

Umsetzungen von Metall- und Metalloidverbindungen  
mit mehrfunktionellen Molekülen. XVII [1]

## Synthese von Silylamidinen und deren Umsetzung mit Boran- derivaten

Von W. MARINGGELE und A. MELLER

Göttingen, Anorganisch-Chemisches Institut der Universität

**Inhaltsübersicht.** Durch Lithiierung von silylierten Aminen und anschließende Umsetzung mit Imidhalogeniden werden, ebenso wie im Falle der Reaktion von N,N'-Diphenylformylamidin mit Chlortrimethylsilan und Triäthylamin, Silylamidine erhalten. Setzt man N,N'-Dimethyl-N-trimethylsilyl-äthylendiamin mit n-Butyl-lithium und Imidhalogeniden um, so erhält man Trimethylsilylaminooalkylamidine. Bei der Reaktion der Silylamidine bzw. der Trimethylsilylaminooalkylamidine mit Halogendiorganylboranen erhält man die entsprechenden Amidinoborane. Die Verbindungen werden analytisch und spektroskopisch ( $^1\text{H}$ -,  $^{11}\text{B}$ -,  $^{19}\text{F}$ -NMR; MS; IR) charakterisiert.

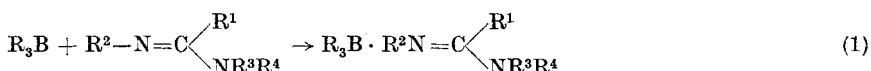
### Reaction of Metal and Metalloid Compounds with Polyfunctional Molecules. XVII. Synthesis of Silylamidines and their Reaction with Boranes

**Abstract.** By silylation of lithiated amines and subsequent reaction with imid halides, as well as by reaction of N,N'-diphenylformylamidine with chlorotrimethylsilane and triethylamine, silyl-amidines were obtained. By reaction of N,N'-dimethyl-N-trimethylsilylethylenediamine with n-butyl-lithium and imid halides, trimethylsilylaminooalkylamidines are formed. By reacting silylamidines or trimethylsilylaminooalkylamidines with halogenodiorganylboranes the corresponding amidinoboranes were synthesized.  $^1\text{H}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{19}\text{F}$  n.m.r. spectra, mass spectra and characteristic i.r. group frequencies are reported.

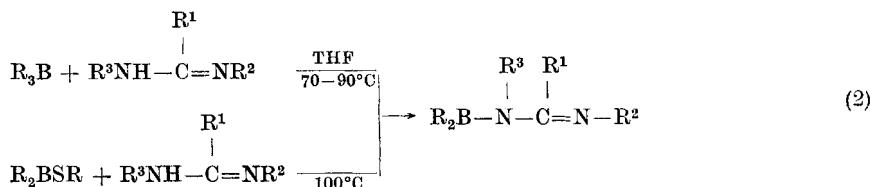
Säureamide liegen wegen der C—N-Rotationshinderung, welche durch eine teilweise Überlappung der p-Orbitale von C und N bedingt ist, als *cis-trans* Isomere vor [2]. Dieser Umstand begünstigt auch das Auftreten tautomerer Formen; aus diesem Grunde liegen Silylamide [3] und Amidinoborane [4] als silicotropic bzw. borotropic Gemische der entsprechenden Isomeren vor.

Analog dazu treten auch bei Amidinen wegen der C—N-Rotationshinderung Isomeren-Gemische auf [5–14]. Die entsprechenden Silylamidine sind jedoch noch nicht bekannt.

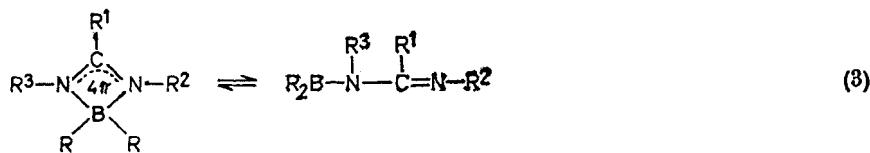
Umsetzungen von Trialkylboranen mit Amidinen sind bereits beschrieben worden [15]. Sie ergeben nach



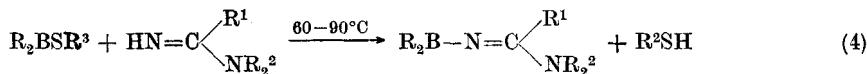
Addukte. In einigen Fällen führen diese Reaktionen ebenso wie jene zwischen Diorganylthioalkylboranen und Amidinen nach



zu den entsprechenden Amidinoboranen [16, 18]. Diese Verbindungen liegen entweder vollständig oder teilweise mit intramolekularer B—N-Koordination nach



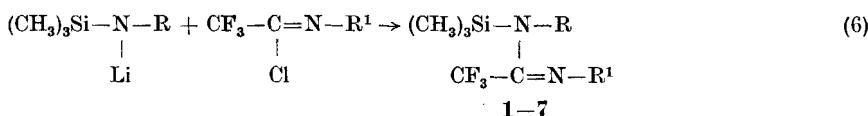
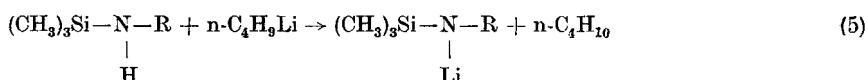
vor. Bei der Reaktion von (unsymmetrischen) N,N-Dialkylamidinen mit Diorganylthioorganylboranen Gl. (4))



wurden Dialkylborylamidine mit einer Bindung des Bor-Atoms an die Iminogruppe des Amidins erhalten [17].

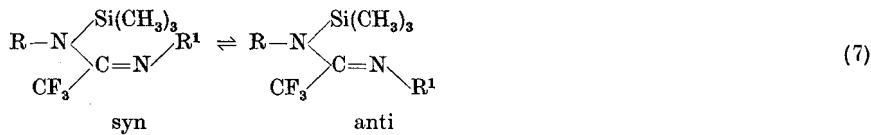
In dieser Arbeit werden Silylamidine und Amidinoborane beschrieben, von denen letztere vollständig in der offenkettigen Form vorliegen.

Setzt man Trimethylsilylamine mit n-Butyl-lithium und anschließend mit den entsprechenden Imidhalogeniden um, so erhält man die Silylamidine entsprechend (Gl. (5) und (6))

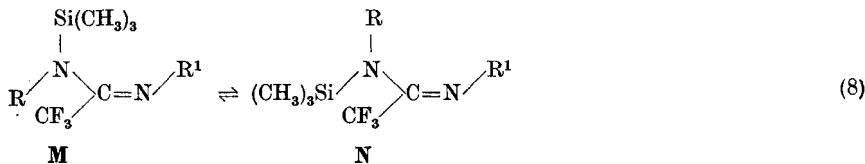


Verb.	R	R <sup>1</sup>
1	2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
2	2,4,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
3	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
4	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>
5	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
6	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>
7	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>

Im Falle der Silylamidine muß mit dem Auftreten mehrerer isomerer Strukturen gerechnet werden. Neben der syn-anti-Isomerisierung [5] (Gl. (7))

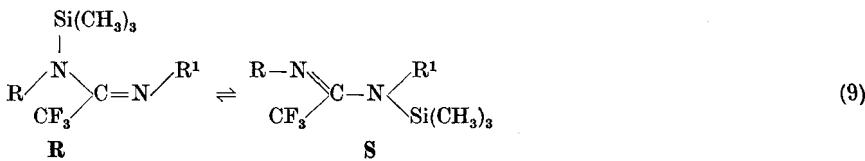


können Rotationsisomere [5, 14] auftreten, welche durch eine Rotationshindernis [5] um die andere C—N-Bindung, die ebenfalls Doppelbindungsanteile aufweist, zustande kommen:



Diese Rotationsbarriere wird durch elektronenanziehende Substituenten wie die  $\text{CF}_3$ -Gruppe erhöht, durch elektronenabgebende erniedrigt [5].

