

UMSETZUNG VON METALL- UND METALLOIDVERBINDUNGEN MIT
MEHRFUNKTIONELLEN MOLEKÜLEN

XXX[Ⓚ]. SYNTHESE VON OFFENKETTIGEN UND CYCLISCHEN
SULFONAMIDOBORANEN

WALTER MARINGGELE und ANTON MELLER[Ⓚ]

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen, Tammannstrasse 4,
D-3400 Göttingen (Bundesrepublik Deutschland)

(Eingegangen den 11. Januar 1980)

Summary

N-organyl-N-trimethylsilyl-sulfonamides react with halogenodiorganyl-, bis-(amino)halogeno- and phenyldimethylamino-chlorborane in quantitative yield to the corresponding sulfonamidoboranes I - XXII. The compounds XXIII - XXVIII, which have the diorganylboryl-grouping in ω -position to the sulfonamidogroup, are obtained by reaction of N-methyl-N-(β -hydroxyethyl)-n-perfluorobutylsulfonamide with halogeno-diorganyl-, bis(amino)halogeno- and organyl-amino-halogenoboranes resp. The bis(sulfonamido)boranes (IXXX and XXX) are byproducts of such reactions. The sulfonamidoboranes XXXI - XXXIII, which are derived from unsubstituted sulfonamide, are formed in the reaction of n-perfluorobutyl-sulfonamide and halogenodiorganylborane. N-(β -hydroxyethyl)-n-perfluorobutylsulfonamide reacts with halogenodiorganylborane in mole ratio 1 : 2 to the bis(diorganyl-

[Ⓚ] Für XXIX. Mitteilung siehe Lit. 1.

boryl)-perfluorobutyl-oxyethylsulfonamides XXXIV - XXXVI. N-(β -dimethylboryl-oxy-i-propyl)-n-perfluorosulfonamide XXXVII is obtained by reaction of bromo-dimethylborane with N-(β -hydroxy-i-propyl)-n-perfluorobutylsulfonamide. The reaction of N, N-bis(β -hydroxy-ethyl)-n-perfluorobutylsulfonamide with dichloro-n-butyl- and dichlorophenylborane resp., leads to the 1.4.6.5-aza-dioxabora-cyclooctanderivatives XXXVIII - XXXIX. N-(β -hydroxyethyl)-n-perfluorobutyl-sulfonamide and N-(β -hydroxy-i-propyl)-n-perfluorobutyl-sulfonamide resp. react with dihalogeno-organylboranes forming the corresponding 1.3.2-oxa-aza-bora-cyclopentane-derivatives XL and XLVIII. The compounds are characterized analytically and spectroscopically (NMR: ^1H , ^{11}B ; MS).

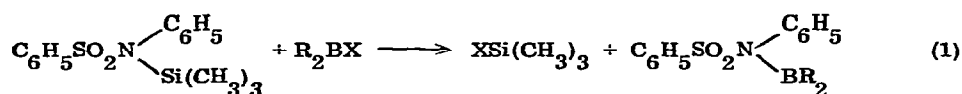
Zusammenfassung

N-Organyl-N-trimethylsilyl-sulfonamide reagieren mit Halogendiorganyl- bzw. Bis(amino)halogen- oder Phenyldimethylaminochlor-boran quantitativ zu den entsprechenden Sulfonamidoboranen I - XXII. Verbindungen XXIII - XXVIII, in welchen die Diorganylborylgruppierung in ω -Stellung zur Sulfonamidgruppe vorliegt, werden durch Reaktion von N-Methyl-N-(β -hydroxyethyl)-n-perfluorobutylsulfonamid mit Halogendiorganyl-, Bis(amino)halogen- oder Organylaminohalogenboranen erhalten. In zwei Fällen (IXXX, XXX) entstehen dabei als Nebenprodukte Bis-(sulfonamido)borane. Die Sulfonamidoborane XXXI - XXXIII, welche sich vom am N unsubstituierten Sulfonamid ableiten, erhält man bei der Reaktion von n-Perfluorobutyl-sulfonamid und Halogendiorganylboran. Die Reaktion von N-(β -Hydroxyethyl)-n-perfluorobutyl-sulfonamid mit Halogendiorganylboran im Molverhältnis 1 : 2 führt zu den Bis(diorganylboryl)perfluorbutyl-oxyethylsulfonamiden XXXIV - XXXVI. N-(β -Hydroxy-i-propyl)-n-perfluorbutyl-sulfonamid reagiert mit Bromdimethylboran zum N-(β -Dimethylboryl-oxy-i-propyl)-n-perfluorbutyl-sulfonamid XXXVII. Bei der Umsetzung von N, N-Bis(β -hydroxy-ethyl)-n-perfluorbutyl-sulfonamid mit Dichlor-n-butyl- bzw. Dichlorphenylboran werden die 1.4.6.5-Aza-dioxabora-

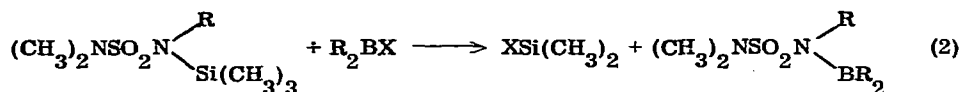
cyclooctanderivate XXXVIII und XXXIX gebildet. Die Reaktion von N-(β -Hydroxyethyl)-n-perfluorbutyl-sulfonamid bzw. N-(β -Hydroxy-i-propyl)-n-perfluorbutyl-sulfonamid mit Dihalogenorganylboranen verlauft unter Cyclisierung zu den entsprechenden 1,3,2-Oxa-aza-bora-cyclopentanderivaten XL - XLVIII. Die Verbindungen wurden analytisch und spektroskopisch (NMR: ^1H , ^{11}B ; MS) charakterisiert.

Einleitung

Bisher sind einige B-N-Heterocyclen mit exocyclischen Sulfonylgruppen untersucht worden [2 - 5]. Kurzlich [6] wurden einfache monomere Sulfonamidoborane durch Spaltung der Si-N-Bindung [7 - 10], ausgehend von N-Trimethylsilylsulfonamiden und Halogendiorganylboranen, in guter Ausbeute nach



und

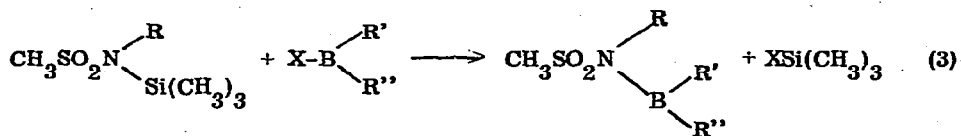


erhalten.

Ergebnisse und Diskussion

In der vorliegenden Arbeit werden sowohl Reaktionen von N-Trimethylsilylsulfonamiden als auch nichtsilylierter Sulfonamide mit Halogendiorganyl-, Dihalogenorganyl- bzw. Trihalogenboranen untersucht.

