

Schwingungsspektren der Cyanodimethylmetall-Komplexe von Magnesium, Aluminium, Gallium und Indium

Joachim Müller, Fritjof Schmock, Achim Klopsch und Kurt Dehnicke*

Fachbereich Chemie der Universität Marburg/Lahn, D-3550 Marburg/Lahn, Lahnberge

Eingegangen am 20. August 1974

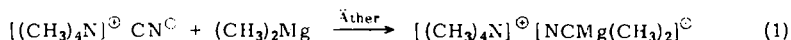
Tetramethylammoniumcyanid reagiert mit in Äther gelöstem Dimethylmagnesium unter Bildung von $[\text{Me}_4\text{N}]_4[\text{Me}_2\text{MgCN}]_4$, dessen komplexes Anion mit dem bereits bekannten, ebenfalls tetrameren Dimethylaluminiumcyanid $[\text{Me}_2\text{AlCN}]_4$ isoelektronisch ist. Die Schwingungsspektren werden mitgeteilt und durch die Spektren der homologen Cyanide von Gallium und Indium ergänzt.

Vibrational Spectra of the Cyanodimethylmetal Complexes of Magnesium, Aluminium, Gallium, and Indium

Tetramethylammonium cyanide reacts with an ethereal solution of dimethylmagnesium to form $[\text{NMe}_4]_4[\text{Me}_2\text{MgCN}]_4$, the complex anion of which is isoelectronic with the known tetrameric dimethylaluminium cyanide $[\text{Me}_2\text{AlCN}]_4$. The vibrational spectra are reported together with those of the corresponding gallium and indium compounds.

Die ausgeprägte Eigenschaft des Cyanid-Ions, mit Hilfe der freien Elektronenpaare am C- und N-Atom in metallorganischen Verbindungen als sp-verbrückende Einheit zwischen zwei Metallatomen aufzutreten, ist an verschiedenen Beispielen belegt. Hierzu gehören die tetrameren Dimethylmetallcyanide $[\text{Me}_2\text{MCN}]_4$ (M = Al, Ga, In) (**2a-c**)¹⁾, Komplexe des Typs $[\text{Me}_3\text{M} \cdots \text{C} \equiv \text{N} \cdots \text{MMe}_3]^\ominus$ mit M = Al²⁾, Ga³⁾ und neuerdings auch kationische Komplexe wie zum Beispiel $[\text{MeHg} - \text{C} \equiv \text{N} - \text{HgMe}]^\oplus$ ⁴⁾. Soeben berichteten wir über einen Cyanokomplex des Dimethylmagnesiums, $[(\text{Me}_2\text{Mg})_2\text{CN}]_2^{2\ominus}$, bei dem neben verbrückenden Methylgruppen die Cyanogruppe ebenfalls als lineare Brückenbaugruppe fungiert⁵⁾. Er wurde durch Einwirkung von überschüssigem Dimethylmagnesium auf $[\text{Me}_4\text{N}]\text{CN}$ erhalten.

Wir fanden nun, daß sich bei Anwendung äquimolarer Mengenverhältnisse $\text{CN}^\ominus/\text{Me}_2\text{Mg}$ in ätherischer Phase gemäß Gl. (1) ein 1:1-Donator-Akzeptorkomplex bildet:



Die Tendenz des Mg-Atoms nach Ausbildung der Koordinationszahl 4 und das Bestreben der CN-Gruppe, als linearer Brückenligand zu fungieren, sowie das Fehlen von charakteristischen Schwingungsfrequenzen für CH_3 -Brücken⁶⁾ legen für das

1) G. E. Coates und R. N. Mukherjee, J. Chem. Soc. 1963, 229.

2) F. Weller und K. Dehnicke, J. Organomet. Chem. 36, 23 (1972).

3) K. Dehnicke und I. L. Wilson, J. C. S. Dalton 1973, 1428.

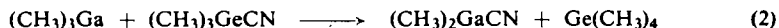
4) W. Morell und D. Breiting, J. Organomet. Chem. 71, C 43 (1974).

5) A. Klopsch und K. Dehnicke, Chem. Ber. 108, 420 (1975).

