	35(3)	26(4)	25(3)	-5(3)	-1(3)	-3(3)
C(11)	1335(5)	5127(4)	8883(3)	31(3)	24(3)	15(3)	7(2)	1(2)	3(2)
C(12)	1764(6)	5664(4)	9591(3)	51(4)	33(4)	19(3)	3(3)	-2(3)	4(3)
C(13)	2422(5)	4766(4)	8648(3)	38(4)	34(4)	29(3)	7(3)	-1(3)	11(3)
C(14)	576(5)	4359(4)	9077(3)	50(4)	31(4)	25(3)	11(3)	9(3)	-1(3)
C(15)	2557(4)	7538(4)	8478(3)	27(3)	35(4)	34(4)	2(3)	3(3)	-6(3)
C(16)	80(5)	7687(4)	9269(3)	43(4)	27(4)	40(4)	-5(3)	17(3)	3(3)
N(21)	5374(4)	8407(3)	2912(2)	31(3)	9(2)	14(2)	-2(2)	-0(2)	-5(2)
B(22)	4808(5)	9113(4)	2436(3)	24(3)	14(4)	24(3)	3(3)	10(3)	2(3)
N(23)	4051(4)	8871(3)	1753(2)	31(3)	16(3)	20(3)	-0(2)	2(2)	1(2)
Sn(24)	4045(1)	7500(1)	1618(1)	24(1)	20(1)	19(1)	-5(1)	5(1)	-3(1)
C(25)	5248(4)	7474(4)	2644(3)	22(3)	22(3)	22(3)	-0(2)	2(2)	0(3)
C(26)	6195(4)	8528(4)	3647(3)	25(3)	24(3)	16(3)	1(2)	-3(2)	1(2)
C(27)	6393(6)	7648(4)	4071(3)	50(4)	34(4)	27(4)	5(3)	-3(3)	2(3)
C(28)	5660(5)	9160(4)	4135(3)	40(4)	37(4)	23(3)	-2(3)	5(3)	1(3)
C(29)	7385(5)	8864(4)	3544(3)	38(4)	39(4)	23(3)	-2(3)	3(3)	-0(3)
C(30)	5079(5)	10142(3)	2641(3)	37(3)	13(3)	26(3)	-4(2)	8(3)	-1(3)
C(31)	3346(5)	9477(4)	1183(3)	30(3)	24(4)	22(3)	3(2)	-0(2)	5(3)
C(32)	2576(5)	10117(4)	1523(3)	31(4)	38(4)	28(3)	10(3)	1(3)	11(3)
C(33)	4152(5)	9989(4)	785(3)	42(4)	46(5)	29(4)	13(3)	4(3)	7(3)
C(34)	2516(5)	8917(4)	617(3)	45(4)	38(4)	27(4)	-1(3)	-10(3)	6(3)
C(35)	2366(5)	6897(4)	1560(3)	30(3)	36(4)	37(4)	-7(3)	11(3)	-8(3)
C(36)	4734(5)	7061(5)	707(3)	32(3)	44(4)	37(4)	-9(3)	9(3)	1(3)

