

### Preliminary communication

## PHOTOCHEMISCHE UMSETZUNG VON $(\pi\text{-C}_5\text{H}_5)\text{Mn}(\text{CO})_3$ MIT DIPHENYLSILACYCLOBUTAN UND DISILANEN

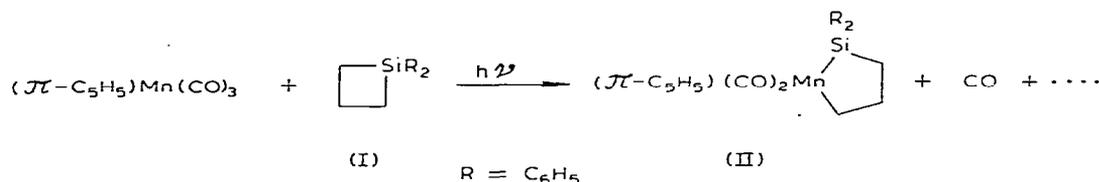
ULRICH SCHUBERT\* und ALFRED RENGSTL

*Anorganisch-Chemisches Institut der Technischen Universität München,  
 Lichtenbergstr. 4, D-8046 Garching (B.R.D.)*

(Eingegangen den 23. Februar 1979)

1,1-Diphenyl-1-sila-ethen,  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{Si}=\text{CH}_2$ , lässt sich aus 1,1-Diphenyl-1-sila-cyclobutan (Ia) durch Ethylen-Abspaltung [1] oder aus Methylpentaphenyldisilan unter Triphenylsilan-Abspaltung [2] photochemisch erzeugen. Wir haben versucht diese Reaktion in Gegenwart reaktiver Metallcarbonyl-Reste durchzuführen, um so möglicherweise Silaolefin—Metall-Komplexe zu erhalten.

Bestrahlung eines lösungsmittelfreien oder in Pentan oder Toluol gelösten Gemisches aus  $(\pi\text{-C}_5\text{H}_5)\text{Mn}(\text{CO})_3$  und dem Silacyclobutan I bei tiefen Temperaturen mit einer Hg-Hoch- oder -Niederdrucklampe ergab als einziges metallorganisches Produkt in geringen Ausbeuten das Sila-mangana-cyclopentan II.



Ein Überschuss eines der beiden Reaktionspartner oder selbst sehr lange Bestrahlungsdauer sind ohne Einfluss auf die Ausbeute. II lässt sich nur sehr schwierig und unter erheblichen Substanzverlusten von den Ausgangsverbindungen befreien und zersetzt sich in reinem Zustand selbst bei  $-78^\circ\text{C}$  langsam (in Lösung und besonders bei Anwesenheit von überschüssigem I ist die Stabilität grösser). Trotz der deswegen nicht möglichen Elementaranalyse konnte II anhand seiner Spektren eindeutig identifiziert werden: IR (Film) im  $\nu(\text{CO})$ -Bereich: 1977m, 1958s, 1910m(sh), 1895s  $\text{cm}^{-1}$ .  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CCl}_4$ , ext. TMS):  $\delta$  7.3 (M, 10H) ( $\text{C}_6\text{H}_5$ ), 4.3 (M, 5H) ( $\text{C}_5\text{H}_5$ ), 2.5—0.0 ppm (M, 6H) ( $\text{CH}_2$ ). Massenspektrum (50 eV):  $m/e = 400 (M^+)$ , 344 ( $M-2\text{CO}$ ), 224 ( $(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ ), 196 ( $\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{CH}_2$ ), 182 ( $\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ ). Die Beobachtung der für I typischen Fragmente ( $m/e$  224, 196, 182) im Massenspektrum [3] deutet auf Zersetzung von II unter Rück-



Watt) bestrahlt, wobei zur Entfernung des freigesetzten CO langsam  $N_2$  durch die Lösung geleitet wird. Nach ca. 20 min. beginnt aus der gelb gefärbten Lösung ein oranger Niederschlag auszufallen. Nach Beendigung der Bestrahlung wird dieser bei  $-50^\circ C$  auf einer G3-Fritte abfiltriert. Das gelbe Filtrat wird bei  $-30^\circ C$  am Hochvakuum auf 3 ml eingengt und anschliessend an einer auf  $-30^\circ C$  gekühlten Säule ( $60 \times 2.5$  cm) mit Hexan/THF (5/1) an Kieselgel chromatographiert. Von der verschmierten gelben Zone wird nur das erste Drittel eluiert. Das Eluat wird nach Konzentration auf 3 ml bei  $-30^\circ C$  an Polyvinylacetat-Gel (Fractogel PVA 500) mit THF nochmals chromatographiert. Man erhält zwei gelbe Zonen, von denen die erste (etwas hellere) eluiert wird. Das Lösungsmittel wird entfernt und der erhaltene Rückstand aus Hexan umkristallisiert. II fällt dabei als hellgelbes Pulver in 1.7 % Ausbeute rel.  $C_5 H_5 Mn(CO)_3$  (20 mg) an, zerfliesst jedoch selbst bei  $-78^\circ C$  zehr rasch.

Umsetzung der Disilane III sowie Aufarbeitung der Reaktionsgemische erfolgt analog.

## Dank

Wir danken Prof. Dr. E.O. Fischer und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung dieser Arbeit.

## Literatur

- 1 P. Boudjouk und L.H. Sommer, Chem. Commun., (1973) 54.
- 2 P. Boudjouk, J.R. Roberts, C.M. Golino und L.H. Sommer, J. Amer. Chem. Soc., 94 (1972) 7926.
- 3 C.S. Cundy, M.F. Lappert und T.R. Spalding, J. Chem. Soc. Dalton, (1976) 558.
- 4 J.W. Faller und A.S. Anderson, J. Amer. Chem. Soc., 92 (1970) 5852.
- 5 A.R. Rossi und R. Hoffmann, Inorg. Chem., 14 (1975) 365.
- 6 (a) C.S. Cundy, M.F. Lappert, J. Dubac und P. Mazerolles, J. Chem. Soc. Dalton, (1976) 910; (b) C.S. Cundy und M.F. Lappert, J. Organometal. Chem., 144 (1978) 317; (c) C.S. Cundy und M.F. Lappert, J. Chem. Soc. Dalton, (1978) 665.
- 7 U. Schubert und A. Rengstl, J. Organometal. Chem., 166 (1979) 323.