

Reaktionen der Enthalogenerungsprodukte von Dichlor(diisopropylamino)boran mit Olefinen in *n*-Hexan

Walter Maringele, Andreas Heine, Mathias Noltemeyer und Anton Meller

Institut für Anorganische Chemie der Universität, Tammannstraße 4, D-37077 Göttingen (Deutschland)

(Eingegangen den 19. Juli 1993)

Abstract

Reactions of vinyltrimethylsilane, propene, 3,3-dimethyl-1-butene, 1-butene, 3-methyl-1-butene, 1-pentene, 4,4-dimethyl-1-pentene, cyclopentene, cyclohexene and cyclooctene with dichloro(diisopropylamino)borane and Na/K-alloy in *n*-hexane yield the 1,2-diboretanes I–VII, IX, XI and the 1,2,3-triborolanes VIII, X, XII. By-products XIV and XVI–XVIII were found in the mass-spectra. In reaction to VII the 1,2,3,4-tetrakis(diisopropylamino)tetraborane(6) (XIX) was isolated as by-product. Vinyl-3-cyclohexene reacts under the same conditions to give the triborolane (XIII). The compounds I–XIII, XV and XIX were characterized by elemental analyses and spectroscopic data (MS; NMR: ^1H , ^{13}C , ^{11}B , ^{29}Si), X, XII, XIII and XIX also by X-ray structure analyses.

Zusammenfassung

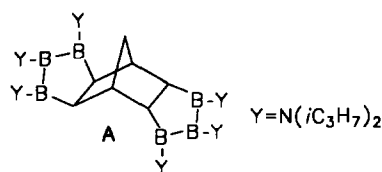
Umsetzungen von Vinyltrimethylsilan, Propen, 3,3-Dimethyl-1-buten, 1-Buten, 3-Methyl-1-buten, 1-Penten, 4,4-Dimethyl-1-penten, Cyclopenten, Cyclohexen und Cycloocten mit Dichlor(diisopropylamino)boran und Na/K-Legierung in *n*-Hexan ergeben die 1,2-Diboretane I–VII, IX, XI sowie die 1,2,3-Triborolane VIII, X, XII. Massenspektrometrisch wurden mehrere Nebenprodukte (XIV–XVIII) nachgewiesen, XIX bei der Reaktion zu VII auch isoliert. Die Reaktion von Vinyl-3-cyclohexen führt unter gleichen Reaktionsbedingungen zu dem 1,2,3-Triborolan (XIII). Die Verbindungen I–XIII, XV und XIX wurden charakterisiert durch Elementaranalyse und spektroskopische Daten (MS, NMR: ^1H , ^{13}C , ^{11}B , ^{29}Si), X, XII, XIII und XIX auch durch Röntgenstrukturanalysen.

Key words: Boron; Silicon; Boracycloalkane; Alkene

1. Einleitung

Dimeres Cyclopentadien [1], Norbornen [2] und Norbornadien [2] reagieren mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran in *n*-Hexan zu 1,2,3-Triborolanen. π -Donorbindungen sättigen dabei die Boratome ab und begründen die Stabilität dieser Verbindungen [3]. Das ausgehend von Norbornadien erhaltene Triborolan-Derivat geht allerdings leicht eine retro-Diels-Alder-Reaktion unter Bildung eines 1,5-Di-carba-closo-pentaboran(5)-Derivats ein [2].

Kürzlich haben wir bei der Reaktion von 2,5-Norbornadien mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran mit A ein Molekül dargestellt, welches zwei 1,2,3-Triborolan-Ringsysteme enthält [4].



Über die Borylierung aromatischer Verbindungen durch Dehalogenierungsprodukte von (Dialkylamino) dihalogenboranen wurde berichtet [5]. In einigen Fällen haben wir dabei polycyclische Systeme erhalten [6,7].

2. Ergebnisse und Diskussion

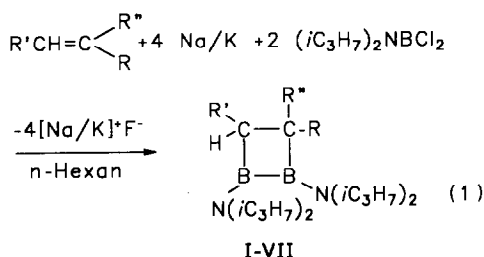
Durch den Einsatz geeignet substituierter Alkene konnte eine Reihe von 1,2-Diboretanen synthetisiert und isoliert werden. So führt die Umsetzung von Vinyltrimethylsilan, Propen, 3,3-Dimethyl-1-buten, 1-Buten, 3-Methyl-1-buten, 1-Penten, 4,4-Dimethyl-1-

Correspondence to: Professor Dr. A. Meller.

TABELLE 1. 1,2-Diboretane (I-VII)

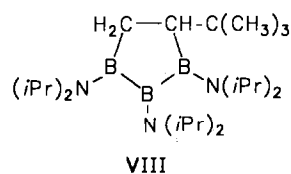
Verb.	R	R'	R''
I	Si(CH ₃) ₃	H	H
II	CH ₃	CH ₃	H
III	C(CH ₃) ₃	H	H
IV	CH ₂ CH ₃	H	CH ₃
V	CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃
VI	(CH ₂) ₂ CH ₃	H	CH ₃
VII	CH ₂ C(CH ₃) ₃	H	CH ₃

penten mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran zu den 1,2-Diboretanen I-VII (Gl. (1), Tabelle 1).



Die Verbindungen I-VII sind thermisch stabil im Gegensatz zu den ungesättigten 1,2-Diboretanen [8], die sich beim Erwärmen in die 1,3-Diborete umlagern. Ein stabiles 1,2-Diboretan ist bisher durch den Ringschluß von 1,2-Bis(chlorodiisopropylamino)ethan [9] synthetisiert, ein weiteres 1,2-Diboretan durch Ringkontraktion aus Bis(flourenyl)-substituierten 1-Hetero-3,4-diborolanen bzw. die Reaktion des Dianions von 1,2-Bis(flourenyl)-1,2-bis(dimethylamino)diboran(4) mit Hexachlorethan (unter Eliminierung von Tetrachlorethen) erhalten worden [10]. Letztere Verbindung lagert sich allerdings schon bei 65°C in Lösung zum entsprechenden 1,3-Diboretan um [10].

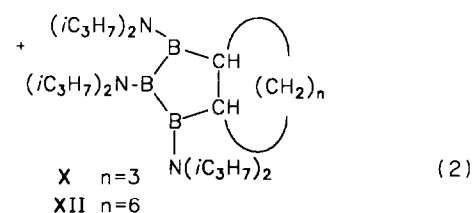
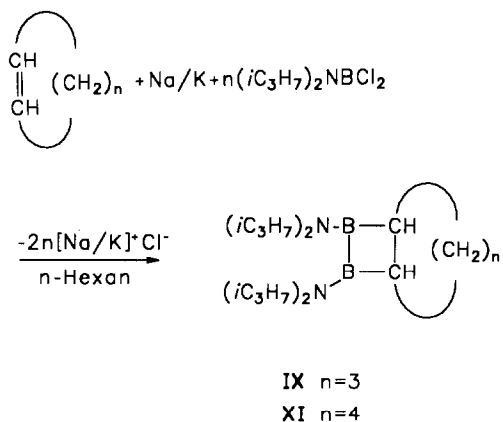
Bei der Reaktion von 3,3-Dimethyl-1-buten mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran zu III wurde auch das 1,2,3-Triborolanderivat VIII isoliert.



Entsprechend verläuft auch die Umsetzung von Cyclopenten, Cyclohexen und Cycloocten mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran zu den 1,2-Diboretanen IX und XI sowie den 1,2,3-Triborolanen X und XII (Gl. (2)).

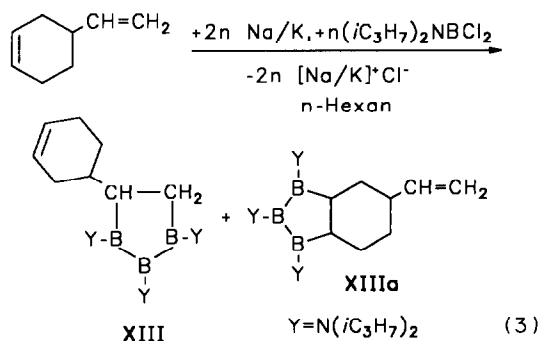
Stabile 1,2-Diborolane [11,12] sind bekannt.

Wie im 2,5-Norbornadien liegen auch im 3-Vinylcyclohexen zwei Doppelbindungen vor, die unter-



schiedliche Reaktivität aufweisen sollten. Die Umsetzung von 3-Vinylcyclohexen mit Na/K-Legierung und Dichlor(diisopropylamino)boran in *n*-Hexan ergibt das 1,2,3-Tris-diisopropylamino-4-(3-cyclohexenyl)-1,2,3-triboracyclopentan **XIII**, 2,3,4-Tris(diisopropylamino)-2,3,4-triborabicyclo[3,4,0]nonan **XIIIa** sowie eine Substanz mit einer Molmasse von 330 und der Zusammensetzung C₂₀H₄₀B₂N₂, deren Struktur weder durch spektroskopische Methoden noch durch eine Röntgenstrukturanalyse geklärt werden konnte (Gl. (3)).