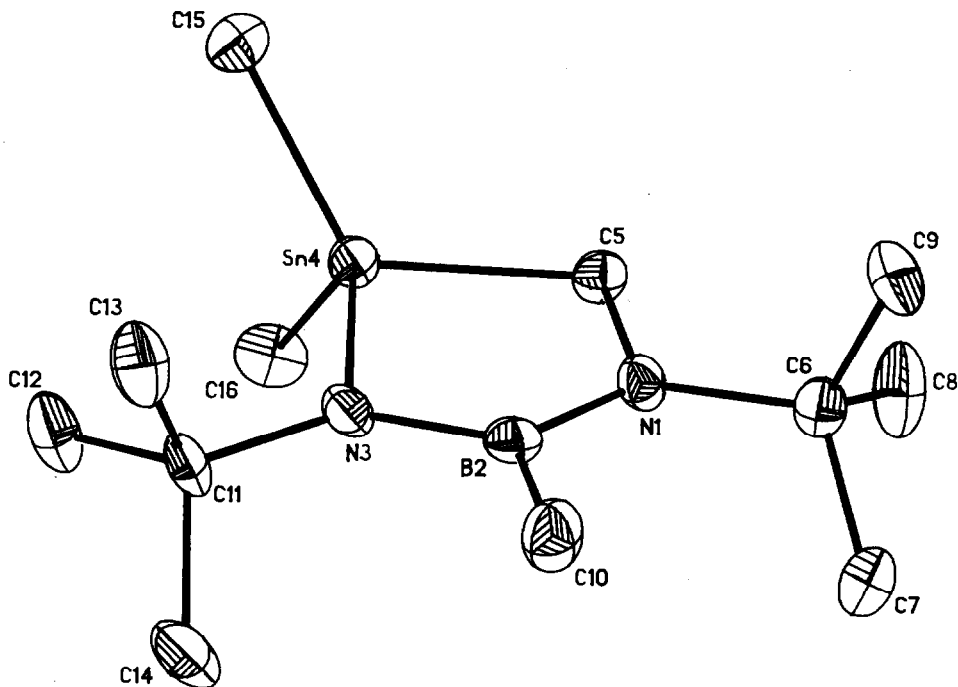


Fig. 1. Molekülstruktur von 3. Die thermischen Schwingungsellipsoide beschreiben 50% der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen.

Innenwinkel am Zinnatom ist der Aussenwinkel mit 110.1° unwesentlich grösser als der Tetraederwinkel. Das Sn-Atom weist somit eine stark verzerrte tetraedrische Umgebung auf.

TABELLE 2

WICHTIGE BINDUNGSLÄNGEN (pm) UND -WINKEL ($^\circ$) IN 3^a

N(1)–B(2)	145.0(7)	C(5)–N(1)–B(2)	118.8(4)
B(2)–N(3)	144.4(7)	N(1)–B(2)–N(3)	117.9(5)
N(3)–Sn(4)	206.6(4)	B(2)–N(3)–Sn(4)	109.9(3)
Sn(4)–C(5)	212.9(5)	N(3)–Sn(4)–C(5)	85.7(2)
N(1)–C(6)	150.1(6)	Sn(4)–C(5)–N(1)	106.5(3)
N(3)–C(11)	148.7(6)	C(5)–N(1)–C(6)	114.2(4)
Sn(4)–C(15)	215.1(5)	B(2)–N(1)–C(6)	126.4(4)
Sn(4)–C(16)	215.3(7)	N(1)–B(2)–C(10)	121.3(4)
C(6)–C(7)	153.7(9)	N(3)–B(2)–C(10)	120.8(5)
C(6)–C(8)	154.8(9)	B(2)–N(3)–C(11)	128.2(4)
C(6)–C(9)	153.5(9)	Sn(4)–N(3)–C(11)	121.5(3)
C(11)–C(12)	154.0(8)	C(15)–Sn(4)–C(16)	110.1(2)
C(11)–C(13)	152.7(9)		
C(11)–C(14)	153.9(9)		

^a Die asymmetrische Einheit enthält zwei unabhängige Moleküle, die sich in ihren Bindungslängen und -winkeln geringfügig unterscheiden. Tab. 2 enthält die Daten eines der beiden Moleküle.

Spektroskopische Untersuchungen

Die ^1H -, ^{11}B -, ^{13}C - und ^{119}Sn -NMR-Daten von **3** entsprechen den Erwartungen. Entsprechend ihrer unterschiedlichen chemischen Umgebung findet man im ^1H -NMR-Spektrum zwei Singulett für die beiden t-Butylgruppen. Die Protonen der CH_2 -Gruppe erscheinen als Singulett, das ebenso wie das Singulett der $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$ -Gruppe von den durch Kopplung mit dem ^{119}Sn -Isotop erzeugten Signalen flankiert ist. Im Falle der $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$ -Gruppe ist auch die Kopplung der Protonen mit dem ^{117}Sn -Isotop zu beobachten. Im ^{13}C -NMR-Spektrum werden alle zu erwartenden Signale gefunden, wobei das Signal der B- CH_3 -Gruppe wegen der Bor-Kohlenstoff-Kopplung wie üblich sehr breit ist. Das Addukt **4** wurde spektroskopisch nicht untersucht, da es in unpolaren Lösungsmitteln unlöslich ist, in polaren Lösungsmitteln wie THF jedoch weiterreagiert.

