

Synthese und Struktur von Vinamidinatodiiodalanen [1]

Norbert Kuhn*, Stefan Fuchs und Manfred Steimann

Tübingen, Institut für Anorganische Chemie der Universität

Bei der Redaktion eingegangen am 6. August 2001.

Professor Michael Hanack zum 70. Geburtstag gewidmet

Inhaltsübersicht. Die Diiodalane $(C_5H_7R_2N_2)AlI_2$ [6; R = Me (a), Ph (c)] werden durch Umsetzung der entsprechenden Alane $(C_5H_7R_2N_2)AlH_2$ (5) und $[Me_3NH]I$ in guten Ausbeuten erhalten. Hierzu alternativ lässt sich $(C_5H_7R_2N_2)AlI_2$ [6; R = *iso*-Pr (b)], wie

auch 6a, aus dem Lithium-Derivat des entsprechenden Vinamidins $C_5H_7R_2NLi$ (8) und AlI_3 gewinnen. $(C_5H_7Me_2N_2)AlBr_2$ (9a) ist auf beiden Wegen zugänglich. Die Kristallstrukturen von 6a und 6b werden berichtet.

Synthesis and Structure of Vinamidinatodiiodo Alanes [1]

Abstract. The diiodoalanes $(C_5H_7R_2N_2)AlI_2$ [6; R = Me (a), Ph (c)] are obtained from the corresponding alanes $(C_5H_7R_2N_2)AlH_2$ (5) and $[Me_3NH]I$ in good yields. $(C_5H_7R_2N_2)AlI_2$ [6; R = *iso*-Pr (b)] is alternatively prepared, as well as 6a, from the corresponding vinamidine lithium compound $C_5H_7R_2NLi$ (8) and AlI_3 .

$(C_5H_7Me_2N_2)AlBr_2$ (9a) is formed according to both methods. The X-ray structures of 6a and 6b are reported.

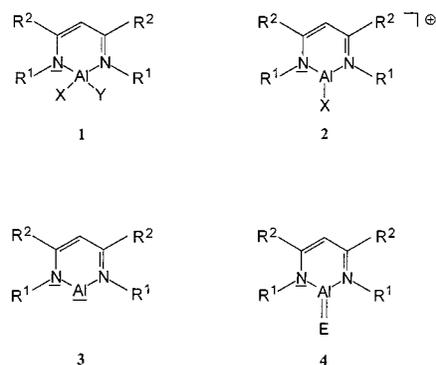
Keywords: Aluminum; Iodine; Chelates; Crystal structure

Einleitung

Vinamidin-Komplexe des Aluminiums der Koordinationszahl 4 (1) sind, beginnend mit unserer Beschreibung des Dichlorderivates (1, $R^1, R^2 = Me$; X, Y = Cl [2]), durch uns [1, 3–5] und andere [6–11] Gegenstand zahlreicher Untersuchungen geworden. Besonderes Interesse hat hierbei der ausgehend von 1 erfolgende Aufbau neuartiger Strukturen (2–4) gefunden [12–14]. Bei Versuchen zur Substitution von X bzw. Y in 1 haben wir für die Dichloralane wegen der dort bevorzugt eintretenden Ringspaltung nur wenig befriedigende Ergebnisse erhalten; deshalb waren wir am Aufbau substitutionslabiler Vinamidin-Alane interessiert. Wir beschreiben nachfolgend die Synthese und Charakterisierung der Diiodalane 6 (R = Me, *i*Pr, Ph), die wir bereits als Tagungsbericht als erste bekannte Vinamidindiiodoalane vorgestellt haben [15]. Ein alternativer Zugang zu 6 (R = 2,6-*i*PrC₆H₃) wurde vor kurzem von anderer Seite veröffentlicht [16].