6) P. Krohmer und J. Goubeau, Z. Anorg. Allg. Chem. 369, 238 (1969).

komplexe Anion die tetramere Struktur **1** nahe, die mit den Dimethylmetallcyaniden von Al, Ga und In **2a** – **c** isostrukturell ist und mit der Aluminiumverbindung auch isoelektronisch. Die tetramere Moleküleinheit **2** ist durch kryoskopische Mol.-Massebestimmungen gesichert¹⁾; in den Massenspektren (s. u.) läßt sich zumindest für **2a** der um eine CH₃-Gruppe ärmere Molekülonenpeak des Tetrameren erkennen.

Da von den Verbindungen **2a** – **c** schwingungsspektroskopisch nur die IR-Frequenzen der CN-Valenzschwingungen bekannt¹⁾, haben wir im Zusammenhang mit dem Schwingungsspektrum von **1** auch die IR- und Raman-Spektren von **2a** – **c** registriert. Bei der Darstellung der Verbindungen **2a** – **c** folgten wir bei **2a** und **c** dem von Coates et al.¹⁾ beschriebenen Verfahren der Darstellung aus den Trimethylmetallen und HCN. Dagegen bereitete die Anwendung dieser Vorschrift auf **2b** bezüglich der Ausbeuten Schwierigkeiten. Einen praktisch vollständigen Stoffumsatz erhielten wir durch Verwendung von Trimethylgermaniumcyanid gemäß (2) in ätherischer Lösung:




Zur Einführung der CN-Gruppe lassen sich auch (CH₃)₃SnCN und (CH₃)₃PbCN verwenden.

Schwingungsspektren

In Tab. 1 sind die Schwingungsspektren mit den Zuordnungsvorschlägen enthalten. Die Abb. 1, 2 geben die Schwingungsspektren der miteinander isoelektronischen Spezies **1** und **2a** wieder.

Berücksichtigt man zunächst nur die Gerüstatome (ohne H-Atome), so ergibt die Erwartung für ein 20-atomiges Molekül 54 Grundschwingungen, davon bei Vorliegen der höchstmöglichen Symmetrie der Punktgruppe C_{4h} wegen des Symmetriezentrums je die Hälfte im IR- und Raman-Spektrum. Ein Blick auf Tab. 1 und Abb. 1, 2 in dem für die Gerüstschwingungen in Betracht kommenden Bereich unterhalb 700 cm⁻¹ zeigt, daß diese Erwartung nicht annähernd erfüllt ist. Wir beobachten sowohl für **1** als auch für **2a** in diesem Bereich lediglich 9 Schwingungen und zudem keine Anzeichen von Alternativverhalten. Dies bedeutet, daß über die CN-Brücken hinweg keine Schwingungskopplung erfolgt, so daß die schwingungsspektroskopische Behandlung des Problems nur nach der lokalen Symmetrie der Mg- bzw. Al-Atome vorgenommen werden kann. Sie führt in dem vorliegenden Fall zur lokalen Symmetrie C_s, für die

für das tetraedrische Gerüstfragment  insgesamt 9 Grundschwingungen (6A', 3A'') zu erwarten sind, davon 4 Valenzschwingungen (3A', 1A'') und 5 Deformationen (3A', 2A''). Diese Bedingungen stimmen sowohl nach der Anzahl der Banden als auch bezüglich ihrer Frequenzaufteilung nach Valenz- und Deformationsschwingungen bei beiden Verbindungen sehr gut mit dem Experiment überein (s. Tab. 1). Allgemein läßt sich feststellen, daß die Banden von **1** gegenüber entsprechenden Schwingungen von **2a** deutlich langwellig verschoben sind, was in erster Linie dem Einfluß der bindungslockernden negativen Ladung von **1** zuzuschreiben ist. Dieser Einfluß macht sich auch auf die Lage der CN-Valenzschwingung bemerkbar, die gegenüber **1** (2145 cm⁻¹) nach 2223 cm⁻¹ verschoben ist und damit der Lage der

