

Über die Bildung kondensierter Borazinderivate bei der Grignardmethylierung von 2,4,6-Trichlorborazin

Kurze Mitteilung

Von

A. Meller und H. Egger

Aus dem Institut für Anorganische und Allgemeine Chemie
der Technischen Hochschule und
dem Organisch-Chemischen Institut der Universität Wien

(Eingegangen am 7. März 1966)

Unlängst wurde im Zusammenhang mit der Darstellung N-unsymmetrisch substituierter Borazinderivate¹ über die Bildung von 2,4,6,4',6'-Pentamethyl-biborazinyl-1,2' (**1**) als wesentliches Nebenprodukt bei der Grignardmethylierung von 2,4,6-Trichlorborazin berichtet. Die Struktur der Verbindung **1** ergab sich aus dem leicht zu interpretierenden Infrarotspektrum¹.

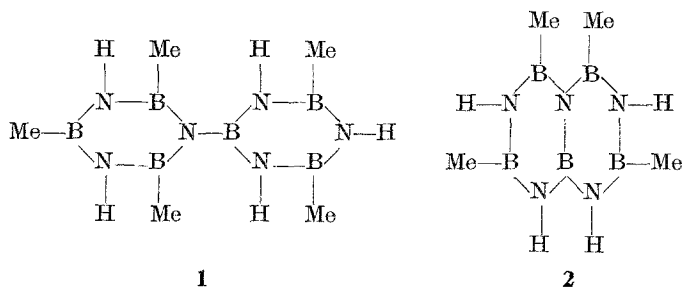
Ähnliche experimentelle Angaben über die Grignardmethylierung von 2,4,6-Trichlorborazin wurden nun auch von anderer Seite gemacht², doch wurde dort dem wesentlichen Nebenprodukt, dessen physikalische Daten einschließlich des IR-Spektrums und der Analysen dem 2,4,6,4',6'-Pentamethylbiborazinyl-1,2' (**1**) gut entsprechen, auf Grund der kryoskopischen Molegewichtsbestimmung eine naphthalinartige Struktur (**2**) zugeschrieben.

Auf Grund der analytischen Ergebnisse ist eine Entscheidung zwischen der diphenylanalogen Struktur (**1**) mit der Summenformel $C_5H_{20}B_6N_6$ (Molegewicht 229,2) und der naphthalinanalogen Struktur (**2**) mit der Summenformel $C_4H_{16}B_5N_5$ (Molegewicht 188,3) nicht mit Sicherheit möglich. Die Ausbildung von naphthalinanalogen Kondensationsprodukten in größerer Menge bei der Grignardalkylierung von 2,4,6-Trichlorborazin ist jedoch nicht sehr wahrscheinlich. Auch sollte man für ein Derivat der Struktur **2** andere als die gefundenen physikalischen Eigenschaften erwarten.

¹ A. Meller und R. Schlegel, *Mh. Chem.* **96**, 1209 (1965).

² J. L. Boone und G. W. Willcockson, *Inorg. Chem.* **5**, 311 (1966).

Um eine endgültige Entscheidung zu erreichen, wurde das in Frage stehende Produkt massenspektrometrisch untersucht. Das erhaltene Massenspektrum zeigt die einem chemischen Molgewicht von 229 entsprechende Isotopengruppierung, wobei die für die einzelnen Massenzahlen erhaltenen Intensitäten einem Borgehalt von 6 B-Atomen pro Molekül entsprechen³. Weitere starke Peak-Gruppen finden sich um *MZ* 214 (*M* — CH₃) und *MZ* 198 (entsprechend einer nachfolgenden Abspaltung von CH₄; H-Wanderung!), was auch durch eine metastabile Peak-Gruppe um *MZ* 183,5 bestätigt wird.



Dadurch ist die biphenylartige Struktur **1** für das wesentliche Nebenprodukt der Grignardmethylierung von 2,4,6-Trichlorborazin gesichert. Die Untersuchung erfolgte im Zuge einer von der Owens-Illinois Glass Company, Toledo/Ohio, USA., unterstützten Arbeit.

³ D. Henneberg, Z. Analyt. Chem. **205**, 124 (1964).