Die Zielverbindung **5** liess sich trotz vielfältiger Versuche bei tiefer Temperatur nicht kristallisieren, weshalb keine Röntgenstrukturanalyse vorliegt. Andererseits sind die erhaltenen ^1H -, ^{11}B - und ^{13}C -NMR-Daten so eindeutig zu interpretieren, dass an der Struktur von **5** keine Zweifel bestehen. Entsprechend ihrer sehr unterschiedlichen chemischen Umgebung werden für die beiden Boratome 2 verschiedene ^{11}B -NMR-Signale gefunden. Dem Atom B(2), das an zwei Stickstoffatome gebunden ist, wird das Signal bei 37.9 ppm zugeordnet, dem anderen, B(4), das nur an ein N-Atom, aber an zwei C-Atome gebunden ist, kommt das Signal bei 51.8 ppm zu*.

Das ^1H -NMR-Spektrum ist ausserordentlich einfach und besteht nur aus 5 Singulett, von denen zwei den beiden B- CH_3 -Gruppen, zwei den ebenfalls verschiedenen N- $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ -Gruppen zuzuordnen sind, sowie eines den CH_2 -Protonen. Die Zuordnung der CH_3 -Signale zu B(2) bzw. B(4) sowie der $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ -Signale zu N(1) und N(3) erfolgte durch Vergleich mit der Zinnverbindung **3**. Beim Übergang von **3** nach **5** sollte sich für B(2) und N(1) nur eine geringe elektronische Veränderung ergeben, weshalb diejenigen B- CH_3 - und N- $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ -Signale B(2) und N(1) zugeordnet wurden, die denen in **3** am nächsten sind.

Ebenso einfach wie die ^1H -NMR-Signale lassen sich die ^{13}C -NMR-Daten erklären. Entsprechend der Zahl unterschiedlicher C-Atome finden sich je 2 Signale für die sekundären und primären C-Atome der t-Butylgruppen, eines für die CH_2 -Gruppe, das wegen der Nachbarschaft zum Boratom breit ist, sowie ein weiteres, sehr breites Signal, für die Kohlenstoffatome der beiden B- CH_3 -Gruppen.

Beschreibung der Versuche

Alle Versuche wurden unter strengstem Luftausschluss in einer Atmosphäre von Reinstickstoff und in absolutierten Lösungsmitteln in herkömmlichen Glasschliffapparaturen ausgeführt. Die Elementaranalysen wurden im Mikroanalytischen Labor des Fachbereichs Chemie der Universität Essen angefertigt. Die Kernresonanzspektren wurden an einem Varian XL-200, die Massenspektren mittels eines Varian MAT 312 registriert.

* Für ein von Casanova beschriebenes 1,3-Diaza-2,4-diborolidin (1,3-Diphenyl-2-tri-n-butylmethyl-4,5,5-tri-n-butyl-1,3-diaza-2,4-diborolidin) wurde nur ein ^{11}B -NMR-Signal bei 45.0 ppm beobachtet [2]. Wir haben die Verbindung reproduziert und zwei Signale in den erwarteten Bereichen bei 36.7 und 56.9 ppm gefunden.

1,3-Di-t-butyl-2,4,4-trimethyl-1,3-diaza-4-stanna-2-borolidin (3)

Zu 15.3 g $\text{CH}_3[\text{N}(\text{H})\text{C}(\text{CH}_3)_3]_2$ [4] (90 mmol) in 100 ml Diethylether tropft man bei -30°C 180 mmol n-BuLi in Hexan unter Rühren langsam zu. Anschliessend versetzt man die so entstandene Lösung des Dilithiumsalzes **1** bei -50°C tropfenweise unter Rühren mit 29.0 g $(\text{CH}_3)_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{Br})\text{Br}$ [5] (90 mmol) in 180 ml Diethylether. Man erwärmt auf Raumtemperatur und rührt noch weitere 4 h. Ausgefallenes LiBr wird abgefrittet und das Filtrat i. Vak. vom Lösungsmittel befreit. Der Rückstand wird mit etwas n-Pentan versetzt und noch vorhandenes LiBr erneut abgetrennt. Nach Abziehen des Pentans i. Vak. wird der Rückstand der Destillation unterworfen. Bei $56-58^\circ\text{C}/10^{-2}$ Torr destillieren 17.9 g **3** (60%), die nach längerem Stehen kristallisieren. Analyse: Gef.: C, 41.94; H, 8.81; N, 8.09. $\text{C}_{12}\text{H}_{29}\text{BN}_2\text{Sn}$ (330.9) ber.: C, 43.56; H, 8.83; N, 8.47%. $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): δ 0.22 (s, 6H, $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$); 0.22 (2d, $J(^{119}\text{Sn}-\text{CH}_3)$ 56.49, $J(^{117}\text{Sn}-\text{CH}_3)$ 53.95 Hz, $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$); 0.80 (s, 3H, BCH_3); 1.31 (s, 9H, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)); 1.35 (s, 9H, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)); 2.50 (s, 2H, CH_2); 2.50 (d, $J(^{119}/^{117}\text{Sn}-\text{CH}_2)$ 38.09 Hz, CH_2). $^{11}\text{B-NMR}$ (C_6D_6): δ 34.5. $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR (C_6D_6): δ -2.3 (s, $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$); -2.3 (2d, $J(^{119}\text{Sn}-^{13}\text{C})$ 357.19, $J(^{117}\text{Sn}-^{13}\text{C})$ 337.07 Hz; $\text{Sn}(\text{CH}_3)_2$); 6.89 (br.s, BCH_3); 31.1 (s, CH_2); 31.7 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)), 35.5 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)); 52.7 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)); 55.3 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)). $^{119}\text{Sn-NMR}$ (C_6D_6): δ 67.83. MS: 332 (M^+ , bez. auf ^{120}Sn).