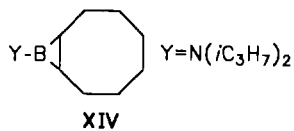
XIII und **XIIIa** ließen sich bislang nicht voneinander trennen. Für die Röntgenstrukturuntersuchung wurde **XIII** durch Kristallauslese erhalten. Den Hinweis auf das Vorliegen auch von **XIIIa** liefert das ¹³C-NMR-Spektrum, in dem man vier Signale für sp²-hybridisier-



ten Kohlenstoff findet. Es wird also sowohl an der Vinylgruppe wie auch am Cyclohexenring selbst eine Triboreinheit zum jeweilig entsprechenden Triborolan angebaut. Wegen des Vorliegens der beiden Isomeren (**XIII** und **XIIIa**) war eine Zuordnung der NMR-Signale nicht möglich.

Die Verbindungen **III** und **VIII** wurden auch erhalten, wenn anstelle von Dichlor(diisopropylamino)boran das Difluor(diisopropylamino)boran eingesetzt wurde. Allerdings ist dann eine längere Reaktionsdauer (mindestens 80 St unter Rückfluß) erforderlich.

Die Enthalogenierungsreaktion von Dichlor(diisopropylamino)boran mit Na/K-Legierung in Gegenwart der eingesetzten Olefine (für **I–XII**) führt in allen Fällen sowohl zum 1,2-Diboretan-als auch zum 1,2,3-Triborolansystem, obwohl nicht in allen Fällen die Reinisolierung beider Produkte gelingt. Für die Umsetzung von Cycloocten wurde massenspektrometrisch auch die monoborylierte Spezies nachgewiesen (FI: $m/z = 221, M^+$), für welche die Struktur **XIV** denkbar wäre:



XIV konnte bislang nicht rein isoliert werden. Die Aufarbeitung der Produktgemische (mehrfache Destillation über eine 10 cm Vigreux-Kolonnen) wird durch Bildung von Nebenprodukten erschwert.

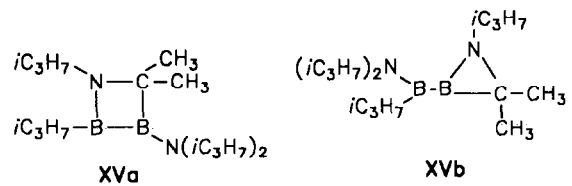
Für Nebenprodukte, welche ohne Beteiligung des jeweils eingesetzten Olefins entstehen, findet man in den Massenspektren (FI) Isotopenmuster bei folgenden m/z -Werten:

XV = 264, **XVI** = 375, **XVII** = 333, **XVIII** = 335,

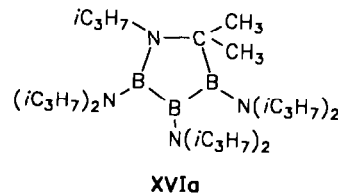
XIX = 446.

Bei niedrig siedenden Fraktionen wirkt **XV** störend, für höher siedende Fraktionen die übrigen Moleküle. Diese vier Substanzen finden sich in allen Umsetzungen zu **I–XII** in wechselnden Mengen; deshalb gelingt meist nur die Isolierung eines Reaktionsproduktes (1,2-Diboretan oder 1,2,3-Triborolan).

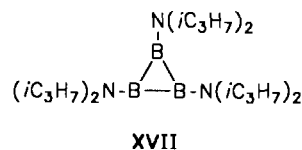
XV wurde in reiner Form erhalten, doch konnte die Struktur durch NMR-Spektroskopie nicht zweifelsfrei geklärt werden. Die Röntgenstrukturuntersuchung scheitert an der Verzwilligung der gebildeten Kristalle. Im Einklang mit den NMR-Spektren stehen die Strukturen **XVa** und **XVb**; nach dem ^{11}B -NMR-Spektrum ($\delta = 47.8$ ppm) scheint **XVa** wahrscheinlicher, da man für **XVb** das ^{11}B -NMR-Signal bei etwas tieferem Feld erwarten würde.



XVI leitet sich von **XV** durch Addition einer $[(\text{BN}(i\text{C}_3\text{H}_7)_2)]$ -Einheit, vermutlich unter Bildung eines 1,2,3-Triborolans **XVIa** ab.



Für **XVII** ist eine cyclische Triboriranstruktur wahrscheinlich. Eine analoge Verbindung mit Diethylaminosubstituenten wurde unlängst beschrieben [13], konnte aber ebenfalls nicht rein isoliert werden.



Andererseits entstehen bei derartigen Reaktionen aber auch offenkettige Oligo(dialkylamino)borane mit endständigen Wasserstoffen [14] wie hier das bei der Reaktion zu **VII** isolierbare 1,2,3,4-Tetrakis(diisopropylamino)tetraboran(6) **XIX**.

3. Experimenteller Teil

Alle Reaktionen wurden unter Ausschluß von Feuchtigkeit unter trockenem N_2 ausgeführt. Analysen: Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen und Analytisches Laboratorium 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.), Lösungen in CDCl_3 ; Bruker AM 250. - MS: (EI) (70 eV) (FI); Varian MAT CH5; die m/z -Werte geben die höchsten Spitzen der Isotopenmuster an. Ausgangsverbindungen: $\text{Cl}_2\text{BN}(i\text{C}_3\text{H}_7)_2$ [15], $\text{F}_2\text{BN}(i\text{C}_3\text{H}_7)_2$ [16].

3.1. 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-trimethylsilyl-1,2-diboracyclobutan (**I**), 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-methyl-4,4-dimethyl-1,2-diboracyclobutan (**II**), 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-*t*-butyl-1,2-diboracyclobutan (**III**), 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-methyl-3-ethyl-1,2-diboracyclobutan (**IV**), 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-methyl-3-*i*-propyl-1,2-diboracyclobutan (**V**), 1,2-Bis(diisopropylamino)-3-methyl-3-*n*-propyl-1,2-diboracyclobutan

TABELLE 2. Siede- und Schmelzpunkte, Ausbeuteangaben

Verb.	Sdp. (°C/0.002 mbar)	Schmp. (°C)	Ausbeute g (%) (bez. auf (¹Pr)₂NBCl₂)
I	91	-	12.5 (38.8)
II	56	-	11.2 (39.5)
III	64	-	7.5 (24.5)
IV	58	-	14.6 (50.0)
V	68	-	15.4 (50.3)
VI	105	-	9.5 (31.0)
VII	81	-	10.8 (32.3)
VIII	125	-	8.5 (31.3)
IX	65	-	7.5 (25.8)
X	120	111-114	6.9 (26.7)
XI	68	-	11.6 (38.2)
XII	170	148	12.1 (41.0)

an (VI), Bis(diisopropylamino)-3-methyl-3-2',2'-dimethylpropyl-1,2-diboracyclobutan (VII), 1,2,3-Tris(diisopropylamino)-4-t-butyl-1,2,3-triboracyclopentan (VIII), 1,2-Bis(diisopropylamino)-1,2-diborabicyclo[3,2,0]heptan (IX), 1,3,2-Tris(diisopropylamino)-1,2,3-triborabicyclo[3,3,0]octan (X), 1,2-Bis(diisopropylamino)-1,2-diborabicyclo[4,2,0]octan (XI), 1,2,3-Tris(diisopropylamino)-1,2,3-triborabicyclo[6,3,0]undecan (XII)

0.456 Mol Na/K-Legierung (11.5 g K, 5.2 g Na) wurden in 500 ml *n*-Hexan vorgelegt und danach rasch zunächst 0.20 mol des jeweiligen Olefins, dann 36.4 g (0.20 mol) Dichlor(diisopropylamino)boran im Laufe von 3 h zugetropft. Anschließend wurde etwa 50 h unter Rückfluß gekocht. Die erhaltene Suspension wurde in der Drucknutsche abgefrittet. Das Filtrat war generell grün, der Filtrerrückstand tiefblau gefärbt. Das Filtrat wurde vom Lösungsmittel und von im Vakuum bei 20°C flüchtigen Verbindungen befreit und der verbliebene Rückstand im Ölpumpenvakuum mit einer 10 cm Vigreux-Kolonnen destilliert. 3,3-Dimethyl-1-buten führt dabei zu III und VIII, Cyclopenten zu IX und X. I-XII sind nach beendeter Destillation gelbe Öle; für X und XII tritt bei Lagerung über Nacht Kristallisation ein. X und XII wurden dann aus *n*-Hexan umkristallisiert und als farblose Kristalle erhalten.

I: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = -0.07 (Si(CH₃)₃, 9H), 1.06 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz), 1.09 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz), 1.10 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz), 1.11 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz), 1.13 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz), 1.17 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz), 1.18 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz), 1.28 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz), (N-CH-CH₃ insgesamt 8 × CH₃), 1.4-1.44 (m, 2H, CH₂), 3.28 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃), 3.36 (sept., ³J(HH) = 6.9 Hz, 1H, NCHCH₃), 3.78 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃), 4.14 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = -0.73 (Si(CH₃)₃, 18.6 (br, B-CH₂), 21.0 (br, B-CH), 21.79, 21.86, 22.70, 23.01, 24.15, 25.53, 25.79, 26.10 (N-CHCH₃), 45.36, 45.78, 50.11, 54.77 (N-

CHCH₃). ¹¹B-NMR (CDCl₃): δ = 52.2, *h*_{1/2} = 690 Hz. ²⁹Si-NMR (CDCl₃): δ = -19.43.

C₁₇H₄₀B₂N₂Si (322.19). MS (EI): *m/z*(%) = 322(10) [M⁺], 43(100); (FI): *m/z*(%) = 322(100). Ber. (Gef.) (%): C 63.37 (63.12), H 12.51 (12.68), B 6.71 (6.75), N 8.69 (8.62).

