

Preliminary communication

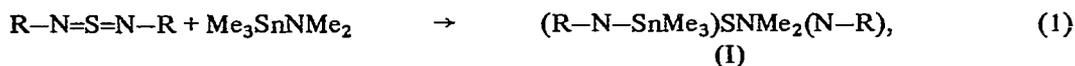
Synthese und Eigenschaften von N,N' –Bis(trimethylstannyl)–schwefeldiimid

DIETER HÄNSSGEN und WOLFGANG ROELLE

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn (Deutschland)

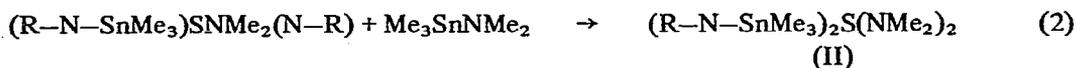
(Eingegangen den 1. Juni 1973)

Aus vorangegangenen Experimenten war bekannt, dass Schwefel–Stickstoff–Ylide Zinntetraalkyle und Zinn–Elementverbindungen R_3SnX ($X = NMe_2$, OMe oder H) addieren^{1,2}. So erhält man beispielsweise aus p -Tos-N=S=N- p -Tos und Me_3SnNMe_2 ein 1/1-Addukt (I),



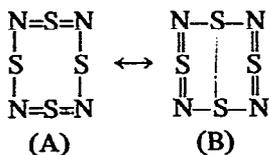
R = p -Tosyl

das mit überschüssigem Stannylamin nach Gl.(2) zum Stannylsulfuran (II) weiterreagiert:

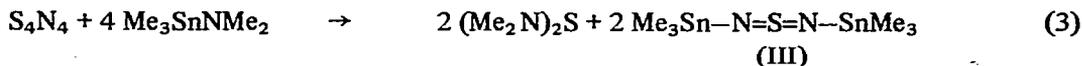


R = p -Tosyl

Tetraschwefeltetranitrid, S_4N_4 , dessen Struktur u.a. durch die kanonischen Strukturen A und B beschrieben werden kann, sollte ein ähnliches Verhalten zeigen, da im Ringsystem formal zwei über Schwefelatome verknüpfte Schwefeldiimidgruppierungen präformiert sind.



Die Reaktion verläuft jedoch nach einem anderen Mechanismus. Unter Ringspaltung und Disproportionierung des Schwefels entsteht quantitativ nach Gl.(3) neben Bis(dimethylamino)-sulfan, $(\text{Me}_2\text{N})_2\text{S}$, das bisher noch unbekannte N,N' -Bis(trimethylstannyl)-schwefeldiimid (III):



Durch fraktionierte Destillation kann man Bis(dimethylamino)-sulfan leicht abtrennen und (III) (Sdp. $78^\circ/0.2 \text{ mm}$) analysenrein gewinnen.

Die hydrolyseempfindliche Verbindung kristallisiert in gelben Blättchen (Schmp. $69-71^\circ$) und löst sich gut in polaren Lösungsmitteln wie Acetonitril, Dichlormethan sowie in aromatischen und aliphatischen Kohlenwasserstoffen; sie ist bei 0° über längere Zeit unzersetzt haltbar.

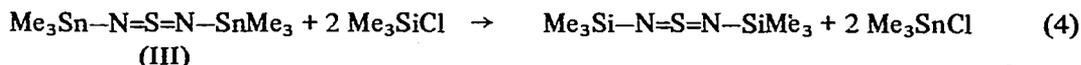
Die Zusammensetzung und die Struktur von (III) wurde durch Elementaranalyse, Molgewichtsbestimmungen und spektroskopische Untersuchungen belegt (Tab.1).

TABELLE 1

ANALYSEN, MOLEKULARGEWICHT UND SPEKTROSKOPISCHE DATEN VON $\text{Me}_3\text{Sn}-\text{N}=\text{S}=\text{N}-\text{SnMe}_3$ (III)

Analyse: ber. C 18.58, H 4.67; N 7.22; S 8.27; Gef. C 18.65; H 4.67; N 6.75; S 8.31%
 Molekulargewicht: $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{N}_2\text{SSn}_2$ ber. 387.7; gef. 396 (kryoskopisch in Benzol).
 $^1\text{H-NMR}$: $\delta(\text{H}_3\text{C}-\text{Sn}) -0.316 \text{ ppm}$; $J(^1\text{HC}-^{117/119}\text{Sn}) 55/59 \text{ Hz}$ (Benzol, i.TMS),
 IR: $\nu(\text{N}=\text{S}=\text{N})$ as/s $1175/1060 \text{ cm}^{-1}$; $\nu(\text{H}_3\text{C}-\text{Sn})$ as/s $530/510 \text{ cm}^{-1}$ (n-Hexan).
 Massenspektrum: $390 m/e$, entsprechend $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{N}_2\text{SSn}_2^{120+}$.

Wegen der gegenüber N -Silyl- und N -Germyl-Verbindungen erhöhten Reaktivität der Zinn-Stickstoff-Funktionen lässt sich (III) in Silyl- und Germylschwefeldiimide überführen, z.B. nach Gl.(4).



In seinen weiteren Reaktionen ähnelt (III) teilweise dem analogen Silylderivat $\text{Me}_3\text{Si}-\text{N}=\text{S}=\text{N}-\text{SiMe}_3$, das in letzter Zeit besonders erfolgreich zur Synthese neuer Stoffklassen eingesetzt wurde³⁻⁷.

Über Einzelheiten der vorliegenden Arbeit werden wir in Kürze ausführlich berichten.

LITERATUR

- 1 D. Hänssgen und W. Roelle, *J. Organometal. Chem.*, im Druck.
- 2 D. Hänssgen und W. Roelle, in Vorbereitung.
- 3 O.J. Scherer und R. Wies, *Z. Naturforsch. B*, 25 (1970) 1486.
- 4 O.J. Scherer und R. Wies, *Angew. Chem.*, 84 (1972) 585; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 11 (1972) 529.
- 5 H.W. Roesky und L.F. Grimm, *Angew. Chem.*, 84 (1972) 684; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 11 (1972) 642.
- 6 H.W. Roesky und O. Petersen, *Angew. Chem.*, 84 (1972) 946; *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 11 (1972) 918.
- 7 H.W. Roesky und O. Petersen, *Angew. Chem.*, 85 (1973) 413.