

Zum gezielten Aufbau oligomerer Strukturen der Elemente der 14. Gruppe mittels ihrer Triflatderivate

W. Uhlig *

*Fachbereich Chemie der Martin-Luther-Universität Halle–Wittenberg Postfach, O-4010 Halle / S
(Deutschland)*

(Eingegangen den 3. Juli 1991)

Abstract

Oligosilanes as well as germyl- and stannylsilanes with variable substituents are obtained by reaction of element triflates with lithium derivatives of the elements of group 14. Syntheses are characterized by high regioselectivity and short reaction times at low temperatures. Exchange processes similar to metal halogen exchange are not observed. In this way the selective preparation of higher oligomers of silicon, germanium and tin has been made possible.

Zusammenfassung

Oligosilane sowie Germyl- und Stannylsilane mit variablen Substitutionsmustern werden durch stufenweise Reaktionen aus Elementtriflaten und Lithiumderivaten der Elemente der 14. Gruppe erhalten. Die Umsetzungen sind gekennzeichnet durch eine hohe Regioselektivität sowie durch kurze Reaktionszeiten bei tiefen Temperaturen. Austauschprozesse in Analogie zum Metall–Halogen-Austausch werden nicht beobachtet. Damit ist der gezielte Aufbau höherer Oligomerer des Siliciums, Germaniums und Zinns leicht möglich.

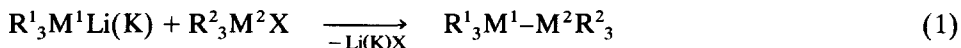
Einleitung

Oligosilane sowie auch Germyl- und Stannylsilane haben in den letzten Jahren Interesse als vielseitig einsetzbare Synthesebausteine gefunden. Eine Übersicht über den Kenntnisstand zur Darstellung oligomerer Silane hat Hengge [1] gegeben. Prinzipiell stehen folgende Wege zur Verfügung:

1. Direkte Knüpfung von Si–Si-Bindungen mittels chemischer und elektrochemischer Methoden.
2. Abbau vorhandener, vorzugsweise polymerer Strukturen mit Si–Si-Gerüsten durch chemische Reaktionen.

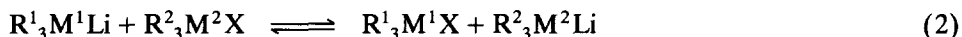
Die gebildeten Si–Si-Gerüste können anschließend durch Substituentenaustausch in die gewünschten Derivate umgewandelt werden. Dafür stehen Substitutions- und Äquilibrierungsreaktionen zur Verfügung.

Organogermyl- und Organostannylsilane werden vorwiegend aus den Alkalimetall- und Halogenverbindungen der entsprechenden Elemente nach Gl. 1 hergestellt.



($\text{M}^1 = \text{M}^2 = \text{Si, Ge, Sn}$; $\text{X} = \text{Halogen}$)

Die Hauptschwierigkeit des Verfahrens besteht darin, daß die reaktiven Gruppen zum Metall-Halogen-Austausch noch vor der Abspaltung des Alkalimetallhalogenids neigen, so daß ein Gleichgewicht nach Gl. 2 der Umsetzung vorgelagert ist



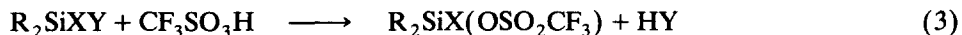
Da die Bindungsstärke der Elemente Silicium, Germanium und Zinn untereinander nur wenig differiert [2], unabhängig davon, ob die Verbindung $\text{R}^1_3\text{M}^1-\text{M}^2\text{R}^2_3$ dem homonuklearen Typ ($\text{M}^1 = \text{M}^2$) oder dem heteronuklearen ($\text{M}^1 \neq \text{M}^2$) angehört, entscheidet lediglich die Gleichgewichtslage darüber, ob Disilane, Digermane und Distannane die Haupt- oder Nebenprodukte solcher Umsetzungen sind. Die Wahl des Alkalimetalls, des Lösungsmittels, die Art der Komponentenzusammenführung und die Reaktionstemperatur spielen eine wichtige Rolle für die Gleichgewichtslage und die Geschwindigkeit ihrer Einstellung. Von all diesen Faktoren wird daher die Ausbeute des gewünschten Endproduktes stark beeinflusst. Die günstigsten Reaktionsbedingungen sind in der Literatur beschrieben [3–8]. An dieser Stelle soll über eine Methode zur Darstellung von Oligomeren der 14. Gruppe berichtet werden, die die genannten Probleme vermeidet.

Ergebnisse und Diskussion

Bei unseren umfangreichen Untersuchungen zur Chemie der Silyltriflate [9–14] konnten wir zeigen, daß die Triflatgruppe als hervorragende Abgangsgruppe einige Besonderheiten aufweist.