1,3-Di-t-butyl-2,4-dimethyl-1,3-diaza-2,4-diborolidin (5)

21.5 g **3** (65 mmol) werden in 20 ml Pentan gelöst und bei -50°C mit 12.1 g CH_3BBr_2 (65 mmol) in 30 ml Pentan tropfenweise versetzt. Der quantitativ ausfallende farblose Niederschlag ist das Addukt aus **3** und CH_3BBr_2 , **4**. Analyse: Gef.: C, 30.28; H, 6.33; N, 4.94. $\text{C}_{13}\text{H}_{32}\text{B}_2\text{Br}_2\text{N}_2\text{Sn}$ (516.5) ber.: C, 30.23; H, 6.20; N, 5.42%.

Man löst **4** in THF und erhitzt ca. 2 h zum Sieden unter Rückfluss. Anschliessend wird das Lösungsmittel abdestilliert (Badtemp. $\leq 110^\circ\text{C}$). Danach liegt ein Zweiphasensystem vor, wobei die untere Phase, bestehend aus $(\text{CH}_3)_2\text{SnBr}_2$, $(\text{CH}_3)_3\text{SnBr}$ u.a., verworfen wird. Die leichtere Phase enthält **5**, welches in reiner Form durch Umkondensieren bei $\sim 110^\circ\text{C}$ Badtemperatur und 10^{-2} bis 10^{-3} Torr in eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte Falle erhalten wird. Ausbeute: 2 g (15%).

Analyse: Gef.: C, 61.00; H, 13.44; N, 13.38. $\text{C}_{11}\text{H}_{26}\text{B}_2\text{N}_2$ (207.7) ber.: C, 63.59; H, 12.52; N, 13.48%. $^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6): δ 0.64 (s, 3H, CH_3 von B(4)); 0.73 (s, 3H, CH_3 von B(2)); 1.19 (s, 9H, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)); 1.32 (s, 9H, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)); 2.52 (br.s, 2H, CH_2). $^{11}\text{B-NMR}$ (C_6D_6): δ 37.9 (s, B(2)); 51.8 (s, B(4)). $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR (C_6D_6): δ ~ 4 (br.s, $2 \times \text{BCH}_3$); 30.90 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)); 33.40 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)); 46.7 (br.s, CH_2); 51.91 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(3)); 53.47 (s, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ von N(1)). MS 208 (M^+).

Dank

Wir bedanken uns beim Fonds der Chemischen Industrie für die finanzielle Unterstützung.

Literatur

- 1 H. Witte, *Tetrahedron Lett.*, (1969) 1122.
- 2 J. Casanova, Jr. und H.R. Kiefer, *J. Org. Chem.*, 34 (1969) 2579.

- 3 Vergl. z. B. G. Schmid, *Comm. Inorg. Chem.*, 4(1) (1985) 17.
- 4 In Anlehnung an H. Nöth und G. Abeler, *Chem. Ber.*, 101 (1968) 969.
- 5 D. Seyferth und E.G. Rochow, *J. Am. Chem. Soc.*, 77 (1955) 1302.
- 6 G.M. Sheldrick, *SHELXTL, ein komplettes Programmsystem zum Lösen, Verfeinern und Darstellen von Kristallstrukturen aus Beugungsdaten (Rev. 4.1)* (1983).