

## 1,1,4-Trimethyl-4-(iminomethylen)-2-tetrazen

(Kurze Mitteilung)

Von

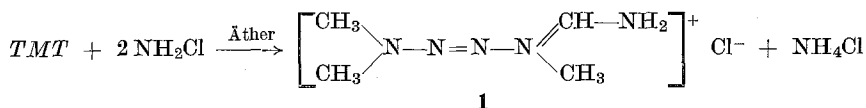
K. Utvary und G. Vitovec

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule  
Wien, Österreich

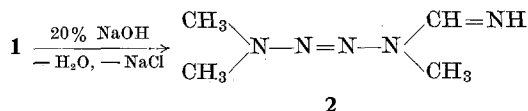
(Eingegangen am 30. März 1973)

### 1.1.4-Trimethyl-4-(iminomethylene)-2-tetrazene

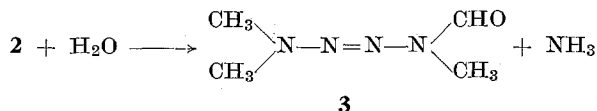
Bei der Umsetzung von Tetramethyl-2-tetrazen (*TMT*) mit ammoniakfreiem Chloramin konnte das 1,1,4-Trimethyl-4-(aminomethylen)-2-tetrazeniumchlorid (**1**) erhalten werden<sup>1</sup>.



Unter geeigneten Bedingungen läßt sich **1** in wäßriger Lösung mit einer starken Base (Alkalihydroxid) quantitativ in das 1,1,4-Trimethyl-4-(iminomethylen)-2-tetrazen (**2**, Schmp.: 38—40°) überführen.



**2** ist eine nur kurze Zeit beständige, farblose kristallinische Verbindung, die von Wasser leicht hydrolysiert wird und unter Abspaltung von Ammoniak in 1,1,4-Trimethyl-4-formyl-2-tetrazen (**3**) übergeht.



**3** läßt sich auch unmittelbar aus *TMT* und Natriumpermanganat in Aceton darstellen<sup>2</sup>.

Banden mittlerer bzw. starker Intensität im IR-Spektrum von **2** bei 3335 cm<sup>-1</sup> und 1620 cm<sup>-1</sup> können der NH-Valenz- und der

$>C=N$ -Valenzschwingung zugeordnet werden. Im  $^1H$ -NMR-Spektrum treten folgende Signale auf:

$\tau$	Zuordnung	Integration
7,06	$(CH_3)_2N-$	6
6,78	$CH_3-N$	3
3,98	$HN=$	1
1,68	$\equiv CH$	1

Das Molekulargewicht von **2** wird durch  $m/e$  129 ( $M=129,17$ ) im Massenspektrum bewiesen.

### Experimenteller Teil

#### 1,1,4-Trimethyl-4-(iminomethylen)-2-tetrazen

1 g **1** wurde in 5 ml destill. Wasser gelöst und die Lösung mit 30 ml Äther überschichtet. Unter kräftigem Rühren und Kühlung auf  $0^\circ$  wurden 10 ml 20proz. NaOH zugegeben. Anschließend wurde die org. Phase abgetrennt, über BaO getrocknet und eingedampft. Als Rückstand wird **2** als farblose, kristalline Verbindung erhalten; Ausb. quantitativ, Schmp.  $38-40^\circ$ .

$C_4H_{11}N_5$ .	Ber. C 37,20, H 8,52, N 54,22.
	Gef. C 37,12, H 8,58, N 54,03.

*IR-Spektrum* (Doppelgitterspektrograph Perkin-Elmer 457).  $CCl_4$ -Lösung, Schichtdicke 0,1 mm ( $cm^{-1}$ ): 3335 (m), 2990 (m), 2950 (st), 2850 (st), 2780 (m), 1700 (m), 1620 (sst), 1530 (st), 1460 (m), 1405 (st), 1380 (m), 1350 (stt), 1280 (sst), 1240 (st), 1132 (st), 1020 (sst), 832 (m), 700 (st), 585 (st).

sst = sehr stark, st = stark, m = mittel.

$^1H$ -NMR: Varian A-60 A bei 60 MHz in  $CCl_4$ ; TMS als interner Standard.

*Massenspektrum*: Das Massenspektrum wurde mit einem doppelt fokussierendem Spektrographen (Varian MAT SM 1 B) bei 70 eV aufgenommen.  $m/e$  (rel. Int. %): 129 (38), 103 (11), 102 (100), 85 (12), 81 (93), 72 (14), 59 (17), 58 (7), 57 (7), 54 (13), 45 (13), 44 (10), 43 (5).

### Literatur

- <sup>1</sup> K. Utvary, G. Vitovec, Mh. Chem. **102**, 767 (1971).
- <sup>2</sup> W. E. Thun, R. McBride, J. Org. Chem. **34**, 2997 (1969).

Eigentümer: Österreichische Akademie der Wissenschaften, Dr. Ignaz Seipel-Platz 2, A-1010 Wien. — Herausgeber: Österreichische Akademie der Wissenschaften, Dr. Ignaz Seipel-Platz 2, A-1010 Wien, und Verein Österreichischer Chemiker, Eschenbachgasse 9, A-1010 Wien. — Verlag: Springer-Verlag, Mölkerbastei 5, A-1011 Wien. — Für den Textteil verantwortlich: Prof. Dr. Friedrich Kuffner, Währinger Straße 38, A-1090 Wien. — Für den Anzeigenteil verantwortlich: Bruno Schweder, Schweizertalstraße 8-10, A-1130 Wien. — Druck: Adolf Holzhausens Nachfolger, Kandlgasse 19-21, A-1070 Wien

Printed in Austria