N-Methyl-N-trimethylsilyl-, N-n-Butyl-N-trimethylsilyl- und N-i-Propyl-N-trimethylsilylmethansulfonamid reagieren mit Halogendiorganylboranen in praktisch quantitativer Ausbeute nach



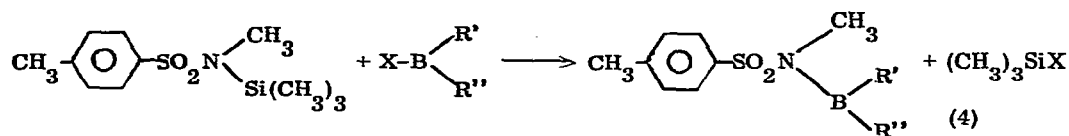
I - XVI

	R	R'	R''	X
I	CH ₃	CH ₃	CH ₃	Br
II	n-C ₄ H ₉	CH ₃ -N-CH ₂ -	-CH ₂ -N-CH ₃	Cl
III	n-C ₄ H ₉	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	Cl
IV	n-C ₄ H ₉	C ₆ H ₅	N(CH ₃) ₂	Cl
V	CH ₃	CH ₃ -N-CH ₂ -	-CH ₂ -N-CH ₃	Cl
VI	CH ₃	N(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	Cl
VII	CH ₃	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	Cl
VIII	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉	Cl
IX	CH ₃	N(C ₂ H ₅) ₂	N(C ₂ H ₅) ₂	Cl
X	CH ₃	N(CH ₃) ₂	C ₆ H ₅	Cl
XI	n-C ₄ H ₉	CH ₃	CH ₃	Br
XII	n-C ₄ H ₉	N(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	Cl
XIII	CH(CH ₃) ₂	CH ₃	CH ₃	Br
XIV	CH(CH ₃) ₂	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉	Cl
XV	CH(CH ₃) ₂	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	Cl
XVI	CH(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	Cl

zu den monomeren Sulfonamidboranen I - XVI. Die Reaktionen zu II - V und IX - XII wurden ohne Lösungsmittel bei Temperaturen um 130° C durchgeführt. Ähnlich wie bei der Umsetzung einiger Trimethylsilylcarbonsäureamide [11 - 13] oder Trimethylsilylamidine [14] mit Bis(diorganylamino)halogen- oder Phenyl(dimethylamino)chlorboranen recht drastische Reaktionsbedingungen nötig sind, mußte auch

hier in einigen Fällen, um einen vollständigen Ablauf der Reaktion zu erreichen, eine relativ hohe Reaktionstemperatur gewählt werden. Das Einsetzen der Reaktion ist in diesen Fällen durch das abgespaltene Halogen-trimethylsilan erkennbar, welches in die Apparatur zurücktropft.

Analog reagiert auch N-Methyl-N-trimethylsilyl-p-tolylsulfonamid mit Halogen-diorganylboranen nach

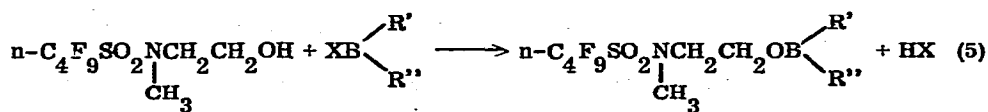


XVII - XXII

	R'	R''	X
XVII	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉	Cl
XVIII	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	Cl
XIX	CH ₃ -N-CH ₂ -	-CH ₂ -N-CH ₃	Cl
XX	N(CH ₃) ₂	C ₆ H ₅	Cl
XXI	CH ₃	CH ₃	Br
XXII	N(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	Cl

zu den monomeren Sulfonamidoboranen XVII - XXII. Auch diese Umsetzungen wurden ohne Lösungsmittel durchgeführt.

Verbindungen, in welchen die Diorganylborylgruppierung in ω-Stellung zur Sulfonamidogruppierung vorliegt, wurden durch Halogenwasserstoffabspaltung aus N-Methyl-N-(β-hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid bei der Umsetzung mit Halogen-diorganylboranen, Halogen-tetra-organyl(bis-amino)boranen oder Chlorphenyl-dimethylaminoboran nach

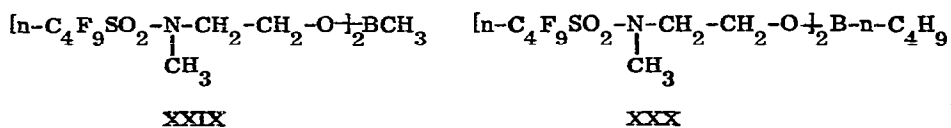


XXIII - XXVIII

	R'	R''	X
XXIII	C ₆ H ₅	N(CH ₃) ₂	Cl
XXIV	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	Cl
XXV	CH ₃	CH ₃	Br
XXVI	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉	Cl
XXVII	N(CH ₃) ₂	N(CH ₃) ₂	Cl
XXVIII	CH ₃ -N-CH ₂ -	-CH ₂ -N-CH ₃	Cl

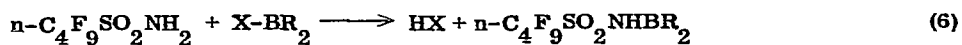
erhalten.

Die Bis(sulfonamido)borane XXIX und XXX wurden als Nebenprodukte der Reaktionen zu XXV bzw. XXVI erhalten.



Im Falle von XXIII, XXVII und XXVIII wurde N(C₂H₅)₃ äquimolar zum N-Methyl-N-(6-hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid als Halogenwasserstoff-Fänger zugesetzt.

Setzt man n-Perfluorbutylsulfonamid mit Halogendiorganylboranen um, so erhält man nach

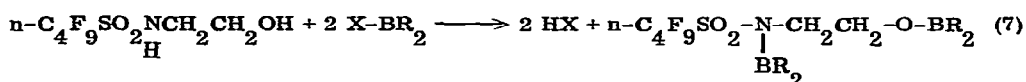


XXXI - XXXIII

	R	X
XXXI	n-C ₄ H ₉	Cl
XXXII	CH ₃	Br
XXXIII	C ₆ H ₅	Cl

die Verbindungen XXXI - XXXIII, welche sich vom am N unsubstituierten Sulfonamid ableiten.

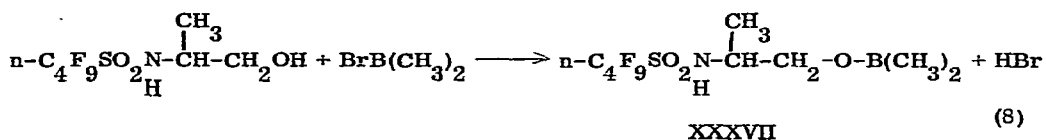
Bei der Reaktion von N-(β -Hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid mit Halogen-diorganylboran im Molverhältnis 1 : 2 entstehen nach Gl. (7) die entsprechenden Bis(diorganylboryl)-perfluorbutyl-oxylethylsulfonamide XXXIV - XXXVI.



XXXIV - XXXVI

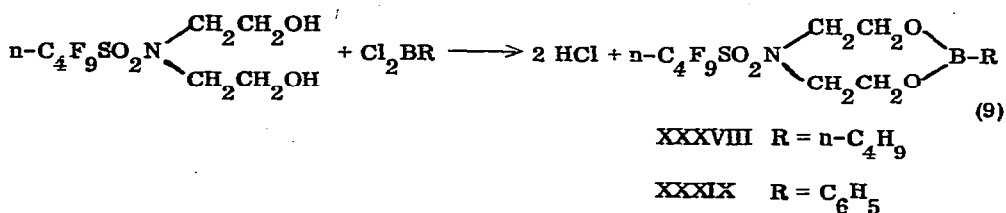
	R	X
XXXIV	CH ₃	Br
XXXV	n-C ₄ H ₉	Cl
XXXVI	C ₆ H ₅	Cl

Setzt man N-(β -Hydroxy-i-propyl)-n-perfluorbutylsulfonamid mit Bromdimethylboran im Molverhältnis 1 : 1 um, so wird nach



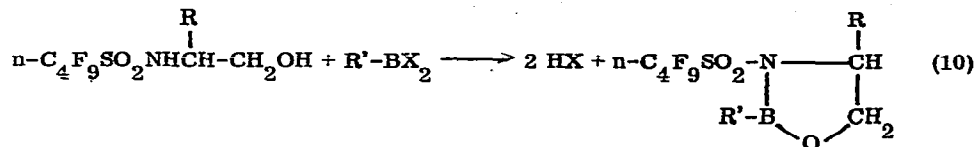
das N-(β -Dimethylboryloxy-i-propyl)-n-perfluorbutylsulfonamid gebildet.