Synthese von Vinamidinatodiiodalanen

Vinamidinatodiiodalane lassen sich, anders als ihre Dichloranaloga [2], durch direkte Umsetzung der Vinamidine mit Aluminiumtriiodid in Gegenwart von Hilfsbase nicht in befriedigender Weise erhalten. Auch der Austausch der



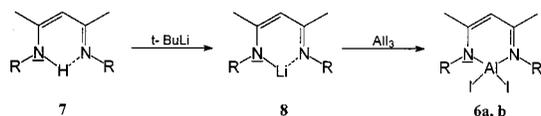
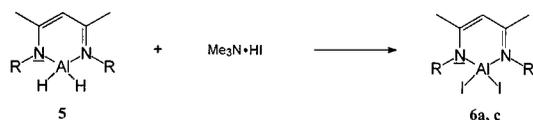
Schema 1

Chlorosubstituenten in $(C_5H_7R_2N_2)AlCl_2$ führt nicht zum Ziel. Wir haben deshalb nach anderen Wegen zum Aufbau von 6 gesucht.

Die hohe Reaktivität der Alane 5a und 5c [4] gegenüber protischen Agentien [17] lässt sich auch zum Aufbau der Titelverbindungen nutzen. Durch Umsetzung mit $[Me_3NH]I$ werden die Diiodalane 6a und 6c als schwach gelbe, sehr hydrolyseempfindliche und thermolabile Feststoffe in sehr guten Ausbeuten erhalten. Bei Verwendung des Alans 5b ist eine vollständige Abreaktion unter schonenden Bedingungen nicht zu erreichen; hierfür können sowohl sterische wie auch elektronische Ursachen verantwortlich sein. Hier führt die Umsetzung der lithiierten Vinamidine 8 [6, 18] mit Aluminiumtriiodid zum Erfolg. Auf diesem Wege haben wir neben 6b auch 6a erhalten.

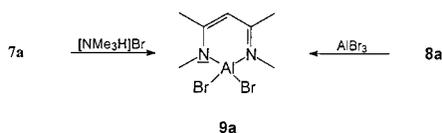
Nach beiden zuvor geschilderten Verfahren ist auch das Dibromalan 9a in sehr guten Ausbeuten zugänglich. Die

* Prof. Dr. N. Kuhn
Institut für Anorganische Chemie der Universität Tübingen
Auf der Morgenstelle 18
D-72076 Tübingen
Fax: +(49 7071) 29 5306
E-mail: kuhn@uni-tuebingen.de

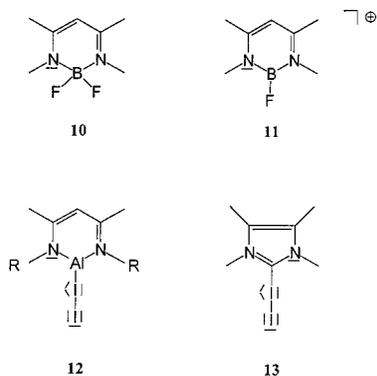


R = Me (a), iPr (b), Ph (c)

Schema 2



Schema 3



Schema 4

Bildung von **9c** läßt sich bei Verwendung entsprechender Edukte spektroskopisch belegen. Im Falle von **9a** gelingt die Synthese auch durch Umsetzung des Vinamidins **7a** mit Aluminiumtribromid in Gegenwart von Triethylamin als Hilfsbase.

Ein Vergleich der NMR-Daten von **6** (vgl. Exp. Teil) ergibt nur einen geringen Einfluß der Stickstoff-ständigen Substituenten auf die Verschiebungswerte. Auch die Gegenüberstellung der Diiodide mit den Dichloriden gleicher Vinamidine [3] sowie mit **9a** ergibt keine nennenswerten Differenzen hinsichtlich der ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektren. Auffällig jedoch ist für **6** die deutliche Verschiebung der Signallagen zu tiefem Feld in den ^1H -NMR-Spektren beim

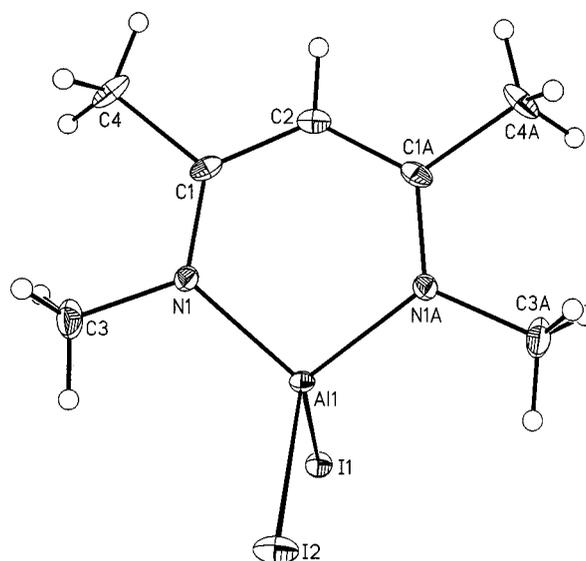


Abb. 1 Ansicht von $\text{C}_7\text{H}_{13}\text{AlI}_2\text{N}_2$ (**6a**) im Kristall.

