

Journal of Organometallic Chemistry, 140 (1977) C21-C22
 © Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

Preliminary communication

TETRAKIS(TRIMETHYLGERMYL)DIPHOSPHIN

HERBERT SCHUMANN*, LUTZ RÖSCH und WALTER SCHMIDT-FRITSCHÉ

*Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Technischen Universität Berlin,
 D-1000 Berlin 12 (Deutschland)*

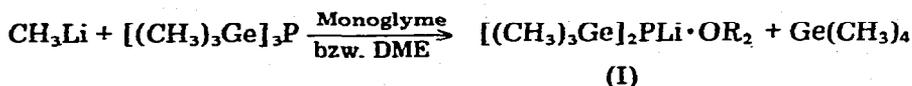
(Eingegangen den 26. August 1977)

Summary

The title compound, $[(\text{CH}_3)_3\text{Ge}]_2\text{P}-\text{P}[(\text{CH}_3)_3\text{Ge}]_2$ is formed by the reaction of $\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ with $[(\text{CH}_3)_3\text{Ge}]_2\text{PLi}$, the latter compound can be prepared by metallation of $[(\text{CH}_3)_3\text{Ge}]_3\text{P}$ with LiCH_3 in ether.

Während organosilylsubstituierte Diphosphine inzwischen bekannt sind [1–4], gelang die erfolgreiche Synthese entsprechender Organogermyl- oder Organostannyl-Derivate bisher noch nicht. Ebsworth berichtete zwar soeben über die Synthese von $(\text{H}_3\text{Ge})_2\text{P}-\text{PF}_2$ und einigen Derivaten des Typs $(\text{R}_3\text{Sn})_2\text{P}-\text{PF}_2$ [5], zahlreiche Versuche in den letzten Jahren in unseren Laboratorien zeigten jedoch, dass Diphosphine, die eine oder mehrere Triorganogermyl- oder auch Triorganostannylgruppen tragen, nicht in Substanz zu isolieren waren. So erhielten wir beispielsweise bei der Reaktion zwischen Tris(trimethylstannyl)phosphin und Diphenylchlorphosphin nicht das gesuchte 1,1'-Bis(trimethylstannyl)-2,2'-diphenyldiphosphin, sondern das Endprodukt nach vollständiger Spaltung aller Sn-P-Bindungen, nämlich Tris(diphenylphosphino)phosphin [6].

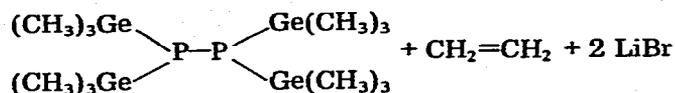
Methylithium metalliert Tris(trimethylgermyl)phosphin in einer Lösung in Monoglyme oder Dimethoxyäthan bei Ausschluss von Sauerstoff und Feuchtigkeit rasch und nahezu quantitativ unter Bildung von Lithiumbis(trimethylgermyl)phosphid (I): Die Verbindung ist als Monoätherat in Form farbloser Kristalle, die luft- und hydrolyseempfindlich sind, isolierbar:



I zeigt im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ein in seiner Lage konzentrationsabhängiges Signal für die CH_3Ge -Protonen, das in Pentan als Singulett und in Toluol als Dublett mit $^3J(\text{HP}) = 2.4 \text{ Hz}$ auftritt. Im $^{31}\text{P-NMR}$ -Spektrum erscheint erwartungsgemäss ein Singulett bei -270.3 ppm gegen H_3PO_4 ext. in $\text{C}_6\text{D}_6/\text{Diäthyläther}$.

I reagiert in toluolischer Lösung bei -78°C in Argonatmosphäre mit 1,2-Dibrom-

äthan im Laufe von 2 Stunden unter Abspaltung von Äthylen und Lithiumbromid. Nach dem Auftauen und Entfernen des Lösungsmittels kann Tetrakis(trimethylgermyl)-diphosphin (II) in praktisch quantitativer Ausbeute in Form einer farblosen, extrem luft- und feuchtigkeitsempfindlichen Flüssigkeit gewonnen werden, die bei $105^{\circ}\text{C}/10^{-1}$ Torr unzersetzt destilliert werden kann.



(II)

1,2-Bis[bis(trimethylgermyl)phosphino]-äthan konnte unter diesen Reaktionsbedingungen nicht erhalten werden.

II zeigt im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum für die Trimethylgermylprotonen ein Pseudotriplett für das $X_nAA'X'_n$ -System mit einer Kopplungskonstanten $J = |J_{AX} + J_{A'X}| = 4.1 \pm 0.1$ Hz. Das protonenentkoppelte $^{31}\text{P-NMR}$ -Spektrum zeigt in Pentan ein Singulett bei -188.1 ppm gegen externe H_3PO_4 .

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für finanzielle Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur

- 1 M. Baudler, M. Hallab, A. Zarkardas und E. Tolls, *Chem. Ber.*, **106** (1973) 3962.
- 2 H. Schumann und R. Fischer, *J. Organometal. Chem.*, **88** (1975) C13.
- 3 H. Schumann, L. Rösch und W. Schmidt-Fritsche, *Chemiker-Ztg.*, **101** (1977) 156.
- 4 G. Fritz und W. Hölderich, *Z. Anorg. Allgem. Chem.*, **431** (1977) 76.
- 5 E.A.V. Ebsworth, *Abstr. Papers, 2nd Intern. Conf. Organometal. and Coord. Chem. of Ge, Sn, Pb: Nottingham 1977*.
- 6 H. Schumann, A. Roth und O. Stelzer, *J. Organometal. Chem.*, **24** (1970) 183.