II: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.71 (d, ³J(HH) = 7.1 Hz, 3H, CHCH₃), 0.74 (s, 3H, CCH₃), 1.07 (s, 3H, CCH₃), 1.15-1.29 (m, 24H, N-CHCH₃), 1.35 (m, B-CH), 3.40 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CHCH₃), 3.49 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CHCH₃), 3.69 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CHCH₃), 4.08 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CHCH₃). ¹³C-NMR: δ = 12.96, 22.15, 22.71, 23.15, 23.76, 23.82, 24.49, 25.35, 25.39, 26.26, 27.42 (CH₃), 30.6 (br) und 36.3 (br, B-C), 45.55, 48.47, 48.61, 54.75 (N-CHCH₃). ¹¹B-NMR (CDCl₃): δ = 50.5 (*h*_{1/2} = 380 Hz).

C₁₇H₃₈B₂N₂ (292.12). MS (EI): *m/z*(%) = 292(10) [M⁺], 222(100); (FI): *m/z*(%) = 292(100). Ber. (Gef.) (%): 69.90 (70.12), H 13.11 (13.24), B 7.40 (7.25), N 9.59 (9.46).

III: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.79 (d v.d., ³J(HH_a) = 12.1 Hz, ³J(HH_b) = 16.0 Hz, B-CH, 1H), 0.87 (s, 9H, C(CH₃)₃), 1.34 (H_b, d v.d., ²J(HH) = 1.8 Hz, ³J(HH) = 16.0 Hz, BCH₂), 1.47 (H_a, 1H, d v.d., ²J(HH) = 1.8 Hz, ³J(HH) = 12.1 Hz), 1.05 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz, 3H, N-CHCH₃), 1.09 (d, ³J(HH) = 6.9 Hz, 3H, N-CHCH₃), 1.13 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, N-CHCH₃), 1.14 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, N-CHCH₃), 1.15 (d, ³J(HH) = 6.9 Hz, 3H, N-CHCH₃), 1.18 (d, ³J(HH) = 6.9 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.22 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.33 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, NCHCH₃), 3.29 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 2H, NCHCH₃), 4.11 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, NCHCH₃), 4.15 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃). ¹³C-NMR: δ = 20.0 (br, B-CH), 21.3, 21.9, 22.1, 22.4, 23.5, 25.5, 26.1, 26.7 (NCHCH₃), 30.7 (C(CH₃)₃), 33.7 (C(CH₃)₃), 42.7 (br, BCH₂), 44.4, 45.1, 50.8, 55.3 (NCHCH₃). ¹¹B-NMR: 2 Signale I 53.0, II 48.5 (Int. 1:1), *h*_{1/2} = 900 Hz (in *h*_{1/2} fallen beide Signale zusammen).

C₁₈H₄₀B₂N₂ (306.15). MS (EI): *m/z*(%) = 306(10), 222(100); (FI): *m/z*(%) = 306(100). Ber. (Gef.) (%): C 70.62 (70.29), H 13.17 (13.21), B 7.06 (6.95), N 9.15 (9.03).

IV: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.82 (t, ³J(HH) = 6.9 Hz, 3H, CH₂CH₃), 1.02 (s, 3H, C-CH₃), 1.06-1.29 (m, 26H, NCHCH₃ und CH₂CH₃), 1.33-1.39 (m, 2H, B-CH₂), 3.28 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, NCHCH₃, 1H), 3.31 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃), 3.90 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, N-CHCH₃), 4.21 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, N-CH-CH₃). ¹³C-NMR: δ = 10.71 (CH₂CH₃), 19.69 (C-CH₃), 21.83, 22.31, 22.35, 23.13, 23.44, 24.43, 26.15, 26.30 (NCHCH₃), 32.3 (br, B-CH₂), 32.68 (CH₂CH₃), 35.30 (C_q), 45.26, 45.60,

TABELLE 3. Kristalldaten und Strukturverfeinerung für X, XII, XIII und XIX

	X	XII	XIII	XIX
Summenformal	$C_{23}H_{50}B_3N_3$	$C_{26}H_{56}B_3N_3$	$C_{26}H_{54}B_3N_3$	$C_{24}H_{58}B_4N_4$
Molmasse	401.09	443.17	441.15	445.98
Temperatur	183(2) K	153(2) K	153(2) K	183(2) K
Wellenlänge (pm)	71.073	71.073	71.073	71.073
Kristallsystem	Monoklin	Monoklin	Monoklin	Monoklin
Raumgruppe	$P2_1/n$	$P2_1/c$	$P2_1/c$	$P2_1/n$
Zelldimensionen	$a = 1662.2(2)$ pm $\alpha = 90^\circ$ $b = 1810.6(2)$ pm $\beta = 103.470(10)^\circ$ $c = 1841.9(2)$ pm $\gamma = 90^\circ$	$a = 951.60(10)$ pm $\alpha = 90^\circ$ $b = 3347.5(5)$ pm $\beta = 113.980(10)^\circ$ $c = 1006.60(10)$ pm $\gamma = 90^\circ$	$a = 1254.9(5)$ pm $\alpha = 90^\circ$ $b = 1020.3(5)$ pm $\beta = 90.31(4)^\circ$ $c = 2249.9(8)$ pm $\gamma = 90^\circ$	$a = 1787.5(2)$ pm $\alpha = 90^\circ$ $b = 980.4(1)$ pm $\beta = 107.82(1)^\circ$ $c = 1844.0(2)$ pm $\gamma = 90^\circ$
Zellvolumen (nm ³)	5.3909(11)	2.9297(6)	2.881(2)	3.0765(11)
Formeleinheiten pro Zelle Z	8	4	4	4
Berechnete Dichte (mg m ⁻³)	0.988	1.005	1.017	0.963
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	0.056	0.056	0.057	0.054
F(000)	1792	992	984	1000
Kristallgröße (mm ³)	$0.6 \times 0.5 \times 0.5$	$0.5 \times 0.4 \times 0.3$	$1.00 \times 1.00 \times 0.80$	$0.8 \times 0.4 \times 0.2$
Gemessener θ -Bereich (°)	4.04 bis 22.57	4.01 bis 22.50	3.62 bis 22.49	4.06 bis 22.57
Indexbereich	$-17 \leq h \leq 17$, $-18 \leq k \leq 19$, $-19 \leq l \leq 19$	$-10 \leq h \leq 10$, $-5 \leq k \leq 36$, $-10 \leq l \leq 10$	$-13 \leq h \leq 13$, $-9 \leq k \leq 10$, $-22 \leq l \leq 24$	$-19 \leq h \leq 19$, $-7 \leq k \leq 10$, $-18 \leq l \leq 19$
Anzahl der gemessenen Reflexe	8998	6061	4606	4582
Unabhängige Reflexe	7067 ($R_{int} = 0.0926$)	3811 ($R_{int} = 0.0986$)	3735 ($R_{int} = 0.0373$)	4037 ($R_{int} = 0.0328$)
Absorptionskorrektur	N/a	N/a	N/a	N/a
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F^2	Vollmatrix Least-Squares an F^2	Vollmatrix Least-Squares an F^2	Vollmatrix Least-Squares an F^2
Daten/Restraints/Parameter	7062/75/548	3807/317/338	3731/0/302	4036/2/314
Goodness-of-Fit an F^2	1.010	1.019	1.009	1.041
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0570$, $wR2 = 0.1184$	$R1 = 0.0735$, $wR2 = 0.1794$	$R1 = 0.0473$, $wR2 = 0.1256$	$R1 = 0.0414$, $wR2 = 0.0968$
R-Werte (sämtliche Daten)	$R1 = 0.1264$, $wR2 = 0.1530$	$R1 = 0.1456$, $wR2 = 0.2315$	$R1 = 0.0535$, $wR2 = 0.1385$	$R1 = 0.0571$, $wR2 = 0.1083$
Extinktionskoeffizient	0.0021(3)	0.012(3)	-	0.0054(8)
Größtes Maximum und Minimum (e nm ⁻³)	339 und -287	248 und -234	217 und -196	332 und -137

TABELLE 4. Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) für X. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij} -Tensors