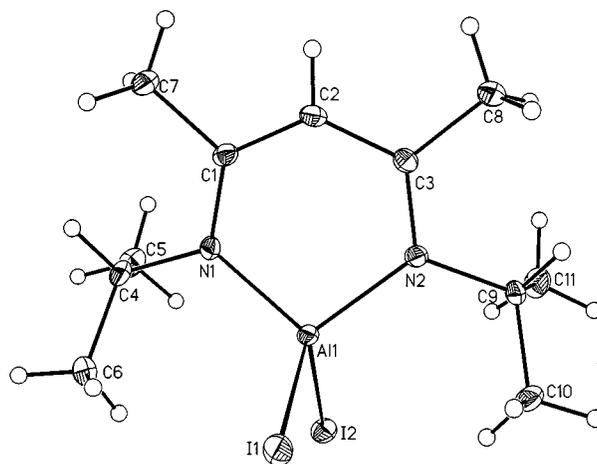


Abb. 2 Ansicht von $\text{C}_{11}\text{H}_{21}\text{AlI}_2\text{N}_2$ (**6b**) im Kristall.

Übergang von C_6D_6 auf CD_2Cl_2 als Lösungsmittel. Wir haben einen ähnlichen Effekt beim Vergleich der ^1H -NMR-Spektren (CD_2Cl_2) von **10** und **11** beobachtet [2, 19] und interpretieren diesen Befund deshalb als Hinweis auf eine in polaren Lösungsmitteln eintretende Dissoziation von Iodid unter Bildung entsprechender Kationen des Typs **2**. Die Relevanz dieser Kationen wird durch die Fragmentierungsschemata der Massenspektren (EI) bestätigt. Hingegen entspricht die gegenüber **1** (X, Y = Cl) und **9a** deutliche Hochfeldverschiebung der Signallage von **6** in den ^{27}Al -NMR-Spektren dem beim Wechsel der Halogensubstituenten [20] bekannten Befund, der allerdings generell von der im Gleichgewicht erfolgenden Spaltung der AlI-Bindung beeinflusst sein kann.

Tabelle 1 Kristalldaten und Angaben zu den Kristallstrukturbestimmungen von **6a** (C₇H₁₃AlI₂N₂) und **6b** (C₁₁H₂₁AlI₂N₂)

	6a	6b
Zelleinheiten	a = 14.67(2) Å, b = 9.45(2) Å, β = 108.3(1)° c = 9.53(2) Å,	a = 7.3762(5) Å, b = 15.565(3) Å, β = 101.706(6)° c = 14.4718(12) Å
Zellvolumen/Å ³	1254(5)	1627.0(3)
Z	4	4
Berechnete Dichte/g/cm ³	2.151	1.886
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/m	P2(1)/n
Meßgerät		Siemens P4
Wellenlänge		0.71073
Meßtemperatur/K	173(2)	173(2)
Gemessener θ-Bereich	2.60 to 27.48°	2.62 to 27.54°
Gesammelte Reflexe	4164	3809
unabhängige Reflexe	1529 (R _{int} = 0.1328)	2844 (R _{int} = 0.0747)
Strukturaufklärung		Patterson
Strukturverfeinerung		Vollmatrix Least Squares an F ²
verwendete Programme		Shelxtl V5.1 (NT)
Endgültige R-Werte		
[I > 2σ(I)]	R1 = 0.0745, wR2 = 0.1632	R1 = 0.0734, wR2 = 0.1870
Sämtliche Daten	R1 = 0.0760, wR2 = 0.1672	R1 = 0.0813, wR2 = 0.2050
Größtes Maximum und Minimum	6.380 and -2.779 e.Å ⁻³	2.524 and -2.172 e.Å ⁻³

Tabelle 2 Atomkoordinaten (·10⁴) und äquivalente isotrope Thermalparameter (Å²·10³) für **6a**. U_{eq} ist definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij}-Tensors.