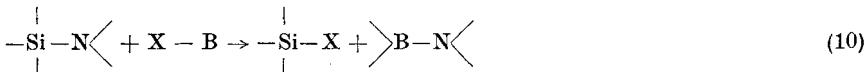
Daneben muß noch, ähnlich wie bei den nichtsilylierten Amidinen [8–14], mit Tautomerieeffekten gerechnet werden. In den  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren von 1 und 2 findet man für die  $\text{CF}_3$ -Gruppe 2 Signale bei  $-61,9$  und  $-60,4$  bzw.  $-61,8$  und  $-61,6$  ppm. Dies läßt auf ein silicotropes Gleichgewicht, bei dem die Trimethylsilylgruppe vom einen Stickstoffatom zum anderen wandert, und auf eine Verlagerung der C=N-Doppelbindung nach



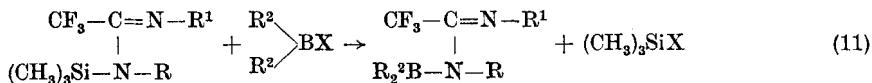
schließen. Für 6 und 7 kann eine solche Aufspaltung durch Wanderung der Trimethylsilylgruppe ausgeschlossen werden, da durch  $\text{R} = \text{R}^1$  die Formen R und S identisch werden. Im Falle von 7 findet man im  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektrum ein Signal bei  $-57,42$  ppm. Die bei 6 gefundene Aufspaltung der Trimethylsilylgruppe im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum und der  $\text{CF}_3$ -Gruppe im  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektrum kann durch die bereits genannten übrigen isomeren Formen erklärt werden.

Bemerkenswert ist auch die Bruchstückbildung für 1 und 4 bei der Aufnahme der Massenspektren. So findet man in diesen beiden Fällen u. a. als Bruchstücke  $\text{R}-\text{NC}$  und  $\text{R}^1-\text{NC}$ . Auch dies weist auf eine Wanderung der Trimethylsilylgruppen nach Gl. (9) hin.

Da die Si—N-Bindung durch Halogenborane bereits unter milden Bedingungen nach



gespalten wird [19—22], haben wir so ausgehend von Silylamidinen in guter Ausbeute die entsprechenden Amidinoborane herstellen können (Gl. (11))



8—23

8—12 X = Br

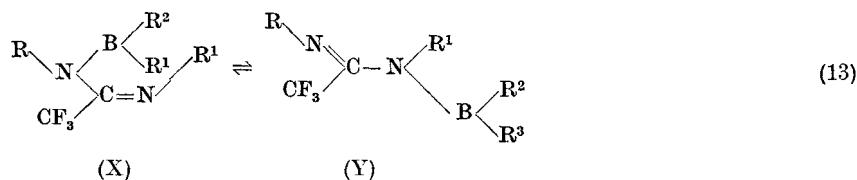
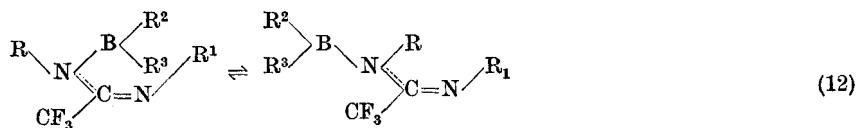
13—23 X = Cl

Die Verbindungen sind in Tab. 1 zusammen mit den IR-Werten für  $\nu(\text{C}=\text{N})$  (Kapillarschichtaufnahmen) zusammengestellt.

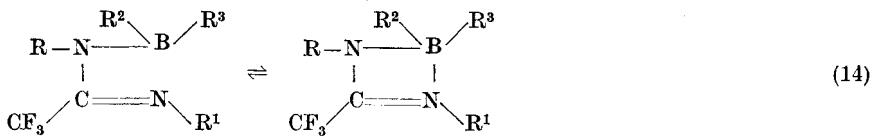
Tabelle 1 Amidinoborane 8—23

Verb.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	$\nu(\text{C}=\text{N})$ [cm <sup>-1</sup> ]
8	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1675
9	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1675
10	2,4,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1678
11	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	2-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1680
12	2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1680
13	2,4,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1680
14	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	1680
15	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	1680
16	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> -N-CH <sub>2</sub> -	1680
17	2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1655
18	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1660
19	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1660
20	2:F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1660
21	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1680
22	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	3-CF <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	N(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	N(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	1660
23	2-F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1660

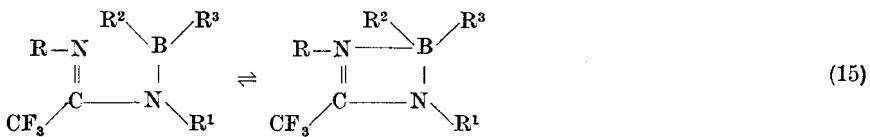
Für die Struktur der Amidinoborane gelten die gleichen Überlegungen wie für jene der Silylamidine. Auch hier können neben syn-anti-Isomeren die Rotationsisomeren auftreten. Ferner kann ein borotropes Gleichgewicht nach (Gl. (13))



durch 1,3-Wanderung der Diorganylborylgruppe unter Verschiebung der C=N-Doppelbindung auftreten. Zudem ist neben der offenkettigen Struktur eine cyclische mit intramolekularer B-N-Koordination nach



möglich. Wegen der Ausbildung des borotropen Gleichgewichts ist, worauf in der Literatur [16] nicht hingewiesen wird, bei dieser intramolekularen Koordination auch das Gleichgewicht

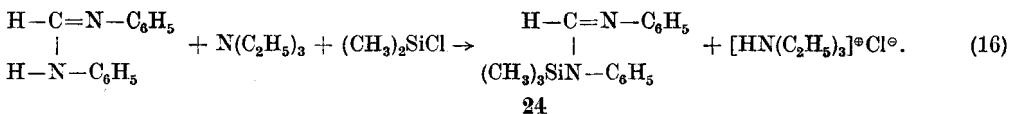


möglich.

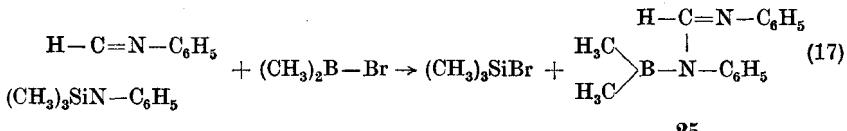
Wie die Werte für  $^{11}\text{B}$ -NMR von 8–23 zeigen, liegen sämtliche Verbindungen in der bisher beschriebenen offenkettigen Form vor. Die  $^1\text{H}$ - und  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren zeigen eine Aufspaltung einzelner Signale, welche durch die Annahme eines borotropen Gleichgewichts und das Auftreten von syn-anti und Rotationsisomeren erklärt werden kann. In den  $^{11}\text{B}$ -NMR-Spektren wird wegen der großen Halbwertsbreite nur ein Signal beobachtet.

