

Journal of Organometallic Chemistry, 178 (1979) 83–93
 © Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

BICYCLO[3.3.0]-TETRASILA-1,3,5,7-TETRAZANE *, **

ULRICH WANNAGAT * und SIEGBERT KLEMKE

Institut für Anorganische Chemie, Technische Universität Braunschweig, D-3300 Braunschweig, Pockelsstr. 4 (Bundesrepublik Deutschland)

DIETRICH MOOTZ * und HORST DIETER RESKI

Institut für Anorganische Chemie und Strukturchemie, Universität Düsseldorf, D-4000 Düsseldorf, Universitätsstr. 1 (Bundesrepublik Deutschland)

(Eingegangen den 5. März 1979)

Summary

Bicyclo[3.3.0]tetrasilazanes (A) are prepared, for the first time, by the reaction of bis(alkylamino)silanes with 1,2-dimethyltetrachlorodisilane. The properties of compounds A are described. From ^1H NMR spectra and X-ray structure analysis, especially of the *Si*-hexamethyl-*N*-tetraatolyl substituted compound, the bicyclic structure is suggested in preference of a bis(cyclodisilazanyl) structure.

Zusammenfassung

Gemäss Rk. 2 liessen sich erstmals Bicyclo[3.3.0]-tetrasilazan-Systeme in den Verbindungen B-1–5 darstellen. Über ihre Eigenschaften wird berichtet (Tab. 1). ^1H -NMR-Spektren (Tab. 2) und vor allem die Röntgenstrukturanalyse von B-4 entscheiden für das Bicyclicsystem B und gegen ein von der Reaktion her ebenfalls mögliches Bis(cyclodisilazanyl)-System.

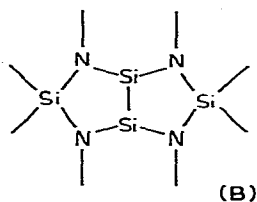
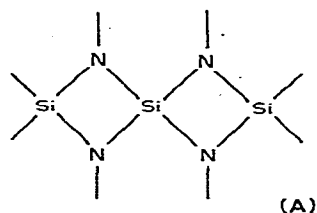
Einführung

1964 berichteten Rochow und Lienhard [2] über das Permethylspiro[3.3]-trisilatetrazan (A-1) und damit über die erstmalige Synthese eines derartigen Silicium–Stickstoff-Ringsystems. Wir konnten nunmehr im Permethyl-bicyclo-

* Eugene G. Rochow zum 70. Geburtstag in Verbundenheit gewidmet.

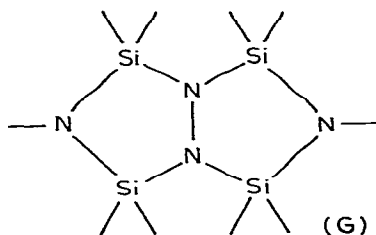
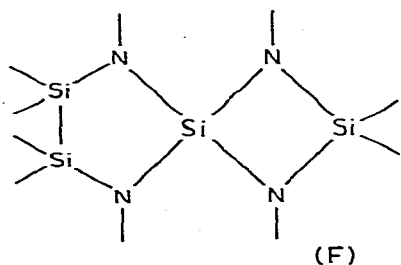
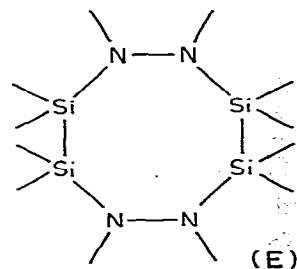
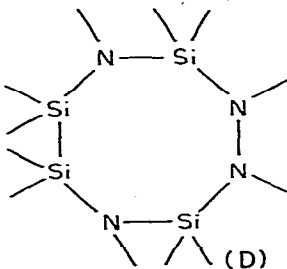
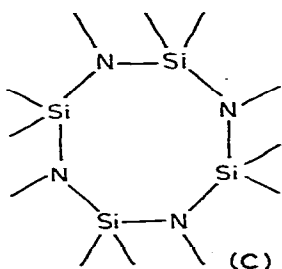
** 158. Mitt. über Beiträge zur Chemie der Silicium–Stickstoff-Verbindungen. 157. Mitt. s. Ref. [10]. Zugleich 38. Mitt. über Neue Anorganische Ringsysteme. 37. Mitt. s. Ref. [1].