Atom	x	y	z	U _{eq}
Al(1)	6909(1)	5000	6513(2)	20(1)
I(1)	8718(1)	5000	6952(1)	26(1)
I(2)	6061(1)	5000	3764(1)	36(1)
N(1)	6571(3)	6505(4)	7486(5)	23(1)
C(1)	6358(4)	6334(6)	8745(6)	27(1)
C(2)	6302(6)	5000	9357(9)	31(2)
C(3)	6554(6)	7942(6)	6883(9)	42(1)
C(4)	6143(4)	7614(8)	9518(8)	41(1)

Tabelle 3 Ausgewählte Bindungslängen/Å und -winkel/° für **6a**

Al(1)-N(1)	1.848(5)	N(1)-Al(1)-N(1)#1	100.6(3)
Al(1)-N(1) #1	1.848(5)	N(1)-Al(1)-I(2)	113.49(17)
Al(1)-I(2)	2.522(6)	N(1)#1-Al(1)-I(2)	113.49(17)
Al(1)-I(1)	2.554(5)	N(1)-Al(1)-I(1)	110.28(17)
N(1)-C(1)	1.341(7)	N(1)#1-Al(1)-I(1)	110.28(17)
C(1)-C(2)	1.401(7)	I(2)-Al(1)-I(1)	108.51(16)
		C(1)-N(1)-Al(1)	122.0(4)
		N(1)-C(1)-C(2)	122.7(5)
		C(1)#1-C(2)-C(1)	128.1(7)

Symmetrietransformation zur Generierung äquivalenter Atome:
#1 x, -y+1, z

Die Kristallstrukturen der Diiodalane **6a** und **6b**

Für den Aufbau der Diiodalane im festen Zustand besteht neben dem Typ des Neutralmoleküls (**1**, X, Y = I) des Salzes (**2**, X = I, Iodid-Salz) prinzipiell die Möglichkeit der Koordination eines Alandiyl-Liganden an das Iod-Molekül (**12**), die sinngemäß in den bekannten Carben-Addukten **13** realisiert wird [21]. Das Ergebnis der Kristallstrukturanalysen von **6a** und **6b** (Abb. 1 und 2, Tab. 1–5) zeigt jedoch auch für die Diiodalane den molekularen Aufbau entsprechend **1** im Kristall.

Tabelle 4 Atomkoordinaten (·10⁴) und äquivalente isotrope Thermalparameter (Å²·10³) für **6b**. U_{eq} ist definiert als ein Drittel der Spur des orthogonalen U_{ij}-Tensors.

Atom	x	y	z	U _{eq}
Al(1)	5142(3)	2670(1)	4560(1)	25(1)
I(1)	7331(1)	3139(1)	6070(1)	40(1)
I(2)	2458(1)	1802(1)	4943(1)	37(1)
N(1)	4279(10)	3623(3)	3814(4)	25(1)
N(2)	6457(11)	2041(4)	3804(4)	30(2)
C(1)	5066(13)	3792(4)	3066(4)	30(2)
C(2)	6333(15)	3261(5)	2758(5)	33(2)
C(3)	6942(13)	2424(4)	3058(4)	30(2)
C(4)	2796(16)	4200(5)	3986(6)	41(2)
C(5)	939(17)	3888(6)	3455(8)	48(2)
C(6)	2784(17)	4314(6)	5026(6)	43(2)
C(7)	4599(16)	4607(5)	2498(6)	39(2)
C(8)	8124(18)	1978(6)	2490(6)	44(3)
C(9)	7022(13)	1126(4)	3992(5)	30(2)
C(10)	7448(17)	921(5)	5043(5)	43(3)
C(11)	5536(17)	527(5)	3459(6)	44(2)