Im Einklang mit der Annahme eines borotropen Gleichgewichts steht auch das Massenspektrum von 15. Als Bruchstücke treten hier u. a. sowohl  $3\text{-CF}_3\text{-C}_6\text{H}_4\text{NC}$  als auch  $2\text{-F-C}_6\text{H}_4\text{NC}$  auf, ähnlich wie dies auch bei den Silylamidinen der Fall ist.

Am Beispiel des N,N'-Diphenylformamidins gelingt der Nachweis, daß Amide auch direkt mit Trimethylchlorsilan unter Zusatz von Triäthylamin silyliert werden können nach



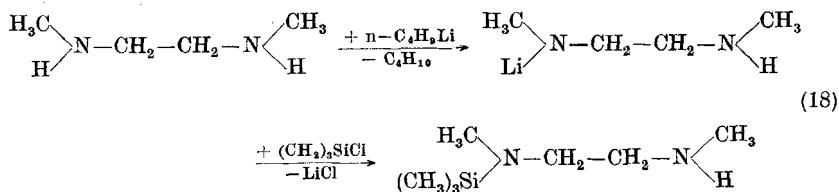
Setzt man 24 mit Bromdimethylboran nach



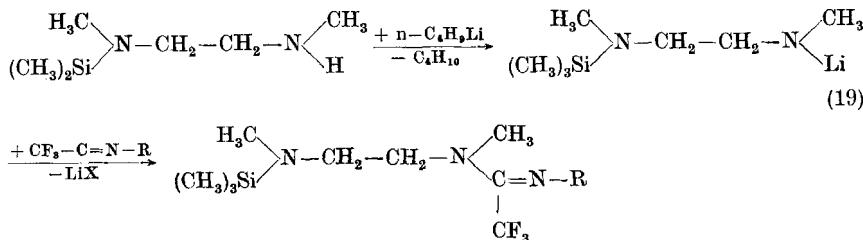
um, so erhält man das ebenfalls offenkettige Amidinoboran 25.

Ausgehend von geeignet substituierten Diaminen kann man Verbindungen herstellen, in denen die Amidinogruppe nicht direkt an das Siliciumatom gebunden ist. Beispielsweise führt die Umsetzung von N,N'-Dimethyläthyldiamin

mit n-Butyl-lithium und Trimethylchlorsilan zunächst zum monosilylierten Diamin (Gl. (18))



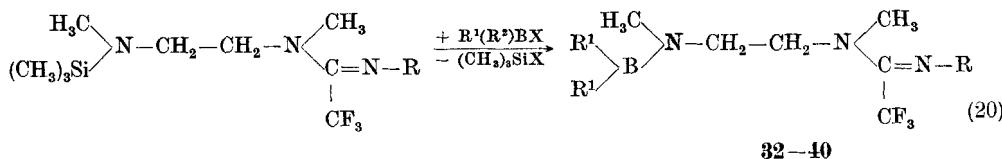
Dies wird nochmals lithiiert und anschließend mit dem Imidhalogenid umgesetzt:



$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

26–31

Die Reaktion mit Halogendiorganylboranen nach

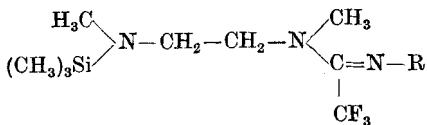


32       $\text{X} = \text{Br}$

33–40     $\text{X} = \text{Cl}$

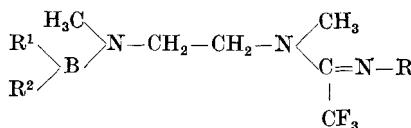
führt zu Aminoboranen, welche auch eine Amidinogruppierung im Molekül enthalten. Die entsprechenden Silylamidine sind in Tab. 2, die daraus hergestellten Boranderivate in Tab. 3 zusammengefaßt.

Tabelle 2 Silylamidine des Typs



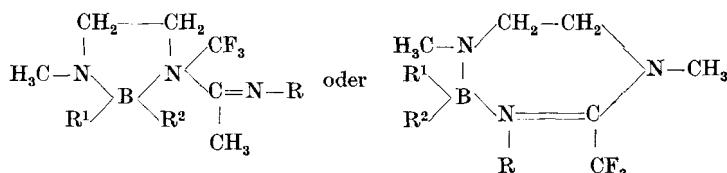
Verb.	R
26	$2,6(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3$
27	$3-\text{CF}_3-\text{C}_6\text{H}_4$
28	$2-\text{F}-\text{C}_6\text{H}_4$
29	$\text{C}_6\text{H}_5$
30	$2,4(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3$
31	$2-\text{CF}_3-\text{C}_6\text{H}_4$

Tabelle 3 Amidinoborane des Typs



Verb.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	$\nu$ (C=N) Aufnahme in kapillarer Schicht
32	2, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1650
33	2, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	1660
34	2, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> N	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> N	1665
35	2, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1660
36	2, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub>	—(CH <sub>3</sub> )N—CH <sub>2</sub> —	—(CH <sub>3</sub> )N—CH <sub>2</sub> —	1660
37	3-CF <sub>3</sub> —C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	1650
38	3-CF <sub>3</sub> —C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	—(CH <sub>3</sub> )N—CH <sub>2</sub> —	—(CH <sub>3</sub> )N—CH <sub>2</sub> —	1650
39	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	1660
40	2, 4, 6(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	1655

In den Silylamidinen 26—31 und den Amidinoboranen 32—40 ist keine Möglichkeit für eine 1,3-Wanderung der Trimethylsilylgruppe bzw. der Diorganyl-borylgruppe mehr gegeben. Indes können sowohl syn-anti-Isomere als das Rotationsisomere auftreten, was zu einer Aufspaltung der Signale in den NMR-Spektren führt. Wie die <sup>11</sup>B-NMR-Spektren zeigen, liegen die Amidinoborane 32—35 und 37—40 mit 3bindigem Bor vor. Nur 36 enthält einen geringen Anteil an tetrakoordiniertem Bor, welches sich durch die Annahme einer intramolekularen Koordination nach



erklären lässt.

Für die Förderung dieser Arbeit danken wir der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemie.

Herrn Dr. REMBERG (Organisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen) danken wir für die Aufnahme einiger Massenspektren.