Tab. 1. Schwingungsspektren der Komplexe 1 und 2a-c

$[(CH_3)_4N]_4[(CH_3)_2MgCN]_4$ 1	$[(CH_3)_2AlCN]_4$ 2a	$[(CH_3)_2GaCN]_4$ 2b	$[(CH_3)_2InCN]_4$ 2c	Zuordnung
IR cm^{-1} Int. *)	Raman cm^{-1} Int.	IR cm^{-1} Int.	Raman cm^{-1} Int.	Raman cm^{-1} Int.
3032 m	3030 m			$\nu_{as}CH_3$ } $[(CH_3)_4N]^{10}$ ν_sCH_3 }
2960 s	2980 s			} $\nu_{as}CH_3$
2875 st	2920 s			
2850 m	2880 ss	2967 sst	2985 m	2995 s
2820 m	2850 ss			} ν_sCH_3
2779 st	2780 m	2910 st	2925 m	
2145 st	2141 m-st	2403 s	2308 s-m	$2 \times \delta_sCH_3$
2090 ss	2223 sst	2207 sst	2172 st	$\nu_{12}CN$
	2175 ss, sh	2161 ss	2130 ss, sh	$\nu_{13}CN, \nu_{12}C_{15}N$
		1806 ss	1660 s	$\delta_sCH_3 + \nu_{as}MC_2$
		1765 s		$\delta_sCH_3 + \nu_sMC_2$
		1454 ss		} $[(CH_3)_4N]^{10}$ $\delta_{as}CH_3$ $\delta_{as}CH_3$ $\delta_{as}CH_3$
1486 sst	1447 m			
1416 m				
1405 ss				
1287 s				
1090 st	1090 sst	1213 st	1165 s	} $\delta_sCH_3M-CH_3$
1072 m	1069 st	1206 sh 975 ss	1162 st	

Tabelle 1 (Fortsetzung)

[(CH ₃) ₄ N] ₄ [(CH ₃) ₂ MgCN] ₄ (I)		[(CH ₃) ₂ AlCN] ₄ (2a)		[(CH ₃) ₂ GaCN] ₄ (2b)		[(CH ₃) ₂ InCN] ₄ (2c)		Zuordnung
IR cm ⁻¹ Int. *	Raman cm ⁻¹ Int.	IR cm ⁻¹ Int.	Raman cm ⁻¹ Int.	IR cm ⁻¹ Int.	Raman cm ⁻¹ Int.	IR cm ⁻¹ Int.	Raman cm ⁻¹ Int.	
948 sst	944 m 750 st							$\nu_{as}NC_4$ ν_sNC_4
530 st, sh	539 s-m 528 s-m	700 sst		777 sh 747 sst		730 sst		} pCH ₃
502 sst	494 m	700 st	702 m	705 m, sh 608 st	705 ss	690 ss, sh 543 ss, sh	685 s	
455 s	453 st			599 st	608 s, sh	533 st	541 ss, sh	} $\nu_{as}MC_2$
425 m	419 st	586 st	582 m-st	590 st	596 m-s 589 m-s	525 st	533 m 523 m	
371 st	369 s	510 st		551 st	549 sst	496 m	494 sst	δNC_4 [(CH ₃) ₄ N] [⊕] ν_sMC_2
290 ss	292 st	370 m-s 290 s	386 s	429 sst	410-460 ss	470 s	445 ss, sh 425 s	
				365 s	363 s	365 sst, br	355 s	} $\nu M-(CN)$
				356 s	342 s			
				344 m	330 ss, sh	235 m-s	342 s	} $\nu M-(CN)$
				335 m			281 s	
				328 m				δMC_2
				316 s	198 s	250 s	250 s	
230 s	250 s	250 m	242 m					
213 s	219 s	215 m-s	204 m 146 m 106 m	211 sst	165 ss 127 ss			130 m

* sst = sehr stark; st = stark; m = mittel; s = schwach; ss = sehr schwach; sh = Schulter; br = breit.