	x	y	z	U_{eq}
C(1)	-1389(2)	472(2)	2056(2)	39(1)
C(2)	-1254(2)	324(2)	2923(2)	38(1)
C(3)	-1162(2)	-518(2)	3002(2)	54(1)
C(4)	-824(2)	-757(2)	2344(2)	54(1)
C(5)	-1329(2)	-300(2)	1716(2)	53(1)
B(1)	-2285(2)	836(2)	1797(2)	33(1)
N(1)	-2504(1)	1447(1)	1318(1)	35(1)
C(6)	-1931(2)	1858(2)	957(2)	49(1)
C(7)	-1567(2)	1370(2)	447(2)	74(1)
C(8)	-1270(2)	2272(2)	1520(2)	61(1)
C(9)	-3353(2)	1740(2)	1149(2)	40(1)
C(10)	-3788(2)	1636(2)	336(2)	64(1)
C(11)	-3390(2)	2535(2)	1394(2)	55(1)
B(2)	-2834(2)	474(2)	2389(2)	33(1)
N(2)	-3525(1)	14(1)	2239(1)	33(1)
C(12)	-3916(2)	-202(2)	1461(2)	40(1)
C(13)	-3795(2)	-1018(2)	1322(2)	59(1)
C(14)	-4824(2)	4(2)	1222(2)	58(1)
C(15)	-3903(2)	-342(2)	2803(2)	42(1)
C(16)	-3267(2)	-688(2)	3432(2)	60(1)
C(17)	-4464(2)	181(2)	3102(2)	57(1)
B(3)	-2050(2)	677(2)	3150(2)	34(1)
N(3)	-2013(1)	1203(1)	3717(1)	33(1)
C(18)	-2771(2)	1580(2)	3805(2)	39(1)
C(19)	-3012(2)	1362(2)	4523(2)	57(1)
C(20)	-2727(2)	2415(2)	3733(2)	52(1)
C(21)	-1254(2)	1440(2)	4259(2)	44(1)
C(22)	-689(2)	1913(2)	3905(2)	54(1)
C(23)	-801(2)	794(2)	4702(2)	62(1)
C(1')	1274(2)	2029(2)	1943(2)	40(1)
C(2')	1426(2)	1955(2)	2820(2)	43(1)
C(3')	1376(2)	2757(2)	3094(2)	55(1)
C(4')	885(2)	3177(2)	2433(2)	47(1)
C(5')	1206(2)	2865(2)	1799(2)	57(1)
B(1')	2054(2)	1624(2)	1735(2)	34(1)
N(1')	2005(1)	1056(1)	1207(1)	34(1)
C(6')	1242(2)	789(2)	691(2)	42(1)
C(7')	808(2)	1397(2)	181(2)	60(1)
C(8')	671(2)	386(2)	1093(2)	58(1)
C(9')	2759(2)	651(2)	1150(2)	39(1)
C(10')	2958(2)	745(2)	391(2)	58(1)
C(11')	2723(2)	-157(2)	1348(2)	56(1)
B(2')	2847(2)	1857(2)	2457(2)	32(1)
N(2')	3554(1)	2294(1)	2544(1)	36(1)
C(12')	3912(3)	2579(2)	1956(2)	70(1)
C(13')	3374(3)	3010(3)	1400(2)	116(2)
C(14')	4459(3)	2036(3)	1675(3)	90(2)
C(15')	3982(2)	2558(2)	3309(2)	67(1)
C(16')	3851(2)	3336(2)	3435(2)	69(1)
C(17')	4834(2)	2258(2)	3575(2)	70(1)
B(3')	2313(2)	1574(2)	3098(2)	36(1)
N(3')	2517(2)	1007(1)	3627(1)	36(1)
C(18')	3351(2)	674(2)	3792(2)	42(1)
C(19')	3838(2)	834(2)	4586(2)	66(1)
C(20')	3335(2)	-153(2)	3632(2)	58(1)
C(21')	1953(2)	676(2)	4051(2)	47(1)
C(22')	1255(2)	247(2)	3546(2)	64(1)
C(23')	1648(2)	1246(2)	4531(2)	65(1)

50.15, 54.55 (NCHCH₃). ¹¹B-NMR (CDCl₃): $\delta = 51$, $h_{1/2} = 520$ Hz.

C₁₇H₃₈B₂N₂ (292.12). MS (EI): $m/z(\%) = 292(20)$ [M⁺], 222(100); (FI): $m/z(\%) = 292(100)$. Ber. (Gef.) (%): 69.90 (69.75), H 13.11 (13.25), B 7.40 (7.24), N 9.68 (9.75).

V: ¹H-NMR (CDCl₃): $\delta = 0.62$ (d, ⁴J(HH) = 5.2 Hz, H_b, 1H, B-CH₂), 0.78 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, CHCH₃), 0.81 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, CHCH₃), 0.95 (s, 3H, C-CH₃), 1.08–1.14 (m, 12H, NCHCH₃), 1.18 (d, ³J(HH) = 7.0 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.19 (d, ³J(HH) = 6.9 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.24 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.25 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz, 3H, NCHCH₃), 1.47 (d ⁴J(HH) = 5.2 Hz, H_a, 1H, B-CH₂), 1.55 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, CCHCH₃), 3.29 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃), 3.31 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz,

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

	x	y	z	U_{eq}
C(1)	2204(4)	1704(1)	-930(4)	38(1)
C(2)	1460(4)	1615(i)	-2626(4)	39(1)
C(3)	-269(S)	1536(2)	-3334(5)	61(1)
C(4)	-1281(8)	1904(2)	-3827(7)	131(3)
C(5)	-722(10)	2277(2)	-2712(11)	57(2)
C(6)	-1231(12)	2131(4)	-1557(11)	54(3)
C(5')	-1784(14)	2048(4)	-2519(14)	56(3)
C(6')	-455(15)	2322(4)	-1561(13)	60(3)
C(7)	289(7)	2067(2)	-93(6)	98(2)
C(8)	1114(5)	1688(2)	-136(5)	60(1)
B(1)	3495(5)	1367(1)	-222(5)	35(1)
N(1)	4997(3)	1430(1)	792(3)	38(1)
C(9)	5697(5)	1822(1)	1360(5)	50(1)
C(10)	5813(6)	2082(2)	157(6)	72(2)
C(11)	4912(6)	2036(1)	2195(5)	65(1)
C(12)	6058(5)	1091(1)	1364(4)	47(1)
C(13)	6498(6)	1027(2)	2992(4)	61(1)
C(14)	7487(5)	1121(2)	1043(6)	76(2)
B(2)	2716(5)	957(1)	-1274(5)	32(1)
N(2)	2097(4)	606(1)	-1038(4)	46(1)
C(15)	2464(10)	537(2)	624(9)	44(2)
C(15')	1893(13)	379(4)	102(13)	54(4)
C(16)	3310(6)	167(2)	1141(5)	78(2)
C(17)	1043(6)	599(2)	848(6)	75(2)
C(18)	1104(9)	294(3)	-1996(10)	52(3)
C(18')	1225(12)	398(4)	-2510(16)	68(6)
C(19)	-394(7)	443(2)	-3066(6)	108(2)
C(20)	1913(7)	21(2)	-2628(6)	80(2)
B(3)	2399(5)	1231(1)	-2792(5)	37(1)
N(3)	3125(4)	1192(1)	-3758(3)	41(1)
C(21)	4109(5)	845(1)	-3656(5)	52(1)
C(22)	3459(7)	581(2)	-4997(5)	78(2)
C(23)	5752(6)	959(2)	-3305(6)	78(2)
C(24)	3029(6)	1487(1)	-4909(5)	58(1)
C(25)	3890(7)	1871(2)	-4273(6)	81(2)
C(26)	1387(7)	1557(2)	-5979(5)	77(2)

1H, NCHCH₃), 3.94 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, NCHCH₃), 4.24 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = 16.76 (C-CH₃), 20.33, 20.34 (CHCH₃), 21.69, 22.45, 22.51, 23.18, 24.25, 25.45, 26.42, 26.71 (N-CHCH₃), 32.0 (br, B-CH₂), 33.02 (C-CH), 35.5 (br, C_q), 44.64, 45.32, 50.69, 56.20 (N-CHCH₃). ¹¹B-NMR (CDCl₃): δ = 50.8, h_{1/2} = 480 Hz.

C₁₈H₄₀B₂N₂ (306.15). MS (EI): m/z(%) = 306(15), 222(100); (FI): m/z(%) = 306(100). Ber. (Gef.) (%): 70.62 (70.31), H 13.17 (13.29), B 7.06 (7.09), N 9.15 (9.11).

VI: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.70–1.40 (m, 36H, CH₃, CH₂), 3.30 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, NCHCH₃), 3.90 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, N-CHCH₃), 4.21 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = 15.32, 21.75, 22.33, 23.22, 24.32, 24.87, 25.14, 26.05, 26.32, 26.70 (CH₃), 35.6 (br, B-CH₂), 31.8 (br, B-C(CH₃)), 19.74 (C-CH₂CH₂), 43.57 (C-CH₂CH₂), 45.16, 45.37, 50.09, 54.55 (N-CHCH₃). ¹¹B-NMR: δ = 52.0, h_{1/2} = 660 Hz.

TABELLE 6. Atomkoordinaten (×10⁴) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (pm²×10⁻¹) für XIII. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij}-Tensors

	x	y	z	U _{eq}
B(1)	7772(1)	1808(2)	9205(1)	23(1)
B(2)	7847(2)	283(2)	8879(1)	24(1)
B(3)	7595(2)	2519(2)	8516(1)	23(1)
N(1)	8022(1)	2216(1)	9784(1)	24(1)
N(2)	7256(1)	-848(1)	9014(1)	26(1)
N(3)	6633(1)	2934(2)	8263(1)	27(1)
C(4)	8633(1)	2003(2)	8158(1)	25(1)
C(5)	8514(1)	489(2)	8277(1)	28(1)
C(11)	8492(1)	1277(2)	10213(1)	31(1)
C(12)	7883(2)	1186(2)	10800(1)	48(1)
C(13)	9666(2)	1564(2)	10320(1)	49(1)
C(14)	7957(1)	3574(2)	10016(1)	30(1)
C(15)	8476(2)	4566(2)	9608(1)	50(1)
C(16)	6822(2)	3974(2)	10160(1)	46(1)
C(21)	7179(2)	-2041(2)	8643(1)	31(1)
C(22)	6481(2)	-1828(2)	8096(1)	44(1)
C(23)	8260(2)	-2615(2)	8484(1)	36(1)
C(24)	6630(2)	-934(2)	9572(1)	34(1)
C(25)	5445(2)	-1198(2)	9463(1)	51(1)
C(26)	7099(2)	-1936(2)	10001(1)	48(1)
C(31)	5673(2)	3041(2)	8637(1)	41(1)
C(32)	5254(2)	4436(3)	8670(1)	72(1)
C(33)	4816(2)	2065(3)	8455(1)	67(1)
C(34)	6426(1)	3209(2)	7623(1)	30(1)
C(35)	7115(2)	4311(2)	7387(1)	38(1)
C(36)	6492(2)	1984(2)	7238(1)	38(1)
C(41)	9694(1)	2584(2)	8379(1)	26(1)
C(42)	10682(1)	1868(2)	8146(1)	35(1)
C(43)	11695(2)	2556(2)	8290(1)	52(1)
C(44)	11728(2)	3852(2)	8418(1)	48(1)
C(45)	10790(2)	4668(2)	8438(1)	48(1)
C(46)	9788(1)	4026(2)	8201(1)	33(1)