Im Falle der Umsetzung von N,N-Bis(β -hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid mit Dichlor-n-butylboran bzw. Dichlorphenylboran werden nach



das 5-n-Butyl-1-n-perfluorbutylsulfonyl-1.4.6.5-aza-dioxabora-cyclooctan XXXVIII und das 5-Phenyl-1-n-perfluorbutylsulfonyl-1.4.6.5-aza-dioxabora-cyclooctan XXXIX erhalten.

Setzt man N-(β -Hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid bzw. N-(β -Hydroxy-i-propyl)-n-perfluorbutylsulfonamid mit Dihalogenorganylboranen oder Trihalogenboranen im Molverhältnis 1 : 1 um, so erfolgt nach

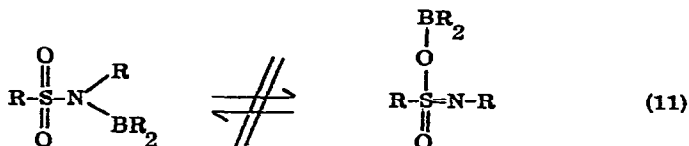


XL - XLVIII

	R	R'	X
XL	CH ₃	n-C ₄ H ₉	Cl
XLI	CH ₃	CH ₃	Br
XLII	CH ₃	C ₆ H ₅	Cl
XLIII	CH ₃	Cl	Cl
XLIV	H	Cl	Cl
XLV	H	Br	Br
XLVI	H	C ₆ H ₅	Cl
XLVII	H	CH ₃	Br
XLVIII	H	n-C ₄ H ₉	Cl

Cyclisierung zu den entsprechenden 2-Organyl-3-n-perfluorbutylsulfonyl-1,3,2-oxa-aza-bora- und 2-Organyl-3-n-perfluorbutylsulfonyl-4-methyl-1,3,2-oxa-aza-bora-cyclopentanderivaten XL - XLVIII.

Die ¹H-NMR-Spektren von I - XLVIII zeigen die jeweiligen Signale im erwarteten ppm-Bereich, wobei für I - XXII Aufspaltungen zufolge einer borotropen Umlagerung nach



nicht auftreten. Es zeigt sich, daß die O-ständige Dimethylborylgruppierung ihre Resonanz bei deutlich höherem Feld gibt als eine Dimethylborylgruppierung, welche an Stickstoff gebunden ist. So liegen die Signale der Dimethylborylgruppierung für die Verbindungen I, XI, XIII und XXI bei 0.69, 0.71, 0.73 und 0.70 ppm, im Falle von XXV und XXIX, in welchen eine B-O-Bindung vorliegt, jedoch bei 0.40 bzw. 0.45 ppm. Ein ähnlicher Effekt ist für die Trimethylsilylgruppe von Trimethylsilylcarbon-säureamiden [15], welche auch O- und N-ständig sein kann, beobachtet worden.

Aus der unterschiedlichen Lage des $(\text{CH}_3)_2\text{B-O-}$ und des $(\text{CH}_3)_2\text{B-N-}$ Signals kann im Falle von XXXVII auf eine O-ständige Dimethylborylgruppe geschlossen werden. Im Falle von XXXIV tritt sowohl eine O-ständige (0.40 ppm) wie auch eine N-ständige Dimethylborylgruppierung (0.58 ppm) auf.

Die chemischen Verschiebungen in den ^{11}B -NMR-Spektren entsprechen ausnahmslos den erwarteten Werten für Boratom mit Dreifachkoordination am Bor. Vergleicht man jedoch die $\delta^{11}\text{B}$ -Werte von I - XXII mit jenen von Aminoboranen [16, 17], so zeigt es sich, daß die Sulfonamidgruppierung einen geringeren Beitrag zur Abschirmung liefert als etwa Diethylaminogruppen. So liegen die $\delta^{11}\text{B}$ -Werte von I, XI, XIII, XVII und XXI bei deutlich tieferem Feld als jene vergleichbarer Aminoborane. Dies ist bedingt durch den Elektronenzug der SO_2 -Gruppe, welche einen verminderten π -Bindungsbeitrag des N-Atoms der Sulfonamidgruppe zur Folge hat. Bei Verbindungen, welche die Diorganylboranylgruppierung in ω -Stellung zur Diorganylboranylgruppierung enthalten (XXV, XXVI, XXXVII), liegt das $\delta^{11}\text{B}$ -Signal mit etwa 55.0 ppm erwartungsgemäß im gleichen Bereich wie für nichtcyclische Diorganyl(organyloxy)borane [17], für die Bis(sulfonamido)borane XXIX und XXX mit 32.4 und 32.2 ppm im gleichen Bereich wie für nichtcyclische Organyl-bis(organyloxy)-borane [17]. Dasselbe gilt auch für die 1.4.6.5-Aza-dioxaborana-cyclopentanderivate XXXVIII und XXXIX. Auch die ^{11}B -NMR-Signale der 1.3.2-Oxa-aza-boracyclopentanderivate XL - XLVIII liegen in dem für das Ringsystem zu erwartenden Bereich für XL - XLII und XLVI - XLVIII zwischen 33.8 und 38.5 ppm (für dreibindiges Bor).

Diese 1.3.2-Oxa-aza-boracyclopentanverbindungen mit einer Sulfonylgruppe am Stickstoff zeigen demnach ein unterschiedliches Verhalten zu den kürzlich [18] dargestellten Oxa-aza-boracyclopentanderivaten mit einer Methylgruppe am N, welche trimer auftreten.

Beschreibung der Versuche

Alle Reaktionen wurden in N_2 -Atmosphäre und getrockneten Lösungsmitteln ausgeführt. Im Falle der Umsetzung mit niedrig siedenden Halogenboranen $[CH_3BBR_2, (CH_3)_2BBr, BCl_3]$ war die Rührapparatur mit einem auf $-30^\circ C$ gekühlten Rückflußkühler versehen.

Ausgangsverbindungen

2-Chlor-1.3-dimethyl-1.3.2-diazaborolidin [19], Bis(dimethylamino)phenylboran [20], Tris(dimethylamino)boran [21], Bis(dimethylamino)chlorboran [22], Chlordimethylaminophenylboran [23 - 25], Phenyldichlorboran [26], Bromdimethylboran [27, 28], Chlordi-n-butylboran [29], Triphenylboran [30], Chlordiphenylboran [31, 32] und Tetramethylzinn [33, 34] wurden nach Literaturangaben dargestellt.

n-Perfluorbutylsulfonamid und N-Methyl-n-perfluorbutylsulfonamid wurden durch Ammonolyse bzw. Aminolyse aus n-Perfluorbutylsulfonylfluorid [35, 36], N-(β -Hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid, N-(β -Hydroxy-i-propyl)-n-perfluorbutylsulfonamid und N,N-Bis(β -hydroxyethyl)-n-perfluorbutylsulfonamid wurden durch Hydroxyalkylierung von n-Perfluorbutylsulfonamid mit Ethylencarbonat bzw. Propylencarbonat in Gegenwart von KOH als Katalysator dargestellt [37].

C, H, N-Bestimmungen: Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen. Bor wurde nach dem Sodaauflösung titrimetrisch nach der Mannitmethode bestimmt.

NMR-Spektren: in Methylenchlorid, Standardsubstanzen TMS (intern) und $F_3B \cdot O(C_2H_5)_2$ (extern). In Tabelle 1 gibt das positive Vorzeichen durchwegs eine Ver-

schiebung zu geringerem Feld bezogen auf den Standard an. - ^1H -Spektren: Bruker 60 E-, ^{11}B -Spektren: Bruker 90 NMR-Spektrometer.