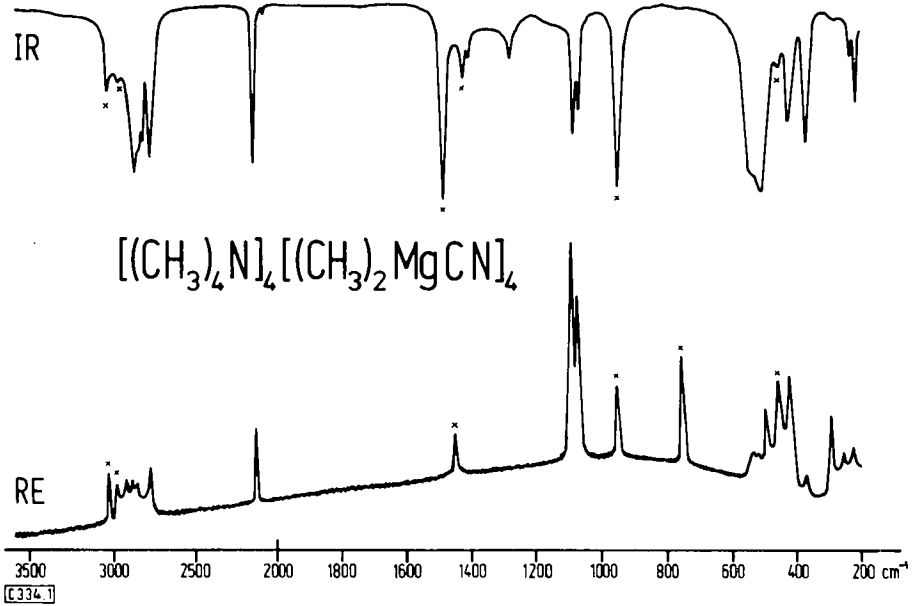


Abb. 1. Schwingungsspektrum von $[(\text{CH}_3)_4\text{N}]_4[(\text{CH}_3)_2\text{MgCN}]_4$ (1)
Die mit × gekennzeichneten Banden rühren vom $[(\text{CH}_3)_4\text{N}]^{\oplus}$ -Kation her

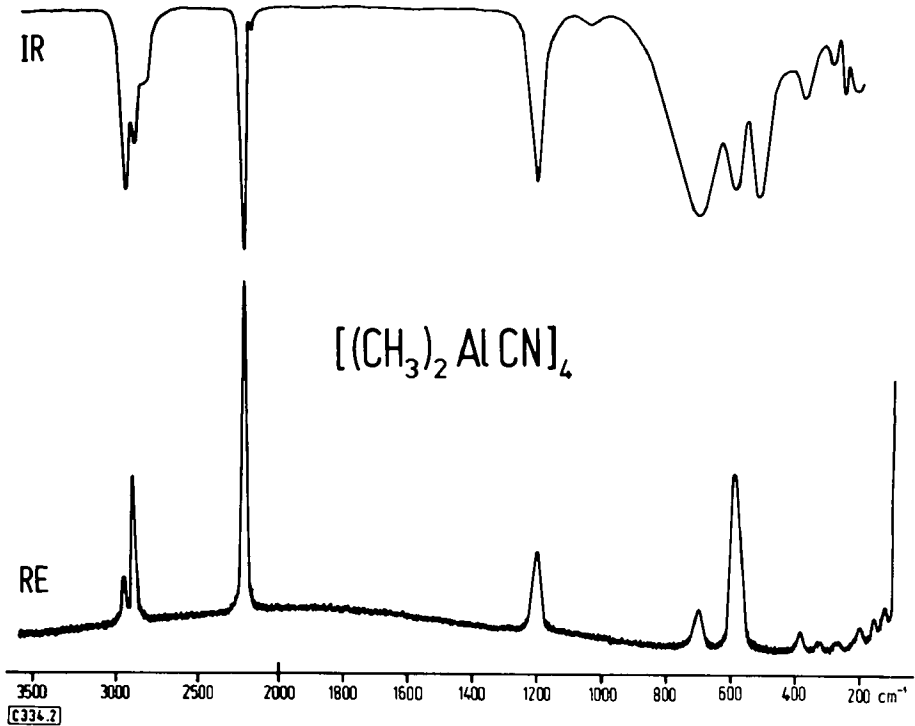



Abb. 2. Schwingungsspektrum von $[(\text{CH}_3)_2\text{AlCN}]_4$ (2a)

CN-Valenzschwingung des ebenfalls CN-Brücken enthaltenden $[(\text{Me}_2\text{Mg})_2\text{CN}]_2^{2\ominus}$ -Komplexes (2155 cm^{-1})⁵⁾ nahekommmt. Somit besteht kein Zweifel, daß sich auch bei 1 CN-Brücken schwingungsspektroskopisch bestätigen lassen, obwohl die Lage von νCN am langwelligen Ende des für brückegebundene CN-Gruppen in Betracht kommenden Bereiches⁷⁾ liegt. Im Einklang mit der Erfahrung, wonach bei Beanspruchung der freien Elektronenpaare des CN^\ominus -Ions wegen ihres antibindenden Charakters die CN-Bindungsstärke zunimmt, liegt die CN-Valenzschwingung von 1 gegenüber $[\text{Me}_4\text{N}]\text{CN}$ (2050 cm^{-1})⁸⁾ andererseits sehr deutlich kurzwelliger. In Übereinstimmung mit der Vorstellung, wonach die schwingungsspektroskopische Behandlung von 1 und 2a – c nach lokalen Symmetriebezirken sinnvoll ist, läßt sich auch für die CN-Valenzschwingung in allen Fällen der tetrameren Cyanide nur jeweils ein νCN erkennen, das zudem mit der entsprechenden Raman-Bande koinzidiert (s. Abb. 1 und 2).