TABELLE 7. Atomkoordinaten (×10⁴) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter (pm²×10⁻¹) für XIX. U_{eq} wird berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij}-Tensors

	x	y	z	U _{eq}
B(1)	9634(1)	1402(2)	1432(1)	32(1)
N(1)	9537(1)	2646(1)	1054(1)	31(1)
C(1)	9810(1)	2893(2)	383(1)	40(1)
C(2)	10688(1)	2667(2)	567(1)	54(1)
C(3)	9348(1)	2040(2)	-291(1)	55(1)
C(4)	9192(1)	3831(2)	1320(1)	37(1)
C(5)	9806(1)	4927(2)	1643(1)	48(1)
C(6)	8479(1)	4411(2)	724(1)	50(1)
B(2)	9441(1)	988(2)	2254(1)	30(1)
N(2)	8835(1)	94(1)	2286(1)	32(1)
C(7)	8221(1)	-428(2)	1606(1)	40(1)
C(8)	7738(1)	723(2)	1146(1)	52(1)
C(9)	8553(1)	-1340(2)	1115(1)	62(1)
C(10)	8763(1)	-431(2)	3011(1)	37(1)
C(11)	7988(1)	-44(2)	3141(1)	51(1)
C(12)	8892(1)	-1967(2)	3092(1)	49(1)
B(3)	10192(1)	1534(2)	3038(1)	30(1)
N(3)	10099(1)	2415(2)	3607(1)	32(1)
C(13)	9328(1)	2937(2)	3613(1)	40(1)
C(14)	9260(1)	4481(2)	3501(1)	53(1)
C(15)	9118(1)	2533(2)	4326(1)	56(1)
C(16)	10766(1)	2929(2)	4246(1)	39(1)
C(17)	11325(1)	3801(2)	3972(1)	61(1)
C(18)	11192(1)	1782(2)	4748(1)	54(1)
B(4)	11077(1)	1137(2)	2926(1)	32(1)
N(4)	11494(1)	-79(1)	3077(1)	32(1)
C(19)	11222(1)	-1257(2)	3421(1)	39(1)
C(20)	10927(1)	-2388(2)	2840(1)	55(1)
C(21)	11830(1)	-1787(2)	4138(1)	55(1)
C(22)	12219(1)	-309(2)	2864(1)	39(1)
C(23)	12081(1)	-112(2)	2018(1)	56(1)
C(24)	12879(1)	591(2)	3331(1)	51(1)

C₁₈H₄₀B₂N₂ (306.15). MS (EI): m/z(%) = 307/40 [M + H]⁺, 222(100); (FI): m/z(%) = 306(100). Ber. (Gef.) (%): C 70.62 (70.60), H 13.17 (13.25), B 7.06 (7.01), N 9.15 (9.14).

VII: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.90 (s, 9H, C(CH₃)₃), 0.95 (s, 3H, CH₂-C(CH₃)B), 0.60 (m, 1H, CH₂), 1.10–1.35 (m, 24H, NCHCH₃), 1.35 (m, 2H, CH₂), 1.95 (m, 1H, CH₂), 3.21 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, N-CHCH₃), 3.25 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, N-CH-CH₃), 4.12 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 1H, N-CHCH₃), 4.17 (sept., ³J(HH) = 6.8 Hz, 1H, NCHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): δ = 21.47, 21.68, 22.75, 23.05, 24.03, 25.66, 26.01, 26.95, 30.30 (C-CH₃), 31.53 (br, B-CCH₃), 32.59 (C(CH₃)₃), 36.44 (br, B-CH₂), 44.30, 44.99, 50.48, 55.67 (N-CHCH₃), 58.29 (C-CH₂). ¹¹B-NMR (CDCl₃): δ = 51.2 und 46.2 (Int. ~ 1:1, h_{1/2} = 760 Hz und 660 Hz, in h_{1/2} sind beide Signale überlagert).

C₂₀H₄₄B₂N₂ (334.20). MS (EI): m/z(%) = 334(5) [M⁺], 222(100); (FI): m/z(%) = 334(100). Ber. (Gef.) (%): C 71.88 (71.65), H 13.27 (13.42), B 6.47 (6.55), N 8.38 (8.45).

TABELLE 8. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°) für X^a

C(1)–C(5)	1.544(4)	C(1)–C(2)	1.584(4)
C(1)–B(1)	1.597(4)	C(2)–C(3)	1.536(4)
C(2)–B(3)	1.609(4)	C(3)–C(4)	1.513(5)
C(4)–C(5)	1.509(5)	B(1)–N(1)	1.408(4)
B(1)–B(2)	1.707(5)	B(2)–N(2)	1.394(4)
B(2)–B(3)	1.716(5)	B(3)–N(3)	1.404(4)
C(1')–C(5')	1.537(4)	C(1')–C(2')	1.582(4)
C(1')–B(1')	1.611(4)	C(2')–C(3')	1.545(4)
C(2')–B(3')	1.600(5)	C(3')–C(4')	1.505(4)
C(4')–C(5')	1.504(4)	B(1')–N(1')	1.404(4)
B(1')–B(2')	1.695(5)	B(2')–N(2')	1.394(4)
B(2')–B(3')	1.713(5)	B(3')–N(3')	1.402(4)
C(5)–C(1)–C(2)	104.5(2)	C(5)–C(1)–B(1)	113.4(3)
C(2)–C(1)–B(1)	105.9(2)	C(3)–C(2)–C(1)	104.5(2)
C(3)–C(2)–B(3)	116.1(3)	C(1)–C(2)–B(3)	105.2(2)
C(4)–C(3)–C(2)	104.8(3)	C(5)–C(4)–C(3)	102.3(3)
C(4)–C(3)–B(3)	105.2(3)	N(1)–B(1)–C(1)	126.8(3)
N(1)–B(1)–B(2)	127.0(3)	C(1)–B(1)–B(2)	104.5(2)
B(1)–N(1)–C(9)	120.8(2)	B(1)–N(1)–C(6)	125.1(3)
C(9)–N(1)–C(6)	114.1(2)	N(2)–B(2)–B(1)	130.0(3)
N(2)–B(2)–B(3)	136.3(3)	B(1)–B(2)–B(3)	91.3(2)
B(2)–N(2)–C(15)	125.9(3)	B(2)–N(2)–C(12)	120.3(2)
C(15)–N(2)–C(12)	113.6(2)	N(3)–B(3)–C(2)	124.4(3)
N(3)–B(3)–B(2)	130.3(3)	C(2)–B(3)–B(2)	102.5(2)
B(3)–N(3)–C(18)	120.3(2)	B(3)–N(3)–C(21)	125.6(3)
C(18)–N(3)–C(21)	114.1(2)	C(5')–C(1')–C(2')	104.3(2)
C(5')–C(1')–B(1')	116.0(3)	C(2')–C(1')–B(1')	105.0(2)
C(3')–C(2')–C(1')	104.3(2)	C(3')–C(2')–B(3')	114.6(3)
C(1')–C(2')–B(3')	106.2(2)	C(4')–C(3')–C(2')	105.7(3)
C(5')–C(4')–C(3')	102.4(3)	C(4')–C(5')–C(1')	105.1(3)
N(1')–B(1')–C(1')	125.3(3)	N(1')–B(1')–B(2')	129.4(3)
C(1')–B(1')–B(2')	102.8(2)	B(1')–N(1')–C(6')	126.0(3)
B(1')–N(1')–C(9')	120.0(2)	C(6')–N(1')–C(9')	114.0(2)
N(2')–B(2')–B(1')	135.4(3)	N(2')–B(2')–B(3')	130.5(3)
B(1')–B(2')–B(3')	91.9(2)	B(2')–N(2')–C(12')	126.9(3)
B(2')–N(2')–C(15')	119.5(3)	C(12')–N(2')–C(15')	113.5(3)
N(3')–B(3')–C(2')	126.5(3)	N(3')–B(3')–B(2')	128.1(3)
C(2')–B(3')–B(2')	103.7(2)	B(3')–N(3')–C(18')	120.4(2)
B(3')–N(3')–C(21')	125.6(3)	C(18')–N(3')–C(21')	114.0(2)

^a Symmetry transformations used to generate equivalent atoms.

VIII: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 0.78 (s, 9H, C(CH₃)₃), 0.95–1.60 (m, 12 × CH₃, CH₂, CH), 3.20 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, N–CHCH₃), 3.75 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, N–CHCH₃), 4.18 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, N–CHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): 20.1 (br) und 39.5 (br, B–C), 29.61 (C(CH₃)₃), 30.20 (C(CH₃)₃), 21.58, 21.76, 22.00, 22.87, 24.94, 25.00, 26.70, 26.75, 26.88 (NCHCH₃), 43.83, 48.75, 49.31, 56.12 (NCHCH₃). ¹¹B-NMR: δ = 46.0 (h_{1/2} = 1200 Hz).

C₂₄H₅₄B₃N₃ (417.14). MS (EI): m/z(%) = 417(5) [M⁺], 222(100); (FI): m/z(%) = 417(100). Ber. (Gef.) (%): C 69.10 (69.17), H 13.05 (13.16), B 7.77 (7.60), N 10.07 (9.96).