[3.3.0]-1,3,5,7-tetrasila-tetrazan (**B-1**) ein neues SiN-Ringgerüst **B** aufbauen, das sich von dem Rochowschen **A** in der Zusammensetzung nur um ein einziges Si-Atom unterscheidet, wohl aber stark in seiner räumlichen Konfiguration: liegen in **A** die Vierringsebenen um 90° gegeneinander gedreht, so sind in **B** die beiden Fünfringebenen dachartig zur Si-Si-Achse um die Grössenordnung eines Tetraederwinkels gegeneinander geneigt.



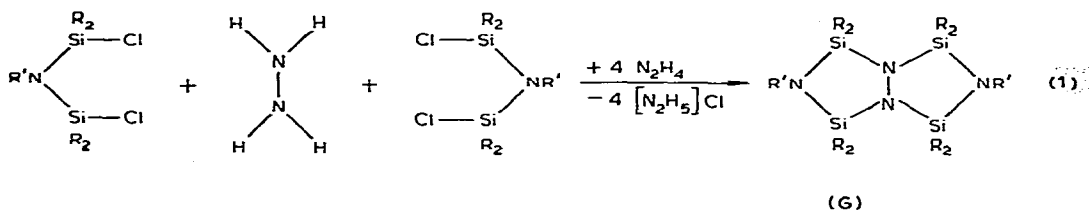
In A-1 und B-1 freie Valenzen durch Methyl substituiert.

Das System **B** ist nunmehr das sechste Silazan-Ringsystem, dessen Gerüst sich aus 4 Si- und aus 4 N-Atomen aufbaut. Die bereits bekannten sind das Cyclotetrasilazan (**C**) [3], das Cyclo-1,2,4,7-tetrasila-tetrazan (**D**) [4], das Cyclo-1,2,5,6-tetrasila-tetrazan (**E**) [5], das Spirol[3.4]-2,4,6,7-tetrasila-tetrazan (**F**) [6] und das zu **B** inverse Bicyclo[3.3.0]-2,4,6,8-tetrasila-tetrazan (**G**) [7,8].

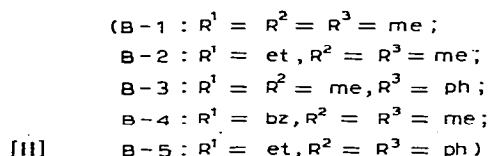
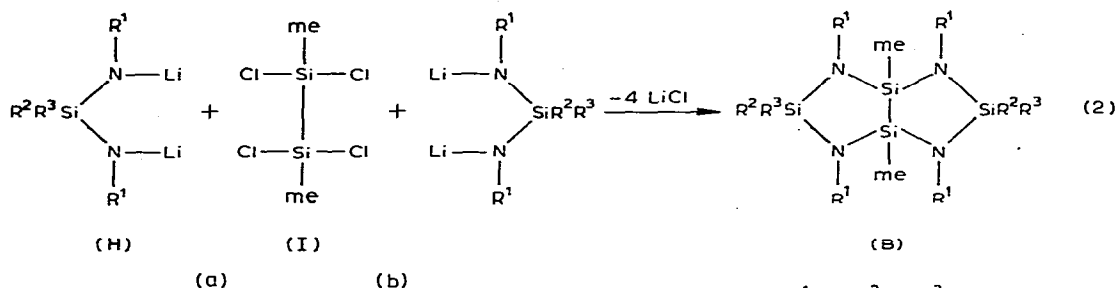