Der in den IR-Spektren erkennbare, sehr schwache $\nu\text{C}\equiv\text{N}$ -Begleiter, der etwa $40\text{--}50\text{ cm}^{-1}$ langwelliger auftritt, rührt von $\nu^{13}\text{C}\equiv\text{N}$ (bzw. $^{12}\text{C}\equiv^{15}\text{N}$) her.

Ein weiteres wichtiges Argument für die strukturelle Ähnlichkeit von 1 und 2a ist neben der auffallenden Ähnlichkeit der Spektren insbesondere das Fehlen von Schwingungsfrequenzen brückenbindender CH_3 -Gruppen, wie sie sowohl im polymeren Dimethylmagnesium⁶⁾ als auch in verschiedenen mehrzentrenverbrückten Donator-Akzeptorkomplexen von $(\text{CH}_3)_2\text{Mg}$ angetroffen werden^{5,9)}. Tetramere Dimethylmetall-Verbindungen liegen außer in den hier besprochenen Cyaniden z. B. im $[(\text{CH}_3)_2\text{AlF}]_4$ vor, in dem nach Elektronenbeugungsmessungen die F-Atome zwar keine gestreckten, wohl aber sehr große Bindungswinkel (146°) beanspruchen¹⁰⁾, was zumindest in flüssiger Phase durch die schwingungsspektroskopisch nachgewiesene Planarität des Al_4F_4 -Ringes¹¹⁾ zustandekommt. Weitere Beispiele sind $[(\text{CH}_3)_2\text{GaOH}]_4$ ¹²⁾ und das allerdings thermisch unbeständige $[(\text{CH}_3)_2\text{GaF}]_4$ ¹³⁾. Zusammenfassend wurde hierüber von Weidlein¹⁴⁾ berichtet.

Wesentlich problematischer gestaltet sich die Deutung der Schwingungsspektren der homologen Cyanide des Galliums (2b) und Indiums (2c). In dem für die Klärung ergiebigen Gerüstschwingungs-Bereich der Spektren beobachtet man z. B. neben der symmetrischen $\text{M}(\text{CH}_3)_2$ -Valenzschwingung bei den antisymmetrischen $\text{Ga}(\text{CH}_3)_2$ - und $\text{In}(\text{CH}_3)_2$ -Valenzschwingungen jeweils 3 Banden, die zudem für beide spektroskopische Effekte zu identischen Frequenzlagen führen (Tab. 1). Desgleichen treten für die Metall – (CN)-Valenzschwingungen jeweils mehrere, dicht beieinander liegende Banden auf. Diese Befunde lassen sich nicht mehr auf der Grundlage lokaler Symmetriebezirke innerhalb der Moleküle verstehen, da auch bei der niedrigsten Symmetrie (C_1)

für das Gerüstfragment  insgesamt nur 4 Valenzschwingungen auftreten

⁷⁾ H. Siebert, Anwendungen der Schwingungsspektroskopie in der anorganischen Chemie, S. 154, Springer, Berlin-Heidelberg-New York 1966.

⁸⁾ F. Weller, Dissertation, Univ. Marburg/L. 1971.

⁹⁾ G. E. Parris und E. C. Ashby, J. Organomet. Chem. **72**, 1 (1974).

¹⁰⁾ G. Gundersen, T. Haugen und A. Haaland, J. Organomet. Chem. **54**, 77 (1973).

¹¹⁾ J. Weidlein und V. Krieg, J. Organomet. Chem. **11**, 9 (1968).

¹²⁾ G. S. Smith und J. L. Hoard, J. Amer. Chem. Soc. **81**, 3907 (1959).

¹³⁾ H. Schmidbaur und H. F. Klein, Chem. Ber. **101**, 2278 (1968).

¹⁴⁾ J. Weidlein, J. Organomet. Chem. **49**, 257 (1973).

