

WALTER STROHMEIER *) und KARLHEINZ MILTENBERGER

**Notiz über die Löslichkeiten von Tetraphenylmethan
Tetraphenyl-silicium, -germanium, -zinn und -blei
in organischen Lösungsmitteln**

Aus dem Institut für Physikalische Chemie der Universität Würzburg

(Eingegangen am 1. März 1958)

Es wurden die Löslichkeiten von Tetraphenylmethan, Tetraphenyl-silicium, -germanium, -zinn und -blei in Heptan, Tetrachlorkohlenstoff, Benzol, *p*-Xylol, Dioxan, Diäthyläther und Pyridin bei $t = 20^\circ$ bestimmt.

Für unsere Untersuchungen über eine eventuale Elektronenacceptor-Donator-wechselwirkung der Tetraphenylverbindungen der Elemente der IV. Gruppe des periodischen Systems der Elemente mit organischen Lösungsmitteln, welche Elektronendonator-Eigenschaften haben, mußten zunächst die Löslichkeiten dieser Verbindungen in einigen ausgewählten organischen Lösungsmitteln bestimmt werden. Die Ergebnisse für $t = 20^\circ$ sind in der Tabelle zusammengestellt. Die Genauigkeit der Messungen beträgt $\pm 1\%$.

Löslichkeiten von CPh_4 , $SiPh_4$, $GePh_4$, $SnPh_4$ und $PbPh_4$
in organischen Lösungsmitteln bei $t = 20^\circ$

Lösungs- mittel	Löslichkeit in g/l von					Löslichkeit in Mol/l von				
	CPh_4	$SiPh_4$	$GePh_4$	$SnPh_4$	$PbPh_4$	CPh_4	$SiPh_4$	$GePh_4$	$SnPh_4$	$PbPh_4$
Heptan	1.8	0.64	0.4	0.2	0.8	0.0056	0.0019	0.00105	0.00047	0.00155
CCl_4	4.3	12.85	11.54	5.24	8.04	0.0134	0.0384	0.0306	0.0123	0.0156
Benzol	8.0	27.0	20.2	9.18	15.4	0.025	0.0807	0.053	0.0215	0.0298
<i>p</i> -Xylol	3.0	9.24	5.7	3.0	0.8	0.0094	0.0276	0.015	0.007	0.00155
Dioxan	6.6	13.5	13.0	5.29	11.4	0.0206	0.0408	0.0341	0.0124	0.0221
Äther	0.6	2.38	2.24	1.02	1.0	0.00187	0.00712	0.00588	0.0024	0.00194
Pyridin	5.0	14.9	13.1	6.8	8.7	0.0156	0.0446	0.0344	0.0157	0.0169

Die Tabelle zeigt, daß die Löslichkeit der untersuchten Tetraphenylverbindungen in organischen Lösungsmitteln bei $t = 20^\circ$ relativ gering ist. Das Lösungsvermögen der organischen Lösungsmittel für die Verbindungen $MePh_4$ nimmt, von einigen Ausnahmen abgesehen, in der Reihe Benzol > Dioxan > Pyridin > Tetrachlorkohlenstoff > Xylol > Äther > Heptan ab.

Generell ist in jedem der untersuchten Lösungsmittel die Reihenfolge der Löslichkeit: $SiPh_4 > GePh_4 > SnPh_4$.

Wir danken der ETHYL-CORP. DETROIT für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit.

*) Derzeitige Anschrift bis September 1958: 322 Donner Lab. Univ. of Calif. Berkeley/4 Calif. USA.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die reinen Verbindungen wurden bei 40° in dem betreffenden Lösungsmittel gelöst und unter Rühren durch Einhängen in einen Thermostaten von $t = 20^\circ$ wieder auskristallisieren gelassen. Nach Absitzen der Kristalle wurde die überstehende gesättigte Lösung abpipettiert, das Lösungsmittel verdampft und der Rückstand ausgewogen.