Darstellung der Bicyclo[3.3.0]-tetrasilatetrazane B

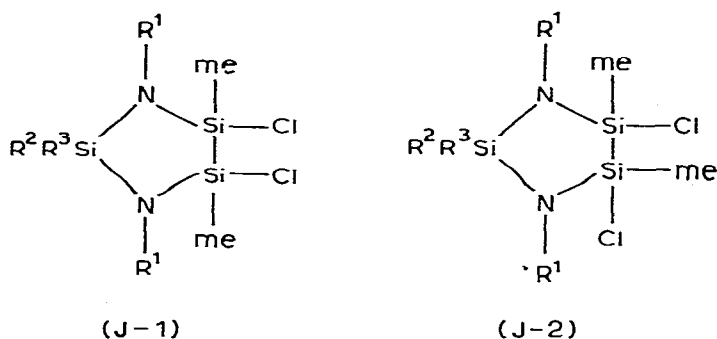
Die Darstellung der **B** gelang analog zu der der inversen **G** (Rk. 1) [7] durch



Umsetzung zweifach metallierter Bis(alkylamino)silane mit 1,2-Dimethyl-tetrachlordisilan in Petrolether (Rk. 2). Durch Variation der R^1 , R^2 und R^3 konnten so die Derivate B-1—5 mit Ausbeuten von 30—50% erhalten werden.

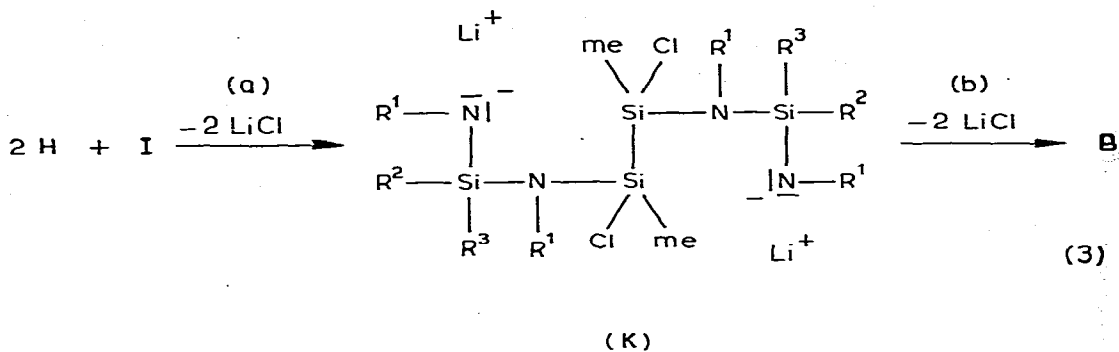


Es gelang dabei nicht, die Rk. 2 getrennt in 2 Stufen (a) und (b) durchzuführen: die in der ersten Stufe gebildeten fünfgliedrigen 1,2-Dichlor-cyclo-1,2,4-trisila-diazane (J) [9] reagierten nicht mit Bis(lithioalkylamino)silanen (H) weiter. Es zeigte sich aus spektroskopischen Daten, dass sich in J die beiden Cl-Atome über eine nahezu stereospezifische Reaktion hinweg stets in *trans*- (J-2) und nicht in *cis*-Position (J-1) befanden und somit nicht zu B weiterumsetzen konnten.