## Experimenteller Teil

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

2-Chlor-1,3-dimethyl-1,3,2-diazaborolidin [23], Bis(dimethylamino)phenylboran [24], Tris(dimethylamino)boran [25], Bis(dimethylamino)chloroboran [26], Chlordimethylaminoboran [27 bis 29], Phenyldichloroboran [30], Bromdimethylboran [31, 32], Tetramethylzinn [33, 34] und Chlor-

Tabelle 4 Chemische Verschiebungen (<sup>1</sup>H-NMR: δ<sup>1</sup>H, δ<sup>19</sup>F) und Lage der ν (C=N)-Schwingung im IR-Spektrum (Kapillarschichtaufnahme) der dargestellten Silylamidine 1–7 und 26–31

Verb.	<sup>1</sup> H-NMR δ(ppm)	<sup>19</sup> F-NMR δ(ppm)	ν (C=N) [cm <sup>-1</sup> ]
1	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,25 (s) I o-CH <sub>3</sub> 2,18 (s) II C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,86 bis 7,26 (br) III Int. I:II:III = 9:6:8	CF <sub>3</sub> – 61,9 (s) I – 60,4 (s) II Int. I:II = 3:2	1655
2	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,24 (s) I o- + p-CH <sub>3</sub> 2,28 (s) II C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,83 bis 7,37 (br) III Int. I:II:III = 9:6:7	CF <sub>3</sub> – 61,8 (s) I – 61,6 (s) II Int. I:II = 1:2	1650
3	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,23 (s) I 0,27 (s) II  Int. I:II = 20:1 C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,92 bis 7,50 (br) III Int. [I + II]:III = 1:1	m-CF <sub>3</sub> – 57,6 (br) I CF <sub>3</sub> —C≡N—    – 63,08 (s) II   – 63,17 (s) III Int. II:III = 20:1 Int. I:[III + III] = 1:1	1660
4	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,27 (s) I C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,94 bis 7,50 (br) II  Int. I:II = 9:8	m-CF <sub>3</sub> – 59,2 (br) I CF <sub>3</sub> —C≡N—    – 63,2 (s) II   o-F                  – 123 bis – 124 (br) III Int. I:III:III = 3:3:1	1665
5	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,24 (s) I C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,70 bis 7,32 (br) II Int. I:II = 1:1	—	1660
6	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,26 (s) I 0,27 (s) II  Int. I:II = 8:1 C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> 6,87 bis 7,61 (br) III Int. [I + II]:III = 9:8	– 63,28 (s) I – 63,42 (s) II Int. I:II = 8:1	1660
7	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,22 (s) I C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> 6,83 bis 7,35 (br) II Int. I:II = 9:10	– 57,42 (s)	1650
26	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,04 (s) I o-CH <sub>3</sub> 2,03 (s) II 2× N-CH <sub>3</sub> 2,35 (s) III CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> 2,86 bis 3,08 (m) IV C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> 6,72 bis 7,08 (br) V Int. I:II:III:IV:V = 9:6:6:4:2	– 64,50 (s) I – 64,42 (s) II Int. I:II = 1:5	1665
27	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,06 (s) I 2×N-CH <sub>3</sub> 2,47 (s) II —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> —      2,95 bis 3,05 (m) III C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,58 bis 7,38 (br) IV Int. I:II:III:IV = 9:6:4:4	– 63,35 (s) I – 63,25 (s) II – 59,92 (s) III Int. I:II = III:IV = 1:3 Int. [I + II]:[III + IV] = 1:1	1650
28	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,05 (s) I 2×N-CH <sub>3</sub> 2,49 (m) II CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> 3,04 (m) III C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,62 bis 7,47 (br) IV Int. I:II:III:IV = 9:6:4:4	—	1650
29	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,05 (s) I 2× N-CH <sub>3</sub> 2,46 (s) II —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> —      2,94 (m) III C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> 6,58 bis 7,29 (br) IV Int. I:II:III:IV = 9:6:4:5	– 60,05 (s)	1650

Tabelle 4 (Fortsetzung)

Verb.	<sup>1</sup> H-NMR $\delta$ (ppm)		<sup>19</sup> F-NMR $\delta$ (ppm)	$\nu$ (C=N) [cm <sup>-1</sup> ]
30	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> o-CH <sub>3</sub> p-CH <sub>3</sub> 2×N—CH <sub>3</sub>	0,05 (s) I 2,05 (s) II 2,22 (s) III 2,47 (s) IV	—61,70 (s)	1650
30	—CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,85 bis 2,98 (m) V 6,34 bis 6,96 (br) VI Int. I:II:III:IV:V:VI = 9:3:3:6:4:3		
31	Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2×N—CH <sub>3</sub> —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,05 (s) I 2,28 bis 2,50 (m) II 2,95 bis 3,16 (m) III 6,50 bis 7,05 (br) IV Int. I:II:III:IV = 9:6:4:4	—62,52 (s) I —62,38 (s) II —60,40 (s) III —60,25 (s) IV Int. I:II = III:IV = 1:2 Int. [I + II]:[III + IV] = 1:1	1660

Tabelle 5 Chemische Verschiebungen (NMR:  $\delta$ <sup>1</sup>H,  $\delta$ <sup>19</sup>F,  $\delta$ <sup>11</sup>B) der dargestellten Amidinoborane 8—23, 25 und 32—40

Verb.	<sup>1</sup> H-NMR $\delta$ (ppm)		<sup>19</sup> F-NMR $\delta$ (ppm)	<sup>11</sup> B-NMR $\delta$ (ppm)
8	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II = 3:4	0,48 (s) I 6,97 bis 7,48 (br) II	—63,5 (m) I —68,6 (s) II Int. I:II = 2:1	55,1
9	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II = 1:1 Int. [I + II]:III = 2:3	0,37 (s) I 0,42 (s) II 6,75 bis 7,40 (br) III	CF <sub>3</sub> —67,7 (s) I —68,4 (s) II Int. I:II = 4:3 o-F —119,9 (m) III —122,3 (m) IV Int. [I + II]:[III + IV] = 1:1	55,2
10	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> o- und p-CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Int. I:[II + III + IV + V]:VI = 4:1:2:4 Int. I:II:III:IV:V = 4:1:2:4 Int. I:II:III:IV:V:VI = 6:9:7	0,45 (s) I 1,67 (s) II 2,07 (s) III 2,13 (s) IV 2,18 (s) V	—	53,0
11	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II = 3:2 Int. [I + II]:III = 3:4	0,40 (s) I 0,45 (s) II 6,79 bis 7,46 (br) III	—	55,0
12	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> o-CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. II:III = 2:1 Int. I: [II + III]:IV = 3:3:4	0,45 (s) I 1,70 (s) II 2,08 (s) III	—66,6 (s) I —69,1 (s) II Int. I:II = 6:1	52,0
13	o- und p-CH <sub>3</sub> B(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Int. I:II:III = 1:5:1 Int. [I + II + III]:IV = 9:17	1,72 (s) I 2,08 (s) II 2,20 (s) III 6,60 bis 8,00 (br) IV	—66,7 (s) I —67,6 (s) II Int. I:II = 4:1	—

Tabelle 5 (Fortsetzung)