IX: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 1.11 (d), 1.13 (d), 1.15 (d), 1.17 (d), 1.20 (d), 1.21 (d) (³J(HH) = 6.7 Hz, insgesamt 24H, NCHCH₃), 1.35 (m, 2H, B–CH), 1.75 (m,

6H, CH₂), 3.55 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, NCHCH₃), 3.82 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, NCHCH₃). ¹³C-NMR (CDCl₃): 23.93, 23.99, 24.28, 24.93 (N–CHCH₃), 30.38, 31.50 (CH₂), 36.88 (br, B–CH), 47.48, 50.71 (N–CHCH₃). ¹¹B-NMR (CDCl₃): δ = 52.2, h_{1/2} = 640 Hz.

C₁₇H₃₆B₂N₂ (290.11). MS (EI): m/z(%) = 291(100) [M + H]⁺; (FI): m/z(%) = 290(100) [M⁺]. C 70.38 (70.12), H 12.51 (12.62), B 7.45 (7.51), N 9.66 (9.62).

X: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 1.06 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz, NCHCH₃), 1.10 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 6H, NCHCH₃), 1.13 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, NCHCH₃), 1.14 (d, ³J(HH) = 6.7 Hz, 6H, NCHCH₃), 1.20 (d, ³J(HH) = 7.0 Hz, 6H, NCHCH₃), 1.31 (d, ³J(HH) = 6.8 Hz, 6H, NCHCH₃), 1.50 (m, 2H, CH₂), 1.70 (m, 2H, CH₂), 1.81 (m, 1H, B–CH), 1.95 (m, 2H, CH₂), 3.26 (sept., ³J(HH) = 6.95 Hz, 2H, NCHCH₃), 3.56 (sept., ³J(HH) = 6.70 Hz, 2H, NCHCH₃), 3.58 (sept., ³J(HH) = 6.7 Hz, 2H, NCHCH₃). ¹¹B-NMR: δ = 53.3 (I), h_{1/2} = 550 Hz und δ = 64.4 (II), h_{1/2} = 630 Hz (Int. I: II = 2: 1).

C₂₃H₅₀B₃N₃ (401.10). MS (EI): m/z(%) = 401(20) [M⁺], 43(100); (FI): m/z(%) = 401(100). Ber. (Gef.) (%): 68.87 (68.42), H 12.57 (12.62), B 8.09 (7.94), N 10.48 (10.46).

XI: ¹H-NMR (CDCl₃): δ = 1.11 (d), 1.14 (d), 1.16 (d), 1.18 (d), 1.22 (d) (³J(HH) = 6.8 Hz, insgesamt 24H, N–CHCH₃), 1.30–2.00 (br, 10H, CH₂ und B–CH), 3.50 (sept., 2H, ³J(HH) = 6.8 Hz, NCHCH₃) und 3.70

TABELLE 9. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel (°) für XII^a

C(1)–C(8)	154.5(5)	C(1)–C(2)	158.9(5)
C(1)–B(1)	160.7(6)	C(2)–C(3)	152.7(6)
C(2)–B(3)	161.1(6)	C(3)–C(4)	151.8(7)
C(4)–C(5)	161.7(11)	C(5)–C(6)	151.2(12)
C(6)–C(7)	160.6(11)	C(7)–C(8)	150.1(7)
B(1)–N(1)	139.4(5)	B(1)–B(2)	170.7(7)
N(1)–C(12)	147.2(5)	N(1)–C(9)	147.6(5)
B(2)–N(2)	137.8(6)	B(2)–B(3)	170.1(6)
N(2)–C(18)	147.3(8)	N(2)–C(15)	158.1(8)
B(3)–N(3)	140.9(5)	N(3)–C(21)	146.7(5)
N(3)–C(24)	149.9(5)		
C(8)–C(1)–C(2)	116.7(3)	C(8)–C(1)–B(1)	107.4(3)
C(2)–C(1)–B(1)	105.7(3)	C(3)–C(2)–C(1)	117.3(3)
C(3)–C(2)–B(3)	110.6(3)	C(1)–C(2)–B(3)	103.8(3)
C(4)–C(3)–C(2)	115.7(5)	C(3)–C(4)–C(5)	114.4(5)
C(6)–C(5)–C(4)	99.6(8)	C(5)–C(6)–C(7)	107.3(8)
C(8)–C(7)–C(6)	111.9(6)	C(7)–C(8)–C(1)	117.0(4)
N(1)–B(1)–C(1)	126.2(4)	N(1)–B(1)–B(2)	129.3(4)
C(1)–B(1)–B(2)	103.2(3)	B(1)–N(1)–C(12)	120.4(3)
B(1)–N(1)–C(9)	125.8(3)	C(12)–N(1)–C(9)	113.8(3)
N(2)–B(2)–B(3)	133.1(4)	N(2)–B(2)–B(1)	133.4(3)
B(3)–B(2)–B(1)	89.8(3)	B(2)–N(2)–C(18)	134.1(5)
B(2)–N(2)–C(15)	112.4(4)	C(18)–N(2)–C(15)	113.4(5)
N(3)–B(3)–C(2)	126.5(4)	N(3)–B(3)–B(2)	127.7(4)
C(2)–B(3)–B(2)	103.9(3)	B(3)–N(3)–C(21)	120.3(3)
B(3)–N(3)–C(24)	125.3(4)	C(21)–N(3)–C(24)	114.4(3)

^a Symmetrietransformationen für die äquivalenten Atome.

(sept., 2H, $^3J(\text{HH}) = 6.8$ Hz, NCHCH_3). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 23.63, 23.77, 23.90, 25.23$ (NCHCH_3), 26.01, 26.60 (CH_2), 32.23 (br, B-CH), 46.85, 51.71 (NCHCH_3). $^{11}\text{B-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 51.0$, $h_{1/2} = 530$ Hz.

$\text{C}_{18}\text{H}_{38}\text{B}_2\text{N}_2$ (304.13). MS (EI): $m/z(\%) = 304(10)$ [M^+], 222(100); (FI): $m/z(\%) = 304(100)$. Ber. (Gef.) (%): C 71.09 (70.78), H 12.59 (12.71), B 7.11 (7.02), N 9.21 (9.18).

XII: $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 1.05$ (d, $^3J(\text{HH}) = 6.7$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.11 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.8$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.15 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.8$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.16 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.7$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.19 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.7$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.31 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.8$ Hz, 6H, NCHCH_3), 1.10–1.70 (br, CH_2 und B-CH,

TABELLE 10. Bindungslängen (pm) und -winkel ($^\circ$) für **XIII**^a

B(1)–N(1)	140.2(2)	B(1)–B(2)	172.3(3)
B(1)–B(3)	172.4(3)	B(2)–N(2)	140.6(3)
B(2)–C(5)	161.0(3)	B(3)–N(3)	139.9(3)
B(3)–C(4)	162.2(3)	N(1)–C(11)	148.0(2)
N(1)–C(14)	148.3(2)	N(2)–C(21)	148.0(2)
N(2)–C(24)	148.6(2)	N(3)–C(31)	147.7(2)
N(3)–C(34)	148.7(2)	C(4)–G(41)	153.8(3)
C(4)–G(5)	157.5(3)	C(11)–C(13)	152.1(3)
C(11)–C(12)	153.2(3)	C(14)–C(15)	151.7(3)
C(14)–C(16)	151.8(3)	C(21)–C(23)	152.1(3)
C(21)–C(22)	152.1(3)	C(24)–C(26)	152.3(3)
C(24)–C(25)	152.9(3)	C(31)–C(32)	152.0(3)
C(31)–C(33)	152.0(3)	C(34)–C(35)	151.7(3)
C(34)–C(36)	152.4(3)	C(41)–C(46)	153.0(3)
C(41)–C(42)	153.3(3)	C(42)–C(43)	148.7(3)
C(43)–C(44)	135.3(3)	C(44)–C(45)	144.4(3)
C(45)–C(46)	151.3(3)		
N(1)–B(1)–B(2)	130.7(2)	N(1)–B(1)–B(3)	137.5(2)
B(2)–B(1)–B(3)	90.25(13)	N(2)–B(2)–C(5)	124.5(2)
N(2)–B(2)–B(1)	128.3(2)	C(5)–B(2)–B(1)	105.67(14)
N(3)–B(3)–C(4)	126.1(2)	N(3)–B(3)–B(1)	126.9(2)
C(4)–B(3)–B(1)	102.13(14)	B(1)–N(1)–C(11)	120.0(2)
B(1)–N(1)–C(14)	126.3(2)	C(11)–N(1)–C(14)	113.48(14)
B(2)–N(2)–C(21)	125.84(14)	B(2)–N(2)–C(24)	120.85(14)
C(21)–N(2)–C(24)	113.31(14)	B(3)–N(3)–C(31)	119.7(2)
B(3)–N(3)–C(34)	126.68(14)	C(31)–N(3)–C(34)	113.53(14)
C(41)–C(4)–C(5)	113.92(14)	C(41)–C(4)–B(3)	114.22(14)
C(5)–C(4)–B(3)	99.06(13)	C(4)–C(5)–B(2)	108.72(14)
N(1)–C(11)–C(13)	111.1(2)	N(1)–C(11)–C(12)	113.7(2)
C(13)–C(11)–C(12)	111.3(2)	N(1)–C(14)–C(15)	112.6(2)
N(1)–C(14)–C(16)	112.3(2)	C(15)–C(14)–C(16)	110.9(2)
N(2)–C(21)–C(23)	113.2(2)	N(2)–C(21)–C(22)	112.0(2)
C(23)–C(21)–C(22)	112.0(2)	N(2)–C(24)–C(26)	111.8(2)
N(2)–C(24)–G(25)	113.1(2)	C(26)–C(24)–C(25)	110.9(2)
N(3)–C(31)–C(32)	112.4(2)	N(3)–C(31)–C(33)	112.1(2)
C(32)–C(31)–C(33)	112.5(2)	N(3)–C(34)–C(35)	112.5(2)
N(3)–C(34)–C(36)	112.7(2)	C(35)–C(34)–C(36)	112.0(2)
C(46)–C(41)–C(42)	107.80(14)	C(46)–C(41)–C(4)	110.72(14)
C(42)–C(41)–C(4)	114.0(2)	C(43)–C(42)–C(41)	113.1(2)
C(44)–C(43)–C(42)	122.2(2)	C(43)–C(44)–C(45)	123.1(2)
C(44)–C(45)–C(46)	114.6(2)	C(45)–C(46)–C(41)	112.9(2)

^a Symmetrietransformationen für die äquivalenten Atome.