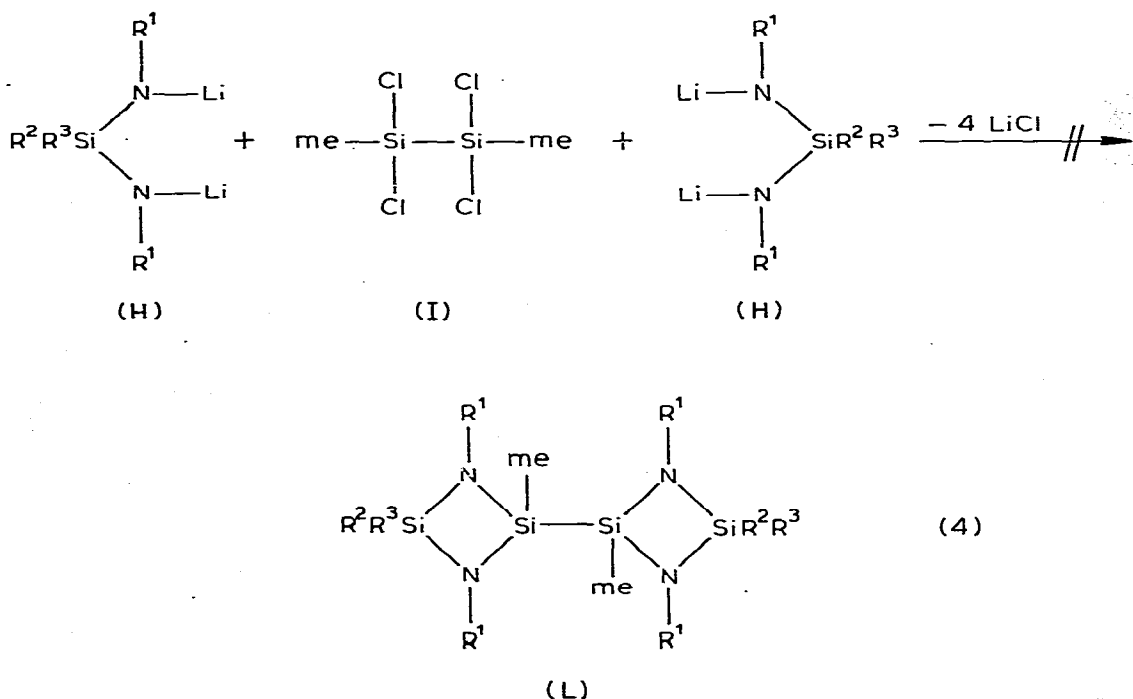


Daraus folgt zwangsläufig, dass sich die B in Rk. 2 über eine Zwischenstufe K (sie ist durch das 2/1-Verhältnis der Reaktionspartner bevorzugt) bilden müssen, und dass sich hierin die beiden sperrigen Aminosilylgruppen am zentralen Si-Si-Gerüst konfiguratativ so einstellen, dass die beiden Methylgruppen nach erfolgter "Kondensation" unter LiCl-"Austritt" in *cis*-Position verbleiben (vgl. Rk. 3a, b).

Es ist theoretisch denkbar, dass Rk. 2 auch im Sinne einer Rk. 4 verläuft: das zweifach metallierte Amin H würde dabei mit den beiden Cl-Atomen desselben Si-Atoms in I abreagieren und so ein über Si verknüpftes Bis(cyclodisila-



zanyl)-Gerüst L entstehen:



Sprachen jedoch schon kernresonanzspektroskopische Daten für B und gegen L, so liess sich die Struktur der über Rk. 2 erhaltenen Verbindungen durch eine Röntgenstrukturanalyse eindeutig im Sinne der Bicyclo[3.3.0]-tetrasilatetrazane B festlegen.

Experimentelle Daten zur Darstellung der B-1-5 nach Reaktion 2

Man tropft zu 0.1 mol Bis(organylamino)diorganylsilan $\text{R}^2\text{R}^3\text{Si}(\text{NHR}^1)_2$ (H) in 200 ml Petrolether (50/70°C) (= PE) 0.2 mol (86 g) einer 15-proz. Lösung von Butyllithium in Hexan, erhitzt 2 h zum Rückfluss, verdünnt mit 400 ml PE, kühlt auf -30°C , tropft dazu langsam und unter Rühren 0.05 mol (11.4 g) 1,2-Dimethyltetrachlordisilan (I) in 100 ml PE, lässt auf Raumtemperatur kom