Verb.	<sup>1</sup> H-NMR $\delta$ (ppm)		<sup>19</sup> F-NMR $\delta$ (ppm)	<sup>11</sup> B-NMR $\delta$ (ppm)
14	2 $\times$ —N—CH <sub>3</sub> —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II:III = 3:2:5	2,13 (s) I 2,68 (s) II 6,92 bis 7,37 (br) III	—64,0 (s)	35,1
15	2 $\times$ —N—CH <sub>3</sub> —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II:III = 3:2:4	2,20 (t) I 2,72 (q) II 6,88 bis 7,42 (br) III	—	24,5
16	2 $\times$ —N—CH <sub>3</sub> 2,18 (s) II 2,28 (s) III Int. I:II:III = 1:8:1 —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — 2,67 (s) IV 2,69 (s) V Int. IV:V = 1:4 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. [I + II + III]:[IV + V]:VI = 6:4:9	2,08 (s) I — 6,78 bis 7,27 (br) VI	—64,0 (s) I —66,8 (s) II Int. I:II = 3:2	24,7
17	o-CH <sub>3</sub> Int. I:II = 1:4 B[N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. [I + II]:III:IV = 3:6:4	2,05 (s) I 2,13 (s) II	—69,25 (s)	26,6
18	B[N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II = 3:2	2,27 (s) I 6,83 bis 7,44 (br) II	—	27,1
19	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Int. I:II = 1:8 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. [I + II]:III = 6:13	2,36 (s) I 2,47 (s) II	CF <sub>3</sub> + 60,83 (s) I —63,50 (s) II Int. I:II = 1:1 o-F —121,5 bis —122,1 (br)	36,2
20	B[N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II = 3:2	2,23 (s) I 6,85 bis 7,25 (br) II	CF <sub>3</sub> —62,8 (s) —65,1 (s) Int. I:II = 1:1 o-F —123,4 bis 124,2 (br)	25,2
21	—		—69,33 (s)	35,5
22	4 $\times$ CH <sub>3</sub> 4 $\times$ CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II:III = 3:2:2	0,91 (t) I 2,92 (q) II 6,81 bis 7,36 (br) III	—60,7 (s) I —63,4 (s) II Int. I:III = 1:1 o-F —120,8 (br)	30,9
23	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Int. I:II = 1:1 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	2,38 (s) I 2,45 (s) II 6,77 bis 7,37 (br) III	—60,9 (s) I —62,0 (s) II —63,2 (s) III —64,3 (s) IV —65,8 (s) V Int. I:II:III:IV:V = 10:4:5:7:3 o-F —120,2 bis —122,0 (br)	32,1 55,0
25	B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> o-CH <sub>3</sub> N—CH <sub>3</sub> N—CH <sub>3</sub> —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> — C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II:III:IV:V:VI = 6:6:3:3:4:3	0,33 (s) I 2,05 (s) II 2,73 (s) III 2,88 bis 3,03 (br) IV 3,18 bis 3,50 (m) V 6,72 bis 7,07 (br) VI	—64,50 (s)	48,0

Tabelle 5 (Fortsetzung)

Verb.	<sup>1</sup> H-NMR $\delta$ (ppm)		<sup>13</sup> C-NMR $\delta$ (ppm)	<sup>11</sup> B-NMR $\delta$ (ppm)
33	—		—	24,8
34	4 $\times$ CH <sub>3</sub> o-CH <sub>3</sub> 2,03 (s) IIa 2,10 (s) IIb Int. IIa:IIb = 3:1 2 $\times$ N-CH <sub>3</sub> 4 $\times$ CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> - C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:[IIa + IIb]:III:IV:V:VI = 12:6:6:8:4:3	0,97 (t) I 2,03 (s) IIa 2,10 (s) IIb Int. IIa:IIb = 3:1 2,51 (s) III 2,86 (q) IV 3,12 (s) V 6,65 bis 7,10 (br) VI	—64,5 (s) I —66,4 (s) II Int. I:II = 3:1	29,0
35	o-CH <sub>3</sub> Int. Ia:Ib = 2:1 2 $\times$ N-CH <sub>3</sub> + B-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> B-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> + C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. [Ia + Ib]:II:III:IV = 3:6:2:4	2,03 (s) Ia 2,11 (s) Ib 2,45 bis 2,63 (br) II 3,08 (s) III 6,75 bis 7,34 (br) IV	—64,45 (s)	33,4
36	2 $\times$ o-CH <sub>3</sub> + 4 $\times$ N-CH <sub>3</sub> 2,02 (s) I 2,13 (s) II 2,22 (s) III 2,33 (s) IV (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II:III:IV = 2:1:4:6 Int. [I + II + III + IV]:V:VI:VII = 18:4:4:3	2,02 (s) I 2,13 (s) II 2,22 (s) III 2,33 (s) IV 2,42 bis 2,74 (m) V 3,03 (s) VI 6,77 bis 7,10 (br) VII	—64,6 (s) I —64,5 (s) II —70,3 (s) III Int. I:II = 2:3 Int. [I + II]:III = 4:1	24,1 I 8,0 II Int. I:II = 100:1
37	—		—	25,6
38	4 $\times$ N-CH <sub>3</sub> 2 $\times$ —CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Int. I:II:III = 3:2:1	2,38 bis 2,71 (m) I 2,93 bis 3,15 (m) II 6,62 bis 7,37 (br) III	—59,8 (s) I —63,7 (s) II —63,3 (s) III Int. II:III = 6:1 Int. I:[II + III] = 1:1	26,4
39	2 $\times$ N-CH <sub>3</sub> + B[N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II:III = 18:4:5	2,58 (s) I 3,17 (s) II 6,60 bis 7,33 (br) III	—	26,8
40	o-CH <sub>3</sub> p-CH <sub>3</sub> 2 $\times$ N-CH <sub>3</sub> + B[N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Int. I:II:III:IV:V = 3:3:18:4:2	2,09 (s) I 2,22 (s) II 2,55 (s) III 3,17 (s) IV 6,48 bis 7,02 (br) V	—	25,3

diphenylboran [35] wurden nach Literaturangaben dargestellt. Die Imidhalogenide wurden durch Umsetzung von Trihalogenboran mit den entsprechenden Säureamiden erhalten [1, 36].

Darstellung von 1—7. Zu 0,5 mol des jeweiligen Trimethylsilylamins, gelöst in 500 ml Petroläther, wurden bei Raumtemperatur 0,5 mol n-Butyl-lithium, gelöst in 350 ml n-Hexan, zugetropft und anschließend 3 h am Rückfluß gekocht. Nach dem Abkühlen auf 20°C wurde 0,5 mol des Imidhalogenids, gelöst in 250 ml Petroläther, zugetropft und abermals 3 h am Rückfluß gekocht. Dann wurde das