Massenspektren: 70 eV, CH 5 Spektrometer (Fa. Varian MAT).

Darstellung der Verbindungen II - V, IX - XII und XVII - XXII

0.1 Mol des N-Trimethylsilylsulfonamids wurden vorgelegt, (ohne Lösungsmittel) langsam 0.1 Mol des Halogenborans zugetropft, langsam auf 130°C im Ölbad erhitzt und etwa 30 Min. bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Abkühlen wurde im Wasserstrahlvakuum das gebildete Halogentrimethylsilan abgezogen und das erhaltene Rohprodukt im Ölpumpenvakuum destilliert bzw. sublimiert. Ausbeute ca. 90 bis 95 %.

Darstellung der Verbindungen I, VI - VIII und XIII - XVI

Zu 0.1 Mol des N-Trimethylsilylsulfonamids gelöst in 250 ml CCl_4 wurden 0.1 Mol des Halogenborans (gelöst in 50 ml CCl_4) zugetropft und 6 Std. am Rückfluss gekocht. Anschliessend wurde das gebildete Halogentrimethylsilan und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer im Wasserstrahlvakuum abgezogen und das erhaltene Rohprodukt im Ölpumpenvakuum destilliert bzw. sublimiert. Ausbeute ca. 90 bis 95 %.

Darstellung der Verbindungen XXIV - XXVI und XXIX - XLVIII

0.1 Mol des Sulfonamids wurden in 250 ml CCl_4 vorgelegt, 0.1 Mol (für XXXIV - XXXVI 0.2 Mol) des Halogenborans (gelöst in 100 ml CCl_4) zugetropft bzw. im Falle von XLIII und XLIV Trichlorboran eingeleitet. Im Falle von XL - XLVIII wurde das Halogenboran zur siedenden Lösung des n-Perfluorbutylsulfonamids, in den übrigen Fällen bei Raumtemperatur zugesetzt. Anschliessend wurde bis zur Beendigung der Halogenwasserstoffentwicklung (etwa 12 Std.) am Rückfluss gekocht, dann das Lösungsmittel im Wasserstrahlvakuum abgezogen und die erhaltenen Rohprodukte am Hochvakuum destilliert bzw. sublimiert. Ausbeute ist etwa 90 %, im Falle von

XXV und XXVI 70 %, wobei XXIX und XXX bei der Darstellung von XXV und XXVI in einer Ausbeute von etwa 20 % anfielen.

Darstellung der Verbindungen XXIII, XXVII und XXVIII

0,1 Mol des n-Perfluorbutylsulfonamids wurden zusammen mit 0,1 Mol Triethylamin in 250 ml CCl_4 gelöst, 0,1 Mol des Halogenborans (in 50 ml CCl_4) zugetropft und 8 Std. am Rückfluss gekocht. Hernach wurde das gebildete Triethylammoniumchlorid abgefrittet, das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer im Wasserstrahlvakuum abgezogen und die Rohprodukte im Ölpumpenvakuum destilliert bzw. sublimiert. Ausbeute ca. 90 %.

TABELLE 1

CHEMISCHE VERSCHIEBUNGEN $\delta(^1\text{H})$ UND $\delta(^{11}\text{B})$ DER DARGESTELLTEN VERBINDUNGEN

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)
I	$\text{B}(\text{CH}_3)_2$ 0,69 (s) [6 H]	55,8
	$\text{N}-\text{CH}_3$ 2,95 (s) [3 H]	
	CH_3SO_2 3,11 (s) [3 H]	
II	$n-\text{C}_4\text{H}_9$ 0,75 bis 1,67 (br) [9 H]	27,9
	$\text{B}-\text{N}-\text{CH}_3$ 2,58 (s) [6 H]	
	CH_3SO_2 2,89 (s) [3 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$ 3,15 (s) [4 H]	
III	$n-\text{C}_4\text{H}_9$ 0,66 bis 1,34 (br) [9 H]	46,6
	CH_3SO_2 2,86 (s) [3 H]	
	$\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ 7,21 bis 8,08 (br) [10 H]	
IV	$n-\text{C}_4\text{H}_9$ 0,67 bis 1,83 (br) [9 H]	32,8
	$\text{B}-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 2,75 (s) [6 H]	
	CH_3SO_2 2,92 (s) [3 H]	
	$\text{B}-\text{C}_6\text{H}_5$ 7,12 bis 7,50 (br) [5 H]	

TABELLE 1 (Fortsetzung)

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)	
V	B-N-CH ₃	2.57 (s) [6 H]	27.0
	SO ₂ -N-CH ₃	2.82 (s) [3 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.90 (s) [3 H]	
	(CH ₂) ₂	3.15 (s) [4 H]	
VI	B-N(CH ₃) ₂	2.48 (s) [6 H]	
	SO ₂ -N-CH ₃	2.75 (s) [3 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.95 (s) [3 H]	
VII	SO ₂ NCH ₃	3.00 (s) [3 H]	50.1
	CH ₃ SO ₂	3.28 (s) [3 H]	
	B(C ₆ H ₅) ₂	7.03 bis 7.72 (br) [10 H]	
VIII	B(n-C ₄ H ₉) ₂	0.64 bis 1.68 (br) [18 H]	55.4
	N-CH ₃	2.87 (s) [3 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.97 (s) [3 H]	
IX	C-CH ₃	1.12 (t) [12 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7 \text{ Hz}$	27.5
	CH ₂ -C	2.82 (q) [8 H]	
	N-CH ₃	2.83 (s) [3 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.90 (s) [3 H]	
X	BN(CH ₃) ₂	2.88 (s) [6 H]	33.6
	CH ₃ -N	2.62 (s) [3 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.67 (s) [3 H]	
	B-C ₆ H ₅	7.13 bis 7.50 (br) [5 H]	
XI	B(CH ₃) ₂	0.71 (s) [6 H]	54.5
	n-C ₄ H ₉	0.82 bis 1.79 (br) [9 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.96 (s) [3 H]	
XII	n-C ₄ H ₉	0.71 bis 1.67 (br) [9 H]	26.5
	B[N(CH ₃) ₂] ₂	2.62 (s) [12 H]	
	CH ₃ SO ₂	2.90 (s) [3 H]	
XIII	B(CH ₃) ₂	0.73 (s) [6 H]	56.3
	C(CH ₃) ₂	1.46 (d) [6 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7 \text{ Hz}$	
	CH ₃ SO ₂	3.02 (s) [3 H]	
	CH	4.27 (sept.) [1 H]	

TABELLE 1 (Fortsetzung)

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)	
XIV	$\text{B}(\text{n-C}_4\text{H}_9)_2$ + $\text{C}(\text{CH}_3)_2$ CH_3SO_2 CH	0.68 bis 1.69 (br) [24 H] 2.93 (s) [3 H] 3.70 (sept.) [1 H]	53.5
XV	$\text{C}(\text{CH}_3)_2$ CH_3SO_2 CH	1.50 (d) [6 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7$ Hz 2.91 (s) [3 H] 3.50 (sept.) [1 H]	49.3
XVI	$\text{C}(\text{CH}_3)_2$ $\text{B}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$ CH_3SO_2 CH	1.55 (d) [6 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7$ Hz 2.75 (s) [12 H] 3.12 (s) [3 H] 3.50 (sept.) [1 H]	27.1
XVII	$\text{B}(\text{n-C}_4\text{H}_9)_2$ $\text{CH}_3\text{-C}$ $\text{SO}_2\text{N-CH}_3$ C_6H_4	0.67 bis 1.60 (br) [18 H] 2.38 (s) [3 H] 3.13 (s) [3 H] 7.13 bis 7.83 (br) [4 H]	55.1
XVIII	$\text{CH}_3\text{-C}$ $\text{SO}_2\text{N-CH}_3$ $\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ + C_6H_4	2.33 (s) [3 H] 3.13 (s) [3 H] 7.06 bis 7.77 (br) [14 H]	
XIX	C-CH_3 B-N-CH_3 $\text{SO}_2\text{N-CH}_3$ $(\text{CH}_2)_2$ C_6H_4	2.40 (s) [3 H] 2.47 (s) [6 H] 2.66 (s) [3 H] 3.18 (s) [4 H] 7.17 bis 7.92 (br) [4 H]	26.8
XX	C-CH_3 $\text{B-N}(\text{CH}_3)_2$ $\text{SO}_2\text{N-CH}_3$ C_6H_4 + $\text{B-C}_6\text{H}_5$	2.37 (s) [3 H] 2.62 (s) [6 H] 2.90 (s) [3 H] 7.00 bis 7.66 (br) [9 H]	34.2

TABELLE 1 (Fortsetzung)

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)	
XXI	$\text{B}(\text{CH}_3)_2$	0.70 (s) [6 H]	56.3
	$\text{C}-\text{CH}_3$	1.19 (s) [3 H]	
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	2.97 (s) [3 H]	
	C_6H_4	7.13 bis 7.92 (br) [4 H]	
XXII	CH_3-C	2.39 (s) [3 H]	27.1
	$\text{B}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$	2.70 (s) [12 H]	
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.12 (s) [3 H]	
	C_6H_4	7.20 bis 7.80 (br) [4 H]	
XXIII	$\text{B}-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	2.38 bis 2.88 (br) [6 H]	31.6
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.03 (s) [3 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$	3.75 bis 4.20 (br) [4 H]	
	C_6H_5	7.17 bis 7.56 (br) [5 H]	
XXIV	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.11 (s) [3 H]	48.3
	$(\text{CH}_2)_2$	4.20 bis 4.53 (br) [4 H]	
	$\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	6.90 bis 8.23 (br) [10 H]	
XXV	$\text{B}(\text{CH}_3)_2$	0.40 (s) [6 H]	54.0
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.21 (s) [3 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$	3.90 bis 4.27 (br) [4 H]	
XXVI	$\text{B}(\text{n}-\text{C}_4\text{H}_9)_2$	0.62 bis 1.66 (br) [18 H]	53.4
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.22 (s) [3 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$	3.75 bis 4.32 (br) [4 H]	
XXVII	$\text{B}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$	2.67 (s) [12 H]	19.2
	$\text{SO}_2\text{N}-\text{CH}_3$	3.16 (s) [3 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$	3.42 bis 4.17 (br) [4 H]	
XXVIII	$\text{CH}_3-\text{N}-\text{B}$	2.59 (s) [6 H]	24.3
	$-\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{N}-$	3.02 (s) [4 H]	
	$\text{CH}_3-\text{N}-\text{SO}_2-$	3.10 (s) [3 H]	
	$-\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{O}-$	4.03 bis 4.29 (br) [4 H]	
XXIX	CH_3-B	0.45 (s) [3 H]	32.4
	$(\text{CH}_2)_2$	4.25 bis 4.45 (br) [4 H]	
	$2 \text{ N}-\text{CH}_3$	3.12 (s) [6 H]	

TABELLE 1 (Fortsetzung)

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)	
XXX	$n\text{-C}_4\text{H}_9\text{-B}$	0.70 bis 1.40 (br) [9 H]	32.2
	2 N-CH_3	3.08 (s) [6 H]	
	$(\text{CH}_2)_2$	4.24 bis 4.48 (br) [4 H]	
XXXI	$\text{B}(n\text{-C}_4\text{H}_9)_2$	0.66 bis 1.70 (br) [18 H]	51.1
XXXII	$\text{B}(\text{CH}_3)_2$	0.75 (s) [6 H]	56.5
XXXIII	$\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	7.28 bis 7.66 (br)	
XXXIV	$(\text{CH}_3)_2\text{B-O-}$	0.40 (s) [6 H]	54.0
	$(\text{CH}_3)_2\text{B-N-}$	0.58 (s) [6 H]	
	C-CH_3	1.35 (d) [3 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7$ Hz	
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.60 bis 4.58 (br) [3 H]	
XXXV	$\text{B}(n\text{-C}_4\text{H}_9)_2$ +	0.63 bis 1.70 (br) [39 H]	50.8
	C-CH_3		
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.25 bis 4.22 (br) [3 H]	
XXXVI	C-CH_3	1.28 (d) [3 H] $J_{\text{HH}}^2 = 7$ Hz	51.5
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.33 bis 4.08 (br) [3 H]	
	2 $\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	7.17 bis 8.08 (br) [20 H]	
XXXVII	$\text{B}(\text{CH}_3)_2$	0.42 (s) [6 H]	55.3
	C-CH_3	1.22 (d) [3 H] $J_{\text{HH}}^2 = 6$ Hz	
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.17 bis 4.62 (br) [3 H]	
XXXVIII	$\text{B-n-C}_4\text{H}_9$	0.48 bis 1.96 (br) [9 H]	32.1
	$\text{N}\{\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}\}_2$	3.37 bis 4.13 (br) [8 H]	
XXXIX	$\text{-N}\{\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}\}_2\text{B}$	3.42 bis 4.17 (br) [8 H]	30.0
	$\text{B-C}_6\text{H}_5$	7.25 bis 7.50 (br) [5 H]	
XL	$\text{B-n-C}_4\text{H}_9$ +	0.68 bis 1.60 (br) [12 H]	37.0
	C-CH_3	J_{HH}^2 für $\text{C-CH}_3 = 7$ Hz	
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.22 bis 4.75 (br) [3 H]	
XLI	B-CH_3	0.57 (s) [3 H]	36.4
	C-CH_3	1.36 (d) [3 H] $J_{\text{HH}}^2 = 6$ Hz	
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.23 bis 4.50 (br) [3 H]	

TABELLE 1 (Fortsetzung)

Verbindung	$\delta(^1\text{H})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)	
XLII	$\text{C}-\text{CH}_3$	1.38 (d) [3 H] $J_{\text{HH}}^2 = 6 \text{ Hz}$	34.2
	$\text{CH} + \text{CH}_2$	3.33 bis 4.78 (br) [3 H]	
	$\text{B}-\text{C}_6\text{H}_5$	7.30 bis 8.06 (br) [5 H]	
XLIII	$\text{C}-\text{CH}_3$	1.45 (d) $J_{\text{HH}}^2 = 6 \text{ Hz}$ [3 H]	29.3
	$\text{CH}_2 + \text{CH}$	3.50 bis 4.81 (br) [3 H]	
XLIV	$-\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	3.75 bis 4.47 (br) [4 H]	22.8
XLV	$-\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	3.50 bis 4.64 (br) [4 H]	28.8
XLVI	$-\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	3.88 bis 4.62 (br) [4 H]	33.8
	$\text{B}-\text{C}_6\text{H}_5$	7.23 bis 8.05 (br) [5 H]	
XLVII	$\text{B}-\text{CH}_3$	0.55 (s) [3 H]	38.1
	$-\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	3.72 bis 4.53 (br) [4 H]	
XLVIII	$\text{B}(\text{n}-\text{C}_4\text{H}_9)$	1.30 bis 3.30 (br) [9 H]	38.3
	$-\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	3.67 bis 4.50 (br) [4 H]	

TABELLE 2

MASSENSPEKTROMETRISCHE FRAGMENTIERUNG AUSGEWÄHLTER VERBINDUNGEN

Nach Angabe von m/e wird die Intensität (%) und anschließend das [Fragment]⁺ angegeben.

II	247/30 M; 204/10 M-C ₃ H ₇ ; 203/10 M-C ₃ H ₇ -H; 190/30 M-C ₄ H ₉ ; 189/30 M-n-C ₄ H ₉ -H; 168/30 M-CH ₃ SO ₂ ; 151/5 CH ₃ SO ₂ NH-n-C ₄ H ₉ ; 125/20 M-CH ₃ SO ₂ -C ₃ H ₇ ; 108/100 CH ₃ SO ₂ NH-n-C ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ ; 79/45 CH ₃ SO ₂ ; 56/50 C ₄ H ₈ .
IV	282/20 M; 281/20 M-H; 238/50 M-NMe ₂ ; 225/10 M-n-C ₄ H ₉ ; 132/60 C ₆ H ₅ BN(CH ₃) ₂ ; 108/100 CH ₃ SO ₂ NH-n-C ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ ; 79/40 CH ₃ SO ₂ ; 77/20 C ₆ H ₅ ; 56/40 C ₄ H ₈ ; 44/50 N(CH ₃) ₂ .
V	205/45 M; 126/100 M-CH ₃ SO ₂ ; 109/30 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ ; 108/25 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -H; 79/80 CH ₃ SO ₂ .

TABELLE 2 (Fortsetzung)

VI	207/5 M; 163/25 M-N(CH ₃) ₂ ; 128/5 M-CH ₃ SO ₂ ; 109/25 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ ; 108/30 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -H; 94/80 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -CH ₃ ; 94/80 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -CH ₃ ; 79/100 CH ₃ SO ₂ .
VIII	253/10 (n-C ₄ H ₉ BO) ₃ ; 223/50 (n-C ₄ H ₉ BO) ₃ -C ₂ H ₅ ; 209/80 (n-C ₄ H ₉ BO) ₃ -C ₃ H ₇ ; 208/100 (C ₄ H ₉ BO) ₃ -C ₃ H ₇ -H; 208/100 (C ₄ H ₉ BO) ₃ -C ₃ H ₇ -H; 176/80 M-C ₄ H ₉ ; 125/15 B(n-C ₄ H ₉) ₂ ; 109/75 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ ; 108/60 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -H; 94/90 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -CH ₃ ; 79/80 CH ₃ SO ₂ .
X	240/25 M; 196/40 M-N(CH ₃) ₂ ; 163/20 M-C ₆ H ₅ ; 132/30 C ₆ H ₅ BN(CH ₃) ₂ ; 109/60 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ ; 108/45 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -H; 94/100 CH ₃ SO ₂ NHCH ₃ -CH ₃ ; 79/90 CH ₃ SO ₂ ; 44/80 N(CH ₃) ₂ .
XII	249/20 M; 205/80 M-N(CH ₃) ₂ ; 170/20 M-CH ₃ SO ₂ ; 108/100 CH ₃ SO ₂ NHC ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ ; 99/50 B[N(CH ₃) ₂] ₂ ; 79/50 CH ₃ SO ₂ ; 56/60 C ₄ H ₈ ; 44/65 N(CH ₃) ₂ .
XIII	162/100 M-CH ₃ ; 136/10 M-B(CH ₃) ₂ ; 121/95 M-B(CH ₃) ₂ -CH ₃ ; 119/70 M-CH ₃ -i-C ₃ H ₇ ; 44/70 C ₄ H ₁₀ ; 41/50 B(CH ₃) ₂ .
XVI	235/10 M; 191/60 M-N(CH ₃) ₂ ; 156/20 M-CH ₃ SO ₂ ; 148/30 M-N(CH ₃) ₂ -i-C ₃ H ₇ ; 137/15 CH ₃ SO ₂ NH-i-C ₃ H ₇ ; 136/20 CH ₃ SO ₂ NH- i-C ₃ H ₇ -H; 121/100 CH ₃ SO ₂ NH-i-C ₃ H ₇ -H-CH ₃ ; 99/45 B[N(CH ₃) ₂] ₂ ; 44/100 N(CH ₃) ₂ .
XVII	252/100 M-n-C ₄ H ₉ ; 209/80 M-n-C ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ ; 208/50 M-C ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ -H; 184/60 4-CH ₃ C ₆ H ₄ SO ₂ NCH ₃ ; 155/20 4-CH ₃ -C ₆ H ₄ SO ₂ ; 154/80 (n-C ₄ H ₉) ₂ BN-CH ₃ ; 91/80 4-CH ₃ -C ₆ H ₄ .

TABELLE 2 (Fortsetzung)

XXI	225/1 M; 210/100 M-CH ₃ ; 195/10 M-2-CH ₃ ; 184/50 M-B(CH ₃) ₂ ; 155/45 M-CH ₃ N-B(CH ₃) ₂ ; 91/90 4-CH ₃ -C ₆ H ₄ ; 41/75 B(CH ₃) ₂ .
XXII	283/10 M; 239/100 M-N(CH ₃) ₂ ; 184/5 M-B[N(CH ₃) ₂] ₂ ; 155/10 4-CH ₃ -C ₆ H ₄ -SO ₂ ; 99/15 B[N(CH ₃) ₂] ₂ ; 91/90 4-CH ₃ -C ₆ H ₄ .
XXIII	397/1 M; 382/60 M-CH ₃ ; 340/20 M-OB(CH ₃) ₂ ; 326/90 M-OB(CH ₃) ₂ - CH ₂ ; 219/20 n-C ₄ F ₉ ; 178/15 M-n-C ₄ F ₉ ; 119/10 CF ₃ CF ₂ ; 99/100 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ -CH ₃ ; 98/90 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ -CH ₃ -H; 69/80 CF ₃ ; 41/60 B(CH ₃) ₂ .
XXIX	504/5 M-n-C ₄ F ₉ -CH ₃ ; 500/20 M-n-C ₄ F ₉ -F; 455/20 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ ; 382/75 n-C ₄ F ₉ SO ₂ -NCH ₃ CH ₂ CH ₂ OBCH ₃ ; 340/100 n-C ₄ F ₉ SO ₂ NCH ₃ CH ₂ CH ₂ ; 325/100 n-C ₄ F ₉ SO ₂ NCH ₃ (CH ₂) ₂ -CH ₃ ; 219/60 n-C ₄ F ₉ ; 69/60 CF ₃ .
XXXI	66/100 M-n-C ₄ H ₉ ; 323/40 M-n-C ₄ H ₉ -C ₃ H ₇ ; 219/20 n-C ₄ F ₉ ; 169/20 C ₃ F ₇ ; 125/15 B(n-C ₄ H ₉) ₂ ; 119/60 C ₂ F ₅ ; 69/80 CF ₃ ; 57/75 C ₄ H ₉ .
XXXII	339/1 M; 324/15 M-CH ₃ ; 219/25 n-C ₄ F ₉ ; 169/20 C ₃ F ₇ ; 119/25 C ₂ F ₅ ; 69/100 CF ₃ ; 56/65 HNB(CH ₃) ₂ ; 41/80 B(CH ₃) ₂ .
XXXIX	473/80 M; 396/10 M-C ₆ H ₅ ; 312/100 (C ₆ H ₅ BO) ₃ ; 254/10 M-n-C ₄ F ₉ ; 219/10 n-C ₄ F ₉ ; 190/20 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ ; 77/40 C ₆ H ₅ ; 69/50 CF ₃ .
XL	423/10 M; 408/20 M-CH ₃ ; 393/30 M-2CH ₃ ; 380/30 M-C ₃ H ₇ ; 366/20 M-n-C ₄ H ₉ ; 351/10 M-n-C ₄ H ₉ -CH ₃ ; 369/40 M-CF ₃ -CH ₃ ; 219/10 n-C ₄ F ₉ ; 204/35 M-n-C ₄ F ₉ ; 161/15 M-n-C ₄ F ₉ -C ₃ H ₇ ; 140/40 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ ; 119/50 C ₂ H ₅ ; 108/100 nicht identifiziert; 84/75 n-C ₄ H ₉ BO; 83/50 n-C ₄ H ₉ BO-H; 69/60 CF ₃ ; 57/60 n-C ₄ H ₉ ; 56/70 C ₄ H ₈ .

TABELLE 2 (Fortsetzung)

XLI	381/1 M; 366/15 M-CH ₃ ; 219/10 n-C ₄ F ₉ ; 162/100 M-n-C ₄ F ₉ ; 147/10 M-n-C ₄ F ₉ -CH ₃ ; 119/10 CF ₃ CF ₂ ; 82/45 M-n-C ₄ F ₉ SO ₂ -CH ₃ -H; 69/50 CF ₃ .
XLII	443/75 M; 224/100 M-n-C ₄ F ₉ ; 219/10 n-C ₄ F ₉ ; 169/30 C ₃ F ₇ ; 119/25 C ₂ F ₅ ; 77/60 C ₆ H ₅ ; 69/90 CF ₃ .

TABELLE 3

PRÄPARATIVE UND ANALYTISCHE DATEN DER VERBINDUNGEN I - XLVIII

Verbin- dung	Sdp. (a) oder Subl. Pkt. (b) (°C/2.10 ⁻³ mbar)	Schmp. (°C)	Bruttoformel (Mol. Gew.)	Analyt. Daten gef. (ber.) (%)			
				C	H	N	B
I	60 (a)		C ₄ H ₁₂ BNO ₂ S (148.8)	32.21 (32.25)	7.76 (8.06)		
II	124 (a)		C ₉ H ₂₂ BNO ₂ S (246.8)	42.47 (43.76)	9.02 (8.91)		4.45 (4.38)
III	98-104 (a)		C ₁₇ H ₂₂ BNO ₂ S (314.8)	65.20 (64.80)	7.14 (6.99)		
IV	120-135 (a)		C ₁₃ H ₂₃ BN ₂ O ₂ S (281.8)	55.46 (55.36)	8.38 (8.16)		3.87 (3.83)
V	95 (a)		C ₆ H ₁₆ BN ₃ O ₂ S (204.8)	34.84 (35.15)	7.73 (7.81)		5.37 (5.27)
VI	75 (a)		C ₆ H ₁₈ BNO ₂ S (206.8)	33.73 (34.81)	8.93 (8.70)		4.95 (5.22)
VII	165 (b)	101-104	C ₁₄ H ₁₆ BNO ₂ S (272.8)	59.91 (61.58)	6.10 (5.86)		
VIII	99 (a)		C ₁₃ H ₃₀ BNO ₂ S (274.8)	56.54 (56.76)	10.09 (10.91)		

TABELLE 3 (Fortsetzung)

Verbin- dung	Sdp. (a) oder Subl. Pkt. (b) ($^{\circ}\text{C}/2 \cdot 10^{-3}$ mbar)	Schmp. ($^{\circ}\text{C}$)	Bruttoformel (Mol. Gew.)	Analyt. Daten gef. (ber.) (%)			
				C	H	N	B
IX	98-101 (a)		$\text{C}_{10}\text{H}_{26}\text{BN}_3\text{O}_2\text{S}$ (262.8)				
X	101-120 (a)		$\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{BN}_2\text{O}_2\text{S}$ (239.8)	48.68 (50.04)	7.05 (7.09)		
XI	100 (a)		$\text{C}_7\text{H}_{18}\text{BNO}_2\text{S}$ (190.8)	44.40 (44.02)	9.46 (9.43)		5.52 (5.66)
XII	126 (a)		$\text{C}_9\text{H}_{24}\text{BN}_3\text{O}_2\text{S}$ (248.8)	41.68 (43.41)	9.17 (9.65)		
XIII	60-65 (a)		$\text{C}_6\text{H}_{16}\text{BNO}_2\text{S}$ (176.8)	40.75 (40.72)	8.93 (9.04)		6.25 (6.10)
XIV	55 (a)		$\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{BNO}_2\text{S}$ (260.8)				
XV	145 (b)	82-85	$\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{BNO}_2\text{S}$ (300.8)	61.93 (63.83)	7.04 (6.65)		
XVI	125 (a)		$\text{C}_8\text{H}_{22}\text{BN}_3\text{O}_2\text{S}$ (234.8)	40.75 (40.88)	9.45 (9.36)		
XVII	155 (a)		$\text{C}_{16}\text{H}_{28}\text{BNO}_2\text{S}$ (308.8)	61.88 (62.18)	9.28 (9.07)		3.50 (3.42)
XVIII	220 (b)	90-95	$\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{BNO}_2\text{S}$ (348.8)	68.69 (68.81)	5.77 (5.73)		3.18 (3.09)
XIX	145 (b)	49-52	$\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{BN}_3\text{O}_2\text{S}$ (300.8)	48.12 (47.87)	6.75 (6.65)		
XX	185		$\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{BN}_2\text{O}_2\text{S}$ (315.8)	60.32 (60.79)	6.50 (6.65)		
XXI	125 (a)		$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{BNO}_2\text{S}$ (224.8)	53.25 (53.38)	7.07 (7.11)		4.68 (4.80)
XXII	160 (a)		$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{BN}_3\text{O}_2\text{S}$ (282.8)	51.63 (50.92)	7.76 (7.78)		3.70 (3.82)

TABELLE 3 (Fortsetzung)

Ver- bin- dung	Sdp. (a) oder Subl. Pkt. (b) (°C/2.10 ⁻³ mbar)	Schmp. (°C)	Bruttoformel (Mol. Gew.)	Analyt. Daten gef. (ber.) (%)			
				C	H	N	B
XXIII	112 (a)		C ₁₅ H ₁₈ BF ₉ N ₂ O ₃ S (487.8)	38.32 (36.90)	3.97 (3.69)		
XXIV	200 (b)	87-89	C ₁₉ H ₁₇ BF ₉ NO ₃ S (520.8)	42.89 (43.77)	3.12 (3.26)		
XXV	58 (a)		C ₉ H ₁₃ BF ₉ NO ₃ S (396.8)	27.11 (27.21)	3.28 (3.28)	3.48 (3.53)	
XXVI	105 (a)		C ₁₅ H ₂₅ BF ₉ NO ₃ S (480.8)	38.06 (37.43)	5.19 (5.19)		
XXVII	180 (b)	105	C ₁₁ H ₁₉ BF ₉ N ₃ O ₃ S (454.8)	29.15 (29.01)	4.30 (4.17)		
XXVIII	115 (b)	135	C ₁₁ H ₁₇ BF ₉ N ₃ O ₃ S (452.8)	28.48 (21.19)	3.97 (3.75)	9.40 (9.27)	
XXIX	140 (a)		C ₁₁ H ₉ BF ₁₈ N ₂ O ₄ S ₂ (649.8)				
XXX	165 (a)		C ₁₈ H ₂₃ BF ₁₈ N ₂ O ₆ S ₂ (779.8)	28.15 (27.69)	3.13 (2.94)		
XXXI	82		C ₁₂ H ₁₉ BF ₉ NO ₂ S (422.8)	32.83 (34.05)	4.24 (4.29)		
XXXII	43 (a)		C ₆ H ₇ BF ₉ NO ₂ S (338.8)	21.38 (21.25)	2.20 (2.07)		
XXXIII	130 (b)		C ₁₆ H ₁₁ BF ₉ NO ₂ S (462.3)	41.71 (41.49)	2.66 (2.38)	2.97 (3.03)	
XXXIV	48 (a)		C ₁₁ H ₁₈ B ₂ F ₉ NO ₃ S (436.6)	30.10 (30.23)	4.08 (4.12)		
XXXV	80-85 (a)		C ₂₃ H ₄₂ B ₂ F ₉ NO ₃ S (604.6)	44.50 (45.65)	6.97 (6.94)		
XXXVI	140 (a)		C ₃₁ H ₂₆ B ₂ F ₉ NO ₃ S (673.8)	54.64 (55.21)	4.01 (3.86)		

TABELLE 3 (Fortsetzung)

Verbin- dung	Sdp. (a) oder Subl. Pkt. (b) ($^{\circ}\text{C}/2 \cdot 10^{-3}$ mbar)	Schmp. ($^{\circ}\text{C}$)	Bruttoformel (Mol. Gew.)	Analyt. Daten gef. (ber.) (%)			
				C	H	N	B
XXXVII	72-75 (a)		$\text{C}_9\text{H}_{13}\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (396.8)	26.91 (27.21)	3.25 (3.28)	3.65 (3.53)	
XXXVIII	60 (a)		$\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{BF}_9\text{NO}_4\text{S}$ (452.8)				
XXXIX	150 (b)		$\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{BF}_9\text{NO}_4\text{S}$ (472.8)	36.02 (35.53)	2.85 (2.75)	3.02 (2.96)	
XL	64-70 (a)		$\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (422.8)	31.53 (31.22)	3.67 (3.54)		
XLI	42 (a)		$\text{C}_8\text{H}_9\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (380.8)	25.97 (25.21)	2.48 (2.36)	3.63 (3.61)	
XLII	105 (a)		$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (442.8)	34.97 (35.23)	2.66 (2.48)		
XLIII	94 (a)		$\text{C}_7\text{H}_6\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (365.8)	21.41 (22.96)	1.72 (1.64)		
XLIV	180 (b)	86-89	$\text{C}_6\text{H}_4\text{BClF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (387.3)	20.84 (18.59)	1.36 (1.03)		
XLV	160-180 (b)	70-80	$\text{C}_6\text{H}_4\text{BBrF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (431.7)	18.28 (16.68)	1.20 (0.92)	3.31 (3.24)	
XLVI	110 (b)	67-70	$\text{C}_{12}\text{H}_9\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (428.8)	32.68 (33.58)	2.17 (2.10)		
XLVII	59-66 (b)	58-60	$\text{C}_7\text{H}_7\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (366.8)	23.29 (22.90)	1.84 (1.90)	3.90 (3.82)	
XLVIII	73-77 (a)		$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{BF}_9\text{NO}_3\text{S}$ (408.8)	29.52 (29.35)	3.14 (3.18)	3.48 (3.42)	

Die Verbindungen VII, XV, XVIII, XIX, XXIV, XXVII, XXVIII, XLIV - XLVII sind farblose, kristalline Festkörper, alle übrigen Verbindungen sind schwach gelblich gefärbte Flüssigkeiten.

Dank

Für die Unterstützung dieser Arbeit danken wir dem Fonds der Chemischen Industrie und der Deutschen Forschungsgemeinschaft. Der Bayer AG, Leverkusen, danken wir für eine Spende von n-Perfluorbutylsulfonylfluorid.

Literatur

- 1 W. Maringgele, Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.
- 2 A.M. Pinchuk, G.K. Bepalko, T.V. Klimenko und Z.I. Kuplennik, J. Gen. Chem. USSR 47 (1977) 1964.
- 3 D. Florentin, B.P. Roques, J.M. Metzger und J.P. Colin, Bull. Soc. Chim. Fr. (1974) 2620.
- 4 S. Gronowitz, T. Dahlgren, J. Namvedt, C. Roos und G. Rosén, Acta Pharm. Suecia 8 (1971) 623.
- 5 S. Gronowitz, T. Dahlgren, J. Namvedt und C. Roos, Acta Pharm. Suecia 8 (1971) 377.
- 6 W. Maringgele und A. Meller, Z. Naturforsch. 34b (1979) 969.
- 7 H. Nöth, Z. Naturforsch. 16b (1961) 618.
- 8 A.B. Burg und R.I. Kuljian, J. Amer. Chem. Soc. 72 (1950) 3103.
- 9 S. Sijushi und S. Witz, J. Amer. Chem. Soc. 79 (1957) 2447.
- 10 E.A.V. Ebsworth und H.J. Emeleus, J. Chem. Soc. (1958) 2150.
- 11 W. Maringgele und A. Meller, Z. Anorg. Allg. Chem. 436 (1977) 173.
- 12 A. Meller, W. Maringgele, G. Beer und H. Fetzer, Monatsh. Chem. 108 (1977) 1279.
- 13 W. Maringgele und A. Meller, Chem. Ber. 111 (1978) 538.
- 14 W. Maringgele und A. Meller, Z. Anorg. Allg. Chem. 445 (1978) 107.
- 15 M. Fukui, K. Itoh und Y. Ishii, J. Chem. Soc. Perkin Trans. II (1972) 1043.
- 16 Gmelin Handbuch der Anorg. Chemie, 8. Aufl., Erg.-Werk Bd. 23, Borverbindungen Tl. 5, S 197-277.

- 17 H. Nöth und B. Wrackmeyer, NMR-Spectroscopy of Boron Compounds, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1978).
- 18 A. Meller und H. G. Köhn, Z. Naturforsch., im Druck.
- 19 M. P. Brown, E. E. Dann, D. W. Hunt und H. B. Silver, J. Chem. Soc. (1962) 4648.
- 20 K. Niedenzu, H. Beyer und J. W. Dawson, Inorg. Chem. 1 (1962) 738.
- 21 A. B. Burg und C. L. Randolph, J. Amer. Chem. Soc. 73 (1961) 953.
- 22 E. Wiberg und K. Schuster, Z. Anorg. Allg. Chem. 213 (1933) 77.
- 23 R. L. Brotherton, A. L. McCloskey, L. L. Petterson und H. Steinberg, J. Amer. Chem. Soc. 82 (1960) 6242.
- 24 H. Nöth und W. Lukas, Chem. Ber. 95 (1962) 1505.
- 25 J. Goubeau, M. Rahtz und H. J. Becher, Z. Anorg. Allg. Chem. 275 (1964) 161.
- 26 H. Nöth, V. A. Dorokhov und F. Pfab, Z. Anorg. Allg. Chem. 318 (1962) 293.
- 27 A. Finch, P. J. Gardner, E. J. Pearn und G. B. Watts, Trans. Faraday Soc. 63 (1967) 1880.
- 28 J. E. Burch, W. Gerrard, M. Howarth und E. F. Mooney, J. Chem. Soc. (1960) 4916.
- 29 W. Gerrard, E. F. Mooney und R. G. Rees, J. Chem. Soc. (1964) 740.
- 30 H. E. Bent und M. Dorfman, J. Amer. Chem. Soc. 57 (1935) 1259.
- 31 P. A. McCusker, G. F. Hennion und E. C. Ashby, J. Amer. Chem. Soc. 79 (1957) 5192.
- 32 P. A. McCusker und L. J. Glunz, J. Amer. Chem. Soc. 77 (1955) 4253.
- 33 H. Korsching, Z. Naturforsch. 1 (1946) 219.
- 34 G. J. M. van der Kerk und I. G. A. Luijten, Org. Synth. 4 (1963) 881.
- 35 T. Gramstad und R. N. Haszeldine, J. Chem. Soc. (1956) 173.
- 36 J. N. Meussdoerffer und H. Niederprüm, Chem. Ztg. 96 (1972) 582.
- 37 H. Niederprüm, P. Voss und M. Wechsberg, Liebigs Ann. Chem. (1973) 11.