

Monomere Iminoborane mit Diphenylbrommethylgruppen

(Kurze Mitteilung)

Diphenylbromomethylsubstituted Monomeric Iminoboranes

(Brief Report)

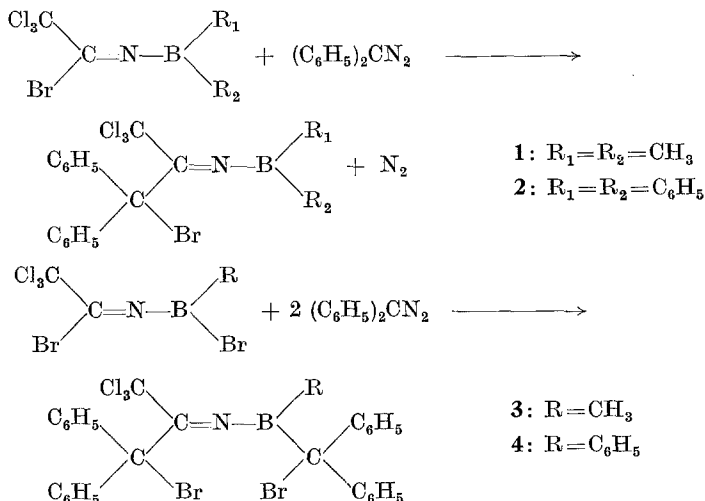
Von

A. Meller und W. Maringele

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule Wien

(Eingegangen am 16. September 1970)

Monomere, Brom-substituierte Iminoborane reagieren in Lösung von gesättigten Kohlenwasserstoffen glatt mit Diphenyldiazomethan, wobei sowohl B- als auch C-ständiges Br reagiert:



Die Verbindungen 1—4 sind hochviskose Öle bzw. niedrig schmelzende Feststoffe. Infolge des sehr gedrängten Aufbaues der Moleküle, der, wie *Stuart—Briegleb*-Modelle zeigen, eine freie Drehbarkeit der substituierenden Gruppen nicht zuläßt, zersetzen sich die Verbindungen beim Versuch der Destillation im Hochvakuum. Die schwach exothermen Umsetzungen verlaufen bei Zimmertemperatur rasch und quantitativ unter Stickstoffentwicklung, wobei die tiefrote Farbe des Diphenyl-

diazomethans sofort verschwindet, solange noch unumgesetztes Bromiminoboran vorhanden ist. Dies ermöglicht die Durchführung der Reaktion in Form einer Titration. Die IR-Spektren der Produkte zeigen die für monomere Iminoboranderivate charakteristische (C=N)-Valenzbande^{1, 2} um 1820 cm⁻¹.

Der Fa. Owens-Illinois Inc., Toledo/Ohio (USA), wird für die Förderung dieser Arbeit gedankt.

Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen erfolgten unter Feuchtigkeitsausschluß. Die als Ausgangssubstanzen dienenden Bromiminoborane wurden, wie früher beschrieben², dargestellt.

Diphenyldiazomethan wurde nach der Vorschrift von Müller³ bereitet und die tiefroten Kristalle in Pentan gelöst. Längeres Stehen des kristallisierten Diphenyldiazomethans führte in einem Fall zu einer spontanen, fast explosionsartigen Zersetzung der Substanz.

Zu 0,05 Mol des Bromiminoborans, gelöst in 180 ml Pentan, wurden 0,05 (bzw. 0,1) Mol (C₆H₅)₂CN₂, gelöst in Pentan, unter Rühren bei Zimmertemp. zugetropft, wobei sich die Diphenyldiazomethanlösung sofort entfärbte, und sich N₂ entwickelte. Nach Zusatz der berechneten Menge, der auch durch Ausbleiben der weiteren Entfärbung erkannt wird, wurde noch kurz weitergerührt und dann das Pentan im Vak. abgedampft. Hierbei verbleiben die Produkte in Form zäher gelblicher Öle oder niedrig schmelzender Kristalle; beim Erhitzen im Hochvak. auf über 100° zersetzen sich die Verbindungen.

Diphenylbrommethyl(trichlormethyl)methyleniminodimethylboran (1)

Hochviskoses gelbliches Öl. ν (CN) 1815 cm⁻¹.

C₁₇H₁₆BBBrCl₃N. Ber. C 47,40, H 3,71, N 3,25.
Gef. C 49,56, H 4,23, N 3,34.

Diphenylbrommethyl(trichlormethyl)methyleniminodiphenylboran (2)

Gelblicher Feststoff. Schmp. 40° (unscharf), ν (CN) 1820 cm⁻¹.

C₂₇H₂₀BBBrCl₃N. Ber. C 58,40, H 3,60, B 1,98, N 2,52.
Gef. C 58,50, H 4,48, B 2,04, N 2,46.

Diphenylbrommethyl(trichlormethyl)methyleniminodiphenylbrommethyl(methyl)boran (3)

Gelblicher Feststoff. Zersetzung bei über 100°, ν (CN) 1825 cm⁻¹.

C₂₉H₂₃BBBr₂Cl₃N. Ber. C 52,60, H 3,48, B 1,66, N 2,22.
Gef. C 52,24, H 4,18, B 1,57, N 2,14.

¹ J. R. Jennings, I. Pattison, C. Summerford, K. Wade und B. K. Wyatt, Chem. Commun. **1968**, 25.

² A. Meller und W. Maringgele, Mh. Chem. **99**, 2504 (1968).

³ I. B. Müller, J. Org. Chem. **24**, 561 (1959).

*Diphenylbrommethyl(trichlormethyl)methyleniminodiphenylbrom-
methyl(phenyl)boran (4)*

Gelbliche Kristalle. Schmp. 130° (Zers.), ν (CN) 1815 cm^{-1} .

$\text{C}_{34}\text{H}_{25}\text{BBr}_2\text{Cl}_3\text{N}$. Ber. C 56,40, H 3,45, B 1,52, N 1,93.
Gef. C 55,29, H 4,12, B 1,44, N 1,96.