TABELLE 1

PHYSIKALISCHE UND ELEMENTARANALYTISCHE DATEN DER BICYCLOSILAZANE B-1-6

	Ausbeute (%)	Schmp. (°C)	Sdp. (°C/Torr)	Brutto Formel	Mol.-Masse		MP ⁺		BP ⁺		Elementaranalysen (Gef. (ber.) (%))				
					Kryosk. ^b		MP ⁺	ber.	BP ⁺	ber.	C	H	N	Si	
B-1	53	73 (89/0.05)		C ₁₀ H ₃₀ N ₄ Si ₄	310		318	318.72	303		318.72	38.46 (37.68)	9.20 (9.49)	16.78 (17.58)	35.26 (35.25)
B-2 ^a	28	16 (102/0.05)		C ₁₄ H ₃₈ N ₄ Si ₄	341		374	374.83	332		374.83	44.07 (44.86)	10.33 (10.22)	14.30 (14.95)	29.85 (29.97)
B-3	27	109		C ₂₀ H ₃₄ N ₄ Si ₄	432		442	442.86	299		442.86	53.82 (54.24)	7.65 (7.74)	12.22 (12.65)	25.88 (23.37)
B-4	36	130		C ₃₄ H ₄₆ N ₄ Si ₄	643		622	623.12	531		623.12	64.70 (65.54)	7.51 (7.44)	9.21 (8.99)	17.65 (18.03)
B-5	38	133		C ₃₄ H ₄₆ N ₄ Si ₄	632		622	623.12	622		623.12	64.44 (65.54)	7.64 (7.44)	9.52 (8.99)	17.33 (18.03)

^a ²⁰D 1.4856; ²⁰D₄ 0.9497; MR_L 113.2 (ber. 113.5); MR_E 556.9 (ber. 569.8. ^b in Benzol.

men, gibt 30 ml Tetrahydrofuran hinzu, rührt 14–16 h weiter, filtriert vom ausgefallenen LiCl und zieht das Lösungsmittel im Vakuum der Wasserstrahlpumpe ab. Der Rückstand von B-1 und B-2 wird dann im Ölpumpenvakuum fraktionierend destilliert, wobei B-1 sofort in der Vorlage erstarrt, während B-2 erst im Tiefkühlschrank kristallisiert. Im Falle von B-3–5 nimmt man den Rückstand in etwas PE auf. Im Kühlschrank kristallisieren daraus die reinen Verbindungen aus. Einsatz (g) von H-1, (nicht metalliert), 11.8; H-2, 14.7; H-3, 18.0; H-4, 27.0; H-5, 27.0. Ausbeute (g) von B-1, 16.9; B-2, 10.5; B-3, 12.0; B-4, 22.4; B-5, 23.7.

Physikalische Eigenschaften der Bicyclotetrasilatetrazane B

Von den fünf dargestellten Derivaten der Bicyclo[3.3.0]-1,3,5,7-tetrasilatetrazane B fiel nur das zweite, mit Methylgruppen an Si und Ethylgruppen an N, in flüssiger Form an, erstarrte jedoch kurz unterhalb Raumtemperatur. Befindet sich der etwas oberhalb 100°C liegende Schmelzpunkt der C₆H₅-haltigen Derivate B-3–5 im Erwartungsbereich, so überrascht ein wenig der relativ hohe Schmelzpunkt (73°C) des Permethylderivates B-1. Alle Verbindungen sind farblos und in kristalliner Form (aus Petrolether) eher hart als weich (bis auf B-3); besonders gut kristallisiert dabei B-4. B-1 und B-2 liessen sich im Feinvakuum ohne Schwierigkeiten destillieren. Schmelz- und Siedepunkte sowie bei B-2 auch Dichte und Brechungsindex sind aus Tab. 1 zu ersehen.

B-1–5 lösen sich gut in inerten organischen Solventien, die niedermolekularen dabei wesentlich besser. Alle Verbindungen erweisen sich, vermutlich der durch die Organylgruppen gut abgeschirmten SiN-Bindungen wegen, als nur wenig hydrolyseempfindlich.

Elementar- und NMR-analytische Daten der Bicyclotetrasilatetrazane

Die Zusammensetzung der neuen Verbindungen B-1–5 liess sich durch deren totale Elementaranalyse bestätigen (Tab. 1). Ihre Molmasse wird durch kryos-