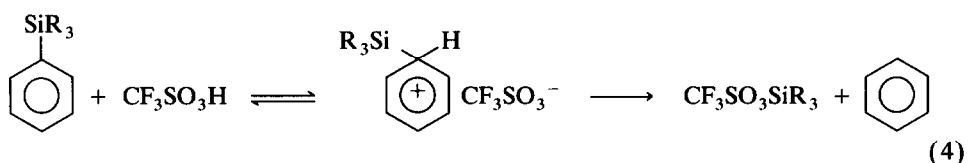
Zum einen unterliegt sie bei der Reaktion mit Organoelement-Alkalimetall-Derivaten keinen dem Metall-Halogen-Austausch analogen Prozessen. Damit sind die Umsetzungen, die häufig schon bei tiefen Temperaturen quantitativ ablaufen, in der Regel hochselektiv.

Zum anderen konnten wir zeigen, daß Triflatderivate des Siliciums, Germaniums und Zinns mit einem variablen Substitutionsmuster häufig leichter herstellbar sind als entsprechende Halogenderivate. Untersuchungen von Bassindale [15] sowie eigene Arbeiten [16,17] haben gezeigt, daß Silicium-Element-Bindungen von Trifluormethansulfonsäure nach Gl. 3 selektiv in der Reihenfolge α -Naphthyl $> \text{Ph} > \text{Cl} > \text{H} \gg \text{Me, Et, } ^t\text{Bu}$ gespalten werden.



($\text{X, Y} = \alpha\text{-Naphthyl, Ph, Cl, H}$; $\text{R} = \text{Me, Et, } ^t\text{Bu}$)

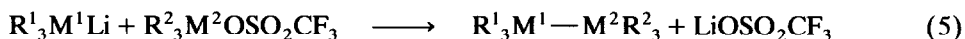
Somit ist die Protodesilylierung phenylierter Silane (Gl. 4), Germane und Stannane eine ideale Methode zur Darstellung von Elementtriflaten.



Die Aussagen, die Eaborn zum Mechanismus und zur Kinetik der Protodesilylierung mit Perchlorsäure gemacht hat [18–25], sollten in gleicher Weise für die noch stärkere Trifluormethansulfonsäure gelten. Danach ergeben sich für die Geschwindigkeit der Spaltung von Ph–E-Bindungen (E = Si, Ge, Sn) mittels Trifluormethansulfonsäure folgende Abstufungen:

1. Elektronenreichere Phenylsubstituenten werden vor elektronenärmeren abgespalten. So gilt die Spaltungsfolge *p*-Tolyl > Phenyl > *p*-Chlorphenyl.
2. Besitzen die weiteren Substituenten am Silicium eine elektronenziehende Wirkung, so wird die Spaltung der Phenyl–Element-Bindung verlangsamt. Elektrophilendrückende Substituenten beschleunigen sie.
3. Aussage 2 wird insofern eingeschränkt, als sterisch anspruchsvolle Substituenten (z.B. ⁱPr, ^tBu, Cyclohexyl) die Spaltungsgeschwindigkeit herabsetzen.
4. Entsprechend der Größe ihrer Bindungsenergien werden Phenyl–Element-Bindungen der 14. Gruppe in der Reihenfolge (E =) Sn > Ge > Si gespalten.

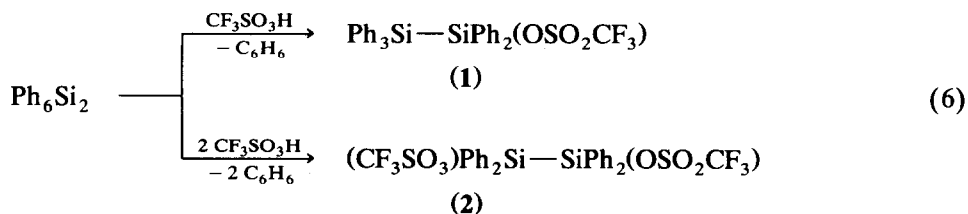
Auf der Basis der vorgestellten Spaltungsregeln und der selektiven Umsetzungen der erhaltenen Elementtriflate mit Organoelement-Alkalimetall-Derivaten (Gl. 5) können spezielle Oligomere der Elemente der 14. Gruppe gezielt aufgebaut werden, wobei sich Gleichgewichte in Analogie zu Gl. 2 ausschließen lassen.