Tabelle 5 Ausgewählte Bindungslängen/Å und -winkel (°) von **6b**

I(1)-Al(1)	2.547(2)	N(1)-Al(1)-N(2)	103.5(3)
I(2)-Al(1)	2.549(2)	N(1)-Al(1)-I(1)	110.48(19)
Al(1)-N(1)	1.869(6)	N(2)-Al(1)-I(1)	109.7(2)
Al(1)-N(2)	1.878(7)	N(1)-Al(1)-I(2)	111.0(2)
N(1)-C(1)	1.354(10)	N(2)-Al(1)-I(2)	111.5(2)
N(2)-C(3)	1.344(10)	I(1)-Al(1)-I(2)	110.52(7)
C(1)-C(2)	1.387(13)	C(1)-N(1)-Al(1)	117.7(5)
C(3)-C(2)	1.416(10)	C(3)-N(2)-Al(1)	119.4(5)
		N(1)-C(1)-C(2)	124.6(6)
		N(2)-C(3)-C(2)	122.3(7)
		C(1)-C(2)-C(3)	130.0(8)

Ein Vergleich der Strukturen von **6a** und **6b** dokumentiert den auch schon für die Verbindungspare der entsprechenden Alane [4] und Dichloralane [3] beobachteten geringen Einfluß der Stickstoff-Substituenten auf die Ringstruktur (zu Einzelwerten der Strukturen vgl. Tab. 3 und 5).

Auch das Ausmaß der Faltung entlang der Ringdiagonalen Al(1)-C(2) ist ähnlich [Interplanarwinkel Al(1)N(1)C(1)/Al(1)N(2)C(3) 11° (**6a**) bzw. 13° (**6b**)]. Die AlI-Abstände [**6a**: Al(1)-I(1) 2.554(5), Al(1)-I(2) 2.522(6); **6b**: Al(1)-I(1) 2.547(2), Al(1)-I(2) 2.549(2) Å] liegen im AlI-Normbereich von Verbindungen des Aluminiums der Koordinationszahl 4.

Die Gegenüberstellung von Strukturen entsprechend substituierter Vinamidinalane [4] und Vinamidindichloralane [3] erbringt gleichfalls keine nennenswerten Unterschiede, so daß die dort geführte Diskussion auf die Titelverbindungen übertragen werden kann. Auffällig jedoch ist die in allen Verbindungen (1, X, Y = H, Cl, I) beobachtete Konstanz der Bindungswinkel X-Al-Y [I(1)-Al-I(2) 108.51(16), (**6a**), 110.52(7) (**6b**)], die in deutlichem Widerspruch zur Aussage des VSEPR-Konzepts [22] steht und vermutlich durch den Einbau der Aluminium-Atome in das starre Sechsringsystem gesteuert wird. Wir sehen die hohe Reaktionsbereitschaft von **6** auch in Zusammenhang mit der hierdurch erzwungenen Annäherung der Iodatome.

Experimenteller Teil

Sämtliche Arbeiten wurden in gereinigten Lösungsmitteln unter Schutzgas durchgeführt. **5a-c** [4], **7a** [23], und **7b** [3] wurden nach Literaturangaben hergestellt. Die verwendeten Ammoniumsalze haben wir durch Umsetzung der wäss. Lösungen von Trimethylamin mit den entsprechenden Säuren, azeotrope Trocknung und nachfolgende Sublimation der hieraus gewonnenen Produkte erhalten. Weitere Angaben zu den Kristallstrukturuntersuchungen können beim Cambridge Crystallographic Data Centre (E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk) unter Angabe der Hinterlegungsnummern CCDC 177372 (**6a**) und CCDC 177373 (**6b**) angefordert werden.

(C₇H₁₃N₂)AlI₂ (**6a**). Eine Lösung von 1.54 g (10 mmol) **5a** in 60 ml Dichlormethan wird bei -20 °C mit 3.74 g (20 mmol) [Me₃NH]I versetzt und 3 h bei -20 °C gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 0 °C, nach weiteren 8 h auf Raumtemperatur erwärmt. Der nach Entfernen des Lösungsmittels i. Vak. verbliebene Rückstand wird dreimal mit je 20 ml Toluol extrahiert. Der nach erneutem Eindampfen verbliebene Feststoff wird aus Toluol/Pentan bei -30 °C umkristallisiert. Ausbeute: 3.6 g (89 %), schwach gelbe Kristalle. **6a** wird analog zu **6b** auch durch Umsetzung von **8a** mit AlI₃ (94 % Ausbeute) erhalten.