TABELLE 11. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel ($^\circ$) für **XIX**^a

B(1)–N(1)	138.9(2)	B(1)–B(2)	170.3(3)
N(1)–C(4)	146.9(2)	N(1)–C(1)	148.2(2)
B(2)–N(2)	140.8(2)	B(2)–B(3)	173.0(3)
N(2)–C(10)	147.4(2)	N(2)–C(7)	148.3(2)
B(3)–N(3)	140.7(2)	B(3)–B(4)	170.3(3)
N(3)–C(13)	147.3(2)	N(3)–C(16)	148.3(2)
B(4)–N(4)	138.8(2)	N(4)–C(19)	147.1(2)
N(4)–C(22)	148.2(2)		
N(1)–R(1)–B(2)	128.9(2)	B(1)–N(1)–C(4)	121.79(14)
B(1)–N(1)–C(1)	122.7(2)	C(4)–N(1)–C(1)	115.43(14)
N(2)–B(2)–B(1)	123.6(2)	N(2)–B(2)–B(3)	124.5(2)
R(1)–B(2)–B(3)	110.69(14)	B(2)–N(2)–C(10)	122.5(2)
B(2)–N(2)–C(7)	123.94(14)	C(10)–N(2)–C(7)	113.51(13)
N(3)–B(3)–B(4)	123.8(2)	N(3)–B(3)–B(2)	125.1(2)
B(4)–B(3)–B(2)	109.84(14)	B(3)–N(3)–C(13)	122.8(2)
R(3)–N(3)–C(16)	123.41(14)	C(13)–N(3)–C(16)	113.78(14)
N(4)–B(4)–B(3)	129.3(2)	B(4)–N(4)–C(19)	122.23(14)
B(4)–N(4)–C(22)	122.5(2)	C(19)–N(4)–C(22)	115.19(14)

^a Symmetrietransformationen für die äquivalenten Atome.

zum Teil im Fuß der Dubletts der CH_3 -Gruppen liegend), 3.29 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.8$ Hz, 2H, NCHCH_3), 3.49 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.7$ Hz, 2H, NCHCH_3), 3.56 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.7$ Hz, 2H, NCHCH_3). $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 22.71, 24.62, 24.89, 25.00, 25.44$ (NCHCH_3), 26.12, 26.37, 33.22 (CH_2), 33.54 (br, B-CH), 45.03, 53.64, 56.85 (NCHCH_3). $^{11}\text{B-NMR}$ (CDCl_3): $\delta = 63.0$ (I) und 54.2 (II), $h_{1/2}$ für II ca. 640 Hz, Int. I: II $\sim 1:2$, I tritt als breite Schulter an II auf.

$\text{C}_{26}\text{H}_{56}\text{B}_3\text{N}_3$ (443.18). MS (EI): $m/z(\%) = 443(30)$ [M^+], 222(100); (FI): $m/z(\%) = 443(100)$. Ber. (Gef.) (%): 70.47 (70.69), H 12.74 (12.98), B 7.31 (7.25), N 9.48 (9.46).

3.2. 1,2,3-Tris-diisopropylamino-4-(3-cyclohexenyl)-1,2,3-triboracyclopentan (**XIII**)

Zu 40 g in *n*-Hexan suspendierter Na/K-Legierung (32.0 g K, 8.0 g Na) wurden unter kräftigem Rühren 54.0 g (0.5 mol) 4-Vinylcyclohexen und 91.0 g (0.5 mol) $\text{Cl}_2\text{BN}(\text{C}_3\text{H}_7)_2$ in 100 ml *n*-Hexan langsam zugegeben. Dabei erwärmte sich die Reaktionslösung nur schwach und die Na/K-Legierung nahm eine blauviolette Farbe an. Nach Rühren über Nacht bei 20°C wurde noch 12 h unter Rückfluß nachgerührt. Anschließend wurde die grüne Reaktionslösung von Unlöslichem durch Filtration getrennt und das Lösungsmittel im Vakuum bei ca. 40°C nahezu vollständig entfernt. Innerhalb von 72 h fiel dann fast die gesamte Menge von **XIII** aus (bei 20°C). Da eine Abtrennung aus dem recht zähen Sumpf nur schwer möglich schien, wurde mit ca. 100 ml Aceton versetzt, zum Sieden erhitzt und 14 d stehen gelassen. Danach wurden 11.5 g **XIII** (grünlich schimmernde Kristalle) erhalten (Schmp. 135°C). Einkristalle für die Röntgen-

strukturanalyse wurden aus 1,2-Dimethoxyethan gezogen.

XIII: NMR: eine eindeutige Zuordnung der Signale war nicht möglich, da ein Gemisch zwei isomerer Verbindungen (**XIII**, **XIIIa**) vorlag. ^{13}C -NMR: Für sp^2 -hybridisierte C-Atome findet man 2 Signalpaare (Int. - 3:1), 1. Paar: $\delta = 126.63, 128.27$, 2. Paar: $126.99, 127.96$. - ^{11}B -NMR: $\delta = 62.0$ (I, Schulter an II), II 53.5 (Int. I:II $\sim 1:2$).

$\text{C}_{26}\text{H}_{54}\text{B}_3\text{N}_3$ (441.47). MS (EI): $m/z(\%) = 441(43)$ [M^+], $43(100)$; (FI): $m/z(\%) = 441(100)$. Ber. (Gef.) (%): C 70.81 (70.46), H 12.34 (12.28), B 7.35 (7.31), N 9.53 (9.48).

Aus dem Filtrat der Kristallisation von **XIII** lassen sich nach Entfernen des Lösungsmittels destillativ bei $120\text{--}125^\circ\text{C}/0.01$ mbar noch 12.5 g eines schwach gelb gefärbten Öls erhalten, welches durch Umkristallisation aus Aceton bei 0°C gereinigt wurde und 3.5 g eines farblosen Feststoffs ergab (Schmp. 78°C). $\text{C}_{20}\text{H}_{40}\text{B}_2\text{N}_2$ (330.17). MS (EI): $m/z(\%) = 330(56)$ [M^+], $315(100)$; (FI): $m/z(\%) = 330(100)$. Ber. (Gef.) (%): C 72.76 (72.06), H 12.21 (12.27), B 6.55 (6.68), N 8.48 (8.569). Die Struktur dieser Verbindung konnte weder durch NMR noch durch eine Röntgenstrukturanalyse geklärt werden.

3.3. 2,3-Diisopropylamino-1,2-diisopropyl-4,4-dimethyl-1-aza-2,3-diboracyclobutan (**XVa**)

Die Substanz wurde in allen niedrig siedenden Fraktionen ($50\text{--}70^\circ\text{C}/0.002$ mbar) zu **I**–**XII** nachgewiesen. Durch Lagerung bei 0°C kristallisierte sie aus und konnte somit abgetrennt werden (Schmp. 61°C). Versuche zur Gewinnung von Einkristallen für die Röntgenstrukturanalyse waren bislang ohne Erfolg. ^1H -NMR (CDCl_3): $\delta = 0.97$ (d, $^3J(\text{HH}) = 7.30$ Hz, 6H, CH_3CHB), 1.07 (s, 6H), 1.10 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.78$ Hz, 6H, N- CHCH_3), 1.22 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.86$ Hz, 6H, N- CHCH_3), 1.28 (d, $^3J(\text{HH}) = 6.78$ Hz, N- CHCH_3), 1.50 (sept., $^3J(\text{HH}) = 7.3$ Hz, 1H, B-CH), 3.20 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.78$ Hz, 1H, N- CHCH_3), 3.26 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.86$ Hz, 1H, N- CHCH_3), 3.57 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.78$ Hz, 1H, N- CHCH_3). ^{13}C -NMR (CDCl_3): $\delta = 19.7$ (B- CHCH_3), 22.3 (N- CHCH_3), 23.3 (C- CH_3), 25.8 (N- CHCH_3), 27.0 (N- CHCH_3), 18.4 (br, B-CH), 44.3 (N-CH), 43.3 (N- CHCH_3), 51.3 (N- CHCH_3), 60.5 (br, B-C). ^{11}B -NMR: $\delta = 47.8$, $h_{1/2} = 287$ Hz.

$\text{C}_{15}\text{H}_{34}\text{B}_2\text{N}_2$ (264.07). MS (EI): $m/z(\%) = 264(68)$ [M^+], $249(100)$; (FI): $m/z(\%) = 264(100)$. Ber. (Gef.) (%): C 68.23 (67.89), H 12.98 (12.88), B 8.19 (8.12), N 10.60 (10.56).

