

Preliminary communication

Heptameres Phenylsilyl- und Phenylgermyl-phosphin

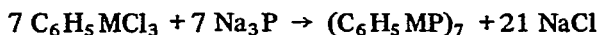
H. SCHUMANN und H. BENDA

Institut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg (Deutschland)

(Eingegangen den 24. Oktober 1969)

Phenylzintrichlorid reagiert mit Phosphin in Gegenwart von Triäthylamin als Chlorwasserstoffacceptor in etwa 10%iger Ausbeute unter Bildung des oligomeren *closo*-Tetrakis(phenylstannylphosphin)¹, das durch fraktioniertes Umkristallisieren von gleichzeitig entstehenden polymeren Phenylstannylphosphinen abgetrennt werden kann. Bei Analogumsetzungen von Phosphin mit Phenyltrichlorsilan oder Phenylgermaniumtrichlorid erhält man dagegen ausschliesslich polymere Produkte.

Werden jedoch gleichzeitig eine ätherische Lösung von Phenyltrichlorsilan bzw. eine benzolische Lösung von Phenylgermaniumtrichlorid und eine Suspension von Na₃P in Monoglyme unter Argon in eine auf 40° erwärmte 1/1-Mischung aus Monoglyme/Benzol getropft, so erhält man neben Natriumchlorid und verhältnismässig geringen Mengen unlöslicher Polymerer leicht lösliche, sauerstoffempfindliche Produkte, aus denen durch wiederholtes, fraktioniertes Umkristallisieren aus Benzol/Methylcyclohexan in ca. 15% Ausbeute dünnschichtchromatographisch reines heptameres Phenylsilylphosphin (I) (Zers. P. 300°), bzw. heptameres Phenylgermylphosphin (II) (F.p. 140–142°) isoliert werden kann.



(I, M = Si; II, M = Ge)

Vollständige Elementaranalysen, sowie wiederholte Kryoskopische Molekulargewichtsbestimmungen bestätigen die Zusammensetzung.

Im Infrarot-Spektrum findet man für I zwei starke bis mittelstarke Banden bei 490 und 461 cm⁻¹, und für II ebenfalls zwei starke bis mittelstarke Banden bei 385 und 326 cm⁻¹, die Si–P- bzw. Ge–P-Valenzschwingungen zuzuordnen sind. Die Struktur dieser heptameren Phenylmetallphosphine, für die wir eine Käfig-Struktur, zusammengesetzt aus M₂P₂-Vierringen und M₃P₃-Sechsringen (zwei miteinander verbundene, übereinanderliegende M₃P₃-Sechsringe in Sesselform über deren Zentren sich je ein P-Atom und eine MC₅H₅-Gruppe befinden) vorschlagen, muss erst noch durch eine Röntgenstrukturanalyse bewiesen werden.

LITERATUR

1 H. Schumann und H. Benda, *Angew. Chem.*, 80 (1968) 846.

J Organometal. Chem., 27 (1970) P12