Elementaranalyse für C₇H₁₃AlI₂N₂ (M = 405.98 g/mol): C 20.22 (ber. 20.71), H 3.52 (3.23), N 6.37 (6.90) %.

¹H-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], TMS): δ = 2.06 [1.13] (s, 6 H, 4,6-Me), 3.00 [2.52] (s, 6 H, 1,3-Me), 5.02 [4.33] (s, 1 H, 5-H).

¹³C-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], TMS): δ = 22.2 [21.2] (4,6-Me), 34.6 [34.0] (1,3-Me), 99.1 [98.9] (C5), 171.5 [170.6] (C4,6).

²⁷Al-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], [Al(H₂O)₆]³⁺): δ = 86 [84]. MS (EI, 70 eV): m/z = 406 (13 [M⁺]), 279 (100 [M⁺ - I]) und weitere Bruchstücke.

(C₁₇H₁₇N₂)AlI₂ (**6c**). Eine Lösung von 0.8 g (3.80 mmol) **5c** in 30 ml Dichlormethan wird bei 0 °C mit 1.08 (57.6 mmol) [Me₃NH]I versetzt und 24 h bei 0 °C, anschließend weitere 24 h bei 10 °C gerührt. Der nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile i. Vak. verbliebene Rückstand wird dreimal mit je 30 ml Toluol/Dichlormethan (80/20) extrahiert. Der nach erneutem Eindampfen verbliebene Feststoff wird aus Toluol/Dichlormethan bei -30 °C umkristallisiert. Ausbeute: 0.72 g (47 %), schwach gelber Feststoff.

Elementaranalyse für C₁₇H₁₇AlI₂N₂ (M = 530.13 g/mol): C 38.07 (ber. 38.52), H 3.66 (3.23), N 4.95 (5.28) %.

¹H-NMR (CD₂Cl₂, TMS): δ = 1.24 (s, 6 H, 4,6-Me), 5.19 (s, 1 H, 5-H), 6.91-7.28 (m, 10 H, Ph).

¹³C-NMR (CD₂Cl₂, TMS): δ = 23.5 (4,6-Me), 97.5 (C5), 126.6, 127.6, 129.2, 143.7 (Ph), 169.6 (C4,6).

²⁷Al-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], [Al(H₂O)₆]³⁺): δ = 82 [83].

MS (EI, 70 eV): m/z = 530 (18 [M⁺]), 403 (100 [M⁺ - I]) und weitere Bruchstücke.

(C₇H₁₃N₂)Li (**8a**). Eine Lösung von 5.0 g (4.1 mmol) **7a** in 100 ml Petrolether wird auf -78 °C gekühlt, mit 25.3 ml (4.1 mmol) einer 1.6 m Lösung von *n*-Butyllithium in *n*-Hexan versetzt und nachfolgend 1 h bei -78 °C gerührt. Nach 3 h Rühren bei Raumtemperatur wird der resultierende Feststoff abgetrennt, mehrfach mit Petrolether gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausbeute: 4.9 g (94 %), hellgelber Feststoff.

Elementaranalyse für C₇H₁₃LiN₂ (M = 132.13 g/mol): C 63.27 (ber. 63.63), H 10.28 (9.92), N 20.91 (21.20) %.

¹H-NMR (THF-*d*₈, TMS): δ = 1.67 (s, 6 H, 4,6-Me), 2.91 (s, 6 H, 1,3-Me), 3.90 (s, 1 H, 5-H).

¹³C-NMR (THF-*d*₈, TMS): δ = 20.7 (4,6-Me), 37.7 (1,3-Me), 91.4 (C5), 164.5 (C4,6).

