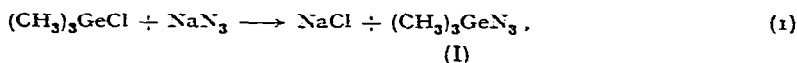


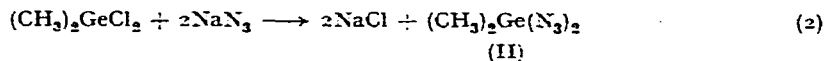
## Methylgermanylazide

Die vor kurzem dargestellten Organosilylazide<sup>1-4</sup> sind thermisch überraschend beständig. Das gleiche gilt, wie wir fanden, auch für die entsprechenden Germaniumverbindungen.

Trimethylchlorgerman und Dimethyldichlorgerman reagieren mit einer ätherischen Aufschlammung von Natriumazid nach



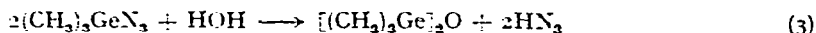
bzw.



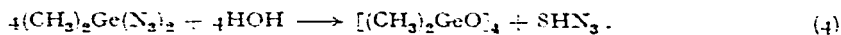
unter Bildung von Kochsalz und Trimethylgermanyldiazid (I) bzw. Dimethylgermanyldiazid (II).

(I) und (II) stellen farblose, leichtbewegliche Flüssigkeiten dar, die sich sehr gut in protoneninaktiven Lösungsmitteln lösen. (I) siedet bei Normaldruck unzersetzt bei 138°; bei -65° erstarrt es zu nadelförmigen Kristallen. (II) hat einen Sdp. von 43.5°/2 und einen Schmp. von -1.4°.

Mit Wasser (auch schon mit Luftfeuchtigkeit) tritt sofort Hydrolyse ein [bei (II) noch rascher als bei (I)] nach



bzw.



(I) zeigt selbst beim Erhitzen auf 300° (im geschlossenen Rohr) noch keine Zersetzungserscheinung. In der Flamme verpufft es, ebenso wie (II), sofort.

## Experimentelles

*Trimethylgermanyldiazid (I).* Zu einer Suspension von 3.25 g (0.05 Mol) Natriumazid in 35 ml trockenem Diäthyläther gibt man 4.6 g (0.03 Mol) Trimethylchlorgerman und erhitzt das Gemisch 2 bis 3 Tage unter Rühren am Rückfluss. Anschliessend dekantiert man vom überschüssigen Natriumazid und ausgefallenem Natriumchlorid ab und destilliert die klare Lösung. Ausbeute: 2.9 g (60.5% d. Th.). (Gef.: N, 26.22, 26.29. C<sub>3</sub>H<sub>9</sub>GeN<sub>3</sub> ber.: N, 26.32%.)

Das NMR-Spektrum\* zeigt bei  $\delta = -33.5$  cps ein scharfes Resonanzsingulett,  $J(^1\text{H}-^{13}\text{C}) = 130.0$  Hz.

Das IR-Spektrum\*\* weist folgende Peaks auf: 3338 (schw.) 2975 (schw.) 2900 (Sch.) 2100 (s.st.) 1408 (schw.) 1360 (schw.) 1290 (s.st.) 1248 (m.) 1162 (Sch.) 1120 (m.) 1075 (Sch.) 1022 (Sch.) 836 (s.st.) 767 (m.) 678 (m.).

*Dimethylgermanyldiazid (II).* Bei der Umsetzung von 6.94 g (0.04 Mol) Dimethyldichlorgerman mit 7.8 g (0.12 Mol) Natriumazid in 50 ml absolutem Diäthyläther erhält man nach der oben beschriebenen Arbeitsweise 4.3 g reines Dimethylgermanyldiazid (56% d. Th.). (Gef.: N, 44.87, 44.92. C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>GeN<sub>6</sub> ber.: N, 45.04%.)

\* 5% Lsg. in CCl<sub>4</sub>. Varian A 60 (60 Mc), Standard TMS.

\*\* Perkin-Elmer "infra-cord" Spektrophotometer, Modell 137.

Das im NMR-Spektrum\* auftretende scharfe Resonanzsingulett liegt bei  $\delta = -52.2$  cps,  $J(^1\text{H}-^{13}\text{C}) = 133.2$  Hz.

Das IR-Spektrum\*\* zeigt folgende Peaks: 3338 (s.schw.) 2110 (st.) 1408 (Sch.) 1252 (s.st.) 1162 (Sch.) 852 (Sch.) 827 (st.) 778 (m.) 680 (m.).

*Institut für Anorganische Chemie der Universität  
Marburg (Deutschland)*

INGEBORG RUIDISCH  
MAX SCHMIDT

- 1 L. BIRKHOFFER, A. RITTER UND P. RICHTER, *Angew. Chem.*, 74 (1962) 293, 494.
- 2 W. SUNDERMEYER, *Angew. Chem.*, 74 (1962) 717, 875.
- 3 N. WIBERG, F. RASCHIG UND R. SUSTMANN, *Angew. Chem.*, 74 (1962) 388, 716.
- 4 R. WEST UND J. S. THAYER, *J. Am. Chem. Soc.*, 84 (1962) 1763.

Eingegangen den 17. Januar 1964

\* 5% Lsg. in  $\text{CCl}_4$ , Varian A 60 (60 Mc), Standard TMS.

\*\* Perkin-Elmer "infra-cord" Spektrophotometer, Modell 137.