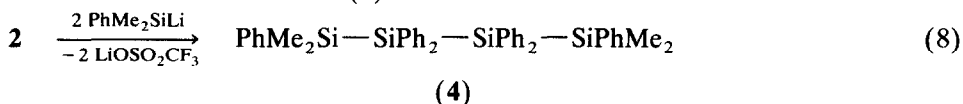
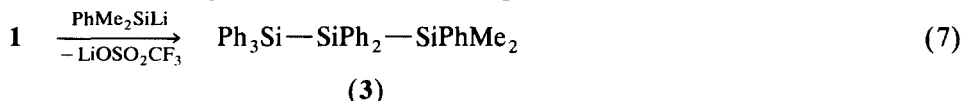
Diese Synthesevariante ist besonders dann von Interesse, wenn spezielle Substitutionsmuster an Oligomeren erreicht werden sollen. Die synthetischen Möglichkeiten werden anschließend an einigen Beispielen dargelegt.

Geeignete Ausgangsverbindungen zum Aufbau höherer Oligosilane sind phenylierte Disilane. Ausgehend von Hexaphenyldisilan werden mittels stufenweiser Substitution von Phenylgruppen durch Triflatreste die oligomeren Silyltriflate 1 und 2 erhalten.

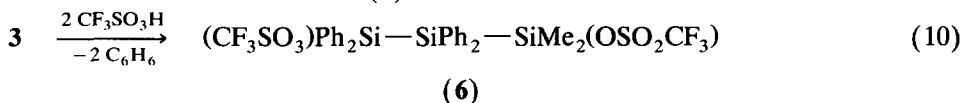
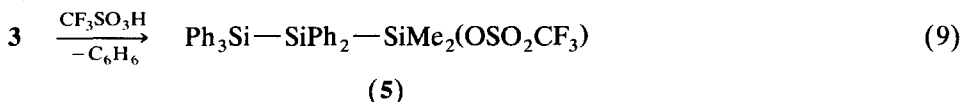
Die Substitution einer Phenylgruppe durch Triflat deaktiviert das entsprechende Siliciumatom gegenüber einem weiteren Angriff durch die Säure. Folglich wird die zweite Spaltung selektiv am anderen Siliciumatom beobachtet.



Aus den Disilanen **1** und **2** lassen sich nun durch Umsetzung mit Triorganosilyllithiumverbindungen Tri- und Tetrasilane gemäß Gln. 7 und 8 darstellen.

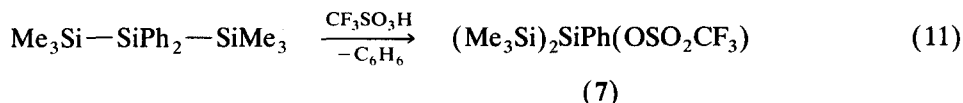


Anhand des Trisilans **3**, dessen endständige Siliciumatome verschieden substituiert sind, läßt sich zeigen, daß systematisch und stufenweise höhere Oligomere aufgebaut werden können. Der erneute Angriff von Trifluormethansulfonsäure erfolgt aus sterischen Gründen an den endständigen Siliciumatomen. Dabei ist das dimethylierte Siliciumatom im Sinne dieser Reaktion durch die elektronendrückenden Methylgruppen stark aktiviert. Nach Eaborn [24] sollten sich die Geschwindigkeitskonstanten der Protodesilylierung der Dimethylphenyl- und der Triphenylsilylgruppe um mehr als eine Zehnerpotenz unterscheiden. Somit gelingt ausgehend von **3** eine selektive Spaltung mit Trifluormethansulfonsäure nach Gl. 9. Der Zusatz eines weiteren Äquivalents der Säure führt gemäß Gl. 10 zur 1,3-Substitution.

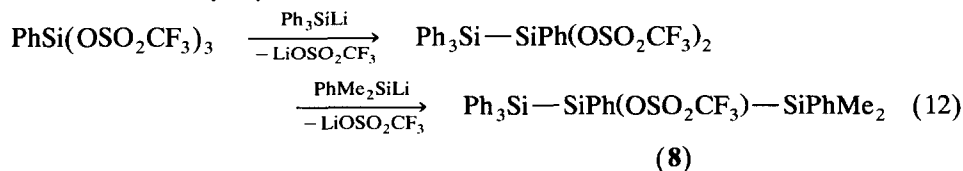


Ausgehend von den Trisilanen **5** und **6** sind in Analogie zu den Gln. 7 und 8 weitere Aufbaureaktionen möglich.

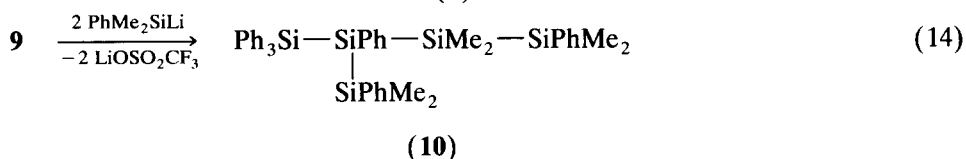
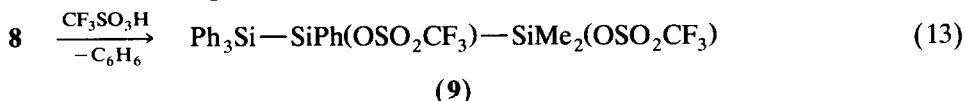
Neben dem Kettenwachstum an den endständigen Positionen ist es auch möglich, gezielt Verzweigungen der Ketten zu erreichen. Dies gelingt, wenn die endständigen Positionen des Oligosilans ausschließlich alkylsubstituiert sind. Gemäß Gl. 11 können dann Phenylsubstituenten aus Mittelpositionen abgespalten werden.



Tragen hingegen die endständigen Siliciumatome ebenfalls Phenylgruppen, so muß nach einem anderen Synthesekonzept vorgegangen werden. Die Triflatgruppe wird dann schon vor der Si-Si-Kettenknüpfung an das gewünschte Siliciumatom gebunden. Gleichung 12 zeigt die Synthese des in 2-Stellung substituierten Trisilans **8** aus Phenylsilyl-tris-(trifluormethansulfonat).



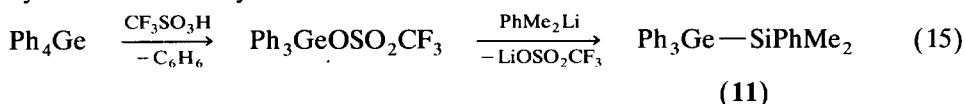
Wird **8** mit einem weiteren Äquivalent Säure umgesetzt, so kommt es nach Gl. 13 erwartungsgemäß zu einer Phenylabspaltung am dimethylierten, endständigen Siliciumatom unter Bildung des Trisilans **9**, welches nach Gl. 14 zum verzweigten Pentasilan **10** umgesetzt werden kann.



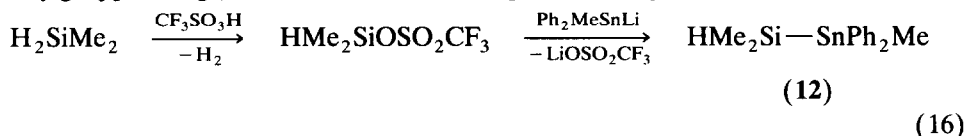
Die aufgeführten Beispiele zeigen, daß unter konsequenter Ausnutzung der selektiven Protodesilylierung Oligosilane gezielt aufgebaut werden können. Diese quantitativ und regioselektiv ablaufenden Synthesen führten uns zu der Frage, ob das Syntheseprinzip auch für die Darstellung spezieller Germyl- und Stannylsilane von Interesse ist.

Es bieten sich dabei jeweils zwei Varianten an, da von jedem der Elemente sowohl die Alkalimetall- als auch die Triflatverbindungen darstellbar sind. Schon bei tiefen Temperaturen erfolgt eine eindeutige und rasche Reaktion gemäß Gl. 5. Somit wird die Synthesestrategie ausschließlich durch die günstigste Zugänglichkeit der Ausgangsverbindungen bestimmt. Daraus ergaben sich folgende Resultate:

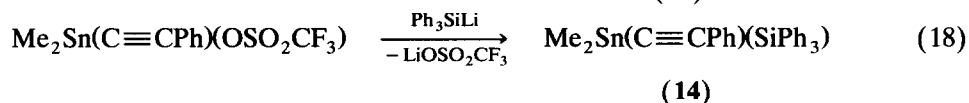
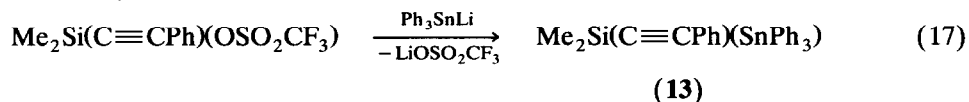
1. Da die Ausbeute bei der Darstellung von Triorganogermyl-Alkalimetall-Verbindungen niedriger ist als bei den entsprechenden Silicium- und Zinnderivaten, die Germyltriflate hingegen nahezu quantitativ erhalten werden, ist für die Synthese von Germylsilanen die Variante nach Gl. 15 vorteilhaft.