Tab. 2. Massenspektren^{a)} von Dimethylaluminium-, -gallium- und -indiumcyanid (2a--c)(Anregungsenergie 70 eV)

2a		2b		2c		Zuordnung ^{b)}		
<i>m/e</i>	rel. Intensität (%)	<i>m/e</i>	rel. Intensität (%)	<i>m/e</i>	rel. Intensität (%)			
58	(35)	69	(17)	113	(2)	Metall ⁻		
		71	(16)	115	(99)			
		84	(2)	130	(2)	M - CN ⁺		
86	(2)	M - CN ⁺ (: H)						
109,4	(2)	110	(14)	256	(11)	M - CH ₃ ⁻		
		123	(8)				2 M ⁺ (-CN, -4CH ₃)	
		199	(7)				2 M ⁺ (-CN, -2CH ₃)	
140	(75)	201	(14)	314	(5)	2 M ⁺ (-2CN, + H)		
		203	(8)				316	(100)
		217	(4)					
		219	(6)	317	(2)	2 M ⁺ (-CN)		
		221	(2)				mit ¹³ C	
		224	(18)					2 M ⁺ (-CH ₃)
		226	(14)				3 M ⁺ (-5CH ₃ , + H)	
228	(4)	2 M ⁺ (-CH ₃ , - H, + CN)						
175	(4)	315	(3)	496	(2)	3 M ⁺ (-4CH ₃)		
		317	(7)				498	(34)
		319	(4)					
191	(5)	360	(2)	499	(2)	4 M ⁺ (-CH ₃)		
		362	(4)				mit ¹³ C	
		364	(3)					mit ¹³ C
234	(100)	360	(2)	499	(2)	4 M ⁺ (-CH ₃)		
		362	(4)				mit ¹³ C	
		364	(3)					mit ¹³ C
235	(4)	315	(3)	499	(2)	4 M ⁺ (-CH ₃)		
		317	(7)				mit ¹³ C	
		319	(4)					mit ¹³ C
317	(99)	360	(2)	499	(2)	4 M ⁺ (-CH ₃)		
		362	(4)				mit ¹³ C	
		364	(3)					mit ¹³ C
318	(5)	315	(3)	499	(2)	4 M ⁺ (-CH ₃)		
		317	(7)				mit ¹³ C	
		319	(4)					mit ¹³ C

a) Aufgeführt sind alle Massenzahlen *m/e* > 40 und der relativen Intensität > 2%. — b) Es bedeutet M = [(CH₃)₂Metall-CN].

können. Gegen die Annahme einer *intramolekularen* Schwingungskopplung sprechen einerseits die Massenspektren von **2b** und **c**, in denen aus dem Fragmentierungsmuster gegenüber **2a** auf noch stärker polare $M \cdots CN \cdots M$ -Brücken geschlossen werden muß (Tab. 2). Eine über diese Brücken hinweg wahrnehmbare Schwingungskopplung würde zudem in jedem Falle ein mehrfaches Auftreten von ν_{CN} bedingen, was nicht beobachtet wird. Wahrscheinlich ist daher eine *intermolekulare* Schwingungskopplung, die eine Folge der Packungsverhältnisse im kristallinen Zustand sein kann. Diese Annahme ist angesichts der größeren Atomradien von Ga und In durchaus plausibel. Kristallstrukturbestimmungen von Diäthylindium-thioacetat¹⁵⁾ und Diäthylindium-acetat¹⁶⁾ bestätigen zumindest beim Indium die Fähigkeit, die in den angeführten Beispielen zur Koordinationszahl 5 bzw. 6 für die In-Atome führt. Eine endgültige schwingungsspektroskopische Klärung des Problems durch Aufnahme der Spektren in Lösung scheidet an der zu geringen Löslichkeit von **2b** und **c** in unpolaren Lösungsmitteln, jedoch lassen sich nach den vorliegenden Messungen für den kristallinen Zustand völlig planare Ringsysteme für die Moleküle **2b** und **c** ausschließen.

