



Auf Grund der Massen- und Schwingungsspektren, der ermittelten Molekulargewichte und der Elementaranalyse scheint gesichert zu sein, dass die Reaktion der Trialkylphenylzinnverbindungen mit sterisch hindernden Alkylsubstituenten ( $i\text{-C}_3\text{H}_7$ ,  $i\text{-C}_4\text{H}_9$ ,  $t\text{-C}_4\text{H}_9$ , Neopentyl und Neophyl) in flüssigem  $\text{NH}_3$  mit  $\text{KNH}_2$  im Gegensatz zu den Reaktionen mit kleinen Alkylresten<sup>4,5</sup> nur zu den entsprechenden Bis(trialkylstannyl)-aminen bzw. mit  $\text{R} = t\text{-C}_4\text{H}_9$  zum Trialkylstannyl-amin führt.

Diese Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass die Grösse der sterischen Hinderung der Alkylsubstituenten bei der ammonolytischen Reaktion von Trialkylzinnverbindungen entscheidend dafür ist, ob als Reaktionsprodukt Bis(trialkylstannyl)- oder Tris(trialkylstannyl)-amin erhalten wird.

Analoge Untersuchungen werden zur Zeit an entsprechenden Germanium- und Bleiorganoverbindungen durchgeführt.

Sämtliche in Tabelle 1 aufgeführten Verbindungen (I) sind äusserst hydrolyseempfindlich und wurden daher unter Argon gehandhabt.

TABELLE 1

VERBINDUNGEN (I) UND (II), GEMÄSS GL (1) DARGESTELLT

(I) und (II)	Eigenschaften	Schmp. (°C)	Sdp. (°C/mm)
$[(i\text{-C}_3\text{H}_7)_3\text{Sn}]_2\text{NH}$	farbl. FL	—	95–98/0.2
$[(i\text{-C}_4\text{H}_9)_3\text{Sn}]_2\text{NH}$	farbl. FL	—	—
$(t\text{-C}_4\text{H}_9)_3\text{SnNH}_2$	farbl. FL	—	45–47/0.1
$[(\text{Neop})_3\text{Sn}]_2\text{NH}_2$	farbl. Krist.	205–208	—
$[(\text{Neoph})_3\text{Sn}]_2\text{NH}$	farbl. Krist.	128–133	—

Von den Verbindungen (I) und (II) werden zunächst die IR-Spektren im Bereich von  $4000\text{--}200\text{ cm}^{-1}$  aufgenommen und eine vorläufige Zuordnung der beobachteten Frequenzen durchgeführt. Von besonderem Interesse war die Zuordnung der  $\nu_{\text{as}}(\text{SnNSn})$ ,  $\nu_{\text{s}}(\text{SnNSn})$  und  $\delta(\text{SnNSn})$ . Hierfür wurde das Auftreten der  $\nu_{\text{as}}(\text{SnOSn})$  bzw.  $\nu(\text{SnO})$  in den Spektren der Hydrolyseprodukte und das gleichzeitige Verschwinden der  $\nu(\text{SnNSn})$  der Verbindungen (I) zur Stützung herangezogen.

Die  $\delta(\text{SnNSn})$  konnte oderhalb  $200\text{ cm}^{-1}$  erwartungsgemäss nicht beobachtet werden, da eine erste Abschätzung der Lage dieser Frequenz unter der Annahme einer nur geringen Schwingungskopplung zwischen dem  $(\text{SnNSn})$ -Gerüst und dem Molekülrest mit Hilfe der Schwingungsgleichungen des allgemeinen Valenzkraftfeldes für  $(\text{Neop})_3\text{Sn}_2\text{NH}$  einen Wert  $\nu_2(A_1)$   $115 \pm 10\text{ cm}^{-1}$  ergab (Punktgruppe  $C_{2v}$  für Gerüst  $(\text{SnNSn})$ ,  $F \sim 2.6\text{ mdyn/\AA}$ ,  $\nu_1(A_1)$   $510\text{ cm}^{-1}$ ,  $\nu_3(B_1)$   $705\text{ cm}^{-1}$ ). Es ist daher das Auftreten einer polarisierten Ramanlinie mit hoher Intensität in diesem Frequenzbereich zu erwarten.

Die Zuordnung der  $\nu_s(\text{SnNSn})$  erwies sich als sehr schwierig, da neben ihrer sehr geringen Intensität von vornherein auch häufig eine Überlagerung dieser Frequenz durch Schwingungen des Molekülrestes im Bereich von  $500\text{--}600\text{ cm}^{-1}$  zu erwarten war,

TABELLE 2

INFRAROTSPEKTREN DER VERBINDUNGEN  $\text{R}_3\text{SnN(H)SnR}_3$  UND DEREN HYDROLYSE-PRODUKTE  $\text{R}_3\text{SnOSnR}_3$  bzw.  $\text{R}_3\text{SnOH}$  (IN  $\text{cm}^{-1}$ )<sup>a</sup>

Verbindung	$\nu_{as}(\text{SnNSn})$	$\nu_s(\text{SnNSn})$	Lsgm.	$\nu_{as}(\text{SnOSn})$	$\nu(\text{SnO})$	Lsgm.
$[(i\text{-C}_3\text{H}_7)_6\text{Sn}_2]\text{NH}$	728 st	—	—	805 st	—	—
$[(i\text{-C}_4\text{H}_9)_6\text{Sn}_2]\text{NH}$	~705 (Sch)	—	—	780 st	—	—
$(t\text{-C}_4\text{H}_9)_3\text{SnNH}_2$	—	562 schw ? <sup>b</sup>	—	797 st	—	Cyclohexan
$[(\text{Neop})_6\text{Sn}_2]\text{NH}$	705 st	510 schw	$\text{CCl}_4$	~780 (Sch)	560 m	$\text{CS}_2$
$[(\text{Neoph})_6\text{Sn}_2]\text{NH}$	715 (Sch)	—	$\text{CCl}_4$	802 m	~560 Sch	Cyclohexan
$[(n\text{-C}_3\text{H}_7)_6\text{Sn}_2]\text{NH}^6$	716 st	—	—	772 sst	—	—
$[(\text{C}_6\text{H}_{11})_6\text{Sn}_2]\text{NH}^{1,2}$	~720 m	—	$\text{CCl}_4$	—	—	—

<sup>a</sup> Gitterspektrometer Mod. 325, Bodenseewerk Perkin-Elmer <sup>b</sup>  $\nu(\text{SnN})$ .

## LITERATUR

- 1 O. Schmitz-DuMont, H.-J. Götze und Helga Götze, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 366 (1969) 180
- 2 O. Schmitz-DuMont und H.-J. Götze, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 371 (1969) 38
- 3 O. Schmitz-DuMont, *Rec. Chem. Progress*, 29 (1968) 13
- 4 K. Sisido und S. Kozima, *J. Org. Chem.*, 29 (1964) 907.
- 5 W.L. Lehn, *J. Amer. Chem. Soc.*, 86 (1964) 305
- 6 R.E. Highsmith und H.H. Sisler, *Inorg. Chem.*, 8 (1969) 996
- 7 H.-J. Götze, *Chem. Ber.*, 104 (1971) 3719
- 8 H.-J. Götze, *Chem. Ber.*, 105 (1972) 1775