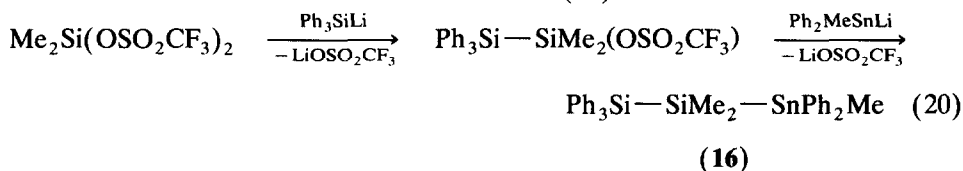
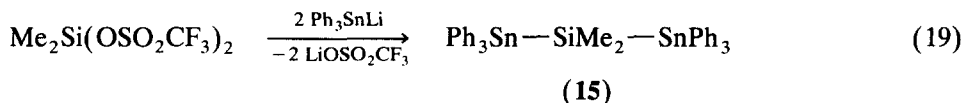
2. Trialkylelement-Alkalimetall-Derivate sind schwieriger zugänglich und instabiler als entsprechende Arylverbindungen. Daher wird das Element, welches keine Arylgruppen trägt, in Form der Triflatkomponente eingesetzt (Gl. 16).



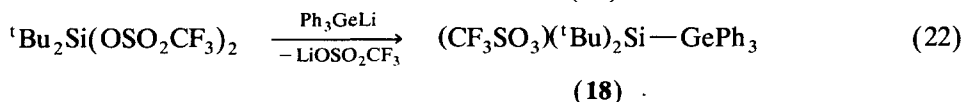
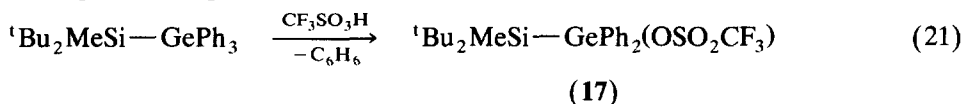
3. Enthält eines von beiden Elementen eine weitere funktionelle Gruppe, so ist es als Triflatkomponente einzusetzen. In den Gln. 17 und 18 wird das am Beispiel von alkinylsubstituierten Derivaten demonstriert [26].



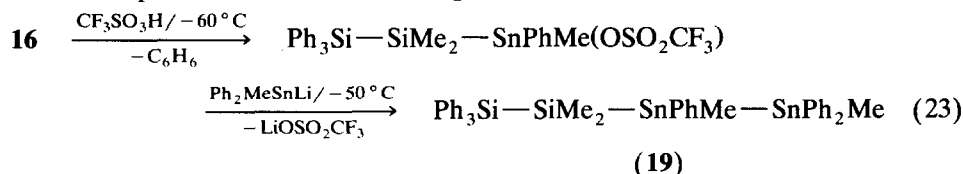
4. Dialkalimetallderivate des Siliciums, Germaniums und Zinns sind in der Regel nicht bzw. nur schwer und in mäßigen Ausbeuten zugänglich. Sollen daher mehrere Bindungen zwischen den Elementen geknüpft werden, so wird das verknüpfende Element als Triflatkomponente eingesetzt (Gl. 19). Eine solche Reaktion kann wiederum auch stufenweise durchgeführt werden. Somit lassen sich beide Triflatsubstituenten durch unterschiedliche Gruppen austauschen. Im Ergebnis dessen kann z.B. ein stannyliertes Disilan nach Gl. 20 erhalten werden.



5. Arbeiten von Maas [27] und eigene Untersuchungen [17] zeigten, daß triflatsubstituierte Germyl- und Stannylsilane nach zwei verschiedenen Synthesestrategien zugänglich sind. In Abhängigkeit davon, ob die Triflatgruppe am leichteren oder schwereren Element eingeführt werden soll, wird entsprechend der Gln. 21 und 22 verfahren. Thermisch stabile Verbindungen werden erhalten, wenn das Siliciumatom großvolumige Reste trägt.



Ausgehend von **16** kann auf diese Weise wiederum ein Oligomerengerüst systematisch aufgebaut werden. Das bei Umsetzung mit Trifluormethansulfonsäure entstehende Derivat ist jedoch thermisch nicht ausreichend stabil und wird daher bei tiefen Temperaturen sofort weiter umgesetzt (Gl. 23).



Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß die Synthese von Oligomeren der Elemente der 14. Gruppe über Triflatderivate gegenüber Reaktionen mit Elementhalogeniden grundsätzliche Vorteile besitzt. Alle Reaktionen laufen bereits bei tiefen Temperaturen rasch und in hohen Ausbeuten ab. Damit sind in der Regel keine aufwendigen Reinigungsoperationen der Reaktionsprodukte notwendig. Die Regioselektivität der Reaktionen gestattet es darüber hinaus, entsprechend der Spaltungsregeln bei der Protodesilylierung mit Trifluormethansulfonsäure Oligomere mit variablen Substitutionsmustern gezielt aufzubauen. Dabei lassen sich auch funktionelle Gruppen in die Strukturen

einführen. Einziger Nachteil bei der Umsetzung von Elementtriflaten ist die Tatsache, daß sie THF polymerisieren. Dieses sollte daher als Lösungsmittel vermieden werden. Als günstig erweist sich hingegen der Einsatz von Dimethoxyethan.

Experimenteller Teil

Alle Arbeiten wurden in getrockneten Lösungsmitteln unter Argon durchgeführt.

Allgemeine Vorschrift zur Spaltung von Phenyl-Element-Bindungen mittels Trifluormethansulfonsäure:

0.01 mol des entsprechenden oligomeren Silans werden in 100 ml Toluol oder Methylenchlorid gelöst. Bei -40°C wird unter Rühren die entsprechende Menge Trifluormethansulfonsäure langsam zugetropft. Nach Erwärmen auf Raumtemperatur wird 1 h nachgerührt und anschließend das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Das oligomere Elementtriflat resultiert als klares Öl. Die hohe Reinheit der Produkte läßt sich mittels ^{29}Si -NMR-Spektroskopie nachweisen. Reinigungsoperationen sind in der Regel nicht erforderlich. Destillationsversuche führen meist zur Zersetzung der Produkte. Werden in einem Reaktionsschritt mehrere Triflatgruppen in ein Molekül eingeführt, so empfiehlt es sich, den Endpunkt der Reaktion mittels ^{29}Si -NMR zu ermitteln. Das bei der Spaltung von **16** mit Trifluormethansulfonsäure entstehende Stannyltriflat ist thermolabil und wird daher nicht isoliert, sondern sofort bei tiefen Temperaturen weiter umgesetzt.

Allgemeine Vorschrift zur Umsetzung von Elementtriflaten mit Lithiumderivaten der Elemente der 14. Gruppe:

0.01 mol des Elementtriflats werden in 100 ml Toluol oder Dimethoxyethan vorgelegt. Bei -50°C wird die Lithiumverbindung als Lösung in Dimethoxyethan (kein THF verwenden!) zugetropft. Unter Rühren erwärmt man allmählich auf Raumtemperatur und entfernt das Lösungsmittel im Vakuum. Der Rückstand wird mit Toluol versetzt. Dabei fällt das entstandene Lithiumtriflat aus und kann abfiltriert werden. Nach Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum werden die Oligomere als hellgelbe Pulver erhalten. Man extrahiert diese zum Entfernen von Lithiumsalzspuren in einer Soxhlet-Apparatur mit Toluol. Nach Abziehen des Lösungsmittels werden die Verbindungen in einer Ausbeute von 80–85% erhalten. Längerkettige Derivate schmelzen in der Regel über 200°C unter Zersetzung. Einige niedere Oligomere sind destillierbar oder sublimierbar. NMR- und MS-Untersuchungen sowie Elementaranalysen belegen die Reinheit der Verbindungen. Die Daten der Oligosilane **1–10** sind in Tab. 1 zusammengefaßt.

11: Kp. $160\text{--}163^{\circ}\text{C}/0.2\text{ Torr}$. ^{29}Si -NMR: δ (ppm) -18.4 ; ^1H -NMR: δ 0.16 (s, 6H, MeSi), 6.8–7.5 (m, 20H, Ph); MS (70 eV), m/z (%) = 440 (M^+ , 8); Anal. Gef.: C, 70.83; H, 5.81. $\text{C}_{26}\text{H}_{26}\text{GeSi}$ (438.9) ber.: C, 71.14; H, 5.92%.

12: Kp. $135\text{--}138^{\circ}\text{C}/0.5\text{ Torr}$. ^{119}Sn -NMR: δ -139.6 ; ^{29}Si -NMR: δ -27.5 ; $^1\text{J}(\text{SiH})$ 175 Hz; ^1H -NMR: δ 0.25 (d, 6H, MeSi); $^3\text{J}(\text{HCSiH})$ 5 Hz; 0.54 (s, 3H, MeSn), $^2\text{J}(\text{SnCH})$ 57 Hz; 4.50 (sept, 1H, SiH); 6.9–7.5 (m, 10H, Ph); MS (70 eV), m/z = 348 (M^+ , 8); Anal. Gef.: C, 51.66; H, 5.53. $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{SiSn}$ (346.9) ber.: C, 51.93; H, 5.76%.

13: Sublimationspunkt: $110^{\circ}\text{C}/0.005\text{ Torr}$. ^{119}Sn -NMR: δ -151.3 ; ^{29}Si -NMR: δ -28.7 ; ^{13}C -NMR: δ -3.16 (MeSi); 89.44 (SiC $\equiv$); 109.32 (PhC $\equiv$); 122.5–136.5

Tabelle 1

²⁹Si-NMR- und MS-Daten sowie Ergebnisse der Elementaranalysen der Verbindungen 1–10

Verbindung	δ (²⁹ Si) (ppm) ^a			MS (70 eV) <i>m/z</i>	Analysen (Gef. (ber.) (%))	
					C	H
Ph ₃ Si–SiPh ₂ (OSO ₂ CF ₃) (1)	– 25.8	+ 17.7		590 (<i>M</i> ⁺ , 4)	63.05 (62.57)	4.23 (4.01)
[Ph ₂ Si(OSO ₂ CF ₃) ₂] (2)	+ 13.2			662 (<i>M</i> ⁺ , 6)	47.14 (47.61)	3.02 (2.88)
Ph ₃ Si–SiPh ₂ –SiPhMe ₂ (3)	– 24.1	– 39.4	– 20.2	576 (<i>M</i> ⁺ , 9)	79.15 (78.82)	6.24 (6.20)
(PhMe ₂ Si–SiPh ₂) ₂ (4)	– 21.4	– 41.0		634 (<i>M</i> ⁺ , 5)	75.69 (75.28)	6.62 (6.91)
Ph ₃ Si–SiPh ₂ –SiMe ₂ – (OSO ₂ CF ₃) (5)	– 25.9	– 36.8	+ 37.1	–	61.11 (60.76)	4.78 (4.45)
(CF ₃ SO ₃)Ph ₂ Si–SiPh ₂ – SiMe ₂ (OSO ₃ CF ₃) (6)	+ 16.2	– 39.5	+ 36.8	–	46.67 (46.19)	3.61 (3.39)
(Me ₃ Si) ₂ SiPh(OSO ₂ CF ₃) (7)	– 19.6	+ 19.0		400 (<i>M</i> ⁺ , 2)	38.99 (39.31)	5.74 (5.96)
Ph ₃ Si–SiPh(OSO ₂ CF ₃)– SiPhMe ₂ (8)	– 26.0	+ 17.5	– 21.1	–	61.11 (61.34)	4.78 (4.95)
Ph ₃ Si–SiPh(OSO ₂ CF ₃)– SiMe ₂ (OSO ₂ CF ₃) (9)	– 25.2	+ 20.6	+ 38.0	–	46.67 (46.35)	3.61 (3.50)
Ph ₃ Si–SiPh–SiMe ₂ SiPhMe ₂ SiPhMe ₂ (10)	– 26.1	– 82.3 – 24.0	– 42.5 – 21.9	615 (<i>M</i> ⁺ – Ph, 8)	72.80 (72.3)	6.93 (6.65)

^a Lösungsmittel Toluol-*d*₈, Angabe der ²⁹Si-NMR-Werte in der links angeführten Reihenfolge.

(Ph); ¹H-NMR: δ 0.10 (s, 6H, MeSi); 6.9–7.8 (m, 30H, Ph); Anal. Gef.: C, 65.83; H, 4.81; C₂₈H₂₆SiSn (509.1) ber.: C, 66.06; H, 5.11%.

14: Sublimationspunkt: 120 °C/0.005 Torr; ¹¹⁹Sn-NMR: δ – 185.3; ²⁹Si-NMR: δ – 24.2; ¹³C-NMR: δ – 3.65 (MeSn); ²*J*(SnC) 386 Hz, 89.52 (SnC≡), ¹*J*(SnC) 331 Hz; 105.55 (PhC≡), 123.0–136.0 (Ph); ¹H-NMR: δ 0.31 (s, 6H, MeSn), ²*J*(SnCH) 56 Hz; 6.8–7.5 (m, 20H, Ph). Anal. Gef.: C, 66.31; H, 5.24; C₂₈H₂₆SiSn (509.1) ber.: C, 66.06; H, 5.11%.

15: ¹¹⁹Sn-NMR: δ – 162.5; ²⁹Si-NMR: δ – 44.6; MS (70 eV), *m/z* (%) = 683 (*M*⁺ – Ph, 9); Anal. Gef.: C, 59.87; H, 4.55; C₃₈H₃₆SiSn₂ (757.9) ber.: C, 60.22; H, 4.75%.

16: ¹¹⁹Sn-NMR: δ – 149.7; ²⁹Si-NMR: δ – 24.0 (Ph₃Si), – 43.8 (Me₂Si); MS (70 eV), *m/z* (%) = 529 (*M*⁺ – Ph, 11); Anal. Gef.: C, 65.71; H, 5.49; C₃₃H₃₄Si₂Sn (605.2) ber.: C, 65.49; H, 5.62%.