Tabelle 6 Massenspektrometrische Fragmentierung ausgewählter Verbindungen

Nach den m/e-Werten wird die Intensität (%) und anschließend das [Fragment] $\oplus$  angegeben

a) Silylamidine

- 1 304/30 M; 349/20 M—CH<sub>3</sub>; 295/15 M—CF<sub>3</sub>; 291/55 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 222/25 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 200/35 CF<sub>3</sub>CN—2,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 131/35 2,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 103/20 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 77/100 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/95 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
- 2 378/90 M; 363/50 M—CH<sub>3</sub>; 309/45 M—CF<sub>3</sub>; 305/20 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 145/20 2,4,6(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>NC; 119/10 2,4,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>—; 77/80 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/100 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke.
- 3 404/25 M; 389/20 M—CH<sub>3</sub>; 385/5 M—F; 335/5 M—CF<sub>3</sub>; 331/85 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 312/15 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F; 243/30 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F—CF<sub>3</sub>; 168/80 CF<sub>3</sub>CNSi(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 145/85 3-CF<sub>3</sub>—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 95/15 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 77/90 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/100 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke.
- 4 422/50 M; 407/35 M—CH<sub>3</sub>; 403/25 M—F; 353/15 M—CF<sub>3</sub>; 349/100 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 348/85 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—H; 330/100 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F; 329/75 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F—H; 327/45 M—2FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 310/40 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—2F—H; 280/90 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—CF<sub>3</sub>; 261/60 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—CF<sub>3</sub>—F; 241/80 CF<sub>3</sub>CN—3CF<sub>3</sub>—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 208/55 M—CF<sub>3</sub>—3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 190/80 CF<sub>3</sub>CN—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 172/25 3-CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NC; 168/65 CF<sub>3</sub>CNSi(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 145/80 3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 121/25 2FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NC; 95/60 2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 77/65 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/65 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke.
- 5 354/45 M; 339/25 M—CH<sub>3</sub>; 335/10 M—F; 285/10 M—CF<sub>3</sub>; 281/20 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 280/20 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—H; 262/30 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F; 259/50 M—2F—C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>—; 244/15 M—CH<sub>3</sub>—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 219/20 M—2CH<sub>3</sub>—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 212/20 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 193/10 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F; 172/20 CF<sub>3</sub>CNC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 168/50 2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NSi(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>; 103/10 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 95/25 2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—; 77/85 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/100 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
- 6 472/20 M; 457/30 M—CH<sub>3</sub>; 463/10 M—F; 399/100 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 388/90 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—H; 380/45 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—F; 330/85 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—CF<sub>3</sub>; 311/45 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—CF<sub>3</sub>—F; 239/90 M—3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—F—CF<sub>3</sub>; 145/70 3-CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 77/30 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/45 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
- 7 336/50 M; 321/35 M—CH<sub>3</sub>; 267/20 M—CF<sub>3</sub>; 263/35 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 244/30 M—CH<sub>3</sub>—C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 194/35 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 172/20 CF<sub>3</sub>CNC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 103/30 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 77/90 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/100 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke

b) Amidinoborane

- 8 400/100 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + H; 399/75 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 331/70 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + H—CF<sub>3</sub>; 240/80 CF<sub>3</sub>C=N—3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 145/60 3CF<sub>3</sub>—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 41/10 B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> und weitere Bruchstücke
- 9 307/5 M—CH<sub>3</sub>; 190/20 CF<sub>3</sub>CN—2FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 172/20 CF<sub>3</sub>CNC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 121/10 2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NC; 77/100 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 69/15 CF<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
- 10 346/30 M; 331/40 M—CH<sub>3</sub>; 306/100 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + H; 305/25 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; 287/50 M—N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + H—F; 237/40 M—B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + H—CF<sub>3</sub>; 214/80 CF<sub>3</sub>CN—2,4,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 145/70 2,4,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>NC; 119/50 2,4,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>; 77/70 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 41/70 B(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> und weitere Bruchstücke
- 15 446/50 M; 445/50 M—H; 427/55 M—F; 426/50 M—F—H; 377/15 M—CF<sub>3</sub>; 357/30 M—CF<sub>3</sub>—F—H; 351/30 M—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 350/70 M—B[N(CH<sub>3</sub>)—CH<sub>2</sub>] + H; 349/50 M—B[N(CH<sub>3</sub>)—CH<sub>2</sub>—]; 336/90 M—CH<sub>3</sub>—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 335/70 M—2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>—CH<sub>3</sub>—H; 331/80 M—F + H—B[N(CH<sub>3</sub>)—CH<sub>2</sub>—]; 281/60 M + H—B[N(CH<sub>3</sub>)—CH<sub>2</sub>—]; 240/50 CF<sub>3</sub>—C=N—3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 171/20 3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NC; 145/80 3CF<sub>3</sub>—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 121/20 2F—C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NC; 95/80 CF<sub>3</sub>CN; 69/60 CF<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke

c) Trimethylsilylaminooalkylamidine

- 26 359/5 M; 344/5 M—CH<sub>3</sub>; 286/20 M—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 229/100 M—NCH<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>—CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>; 217/80 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 202/85 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>—CH<sub>2</sub>; 200/95 CF<sub>3</sub>CN—2,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>; 168/70 CF<sub>3</sub>CNSi(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 131/90 2,6(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>NC; 130/100 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si(CH<sub>3</sub>)NCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>; 116/100 CH<sub>3</sub>—N(CH<sub>2</sub>—)Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 103/60 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NC; 77/80 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/95 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> und weitere Bruchstücke
- 27 399/15 M; 384/5 M—CH<sub>3</sub>; 330/5 M—F; 379/5 M—CH<sub>3</sub>—F—H; 330/30 M—CF<sub>3</sub>; 297/15 M—(CH<sub>3</sub>)NSi(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 283/30 M—(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>[Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]N—CH<sub>2</sub>—; 269/5 M—(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>[Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]N—CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>; 257/30 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 256/25 M—CF<sub>3</sub>—Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>—H; 240/40 CF<sub>3</sub>CN—3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 172/60 CF<sub>3</sub>CNC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 168/80 CF<sub>3</sub>CNSi(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>; 145/60 3CF<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>; 130/80 CH<sub>3</sub>[Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]NCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>; 116/100 CH<sub>3</sub>[Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]NCH<sub>2</sub>; 77/70 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; 73/80 Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> und weitere Bruchstücke

Tabelle 6 (Fortsetzung)

29	331/5 M; 316/5 M—CH <sub>3</sub> ; 262/60 M—CF <sub>3</sub> ; 229/10 M—CH <sub>3</sub> —N—Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; 201/20 M—(CH <sub>3</sub> )[Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ; 189/50 M—CF <sub>3</sub> —Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; 164/25 M—CF <sub>3</sub> —Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> —CH <sub>3</sub> ; 172/65 CF <sub>3</sub> CNC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; 168/100 CF <sub>3</sub> CNSi(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; 130/30 M—Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> —CH <sub>3</sub> NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ; 129/85 CH <sub>3</sub> [Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> —H; 116/100 CH <sub>3</sub> —[Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]N—CH <sub>2</sub> ; 77/85 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; 73/80 Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
30	359/5 M; 344/5 M—CH <sub>3</sub> ; 257/10 M—(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> SiNCH <sub>3</sub> ; 229/25 M—(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Si—N(CH <sub>3</sub> )—CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ; 217/60 M—CF <sub>3</sub> —Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; 200/40 CF <sub>3</sub> CN—2,4(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; 168/100 CF <sub>3</sub> CNSi(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ; 131/75,2 2,4(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NC; 130/100 (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> [Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ; 116/100 (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> [Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]NCH <sub>2</sub> ; 77/70 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; 73/85 Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> und weitere Bruchstücke
d) Dimethyl-aminoalkylamidinoboran 32	
32	312/5 M—CH <sub>3</sub> ; 293/10 M—F—CH <sub>3</sub> ; 230/80 CF <sub>3</sub> —(NHCH <sub>3</sub> )C=N—2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ; 215/80 CF <sub>3</sub> —(NHCH <sub>3</sub> )CN—2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> +CH <sub>3</sub> ; 106/100 2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ; 105/40 2,6(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> ; 103/30 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NC; 77/80 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ; 69/15 CF <sub>3</sub> ; 41/40 B(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> und weitere Bruchstücke

