

## Synthese und Eigenschaften von 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborin-4-onen

Carl D. Habben

*Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen (B.R.D.)*

(Eingegangen den 20. Juni 1988)

### Abstract

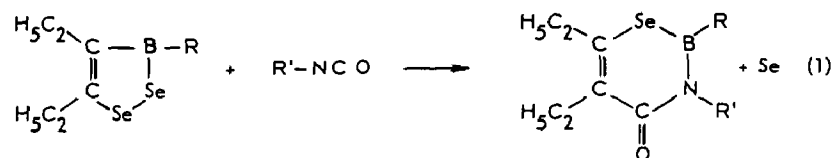
3-Bromo-1,2,3-dithiaboroles react with Grignard reagents by formation of 3-alkyl(aryl)-1,2,3-dithiaboroles, which, upon reaction with isocyanates leads to the 2,3-dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborine-4-ones.  $^1\text{H}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$  NMR and mass spectra are described and discussed.

### Zusammenfassung

3-Brom-1,2,3-dithiaborole reagieren mit Grignard-Verbindungen unter Bildung von 3-Alkyl(aryl)-1,2,3-dithiaborolen, deren Reaktion mit Isocyanaten zu den 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborin-4-onen führt.  $^1\text{H}$ -,  $^{11}\text{B}$ -,  $^{13}\text{C}$ -NMR und Massenspektren werden mitgeteilt und diskutiert.

### Einleitung

Die Reaktion von 1,2,3-Diselenaborolen mit organischen Isocyanaten [1] führt zu den 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-selenazaborin-4-onen:



Durch Selen-Schwefel-Austausch war bereits ein 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborin-4-on ( $\text{R} = \text{CH}_3$ ,  $\text{R}' = \text{C}_2\text{H}_5$ ) zugänglich. Von Interesse war nun die Darstellung geeigneter 1,2,3-Dithiaborole, deren Reaktivität gegenüber Isocyanaten mit dem Ziel der Direktsynthese von 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborin-4-onen untersucht werden sollte.



Verb.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	R <sup>4</sup>
3a	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
3b	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
3c	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
3d	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
3e	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>
3f	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>
3g	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	CH <sub>3</sub>

Unter vergleichbaren Bedingungen findet zwischen **2c** und t-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NCO sowie **2f** und H<sub>3</sub>CNCO keine Umsetzung statt.

### Diskussion der Spektren

Die spektroskopischen Daten der Verbindungen sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

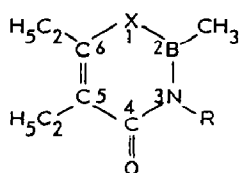
#### Massenspektren

Die Massenspektren (EI) der neu dargestellten 1,2,3-Dithiaborole zeigen Molpeaks mit rel. Intensitäten zwischen 53 (**2a**) und 100% (**2f**). Bei den 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-thiazaborin-4-onen wurden im Vergleich schwächere Fragmentierungen registriert. *M*<sup>+</sup> bildet den Basispeak bei **3a,c,d,f** und **g**. Fragmente der Masse [*M* - CH<sub>3</sub>] können in rel. Intensitäten zwischen 25 (**3e**) und 100% (**3b**) in jedem Spektrum zugeordnet werden. Liegen vier Methylgruppen am Ringgerüst gebunden vor **3a**, sinkt die rel. Intensität auf 11%. Die 5,6-diethylsubstituierten Derivate **3c–g** zeigen ferner ein olefinisches Fragment *m/z* 41 mit rel. Intensitäten zwischen 49 (**3c**) und 73% (**3e**). Die Selenanaloga [1] zu **3c–e** weisen in ihren Massenspektren (EI) eine stärkere Fragmentierung und geringere rel. Intensitäten von [*M*]<sup>+</sup> auf: [%] (Se-Analogon) **3c**: 100(25), **d**: 100(6), **e**: 62(25).

#### NMR-Spektren

<sup>1</sup>H-NMR-Spektren. Die erhaltenen Signale stimmen in Lage und Intensität mit den zu erwartenden überein. Ein Vergleich der Spektren von **3c–e** mit denen der Selenanaloga ergibt für BCH<sub>3</sub> eine geringe Tieffeldverschiebung beim Übergang von S → Se.

<sup>11</sup>B-, <sup>13</sup>C-NMR-Spektren. Der Ersatz des borständigen Bromatoms in **1a** durch eine Methylgruppe (**2a**) führt zu einer Tieffeldverschiebung um 12 ppm [3]. Nach Insertion der -N=C=O Gruppierung und Abspaltung eines S ist die B–N-Bindungsbildung <sup>11</sup>B-NMR-spektroskopisch durch eine Hochfeldverschiebung (**2a** → **3a**) von 15 ppm zu verfolgen. Beim Wertevergleich von **3c–e** mit denen der Selenaborin-4-one [1] unterscheiden sich entsprechende Verbindungen um 3.4–3.8 ppm:



#### Ausgewählte <sup>11</sup>B-NMR-Werte

R	δ( <sup>11</sup> B) (ppm)	
	X = S	Se
CH <sub>3</sub>	46.4	50.0
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	46.3	50.1
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	46.3	49.7

Tabelle 1

## Massen- und NMR-spektroskopische Daten

MS $m/z$ Verb. $M^+$ /Int. [Basispeak]		$\delta(^1\text{H})$ (ppm)		Int.	$\delta(^{13}\text{C})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)
<b>1a</b> 210/24 [86]	CH <sub>3</sub>	2.04	(q)(a)	[3H]	15.21	49.6
	CH <sub>3</sub>	2.38	(q)(a)	[3H]	17.28	
	B-C= 				138.3	
	S-C= 				170.40	
<b>2a</b> 144/53 [86]	B-CH <sub>3</sub>	0.94	(s)	[3H]	2.5	61.5
	CH <sub>3</sub>	1.97	(q)(a)	[3H]	15.05	
	CH <sub>3</sub>	2.33	(q)(a)	[3H]	16.79	
	B-C= 				138.2	
	S-C= 				166.96	
<b>2b</b> 172/64 [143]	B-CH <sub>3</sub>	0.96	(s)	[3H]	2.6	61.7
	CH <sub>3</sub>	0.99	(t)	[3H]	14.00	
	CH <sub>2</sub>	1.60–1.75	(br)	[2H]	23.32	
	=C-CH <sub>3</sub>	2.01	(s)	[3H]	15.07	
	=C-CH <sub>2</sub>	2.68–2.75	(br)	[2H]	33.63	
	B-C= 				137.6	
	S-C= 				172.46	
<b>2c</b> 172/53 [157]	B-CH <sub>3</sub>	0.97	(s)	[3H]	2.4	62.2
	CH <sub>3</sub>	1.03	(t)	[3H]	15.42	
	CH <sub>3</sub>	1.27	(t)	[3H]	15.54	
	CH <sub>2</sub>	2.46	(q)	[2H]	23.06	
	CH <sub>2</sub>	2.78	(q)	[2H]	24.70	
	B-C= 				137.6	
	S-C= 				172.46	
<b>2d</b> 186/90 [41]	CH <sub>3</sub>	1.04	(t)	[3H]	15.47	64.4
	B-CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	1.19	(t)	[3H]	11.37	
	CH <sub>3</sub>	1.28	(t)	[3H]	15.70	
	B-CH <sub>2</sub>	1.50	(q)	[2H]	12.2	
	CH <sub>2</sub>	2.46	(q)	[2H]	23.07	
	CH <sub>2</sub>	2.79	(q)	[2H]	24.68	
	B-C= 				143.7	
	S-C= 				174.74	
<b>2e</b> 200/32 [41]	CH <sub>3</sub>	1.06	(t)	[3H]	15.44	65.1
	CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.18	(d)	[6H]	21.67	
	CH <sub>3</sub>	1.29	(t)	[3H]	16.09	
	CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.90	(sp)	[1H]	18.8	
	CH <sub>2</sub>	2.49	(q)	[2H]	22.91	
	CH <sub>2</sub>	2.79	(q)	[2H]	24.78	
	B-C= 				143.2	
	S-C= 				176.07	

Tabelle 1 (Fortsetzung)

M/S $m/z$	Verb. $M^+$ /Int.		$\delta(^1\text{H})$		Int.	$\delta(^{13}\text{C})$	$\delta(^{11}\text{B})$
	[Basispeak]		(ppm)			(ppm)	(ppm)
<b>2f</b>	276/100 [276]	CH <sub>3</sub>	0.89	(t)	[3H]	15.38	61.4
		CH <sub>3</sub>	1.34	(t)	[3H]	15.46	
		Ar(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (2)	2.16	(s)	[6H]	22.97	
		Ar(CH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> (4)	2.28	(s)	[3H]	23.35	
		CH <sub>2</sub>	2.33	(q)	[2H]	21.20	
		CH <sub>2</sub>	2.86	(q)	[2H]	25.13	
		C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	6.84	(s)	[2H]		
		ArC(3,5)				127.31	
		B-C(1)				134.7	
		ArC(4)				137.80	
		ArC(2,6)				139.46	
		B-C=				144.1	
S-C=				176.78			
<b>3a</b>	169/100 [169]	B-CH <sub>3</sub>	0.82	(s)	[3H]	4.6	46.2
		CH <sub>3</sub>	2.05	(q)(b)	[3H]	15.20	
		CH <sub>3</sub>	2.20	(q)(b)	[3H]	24.07	
		N-CH <sub>3</sub>	3.20	(s)	[3H]	32.63	
		C(5)				126.88	
		C(6)				141.44	
		C=O				167.83	
<b>3b</b>	197/48 [182]	B-CH <sub>3</sub>	0.84	(s)		4.9	46.2
		CH <sub>3</sub>	0.98	(t)		13.76	
		CH <sub>2</sub>	1.54-1.68	(br)		22.17	
		=C-CH <sub>3</sub>	2.09	(s)		15.06	
		CH <sub>2</sub>	2.47-2.54	(br)		39.38	
		N-CH <sub>3</sub>	3.22	(s)		32.56	
		C(5)				126.51	
C(6)				146.22			
C=O				167.66			
<b>3c</b>	197/100 [197]	B-CH <sub>3</sub>	0.84	(s)	[3H]	4.9	46.4
		CH <sub>3</sub>	1.07	(t)	[3H]	14.01	
		CH <sub>3</sub>	1.21	(t)	[3H]	14.07	
		CH <sub>2</sub>	2.56	(q)	[2H]	22.46	
		CH <sub>2</sub>	2.59	(q)	[2H]	30.21	
		N-CH <sub>3</sub>	3.22	(s)	[3H]	32.55	
		C(5)				132.19	
		C(6)				148.22	
		C=O				167.61	
<b>3d</b>	211/100 [211]	B-CH <sub>3</sub>	0.85	(s)	[3H]	4.5	46.3
		CH <sub>3</sub>	1.06	(t)	[3H]	13.99	
		CH <sub>3</sub>	1.20	(t)	[3H]	14.02	
		CH <sub>3</sub>	1.21	(t)	[3H]	15.13	
		CH <sub>2</sub>	2.53	(q)	[2H]	22.45	
		CH <sub>2</sub>	2.58	(q)	[2H]	30.23	
		N-CH <sub>2</sub>	3.79	(q)	[2H]	40.46	
		C(5)				132.49	
		C(6)				148.05	
		C=O				166.97	

fortgesetzt

Tabelle 1 (Fortsetzung)

MS <i>m/z</i> Verb. <i>M</i> <sup>+</sup> /Int. [Basispeak]			$\delta(^1\text{H})$ (ppm)		Int.	$\delta(^{13}\text{C})$ (ppm)	$\delta(^{11}\text{B})$ (ppm)
<b>3e</b>	225/62 [183]	B-CH <sub>3</sub>	0.86	(s)	[3H]	5.4	46.3
		CH <sub>3</sub>	1.06	(t)	[3H]	13.94	
		CH <sub>3</sub>	1.20	(t)	[3H]	14.07	
		CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.48	(d)	[6H]	20.91	
		CH <sub>2</sub>	2.51	(q)	[2H]	22.43	
		CH <sub>2</sub>	2.55	(q)	[2H]	29.95	
		CH	4.38	(sp)	[1H]	45.77	
		C(5)				133.51	
		C(6)				147.13	
C=O				167.70			
<b>3f</b>	211/100 [211]	CH <sub>3</sub>	1.07	(t)	[3H]	14.03	47.7
		B-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	1.09	(t)	[3H]	8.89	
		CH <sub>3</sub>	1.23	(t)	[3H]	14.13	
		B-CH <sub>2</sub>	1.32	(q)	[2H]	12.8	
		CH <sub>2</sub>	2.57	(q)	[2H]	22.46	
		CH <sub>2</sub>	2.60	(q)	[2H]	30.50	
		N-CH <sub>3</sub>	3.20	(s)	[3H]	32.13	
		C(5)				132.12	
		C(6)				148.08	
C=O				167.68			
<b>3g</b>	225/100 [225]	CH <sub>3</sub>	1.07	(t)		13.82	48.4
		CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.10	(d)		19.16	
		CH <sub>3</sub>	1.23	(t)		13.94	
		CH	1.73	(sp)		17.9	
		CH <sub>2</sub>	2.59	(q)		22.26	
		CH <sub>2</sub>	2.60	(q)		30.37	
		N-NH <sub>3</sub>	3.25	(s)		32.02	
		C(5)				131.72	
		C(6)				147.66	
C=O				167.60			

<sup>a</sup> <sup>5</sup>J(HH) 0.7 Hz. <sup>b</sup> <sup>5</sup>J(HH) 0.9 Hz.

In den <sup>13</sup>C-NMR-Spektren von **1a** und **2** werden die stark verbreiterten [4,5], noch bei Raumtemperatur registrierbaren Signale den borständigen Kohlenstoffatomen zugeordnet. Die chemische Verschiebung des S-ständigen (C(6)), doppelt gebundenen Kohlenstoffs ändert sich nach Ersatz von Brom durch Methyl um 3.4 (**1a** → **2a**) bzw. 4.6 ppm (**1c** [R<sup>1</sup> = R<sup>2</sup> = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, R<sup>3</sup> = Br] → **2c**) zum hohen Feld. In der Reihe R<sup>3</sup> = CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, *i*-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, (H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub> sinkt diese Hochfeldverschiebung (R<sup>1</sup> = R<sup>2</sup> = C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>): 4.6; 2.3; 1.0; 0.3.

Die <sup>13</sup>C-NMR-Spektren der 2,3-Dihydro-4*H*-thiazaborin-4-one **3** zeigen jeweils im Bereich von 120–200 ppm neben einem Signal, welches der Carbonylgruppe zugeordnet wird, die Existenz zweier nicht borständiger Kohlenstoffatome. Bei der Strukturaufklärung der 2,3-Dihydro-4*H*-1,3,2-selenazaborin-4-one [1] war durch das Auftreten von SeC-Kopplungen eine genaue Zuordnung der registrierten Signale möglich. Da der Ersatz von Se durch S keine Umstrukturierung darstellt und Meßdaten gleicher Größenordnung erwarten läßt, ist durch Vergleich auch eine

genaue Zuordnung der  $^{13}\text{C}$ -NMR-Daten von **3** möglich:

Ausgewählte  $^{13}\text{C}$ -NMR-Daten

R	X	$\delta(^{13}\text{C})$ (ppm)			
		B-CH <sub>3</sub>	C(5)	C(6)	C=O
CH <sub>3</sub>	S	4.9	132.19	148.22	167.61
	Se	7.4	134.33	147.36	168.48
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	S	4.5	132.49	148.05	166.97
	Se	6.9	134.65	147.07	167.78
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	S	5.4	133.51	147.13	167.70
	Se	7.4	135.79	145.92	168.83

Sowohl für B-CH<sub>3</sub> als auch für C(5) und  $\text{>C=O}$  werden beim Ersatz von Se durch S substituentenabhängige Hochfeldverschiebungen beobachtet. Dagegen verschiebt sich das C(6) (X-ständig) zugeordnete Signal zum tiefen Feld.

### Beschreibung der Versuche

*C-, H-Bestimmungen:* Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen. *NMR-Spektren in CDCl<sub>3</sub> (Standard):*  $^1\text{H}$  (TMS int.): Bruker WP 80 SY;  $^{11}\text{B}$  ((H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O · BF<sub>3</sub> ext.);  $^{13}\text{C}$  (TMS int.): Bruker AM 250. *Massenspektren:* 70 eV, Varian-MAT-CH5 Spektrometer. Molekülpeaks sind durch Feldionisation gesichert.

Alle Reaktionen wurden in N<sub>2</sub>-Atmosphäre und getrockneten Lösungsmitteln ausgeführt.

Die präparativen Daten der Verbindungen sind in Tabelle 2 zusammengefaßt.

*Ausgangsverbindungen.* 3,5-Dibrom-1,2,4-trithia-3,5-diborolan [6] und 3-Brom-4,5-diethyl-1,2,3-dithiaborol [7] wurden nach Literaturangaben hergestellt.

*3-Brom-4,5-dimethyl-1,2,3-dithiaborol (1a).* In einem Monelzylinder (300 ml) wurde eine Reaktionsmischung aus 27.76 g 3,5-Dibrom-1,2,4-trithia-3,5-diborolan (0.1 mol), 10.82 g 2-Butin (0.2 mol) und 150 ml CCl<sub>4</sub> für 3 d auf 80 °C erhitzt. Nach Abtrennung des Solvens folgte die Produktdestillation im Hochvakuum.

*3,4,5-Trimethyl- (2a), 3,4-Dimethyl-5-n-propyl- (2b), 4,5-Diethyl-3-methyl- (2c), 3,4,5-Triethyl- (2d), 4,5-Diethyl-3-i-propyl- (2e), 4,5-Diethyl-3-(2,4,6)-trimethylphenyl- (2f)-1,2,3-dithiaborol.* Eine Grignard-Lösung, bereitet aus 1.22 g Mg-Spänen (50 mmol) und 4.75 g Methylbromid (50 mmol, für **2a-c**), 5.45 g Ethylbromid (50 mmol, für **2e**) bzw. 9.95 g Brommesitylen (50 mmol, für **2f**) und 150 ml Diethylether, wurde in eine auf -80 °C gekühlte Lösung von 10.45 g **1a** (50 mmol, für **2a**), 11.85 g 3-Brom-4-methyl-5-n-propyl (50 mmol, für **2b**) bzw. 11.85 g 3-Brom-4,5-diethyl-1,2,3-dithiaborol (50 mmol, für **2c-f**) in 500 ml n-Hexan getropft. Nach langsamem Auftauen folgten Abdekantieren von ausgefallenen Salzen, Abtrennung des Solvens und Produktdestillation im Hochvakuum.

*Reindarstellung von 2d, e.* Eine auf 0 °C gekühlte Lösung von 30 mmol des jeweiligen Rohproduktes (5.58 g **2d** bzw. 6.01 g **2e** (berechnet auf **2d, e**)) in 150 ml n-Hexan wurde mit 2.5 g festem Lithiohexamethyldisilazan (15 mmol) versetzt. Es folgten langsames Auftauen auf Raumtemperatur und 2 h Kochen am Rückfluß. Aufarbeitung: Abdekantieren der erkalteten Reaktionsmischung von ausgefallenen Salzen, Abtrennung des Solvens und Produktdestillation im Hochvakuum.

Tabelle 2

## Präparative Daten

Verb.	Ausbeute (g/%)	Sdp. bei 10 <sup>-2</sup> mbar (°C)	Summenformel Molmasse		Analysen (Gef. (ber.) (%))	
			Ber.	Gef. (MS)	C	H
1a	13/62	44	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> BBrs <sub>2</sub> 208.94	210	23.63 (22.99)	3.50 (2.89)
2a	3/42	28	C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> BS <sub>2</sub> 144.07	144	42.45 (41.69)	6.20 (6.30)
2b	4/46	48	C <sub>7</sub> H <sub>13</sub> BS <sub>2</sub> 172.12	172	49.28 (48.85)	8.08 (7.61)
2c	4.7/55	42	C <sub>7</sub> H <sub>13</sub> BS <sub>2</sub> 172.12	172	47.66 (48.85)	7.40 (7.61)
2d	6/65 <sup>a</sup> 3.1/56 <sup>b</sup>	58	C <sub>8</sub> H <sub>15</sub> BS <sub>2</sub> 186.15	186	51.47 (51.62)	8.32 (8.12)
2e	6.2/62 <sup>a</sup> 3.0/50 <sup>b</sup>	65	C <sub>9</sub> H <sub>17</sub> BS <sub>2</sub> 200.17	200	53.71 (54.00)	8.46 (8.56)
2f	4.8/35	132	C <sub>15</sub> H <sub>21</sub> BS <sub>2</sub> 276.27	276	66.33 (65.21)	7.74 (7.66)
3a	1.4/41	50 <sup>c</sup>	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> BNOS 169.05	169	49.79 (49.74)	7.34 (7.16)
3b	1.5/38	68	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> BNOS 197.11	197		
3c	2/51	56	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> BNOS 197.11	197	54.91 (54.84)	7.91 (8.18)
3d	2.1/50	69	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> BNOS 211.13	211	56.01 (56.89)	8.74 (8.59)
3e	1.8/40	72	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> BNOS 225.16	225	58.66 (58.68)	8.83 (8.95)
3f	1.9/48	57	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> BNOS 211.13	211	56.07 (56.89)	8.25 (8.59)
3g	2/44	82	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> BNOS 225.16	225	58.88 (58.68)	8.86 (8.95)

<sup>a</sup> Rohausbeute, gem. Gl. 3. <sup>b</sup> Ausbeute, gem. Gl. 4. <sup>c</sup> Sublimationstemp., Schmp.: 62°C.

2,3,5,6-Tetramethyl- (3a), 2,3,6-Trimethyl-5-n-propyl- (3b), 5,6-Diethyl-2,3-dimethyl- (3c), 3,5,6-Triethyl-2-methyl- (3d), 5,6-Diethyl-2-methyl-3-i-propyl- (3e), 2,5,6-Triethyl-3-methyl- (3f), 5,6-Diethyl-3-methyl-2-i-propyl- (3g)-2,3-dihydro-4H-1,3,2-thiazaborin-4-on. Auf 20 mmol des jeweiligen 1,2,3-Dithiaborols (2.88 g 2a für 3a, 3.44 g 2b für 3b, 3.44 g 2c für 3c-e, 3.72 g 2d für 3f, 4.00 g 2e für 3g) wurden bei -196°C 1.14 g Methylisocyanat (20 mmol, für 3a-c, f, g), 1.42 g Ethylisocyanat (20 mmol, für 3d) bzw. 1.70 g i-Propylisocyanat (20 mmol, für 3e) aufkondensiert. Nach langsamem Auftauen auf Raumtemperatur wurde für 14 h auf 120°C erhitzt. Produktisolierung durch Destillation im Hochvakuum.

## Dank

Für die Förderung dieser Arbeit danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie, die entsprechende Mittel über Herrn Prof. A. Meller zur Verfügung gestellt haben.



## Literatur

- 1 C. Habben und A. Meller, Chem. Ber., 119 (1986) 1189.
- 2 C. Habben und A. Meller, Chem. Ber., 117 (1984) 2531.
- 3 H. Nöth und B. Wrackmeyer, Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy of Boron Compounds, Springer, Berlin-Heidelberg-New York 1978.
- 4 J.D. Odom, T.F. Moore, R. Goetze, H. Nöth und B. Wrackmeyer, J. Organomet. Chem., 173 (1979) 15.
- 5 B.R. Gragg, W.J. Layton und K. Niedenzu, J. Organomet. Chem., 132 (1977) 29.
- 6 M. Schmidt und W. Siebert, Chem. Ber., 102 (1969) 2752.
- 7 C. Habben, W. Maringele und A. Meller, Z. Naturforsch. B, 37 (1982) 43.