Massenspektren

Tab. 2 enthält die wichtigsten Massenzahlen von **2a–c** mit den Zuordnungen. Man erkennt nur für die Aluminiumverbindung (**2a**) den (um eine CH_3 -Gruppe ärmeren) Molekül-Ionenpeak, während für das Gallium- (**2b**) bzw. Indiumhomologe (**2c**) als höchste Massenzahl nur das, um wiederum jeweils eine CH_3 -Gruppe ärmere, trimere Molekül-Ion auftritt. Vermutlich äußern sich hierin die bei **2b** und **c** stärker polaren Bindungsanteile der CN-verbrückten Dimethylmetallbaugruppen, die unter den angewandten Versuchsbedingungen ein unzersetztes Verdampfen der tetrameren Moleküleinheiten nicht mehr zulassen. Diese Befunde korrelieren mit den Ergebnissen der Schwingungsspektren und mit der von **2a** nach **c** abnehmenden Löslichkeit in unpolaren Lösungsmitteln¹⁾.

Beachtenswert erscheint die bei allen Typen **2a–c** relativ große Häufigkeit der Fragmente $(CH_3)_2M-CN-M(CH_3)_2^+$ ($M = Al, Ga, In$), deren darin zum Ausdruck kommende große Stabilität an die eingangs erwähnten Beispiele der metallorganisch sp-koordinierten Cyanogruppe erinnert. Demgegenüber ließ sich von **1** wegen des geringen Dampfdruckes kein verwertbares Massenspektrum erhalten.

Herrn Dr. R. Schmitt danken wir für die Ausführung der Raman-Spektren; der *Fonds der Deutschen Chemischen Industrie* unterstützte diese Arbeit in dankenswerter Weise.

Experimenteller Teil

Sämtliche Arbeiten müssen unter sorgfältig gereinigtem Stickstoff ausgeführt werden; die verwendeten Glasgeräte und Lösungsmittel wurden entsprechend behandelt. — IR-Spektren: Perkin-Elmer-Gerät Typ 225, zwischen CsJ-Scheiben als Nujol- bzw. Hostafionverreibungen; Raman-Spektren: Cary 83, Laser-Anregung 6145 Å; Massenspektren: CH-4-Gerät der Atlas-Werke.

Tetrakis(tetramethylammonium)-tetra- μ -cyano-tetrakis(dimethylmagnesi) [(CH₃)₄N]₄-[(CH₃)₂MgCN]₄ (**1**): 0.42 g feingepulvertes [(CH₃)₄N]CN⁸⁾ (4.2 mmol) werden bei 20°C

¹⁵⁾ H. D. Hausen, Z. Naturforsch. **27 B**, 82 (1972).

¹⁶⁾ H. D. Hausen, J. Organomet. Chem. **39**, C37 (1972).

mit der äquimolaren Menge einer äther. Dimethylmagnesium-Lösung¹⁷⁾ (14.0 ml, 0.30 M) 24 h gerührt. Anschließend wird der Niederschlag abfiltriert, mit Äther gewaschen und i. Hochvak. getrocknet. Ausb. praktisch vollständig. Farblose, sehr hygroskopische, sauerstoffempfindliche Kristalle vom Schmp. 168–170°C, die in Benzol, Diäthyläther und Tetrahydrofuran unlöslich sind.

MgC₇H₁₈N₂ (154.5) Ber. Mg 15.75 C 54.44 H 11.66 N 18.14

Gef. Mg 15.6 C 54.2 H 11.4 N 18.4

Zur Darstellung von **2a** und **c** bedienten wir uns des in der Literatur beschriebenen Verfahrens¹⁾; es wurde Übereinstimmung mit den dort angegebenen Schmelzpunkten (90 bzw. 147°C) festgestellt.

Tetra-μ-cyano-tetrakis(dimethylgallat), [(CH₃)₂GaCN]₄ (**2b**): 1.15 g Trimethylgallium (10 mmol) werden mit 1.43 g Trimethylgermylcyanid¹⁸⁾ (10 mmol) in 20 ml Äther versetzt. Nach 2 h zieht man i. Vak. das Lösungsmittel und gebildetes Tetramethylgerman ab und sublimiert den Rückstand bei 90°C/10⁻³ Torr. Ausb. 1.1 g (70%), Schmp. 81°C (Lit.¹⁾ 79°C).

GaC₃H₆N (125.8) Ber. C 28.64 H 4.81 N 11.13 Gef. C 28.3 H 4.7 N 11.4

¹⁷⁾ J. Laemmle, E. C. Ashby und H. M. Neumann, J. Amer. Chem. Soc. **93**, 5120 (1971).

¹⁸⁾ D. Seyferth und N. Kahlen, J. Org. Chem. **25**, 809 (1960).