Tabelle 7 Präparative und analytische Daten der Silylamidine 1—7, 24, 26—31 und der Amidinoborane 8—23 und 32—40

Verb.	Sdp. °C/mbar	Summenformel	MG	Analyse: gef. (ber.)			Ausb. %
				% C	% H	% N	
1	120/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>19</sub> H <sub>23</sub> N <sub>2</sub> F <sub>3</sub> Si	364,1	62,75 (62,62)	6,31 (6,32)	7,36 (7,69)	75
2	132/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> F <sub>3</sub> Si	378,1	63,57 (63,48)	6,41 (6,61)	7,57 (7,41)	75
3	106/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> F <sub>6</sub> Si	404,1	54,11 (53,45)	4,58 (4,45)	7,11 (6,93)	80
4	111/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>17</sub> N <sub>2</sub> F <sub>7</sub> Si	422,1	51,54 (51,17)	4,00 (4,03)	6,86 (6,63)	85
5	98/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> F <sub>8</sub> Si	354,1	58,05 (57,61)	5,04 (5,08)	8,07 (7,91)	90
6	106/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> N <sub>2</sub> F <sub>9</sub> Si	472,1	48,38 (48,29)	3,63 (3,60)	6,01 (5,93)	85
7	101—103/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> F <sub>9</sub> Si	336,1	60,78 (60,70)	5,52 (5,65)	8,36 (8,33)	90
8	83—86/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>15</sub> BF <sub>9</sub> N <sub>2</sub>	439,8	48,73 (49,11)	3,19 (3,18)	6,48 (6,37)	80
9	71—75/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>16</sub> H <sub>15</sub> BF <sub>4</sub> N <sub>2</sub>	321,8	59,21 (59,70)	4,46 (4,60)	8,72 (8,70)	80
10	115—118/2 · 10 <sup>-2</sup>	C <sub>19</sub> H <sub>22</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>2</sub>	345,8	65,56 (65,93)	6,27 (6,36)	8,20 (8,10)	85
11	74/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> BF <sub>7</sub> N <sub>2</sub>	389,8	52,27 (52,33)	3,61 (3,59)	7,33 (7,18)	90
12	100—102/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>20</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>2</sub>	331,8	64,76 (65,10)	6,03 (6,03)	8,22 (8,4)	80
13	140—145/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	469,8	70,46 (74,07)	5,63 (5,53)	6,01 (5,96)	80
14	200/0,7	C <sub>18</sub> H <sub>20</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>4</sub>	359,8	60,25 (58,09)	55,9 (5,56)	15,68 (15,56)	80
15	102—104/2 · 10 <sup>-2</sup>	C <sub>19</sub> H <sub>18</sub> BF <sub>7</sub> N <sub>4</sub>	445,8	51,30 (51,14)	4,10 (4,04)	12,69 (12,56)	80
16	120—123/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>19</sub> BF <sub>4</sub> N <sub>4</sub>	377,8	58,37 (57,17)	5,21 (5,03)	13,55 (14,82)	80
17	123—135/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>28</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	389,8	61,30 (61,57)	6,38 (6,67)	—	80
18	130/0,15	C <sub>19</sub> H <sub>19</sub> BF <sub>7</sub> N <sub>4</sub>	446,8	51,91 (51,03)	4,53 (4,25)	12,20 (12,53)	80
19	130—135/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>23</sub> H <sub>14</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	475,8	57,75 (58,00)	3,41 (2,94)	8,69 (8,83)	90
20	130—135/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>21</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>4</sub>	379,9	57,03 (56,87)	5,61 (5,53)	14,48 (14,74)	80
21	115—120/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>21</sub> H <sub>25</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>3</sub>	421,8	65,91 (68,27)	5,94 (5,93)	9,38 (9,96)	80
22	120/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>23</sub> H <sub>28</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>4</sub>	503,8	54,85 (54,78)	5,65 (6,56)	11,04 (11,11)	80
23	135/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>22</sub> H <sub>20</sub> BF <sub>4</sub> N <sub>3</sub>	412,8	64,03 (63,95)	4,94 (4,84)	10,01 (10,17)	80
24	105/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> SiN <sub>2</sub>	268,1	71,66 (71,61)	7,49 (7,46)	10,64 (10,44)	90
25	150/2 · 10 <sup>-2</sup>	C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> BN <sub>2</sub>	235,8	76,45 (76,33)	7,56 (7,21)	11,86 (11,87)	80
26	110/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Si	359,1	58,76 (58,90)	7,67 (7,80)	12,94 (11,70)	90
27	94—97/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>16</sub> H <sub>23</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Si	399,1	48,56 (48,11)	5,99 (5,76)	10,70 (10,52)	90
28	96—98/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> BF <sub>4</sub> N <sub>3</sub> Si	349,1	51,95 (51,56)	6,70 (6,59)	12,70 (12,03)	90
29	93—97/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Si	331,1	55,91 (54,40)	7,01 (7,26)	13,64 (12,68)	90
30	110—112/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> FN <sub>2</sub> Si	359,1	57,10 (56,90)	7,76 (7,80)	12,01 (11,70)	90
31	90—93/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>23</sub> FN <sub>2</sub> Si	387,1	48,39 (48,20)	5,43 (5,75)	10,74 (10,50)	90
32	90—95/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>16</sub> H <sub>25</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>3</sub>	326,8	57,58 (58,75)	7,29 (7,65)	12,16 (12,85)	75
33	95—98/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>31</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>6</sub>	384,8	56,27 (56,13)	8,05 (8,06)	13,65 (18,19)	75
34	110—115/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>22</sub> H <sub>33</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>5</sub>	440,8	60,91 (59,89)	9,39 (8,85)	15,76 (15,88)	75
35	115/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>23</sub> H <sub>33</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	417,8	64,93 (63,19)	7,19 (7,18)	13,07 (13,40)	75
36	97—100/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>18</sub> H <sub>29</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>3</sub>	382,8	56,65 (56,43)	8,23 (7,57)	18,58 (18,28)	75
37	114—117/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> BF <sub>4</sub> N <sub>5</sub>	424,8	48,21 (48,02)	6,13 (6,12)	16,45 (16,47)	75
38	104—108/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> BF <sub>2</sub> N <sub>3</sub>	422,8	48,30 (48,25)	6,27 (5,67)	16,90 (16,56)	85
39	98—100/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>16</sub> H <sub>27</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>5</sub>	356,8	53,95 (53,81)	8,02 (7,57)	20,12 (19,62)	80
40	104—106/2 · 10 <sup>-3</sup>	C <sub>19</sub> H <sub>33</sub> BF <sub>3</sub> N <sub>5</sub>	398,8	57,65 (57,17)	8,12 (8,28)	17,04 (17,52)	80

Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abgezogen und der flüssige Anteil des verbliebenen Rückstandes am Hochvakuum in eine Kühlfalle gesaugt und anschließend destilliert.