3.4. 1,2,3,4-Tetrakis(diisopropylamino)tetraboran(6) (**XIX**)

XIX wurde als Nebenprodukt zu **VII** als honigartige, gelbliche Fraktion mit dem Siedebereich 120--

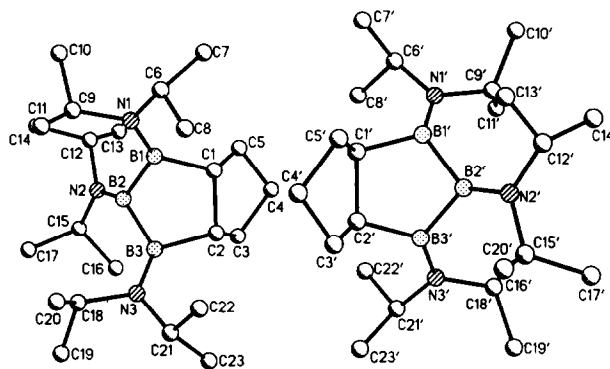


Abb. 1. Molekülstruktur der Verbindung X.

$130^\circ\text{C}/0.002$ mbar erhalten. Nach etwa vierwöchiger Lagerung war diese Fraktion teilweise durchkristallisiert. Sie wurde in *n*-Hexan umkristallisiert und ergab 6.2 g **XIX**. Einkristalle von **XIX** wurden aus Toluol erhalten. Schmp. 139°C , farblose Kristalle.

^1H -NMR (CDCl_3): $\delta = 1.07$ (d), 1.08 (d), 1.11 (d), 1.12 (d), 1.13 (d), 1.16 (d) (N- CHCH_3 , insgesamt 48H), 3.15 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.58$ Hz, 2H, N- CHCH_3), 3.25 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.71$ Hz, 2H, N- CHCH_3), 3.48 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.66$ Hz, 2H, N- CHCH_3), 3.60 (sept., $^3J(\text{HH}) = 6.64$ Hz, 2H, N- CHCH_3), 5.30 (br, B-H, 2H). ^{13}C -NMR (CDCl_3): $\delta = 21.36, 22.42, 23.13, 23.27, 25.02, 26.34, 26.60$ (N- CHCH_3), $43.86, 45.91, 55.88, 58.94$ (N- CHCH_3). ^{11}B -NMR (CDCl_3): $\delta = \text{I } 58.7$ (mittelständige B-Atome, $h_{1/2} = 690$ Hz), II 44.6 (endständige B-Atome, $h_{1/2} = 560$ Hz), Intensität I:II = 1:1. - IR (Anreibung in Nujol): 2375 cm^{-1} (ss, BH).

$\text{C}_{24}\text{H}_{58}\text{B}_4\text{N}_4$ (445.99). MS (EI): $m/z(\%) = 446(3)$ [M^+], $222(100)$; (FI): $m/z(\%) = 446(100)$. Ber. (Gef.) (%): C 64.63 (65.98), H 13.11 (13.20).

4. Röntgenstrukturanalysen der Verbindungen X, XII, XIII und XIX [17*]

Die Datensammlungen erfolgten auf Stoe-Siemens Diffraktometern AED 2 bei -120°C mit MoK_α -Strahlung ($\lambda = 71.073$ pm). Die Strukturen wurden mit Direkten Methoden gelöst [18]. Die Verfeinerung erfolgte nach F^2 -Werten mit dem Programm SHELXL-92 [19]. Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert. Wasserstoffatome an Kohlenstoffatomen wurden ideal positioniert und nach dem Reitermodell verfeinert. Die Molekülstrukturen der Verbindungen X, XII, XIII und XIX sind in den Abbn. 1–4 wiedergegeben. Die Kristalldaten sind in der Tabelle 3, die Atomparameter in den Tabellen 4–7 zusammengefaßt. Wichtige

* Die Literaturnummer mit einem Sternchen deutet eine Bemerkung in der Literatur liste an.

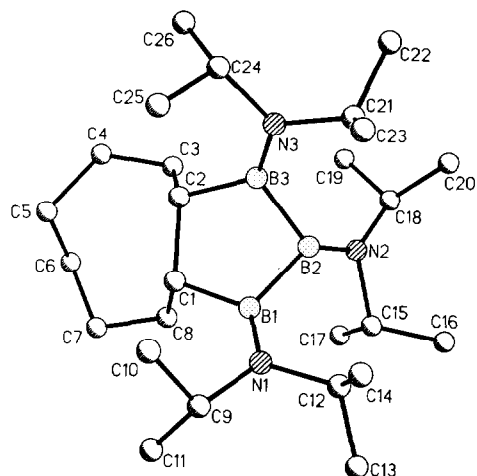


Abb. 2. Molekülstruktur der Verbindung XII.

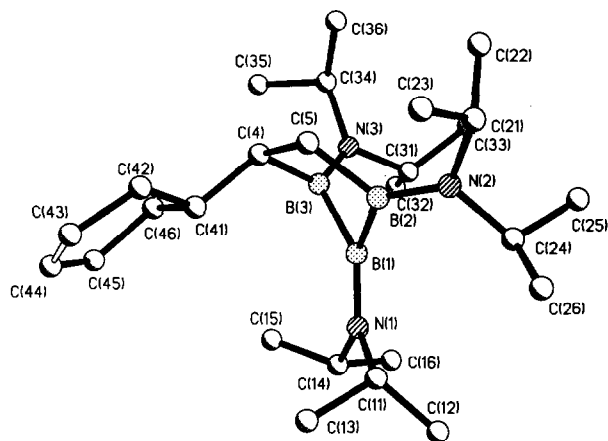


Abb. 3. Molekülstruktur der Verbindung XIII.

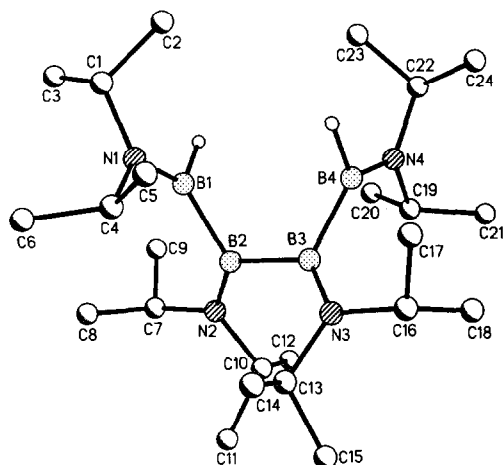


Abb. 4. Molekülstruktur der Verbindung XIX.

Bindungslängen und-winkel sind in den Tabellen 8–11 angegeben.

Dank

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

Literatur und Bemerkungen

- 1 A. Meller, D. Bromm, W. Maringele, A. Heine, D. Stalke und G.M. Sheldrick, *Chem. Ber.*, **123** (1990) 293.
- 2 D. Bromm, U. Seebold, M. Noltemeyer und A. Meller, *Chem. Ber.*, **124** (1991) 2645.
- 3 G.E. Herberich, H. Ohst und H. Mayer, *Angew. Chem.*, **96** (1984) 975; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **23** (1984) 969.
- 4 W. Maringele, U. Seebold, A. Meller, S. Dielkus, E. Pohl, R. Herbst-Irmer und G.M. Sheldrick, *Chem. Ber.*, **125** (1992) 1559.
- 5 A. Meller, *Pure Appl. Chem.*, **63** (1991) 395.
- 6 A. Meller, U. Seebold, W. Maringele, M. Noltemeyer und G.M. Sheldrick, *J. Am. Chem. Soc.*, **111** (1989) 8299.
- 7 W. Maringele, U. Seebold, A. Heine, D. Stalke, M. Noltemeyer, G.M. Sheldrick und A. Meller, *Organometallics*, **10** (1991) 2097.
- 8 M. Hildenbrand, H. Pritzkow und W. Siebert, *Angew. Chem.*, **97** (1985) 769; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **24** (1985) 759.
- 9 A. Krämer, J.-K. Uhm, St.E. Garner, H. Pritzkow und W. Siebert, *Z. Naturforsch., Teil B*, **45** (1990) 1019.
- 10 R. Littger, H. Nöth, M. Thomann und M. Wagner, *Angew. Chem.*, **105** (1993) 275; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **32** (1993) 295.
- 11 G. Knörzer, H. Seyffer und W. Siebert, *Z. Naturforsch., Teil B*, **45** (1990) 1136.
- 12 G.E. Herberich, C.H. Ganter, L. Wesemann und R. Boese, *Angew. Chem.*, **102** (1990) 914; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **29** (1990) 912.
- 13 M. Baudler, K. Rockstein und W. Oehlert, *Chem. Ber.*, **124** (1991) 1149.
- 14 A. Meller, D. Bromm, W. Maringele, A. Heine, D. Stalke und G.M. Sheldrick, *Chem. Ber.*, **123** (1990) 293.
- 15 K. Niedenzu, H. Beyer, J.W. Dawson und H. Jenne, *Chem. Ber.*, **96** (1963) 2653.
- 16 A. Meller, C. Böker, U. Seebold, D. Bromm, W. Maringele, A. Heine, R. Herbst-Irmer, E. Pohl, D. Stalke, M. Noltemeyer und G.M. Sheldrick, *Chem. Ber.*, **124** (1991) 1907.
- 17 Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturanalyse können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 57638, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- 18 G.M. Sheldrick, SHELXS-90, Universität Göttingen, 1990.
- 19 G.M. Sheldrick, SHELXL-92, Universität Göttingen, 1992.