(C₁₁H₂₁N₂)Li (**8b**). Eine Lösung von 5.05 g (27.8 mmol) **7b** in 100 ml Petrolether wird auf -20 °C gekühlt, mit 19.4 ml (29.1 mmol) einer 1.5 m Lösung von *tert*-Butyllithium in *n*-Hexan versetzt und nachfolgend 3 h bei -20 °C gerührt. Nach 6 h Rühren bei Raumtemperatur wird der resultierende Feststoff abgetrennt, mehrfach mit Petrolether gewaschen und i. Vak. getrocknet. Ausbeute: 4.6 g (91 %), farbloser Feststoff.

Elementaranalyse von C₁₁H₂₁LiN₂ (188.24 g/mol): C 69.82 (ber. 70.19), H 11.68 (11.24), N 14.35 (14.88) %.

¹H-NMR (THF-*d*₈, TMS): δ = 0.99 (d, 12 H, CHMe₂, ³J = 6.3 Hz), 1.74 (s, 6 H, 4,6-Me), 3.61 (sept, 2 H, CHMe₂), 3.71 (2, 1 H, 5-H).

¹³C-NMR (THF-*d*₈, TMS): δ = 21.5 (4,6-Me), 25.8 (CHMe₂), 50.1 (CHMe₂), 91.7 (C5), 160.8 (C4,6).

(C₁₁H₂₁N₂)AlI₂ (**6b**). Eine Lösung von 0.81 g (4.3 mmol) **7b** in 100 ml Petrolether wird auf -78 °C gekühlt, mit 1.76 g (4.3 mmol) AlI₃ versetzt und 5 h bei -78 °C, anschließend 10 h bei 0 °C und 10 h bei Raumtemperatur gerührt. Nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile i. Vak. wird der resultierende Rückstand mehrfach mit Petrolether/Diethylether (80/20) extrahiert. Der nach erneutem Eindampfen verbliebene Feststoff wird aus Toluol/Dichlormethan bei -30 °C umkristallisiert. Ausbeute: 1.21 g (61 %), gelber Feststoff.

Elementaranalyse von C₁₁H₂₁AlI₂N₂ (M = 462.09 g/mol): C 28.21 (ber. 28.59), H 4.79 (4.58), N 5.77 (6.06) %.

¹H-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], TMS): δ = 1.54 [1.36] (d, 12 H, CHMe₂, ³J = 6.9 Hz), 2.12 [1.41] (s, 6 H, 4,6-Me), 4.24 [3.93] (sept, 2 H, CHMe₂), 4.86 [4.34] (s, 1 H, C5).

¹³C-NMR (CD₂Cl₂ [C₆D₆], TMS): δ = 23.2 [22.9] (4,6-Me), 24.0 [23.3] (CHMe₂), 51.1 [50.8] (CHMe₂), 101.1 [100.0] (C5), 169.6 [168.8] (C4,6).

²⁷Al-NMR (C₆D₆, [Al(H₂O)₆]³⁺): δ = 71.6.

MS (EI, 70 eV): m/z = 462 (15, [M⁺]), 335 (100, [M⁺ - I]) und weitere Bruchstücke.

(C₇H₁₃N₂)AlBr₂ (**9a**). Eine Lösung von 0.61 g (4.0 mmol) **5a** in 25 ml Toluol wird bei -10 °C mit 1.1 g (8.0 mmol) [Me₃NH]Br versetzt und 24 h bei -10 °C gerührt. Anschließend wird auf Raumtemperatur erwärmt und weitere 3 h gerührt. Der nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile i. Vak. verbliebene Rückstand wird mit Toluol extrahiert. Der nach erneutem Eindampfen verbliebene Feststoff wird aus Toluol bei -30 °C umkristallisiert. Ausbeute 0.98 g (80 %), gelber Feststoff. **9a** wird analog zu **6b** auch durch Umsetzung von **8b** mit AlBr₃ (68 % Ausbeute) bzw. durch Umsetzung von **7a** mit AlBr₃ in Gegenwart von NEt₃ erhalten.

Elementaranalyse von $C_7H_{13}AlBr_2N_2$ ($M = 311.98 \text{ g/Mol}$): C 26.51 (ber. 26.95), H 4.49 (4.20), N 8.61 (8.98) %.

$^1\text{H-NMR}$ (C_6D_6 , TMS): $\delta = 1.20$ (s, 6 H, 4,6-Me), 2.57 (s, 6 H, 1,3-Me), 4.38 (s, 1 H, 5-H).