17: ²⁹Si-NMR: δ – 14.2; ¹H-NMR: δ – 0.08 (s, 3H, MeSi), 1.23 (s, 18H, ^tBu); 6.8–7.6 (m, 10H, Ph); MS (70 eV), *m/z* (%) = 477 (*M*⁺ – ^tBu, 4); Anal. Gef.: C, 50.02; H, 5.70; C₂₂H₃₁O₃F₃GeSSi (532.9) ber.: C, 49.58; H, 5.82%.

18: ²⁹Si-NMR: δ + 25.2; ¹³C-NMR: δ 20.15 (CCH₃); 25.91 (CH₃C); 119.24 (CF₃), ¹*J*(CF) 316 Hz, 123.0–135.5 (Ph); ¹H-NMR: δ 1.01 (s, 18H, ^tBu), 6.9–7.6 (m, 15H, Ph); Anal. Gef.: C, 54.75; H, 5.33; C₂₇H₃₃O₃F₃GeSSi (595.0) ber.: C, 54.50; H, 5.55%.

19: ^{119}Sn -NMR: δ -178.3 (PhMeSn), -151.0 (Ph₂MeSn); ^{29}Si -NMR: δ -44.1 (Me₂Si), -25.6 (Ph₃Si); MS (70 eV), m/z (%) = 745 (M^+ - Ph, 3); Anal. Gef.: C, 59.13; H, 5.02; C₄₀H₄₂Si₂Sn₂ (816.0) ber.: C, 58.87; H, 5.15%.

NMR-Messungen: Lösungsmitteln: Toluol-*d*₈ für 11–16 und 19; CDCl₃ für 17 und 18.

Literatur

- 1 E. Hengge, *Nova Acta Leopoldina*, 264 (1985) 367.
- 2 M.F. Lappert, J.P. Pedley, J. Simpson und T.R. Spalding, *J. Organomet. Chem.*, 29 (1971) 195.
- 3 E. Wiberg, E. Amberger und H. Cambasi, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 351 (1967) 164.
- 4 H. Gilman und T.C. Wu, *J. Org. Chem.*, 18 (1953) 753.
- 5 H. Gilman und C.W. Gerow, *J. Am. Chem. Soc.*, 78 (1956) 5823.
- 6 N.S. Vysankin, G.A. Razuvaev, E.N. Gladyshev und S.P. Korneva, *J. Organomet. Chem.*, 7 (1967) 353.
- 7 E. Wiberg, O. Stecher, H.J. Andraschke, L. Kreuzbichler und E. Staude, *Angew. Chem.*, 75 (1963) 516.
- 8 E. Amberger und E. Mühlhofer, *J. Organomet. Chem.*, 12 (1968) 55.
- 9 W. Uhlig und A. Tzschach, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 576 (1989) 281.
- 10 W. Uhlig und A. Tzschach, *Z. Chem.*, 28 (1988) 104.
- 11 W. Uhlig und A. Tzschach, *Z. Chem.*, 28 (1988) 409.
- 12 W. Uhlig und A. Tzschach, *Z. Chem.*, 30 (1990) 254.
- 13 W. Uhlig, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 588 (1990) 133.
- 14 W. Uhlig, *J. Organomet. Chem.*, 402 (1991) C45.
- 15 A.R. Bassindale und T. Stout, *J. Organomet. Chem.*, 271 (1984) C1.
- 16 W. Uhlig und A. Tzschach, *J. Organomet. Chem.*, 378 (1989) C1.
- 17 W. Uhlig, *J. Organomet. Chem.*, 409 (1991) 377.
- 18 C. Eaborn, *Organosilicon Compounds*, Butterworths, London, 1960.
- 19 R.W. Bott, C. Eaborn und P.M. Greasley, *J. Chem. Soc.*, (1964) 4804.
- 20 C. Eaborn, I.D. Jenkins und D.R.M. Walton, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. II*, (1974) 596.
- 21 C. Eaborn und K.C. Pande, *J. Chem. Soc.*, (1960) 1566.
- 22 C.G. Pitt, *J. Organomet. Chem.*, 61 (1973) 49.
- 23 C. Eaborn, T.A. Emokpae, V.I. Sidorov und R. Taylor, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. II*, (1974) 1454.
- 24 R.W. Bott, C. Eaborn und P.M. Jackson, *J. Organomet. Chem.*, 7 (1967) 79.
- 25 C. Eaborn und R.W. Bott, in A.G. Mac Diarmid (Hrsg.), *Organometallic Compounds of Group IV Elements*, Vol. 1, Part 1, Marcel Dekker, New York, 1968, S. 407.
- 26 W. Uhlig, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 603 (1991) 109.
- 27 A. Fronda und G. Maas, *J. Organomet. Chem.*, 391 (1990) 289.