Darstellung von **8–23**, **25** und **32–40**. Zu 0,05 mol des Silylaminids, gelöst in 400 ml Petroläther, wurden 0,05 mol des Halogendiorganylborans in 100 ml Petroläther zugetropft und 3 h am Rückfluß gekocht. Nach dem Absaugen des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer verblieb ein flüssiger Rückstand. Im Falle von **8–13**, **25** und **32** wurde dieser destilliert. Für **14–23** und **33–40** zeigte sich, daß die Reaktion nicht vollständig abgelaufen war. Diese Produkte wurden etwa 15 min am Ölbad auf 130–140°C erhitzt (ohne Lösungsmittel), Trimethylchlorsilan abgesaugt und anschließend destilliert.

Darstellung von **24**. 1 mol N,N'-Diphenylformamidin wurde in 1500 ml CCl<sub>4</sub> gelöst, 1 mol Triäthylamin zugesetzt und dann 1 mol Chlortrimethylsilan zugetropft, 8 h am Rückfluß gekocht, das gebildete Triäthylammoniumchlorid in einer Druckfilternutsche unter N<sub>2</sub> abgetrennt, die Lösung am Rotationsverdampfer eingeengt und anschließend destilliert.

Darstellung von **26–31**. Zu 0,5 mol N,N'-Dimethyläthylendiamin (gelöst in 750 ml Petroläther) wurden 0,5 mol n-Butyl-lithium in 350 ml n-Hexan zugetropft und 5 h am Rückfluß gekocht. Dann wurden 0,5 mol Chlortrimethylsilan zugetropft und weitere 5 h am Rückfluß gekocht. Hierauf wurden nochmals 0,5 mol n-Butyllithium zugetropft und wieder 5 h gekocht. Anschließend erfolgte die Zugabe des Imidhalogenids 5stündigiges Kochen am Rückfluß. Die Aufarbeitung erfolgte analog zu **1–7**.

**Analysen.** Die C-, H- und N-Bestimmungen wurden als Verbrennungsanalysen (Mikro-Pregl bzw. Mikro-Dumas) durchgeführt (Mikroanalytisches Laboratorium Beller, Göttingen).

Alle NMR-Messungen wurden in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> durchgeführt. Als Standardsubstanzen wurden TMS (intern), F<sub>3</sub>B · O(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub> (extern) und FCCL<sub>3</sub> (intern) verwendet. In den Tabellen der NMR-spektroskopischen Daten gibt das positive Vorzeichen durchwegs eine Verschiebung zu geringerem Feld bezogen auf den Standard an.

Die Aufnahme der Massenspektren erfolgte bei 70 eV.

## Literatur

- [1] Teil XVI: W. MARINGGELE u. A. MELLER, Monatsh. Chem., im Druck.
- [2] H. KESSLER, Angew. Chem. **82**, 237 (1970).
- [3] M. FUKUI, K. ITOH u. Y. ISHII, J. Chem. Soc., Perkin Trans. II **1972**, 1043.
- [4] W. MARINGGELE u. A. MELLER, Z. anorg. allg. Chem. **443**, 148 (1978).
- [5] Z. RAPPOPORT u. R. TA SHMA, Tetradron Lett. **32**, 5281 (1972).
- [6] H. KESSLER, Liebigs Ann. Chem. **708**, 57 (1967).
- [7] C. G. McCARTY, in: The Chemistry of the Carbon-Nitrogen-Double Bond, ed. S. PATAI, Chap. 9, J. Wiley and Sons, New York, 1970.
- [8] P. BAUDET u. D. RAO, Helv. Chim. Acta **53**, 1011 (1970).
- [9] M. E. RUNNER, M. L. KILPATRICK u. E. C. WAGNER, J. Amer. Chem. Soc. **69**, 1406 (1947).
- [10] M. J. COOK, A. R. KATRITZKY u. S. NADJI, J. Chem. Soc. Perkin-Trans. II, **1976**, 211.
- [11] G. SCHWENKER u. K. BÖSL, Die Pharmazie **24**, 653 (1964).
- [12] A. W. CHAPMAN u. CH. H. PERROTT, J. Chem. Soc. **1932**, 1070.
- [13] M. D. PREVORŠEK, J. Chim. Phys. Phys.-Chim. Biol. **55**, 840 (1958).
- [14] R. L. SHRINER u. F. W. NEUMANN, Chem. Rev. **34**, 351 (1944).
- [15] V. A. DOROKHOV, V. I. SEREDENKO u. B. M. MIKHAILOV, Zh. Obsch. Khim. **46**, 1057 (1976).
- [16] B. M. MIKHAILOV, Pure Appl. Chem. **49**, 749 (1977).
- [17] B. M. MIKHAILOV, V. A. DOROKHOV, V. I. SEREDENKO u. I. P. YAKOVLEV, Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Khim. **1974**, 1665.
- [18] B. M. MIKHAILOV u. V. A. DOROKHOV, Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Khim. **1973**, 2649.
- [19] H. NÖTH, Z. Naturforsch. **16 b**, 618 (1961).

- [20] A. B. BURG u. R. I. KULJIAN, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 3103 (1950).
- [21] S. SIJUSHI u. S. WITZ, J. Amer. Chem. Soc. **79**, 2447 (1957).
- [22] E. A. V. EBSWORTH u. H. J. EMELEUS, J. Chem. Soc. **1958**, 2150.
- [23] M. P. BROWN, E. E. DANN, D. W. HUNT u. H. B. SILVER, J. Chem. Soc. **1962**, 4648.
- [24] K. NIEDENZU, H. BEYER u. J. W. DAWSON, Inorg. Chem. **1**, 738 (1962).
- [25] A. B. BURG u. C. L. RANDOLPH, J. Amer. Chem. Soc. **73**, 953 (1951).
- [26] E. WIBERG u. K. SCHUSTER, Z. anorg. allg. Chem. **213**, 77 (1933).
- [27] R. L. BROTHERTON, A. L. MCCLOSKEY, L. L. PETTERSON u. H. STEINBERG, J. Amer. Chem. Soc. **82**, 6242 (1960).
- [28] H. NÖTH u. W. LUKAS, Chem. Ber. **95**, 1505 (1962).
- [29] J. GOUBEAU, M. RAHTZ u. H. J. BECHER, Z. anorg. allg. Chem. **275**, 161 (1964).
- [30] H. NÖTH, V. A. DOROKHOV u. F. PFAB, Z. anorg. allg. Chem. **318**, 293 (1962).
- [31] A. FINCH, P. J. GARDNER, E. J. PEARN u. G. W. WATTS, Trans. Faraday Soc. **63**, 1880 (1967)
- [32] J. E. BURCH, W. GERRARD, M. HOWARTH u. E. F. MOONEY, J. Chem. Soc. **1960**, 4916.
- [33] H. KORSCHING, Z. Naturforsch. **1**, 219 (1946).
- [34] G. J. M. VAN DER KERK u. I. G. A. LULJEN, Org. Synth. **4**, 881 (1963).
- [35] E. W. ABEL, S. H. DANGEGAONKER, W. GERRARD u. M. F. LAPPERT, J. Chem. Soc. **1956**, 4697.
- [36] W. MARINGGELE u. A. MELLER, Z. anorg. allg. Chem. **433**, 94 (1977).

Bei der Redaktion eingegangen am 18. März 1978.

Anschr. d. Verf.: Dr. WALTER MARINGGELE und Prof. Dr. ANTON MELLER, Anorg.-Chem. Inst.  
d. Univ., Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen