

Für die Überlassung von IV und V, die Bestimmung der Molgewichte und die Durchführung von Analysen danken wir den Herren Dipl.-Chem. W. MÜLLER, Dr. H. REUTHER und Dr. H. ROTZSCHE.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Alle Arbeiten wurden unter sauerstoff-freiem Stickstoff⁸⁾ durchgeführt. Die Apparatur bestand aus einem 2-l-Vierhalskolben mit Rührer, Thermometer, Tropftrichter mit Gaseinleitungsrohr und einem mit Gasableitungsrohr versehenen Intensivkühler. Die Abgasleitung verlief über eine Kühlfalle (-78°) zu einem Rückschlagventil, um Eindringen von Luft zu vermeiden.

Trisilylmethan (I): Zu einer Suspension von 47 g (1.24 Mol) $LiAlH_4$ in 600 ccm damit getrocknetem Diäthyläther wurden unter Rühren 180 g (4.00 Mol) $(Cl_3Si)_3CCl$ (II) in 200 ccm Diäthyläther so getropft, daß die Lösung schwach siedete. Infolge Bildung von Monosilan traten zu Beginn der Reaktion am Rückschlagventil weiße Nebel von Kieselsäure auf. Nach beendeter Zugabe wurde 12 Stdn. unter Rückfluß gekocht, wobei Teile des Diäthyläthers und des Reduktionsproduktes vom Stickstoff mitgerissen, aber in der Kühlfalle aufgefangen wurden. Über 2 Kühlfallen (-78°) zogen wir *I* und restlichen Äther im auf 65° erhitzten Wasserbad mit einer Wasserstrahlpumpe vom Festprodukt ab. Der Diäthyläther wurde über eine 1-m-Vigreux-Kolonnen mit hohem Rücklaufverhältnis abdestilliert und *I* im Rückstand angereichert. Nach sechsmaliger Fraktionierung konnten wir schließlich 10 g (18%) einer wasserhellen Flüssigkeit über eine kleine Kolonne abdestillieren. Sdp.₇₆₀ $61-62^{\circ}$, n_D^{20} 1.4398. Gaschromatogramm: 98.1% *I*, 1.47% Diäthyläther, 0.43% CO_2 (aus dem Kühlmittel).

$CH_{10}Si_3$ (106.3) Ber. Si 79.32 H 8.53 (an Si gebunden)
Gef. Si 78.9 H 8.36 (an Si gebunden)
Mol.-Gew. 96 (kryoskop. in Benzol)

Das IR-Spektrum stimmte mit dem von AMBERGER und BOETERS angegebenen überein⁴⁾.

Die Darstellung von *I* aus IV bzw. V wurde entsprechend durchgeführt. Die Ausb. an *I* betrug aus IV 19%, aus V 16.3%. In den Eigenschaften stimmten die erhaltenen Substanzen überein.

⁸⁾ F. R. MEYER und G. RONGE, Angew. Chem. **51**, 637 [1939].