

Preliminary communication

Darstellung und Eigenschaften von Trifluoracetyltrimethylstannan

E. LINDNER und U. KUNZE

Institut für Anorganische Chemie der Universität Erlangen-Nürnberg (Deutschland)

(Eingegangen den 21. Oktober 1969)

Bei der Umsetzung von CF_3COCl mit $\text{LiSn}(\text{CH}_3)_3$ bei -80° in THF erhielten wir entsprechend



das Trifluoracetyltrimethylstannan als ersten Vertreter der Perfluoracyltrioorganoelementverbindungen der IV. Hauptgruppe. Die nach der Destillation in ca. 60 proz. Ausbeute anfallende farblose Flüssigkeit siedet bei 150° unter Normaldruck und erstarrt zwischen 6 und 8° . (Gef.: C, 22.50; H, 3.63; Sn, 44.62. $\text{C}_5\text{H}_9\text{OF}_3\text{Sn}$ ber.: C, 23.03; H, 3.48; Sn, 45.51%.) Gegenüber Luftsauerstoff verhält sie sich indifferent, von Wasser wird sie nur sehr langsam angegriffen. Im Gegensatz zu $\text{CF}_3\text{COP}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ eliminiert $\text{CF}_3\text{COSn}(\text{CH}_3)_3$ auch bei höheren Temperaturen kein CO. Erwartungsgemäss verhält sich die Verbindung nicht wie ein typisches Keton und bildet kein 2,4-Dinitrophenylhydrazon. Bemerkenswert sind die relativ hohe Ausbeute und leichte Zugänglichkeit des nach Gleichung (1) gebildeten $\text{CF}_3\text{COSn}(\text{CH}_3)_3$ im Gegensatz zu $\text{CH}_3\text{COSn}(\text{CH}_3)_3$, dessen Darstellung bisher offenbar noch nicht gelungen ist¹.

Einen Einblick in die Struktur- und Bindungsverhältnisse gestatten vor allem die IR- und Ramanspektren, deren charakteristische Frequenzen in Tab. 1 zusammengefasst sind.

Auffallend ist die kurzwellige Lage der Keto (>C=O)-Valenzschwingung in Übereinstimmung mit den fehlenden Donoreigenschaften des Zinns im Gegensatz zu $\text{CF}_3\text{COP}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ mit dreibindigem Phosphor². Die langwellige Lage der Keto (>C=O)-Valenzschwingung (1702 cm^{-1}) dieses Acylphosphins führten wir darauf zurück, dass die Donorwirkung des Phosphors den Elektronensog der Perfluoralkylgruppe teilweise kompensiert, was gleichzeitig einer Erhöhung des P-C-Doppelbindungsanteils entspricht. Infolge des fehlenden freien Elektronenpaares am Zinn ist eine Kompensation des Elektronenzugs der CF_3 -Gruppe im $\text{CF}_3\text{COSn}(\text{CH}_3)_3$ aber nicht möglich.

Im IR-Spektrum (Lsg. in CCl_4) ist der Bereich zwischen 1100 und 1250 cm^{-1} durch das Auftreten von vier intensiven Absorptionen charakterisiert. Unter Zuhilfenahme des Ramanspektrums ordnen wir die beiden Banden bei 1227 und 1175 cm^{-1} den sym-

TABELLE 1

CHARAKTERISTISCHE IR- UND RAMANFREQUENZEN VON $\text{CF}_3\text{COSn}(\text{CH}_3)_3$ (IN cm^{-1})

IR		Raman		Zuordnung
Lsg. in CCl_4	Lsg. in CS_2	Liq.	Lsg. in CCl_4	
2997 m	3000 m	3005 s		$\nu_{\text{as}}(\text{CH}_3)$
2923 m	2925 m	2930 st		$\nu_{\text{s}}(\text{CH}_3)$
1792 st	1791 st	1791 m		$\nu(\text{C}=\text{O})$
1402 s		1412 st		$\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3)$
1227 st	1224 st			$\nu_{\text{s}}(\text{CF}_3)$
1195 m	1192 m	1210 sst		$\delta_{\text{s}}(\text{CH}_3)$
1175 st	1173 st		1184 s	$\nu_{\text{s}}(\text{FCF}_2)$
1152 st	1152 st		1156 s	$\nu_{\text{as}}(\text{FCF}_2)$
934 s		925 st		} $\nu(\text{C}-\text{C})$?
890 (Sch)		890 st		
780 sst		750 s		$\rho(\text{CH}_3)$
544 st		551 ms		$\nu_{\text{as}}(\text{Sn}-\text{C})$
515 m		519 sst		$\nu_{\text{s}}(\text{Sn}-\text{C})$

metrischen CF_3 - bzw. FCF_2 -Valenzschwingungen, die langwelligste Absorption bei 1152 cm^{-1} dagegen der asymmetrischen $\nu(\text{FCF}_2)$ zu. Die ausgeprägte Ramanbande bei 1210 cm^{-1} entspricht der symmetrischen CH_3 -Deformationsschwingung und liegt damit im Bereich anderer bekannter Zinnalkylverbindungen³. Die Aufhebung der Entartung der CF_3 -Valenzschwingungen ($\text{C}_{3v} \rightarrow \text{C}_s$) ist auch schon an zahlreichen anderen Beispielen beobachtet worden^{2,4}. Auffallend sind im IR-Spektrum die beiden Banden bei 544 und 515 cm^{-1} . Da diese im Ramanspektrum mit umgekehrter Intensität erscheinen, ordnen wir die kürzerwellige der asymmetrischen und die längerwellige der symmetrischen $\nu(\text{Sn}(\text{CH}_3)_3)$ zu.

DANK

Wir danken Herrn Prof. Dr.-Ing. H. Behrens sehr herzlich für die Förderung unserer Arbeiten. Weiterhin gilt unser Dank der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Verband der Chemischen Industrie, Fonds der Chemischen Industrie für die finanzielle Unterstützung dieser Untersuchungen und die Bereitstellung der spektroskopischen Geräte.

LITERATUR

- 1 F.G.A. Stone und R. West, *Advan. Organometal. Chem.*, 7 (1968) 98.
- 2 E. Lindner und H. Kranz, *Chem. Ber.*, 101 (1968) 3438.
- 3 W.P. Neumann, *Die organische Chemie des Zinns*, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, 1967, S. 180.
- 4 E. Lindner und U. Kunze, *Chem. Ber.*, 102 (1969) 3347; *Spectrochim. Acta*, im Druck.