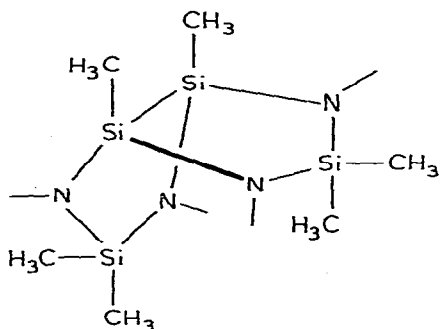
TABELLE 2

¹H-NMR-SPEKTREN DER BICYCLO[3.3.0]-TETRASILATETRAZANE B-1–5 (Chemische Verschiebung in τ (ppm), relative Intensitäten in Klammern, Lösungsmittel und interner Standard für B-1–2 CH₂Cl₂/CCl₄, für B-3–5 CH₂Cl₂/CDCl₃)

	C ₆ H ₅	N-CH _X	C-CH ₃	Si-CH ₃	J(HCCH) (Hz)
B-1		7.32 S(12)		9.53 S(6) 9.78 S(6) 9.85 S(6)	
B-2		7.02 Q(8)	8.85 T(12)	9.62 S(6) 9.82 S(6) 9.85 S(6)	8
B-3	2.20–2.72 M(10)	7.43 S(12)		9.46 S(6) 9.51 S(6)	
B-4	2.65 S(20)	6.09 S(8)		9.65 S(6) 9.71 S(6) 10.14 S(6)	
B-5	2.13–2.77 M(20)	7.00 Q(8)	9.17 T(12)	9.37 S(6)	7

kopische Molmassebestimmungen in Benzol wie durch den Molpeak im Massenspektrum sichergestellt. Für B-2 geben weitere Bestätigung die Molrefraktionen nach Lorentz-Lorenz (MR_L) und nach Eisenlohr (MR_E) (Tab. 1). Der Basispeak des Massenspektrums ist mit M^+ für B-5 und mit $M^+ - CH_3$ für B-1 leicht abzuleiten; er entspricht für B-4 einem Fragment $M^+ - CH_2C_6H_5$.

Die Daten der in Tab. 2 niedergelegten 1H -NMR-Spektren sprechen eindeutig für die Konstitution B und gegen L. So waren z.B. für L in den Verbindungen 1, 2 und 4, infolge freier Drehbarkeit um die SiSi-Achse, nur 2-Protonensignale der $SiCH_3$ -Gruppen im Intensitätsverhältnis 1/2 zu erwarten gewesen, während die beobachteten 3 intensitätsgleichen Signale zwanglos aus der Struktur B mit einer Signallage für die CH_3 -Gruppen an der SiSi-Achse und je einer weiteren



Signallage für die sich äquatorial und axial einstellenden CH_3 -Gruppen an den beiden Fünfeckspitzen-Si-Atomen hervorgehen.

Die Lage der $SiSi(CH_3)$ -Protonen ist mit $\tau 9.50 \pm 0.12$ ppm relativ konstant; die der anderen wird offensichtlich durch die Nachbarschaft der NR^1 -Gruppen stärker beeinflusst.

Dass in B-3 eine einzige zweite CH_3 -Signalgruppe neben der der $SiSi(CH_3)$ auftritt, spricht dafür, dass die beiden restlichen CH_3 -Gruppen nur äquatorial oder nur axial angeordnet sind und dass keine Gemische der drei theoretisch möglichen Stereoisomeren vorliegen. Um welches Stereoisomeres es sich allerdings handelt, liesse sich nur durch eine Röntgenstrukturanalyse klären.

Kristallstrukturbestimmung von B-4

Einkristalle wurden durch Verdunstenlassen bei Zimmertemperatur einer bei $50^\circ C$ gesättigten Lösung in absolutem Petrolether erhalten und in dünnwandige Glaskapillaren eingeschmolzen. Weissenbergaufnahmen ergaben monokline Symmetry (Lauegruppe $2/m$) und Auslöschungen, die eindeutig zur Raumgruppe $P2_1/c$ führten. Die Gitterkonstanten wurden diffraktometrisch bestimmt (Tabelle 3). Mit Hilfe der gemessenen Dichte errechnen sich vier Moleküle pro Elementarzelle. Mit einem rechnergesteuerten Einkristall-Diffraktometer (Syntex $P2_1$) wurden die Intensitäten von 4492 unabhängigen Reflexen bis $2\theta = 110^\circ$ mit $Cu-K_\alpha$ -Strahlung vermessen.

Die Struktur wurde mit Direktmethoden (Programm Multan) bestimmt und nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate verfeinert. Mit zwei Differenz-Fouriersynthesen konnten schrittweise alle Wasserstoffatome bis auf vier

TABELLE 3

KRISTALLOGRAPHISCHE DATEN (Hier und in den folgenden Tabellen bedeuten die Zahlen in Klammern geschätzte Standardabweichungen in Einheiten der letzten angegebenen Stelle)

Summenformel	Si ₄ N ₄ C ₃₄ H ₄₆
Molekulargewicht	623.12
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Elementarzelle	a 8.060(1) Å b 11.054(2) Å c 40.593(7) Å β 99.03(1)° V 3572(1) Å ³
gemessene Dichte	1.18 g cm ⁻³
Moleküle pro Zelle	4

lokalisiert werden, deren Lagen konstruiert wurden. Bei der abschliessenden Verfeinerung bis zur Konvergenz mit 3099 signifikanten Reflexen ($I > 1.96\sigma(I)$) und 563 Parametern, bei der alle Nichtwasserstoffatome anisotrop und alle H-Atome isotrop behandelt wurden, ergab sich ein konventioneller R -Wert von 0.057 ($R_w = 0.059$). Als Bewichtungsschema wurde $1/w = \sigma_F^2 + (0.02 F)^2$ verwendet. Für die Atome wurden die Atomformfaktoren von Cromer und Waber [12] benutzt. Alle Berechnungen erfolgten auf einem Data General Eclipse Computer mit dem Programmsystem E-XTL der Firma Syntex.

Die erhaltenen Lageparameter aller Nichtwasserstoffatome sind in Tab. 4 aufgeführt. Die Strukturanalyse bestätigt, wie Fig. 1 zeigt, das bicyclische System B mit *cis*-kondensierten Fünfringen. Ein ganzes Molekül bildet die asymmetrische

TABELLE 4

LAGEPARAMETER DER NICHTWASSERSTOFFATOME IN BRUCHTEILEN DER KRISTALLOGRAPHISCHEN AXSEN

Atom	x	y	z	Atom	x	y	z
Si(2)	0.3276(2)	0.2852(1)	0.0688(1)	C(32)	0.2269(7)	0.7028(5)	0.0122(1)
Si(4)	0.1382(2)	0.4964(1)	0.0909(1)	C(33)	0.2925(8)	0.8193(5)	0.0124(1)
Si(6)	0.3624(2)	0.5607(1)	0.1534(1)	C(34)	0.4516(8)	0.8429(5)	0.0283(1)
Si(8)	0.1705(2)	0.3406(1)	0.1293(1)	C(35)	0.5486(7)	0.7485(6)	0.0440(2)
N(1)	0.2885(5)	0.2446(3)	0.1077(1)	C(36)	0.4816(7)	0.6335(5)	0.0438(1)
N(3)	0.2489(5)	0.4311(3)	0.0619(1)	C(50)	0.2396(7)	0.7372(4)	0.1068(1)
N(5)	0.2358(5)	0.6091(3)	0.1169(1)	C(51)	0.0797(7)	0.8071(4)	0.1073(1)
N(7)	0.2767(5)	0.4222(3)	0.1626(1)	C(52)	-0.0120(8)	0.7967(5)	0.1329(1)
C(4)	-0.0688(7)	0.5513(5)	0.0687(1)	C(53)	-0.1543(8)	0.8695(6)	0.1340(2)
C(8)	-0.0057(7)	0.2548(5)	0.1427(1)	C(54)	-0.2027(8)	0.9499(5)	0.1088(2)
C(10)	0.3240(6)	0.1173(4)	0.1186(1)	C(55)	-0.1162(8)	0.9612(5)	0.0832(2)
C(11)	0.4313(6)	0.1038(4)	0.1529(1)	C(56)	0.0256(7)	0.8897(4)	0.0822(1)
C(12)	0.3837(8)	0.0267(5)	0.1763(1)	C(61)	0.3616(8)	0.6705(5)	0.1882(1)
C(13)	0.4809(9)	0.0140(5)	0.2073(1)	C(62)	0.5846(7)	0.5451(5)	0.1665(1)
C(14)	0.6295(8)	0.0764(5)	0.2142(1)	C(70)	0.3210(7)	0.3696(5)	0.1963(1)
C(15)	0.6801(7)	0.1553(5)	0.1916(1)	C(71)	0.1865(7)	0.3719(4)	0.2178(1)
C(16)	0.5791(7)	0.1685(5)	0.1608(1)	C(72)	0.1999(8)	0.2951(5)	0.2451(1)
C(21)	0.2168(7)	0.1789(5)	0.0365(1)	C(73)	0.0845(10)	0.2967(6)	0.2664(2)
C(22)	0.5560(7)	0.2801(5)	0.0666(1)	C(74)	-0.0505(9)	0.3745(6)	0.2613(2)
C(30)	0.2502(7)	0.4817(4)	0.0281(1)	C(75)	-0.0660(8)	0.4506(7)	0.2343(1)
C(31)	0.3218(6)	0.6084(4)	0.0282(1)	C(76)	0.0496(7)	0.4494(5)	0.2127(1)

