

Preliminary communication

ZUR KENNTNIS NICHTMETALLISCHER IMINVERBINDUNGEN

LXVIII\*. 2,4,1 $\eta^5$ ,3 $\eta^3$ -DIAZADIPHOSPHETIDIN, EIN PHOSPHOR—  
 STICKSTOFF-VIERRING MIT 3- UND 5-BINDIGEM PHOSPHOR

ROLF APPEL und MECHTHILD HALSTENBERG

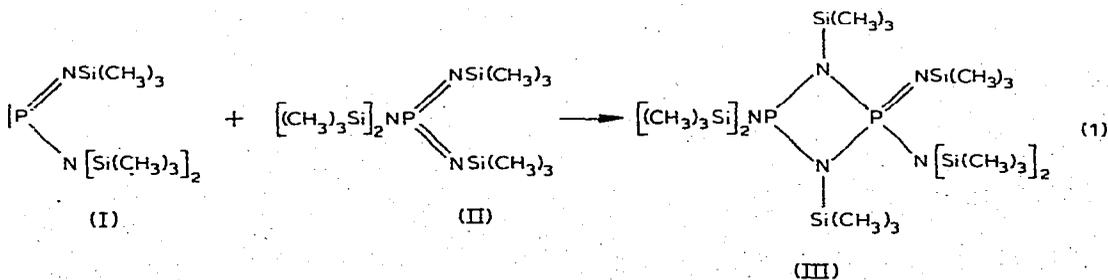
*Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn, D-5300 Bonn, Max-Planck-Strasse 1  
 (Deutschland)*

(Eingegangen den 11. August 1975)

In Fortführung unserer Versuche, viergliedrige Phosphor—Stickstoff-Heterocyclen durch Reaktion von Aminoiminophosphinen (I) [1,2] mit geeigneten Imiddonoren wie Iminophosphoranen [3] oder Iminosulfuranen [4] zu synthetisieren, haben wir jetzt auch Bis(trimethylsilyl)schwefeldiimid mit I umgesetzt.

Wir fanden, dass die Reaktion erwartungsgemäss unter Imid-Übertragung verläuft, die Natur der gebildeten Reaktionsprodukte aber stark von dem angewandten Molverhältnis abhängt. Überraschenderweise wurde mit einem Unterschuss an Schwefeldiimid eine Substanz isoliert, die keinen Schwefel enthielt und bei der es sich nach der Elementaranalyse um ein Addukt aus I und dem daraus durch Imid-Übertragung entstandenen Bis(trimethylsilyl)-amino-bis(trimethylsilylimino)phosphoran (II) handelt. Besonders einfach und ohne Nebenprodukte lässt sich III dementsprechend aus I und II nach Gl. 1 darstellen.

Aufgrund von Molmassebestimmungen, NMR- und Massenspektren nehmen wir an, dass dieser Verbindung die Struktur eines 2,4-Bis(trimethylsilyl)-1,3-bis[bis(trimethylsilyl)amino]-1-trimethylsilylimido-2,4, 1  $\eta^5$ , 3  $\eta^3$ -diazadiphosphetidins (III) zukommt.



\*LXVII. Mitteilung siehe Ref. 3.

## Arbeitsvorschrift

1.39 g (5 mmol) I werden zu einer Lösung von 1.83 g (5 mmol) II in 2 ml Dichlormethan gegeben. Man rührt 24 h nach und versetzt mit 5 ml Acetonitril, wobei farblose Kristalle ausfallen, die wiederholt aus wenig Acetonitril umkristallisiert werden. Ausbeute: 1.64 g (51%) III vom Schmp. 114°C (Zers.).

*Analytische und spektroskopische Daten.* Gef.: C, 39.21; H, 9.77; N, 10.74; P, 9.46; Si, 30.61; Mol-Masse kryosk. in Bz 616 s.a. Massenspektrum.  $C_{21}H_{63}N_5P_2Si_7$  (644.3) ber.: C, 39.15; H, 9.86; N, 10.87; P, 9.61; Si, 30.51%.

$^1H$ -NMR ( $CD_2Cl_2$ , TMS int.) differenziertes Multiplett im Silylbereich von 0.00 bis -0.42 ppm.  $^{31}P$ -NMR ( $CH_2Cl_2$ , 85%  $H_3PO_4$  ext., protonenentkoppelt),  $\delta = +16.6$  ppm (d,  $J(P^{III}-N-P^V) = 32$  Hz,  $P^V$ ),  $\delta = -91.8$  ppm (d,  $J(P^V-N-P^{III}) = s.o.$ ,  $P^{III}$ ).

Massenspektrum (Direkteinlass, Probentemperatur 80°C, Ionenquellentemperatur 190°C, 70 eV). Charakteristische Fragmentationen:  $m/e = 643$  ( $M^+$ , 31%), 628 ( $M^+ - CH_3$ , 77%), 571 (46%), 556 (50%), 350 ( $[(CH_3)_3Si]_2NP-[NSi(CH_3)_3]NSi(CH_3)_2$ , 46%), 278 ( $[(CH_3)_3Si]_2NPNSi(CH_3)_3$ , 19%), 263 ( $[(CH_3)_3Si]_2NPNSi(CH_3)_2$ , 23%), 208 (54%), 153 (35%), 126 (62%), 79 (100%), 73 ( $Si(CH_3)_3$ , 50%).

## Literatur

- 1 E. Niecke und W. Flick, *Angew. Chem.*, 85 (1973) 586.
- 2 O.J. Scherer und N. Kuhn, *Chem. Ber.*, 107 (1974) 2123.
- 3 R. Appel und M. Halstenberg, *Angew. Chem.*, im Druck.
- 4 R. Appel und M. Halstenberg, *Angew. Chem.*, eingereicht.