Darstellung der Substanzen

1. *Tetraphenylmethan*: Dargestellt aus $\text{CPh}_3\text{Cl} + \text{MgPhBr}^{1)}$. Umkristallisiert aus Benzol. Schmp. 283–285°; Lit.: Schmp. 282–285°.

2. *Tetraphenylsilicium* der Fa. HEYL wurde aus Benzol umkristallisiert. Schmp. 235°; Lit.: Schmp. 233°. Reinheitsbestimmung durch Zersetzen der Substanz mit konz. Schwefelsäure und Perhydrol und gravimetrische Bestimmung des SiO_2 . Eingewogen: 1.280 g; gefunden: 1.288 g.

3. *Tetraphenylgermanium*: Dargestellt aus $\text{GeCl}_4 + \text{MgPhBr}^{2)}$ und aus Toluol umkristallisiert. Schmp. 231°; Lit.: Schmp. 230–231°. Reinheitsbestimmung analog, wie bei SiPh_4 angegeben, durch Auswiegen des GeO_2 . Eingewogen: 0.6476 g; gefunden: 0.633 g.

4. *Tetraphenylzinn* der Fa. ROTH, Karlsruhe, wurde aus Benzol umkristallisiert. Schmp. 225°; Lit.: Schmp. 225°. Reinheitsbestimmung analog, wie bei SiO_2 angegeben, durch Auswiegen des SnO_2 . Eingewogen: 1.357 g; gefunden: 1.360 g.

5. *Tetraphenylblei*, dargestellt aus $\text{MgPhBr} + \text{PbCl}_2^{3)}$. Schmp. 224°; Lit.: Schmp. 224 bis 229°. Reinheitsbestimmung durch Zersetzung analog zu SiPh_4 und Auswiegen des Bleies als PbSO_4 . Eingewogen: 0.459 g; gefunden: 0.463 g.

1) C. S. SCHOEPFLE und S. G. TREPP, J. Amer. chem. Soc. **58**, 791 [1936].

2) D. E. WORRALL, J. Amer. chem. Soc. **62**, 3267 [1940].

3) L. S. FOSTER, W. M. DIX und J. J. GRUNTFEST, J. Amer. chem. Soc. **61**, 1685 [1939].

© Verlag Chemie, GmbH. 1958

Verantwortlich für den Inhalt: Prof. Dr. Rudolf Criegee, Karlsruhe. Redaktion: Dr. Wilhelm Merz, München. Verantwortlich für den Anzeigenteil: W. Thiel, Verlag Chemie, GmbH. (Geschäftsführer Eduard Kreuzhage), Weinheim/Bergstr., Pappelallee 3 · Fernsprecher Sammelnummer 3635 · Fernschreiber 0465516 chemieverl wnh. Telegramm-Adresse: Chemieverlag Weinheimbergstr.

Gesetzt aus der Monotype-Times-Schrift; Druck: Buchdruckerei Dr. Alexander Krebs, Weinheim/Bergstr. Printed in Germany. Alle Rechte vorbehalten, insbesondere die der Übersetzung. Kein Teil dieser Zeitschrift darf in irgendeiner Form — durch Photokopie, Mikrofilm oder irgendein anderes Verfahren — ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert werden. — All rights reserved (including those of translations into foreign languages). No part of this issue may be reproduced in any form, by photoprint, microfilm, or any other means, without written permission from the publishers. — Preis jährlich DM 190.—; Einzelheft DM 16.—. — Zahlungen an: Verlag Chemie, GmbH., Weinheim/Bergstr. — Postscheckkonten: Frankfurt a. M. Nr. 145314, Berlin-West Nr. 7430, Wien 108750, Zürich VIII 47055, Stockholm 74137. Banken: Volksbank eGmbH., Deutsche Bank AG., Weinheim/Bergstr., Dresdner Bank A. G., Mannheim, P 2, 10/13. — Abbestellungen nur bis spätestens 6 Wochen vor Ablauf eines Halbjahres. Gerichtsstand und Erfüllungsort Weinheim/Bergstr. Lieferung erfolgt auf Rechnung/ und Gefahr des Empfängers.