$^{13}\text{C-NMR}$ (C_6D_6 , TMS): $\delta = 21.1$ (4,6-Me), 33.8 (1,3-Me), 98.5 (C5), 171.2 (C4,6).

$^{27}\text{Al-NMR}$ (CD_2Cl_2 [C_6D_6], TMS): $\delta = 102$ [103].

MS (EI, 70 eV): $m/z = 312$ (90, $[M^+]$), 233 (100 $[M^+ - Br]$) und weitere Bruchstücke.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Förderung dieser Arbeit.

Literatur

- [1] Vinamidine, 10. 9. Teil dieser Serie: N. Kuhn, S. Fuchs, M. Steimann, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2001**, 359.
- [2] N. Kuhn, A. Kuhn, J. Lewandowski, M. Speis, *Chem. Ber.* **1991**, 124, 997.
- [3] N. Kuhn, J. Fahl, S. Fuchs, M. Steimann, G. Henkel, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, 625, 2108.
- [4] N. Kuhn, S. Fuchs, M. Steimann, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2000**, 626, 1387.
- [5] N. Kuhn, S. Fuchs, C. Maichle-Mößmer, E. Niquet, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2000**, 626, 2248.
- [6] B. Quian, D. L. Ward, M. R. Smith, III, *Organometallics* **1998**, 17, 3070.
- [7] C. E. Radzewich, M. P. Coles, R. F. Jordan, *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, 120, 9384.
- [8] M. R. Kopp, B. Neumüller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1999**, 625, 739.
- [9] F. Cosledan, P. B. Hitchcock, M. F. Lappert, *Chem. Commun.* **1999**, 705.
- [10] C. Cui, H. W. Roesky, H. Hao, H.-G. Schmidt, M. Noltemeyer, *Angew. Chem.* **2000**, 112, 1885; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, 39, 1815; C. Cui, H. W. Roesky, H.-G. Schmidt, M. Noltemeyer, *Angew. Chem.* **2000**, 112, 4705; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, 39, 4531.
- [11] Yi-Lun Huang, Bor-Hunn Huang, Bao-Tsan Ko, Chu-Chieh Lin, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2001**, 1359.
- [12] C. E. Radzewich, I. A. Guzei, R. F. Jordan, *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, 121, 8673.
- [13] C. Cui, H.-W. Roesky, H.-G. Schmidt, M. Noltemeyer, H. Hao, F. Cimpoesu, *Angew. Chem.* **2000**, 112, 4444; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, 39, 4274.
- [14] N. J. Hardman, C. Cui, H. W. Roesky, W. H. Fink, P. P. Power, *Angew. Chem.* **2001**, 113, 2230; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2001**, 40, 2172.
- [15] S. Fuchs, M. Steimann, N. Kuhn, *IXth International Conference on Inorganic Ring Systems*, Saarbrücken 2000, Abstr. No. P-101; S. Fuchs, M. Steimann, N. Kuhn, *Phosphorus, Sulfur Silicon* **2001**, 168, 573.
- [16] M. Stender, B. E. Eichler, N. D. Hardman, P. P. Power, J. Prust, M. Noltemeyer, H. W. Roesky, *Inorg. Chem.* **2001**, 40, 2794.
- [17] N. Kuhn, S. Fuchs, unveröffentlichte Ergebnisse.
- [18] Vgl. hierzu P. B. Hitchcock, M. F. Lappert, M. Layh, D.-S. Liu, R. Sablong, T. Shum, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2000**, 2301.
- [19] N. Kuhn, A. Kuhn, M. Speis, D. Bläser, R. Boese, *Chem. Ber.* **1990**, 123, 1301.
- [20] Vgl. hierzu R. K. Harris, B. E. Mann, *NMR and the Periodic Table*, Academic Press, London 1978.
- [21] N. Kuhn, T. Kratz, G. Henkel, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1993**, 1778.
- [22] R. J. Gillespie, I. Hargittai, *The VSEPR Model of Molecular Geometry*, Allyn and Bacon, Boston 1991.
- [23] S. G. McGeachin, *Can. J. Chem.* **1968**, 46, 1903.