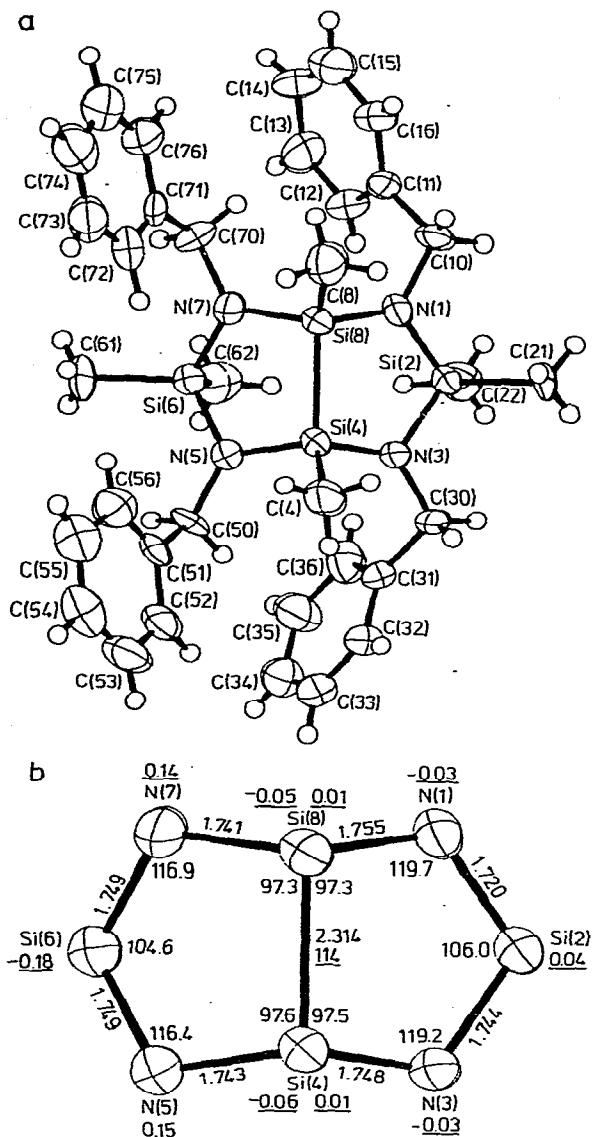


Fig. 1. (a) Das Molekül von B-4 als asymmetrische Einheit der Kristallstruktur mit Atomsymbolen für die Nichtwasserstoffatome wie in Tab. 4. Die Schwingungsellipsoide (Program ORTEP [13]) zeigen den Bereich 50%-iger Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Die Wasserstoffatome sind als Kugeln mit einem vorgegebenen Radius gezeichnet. Die Blickrichtung ist senkrecht zu den Vektoren $\text{Si}(2)\cdots\text{Si}(6)$ und $\text{Si}(4)\text{---}\text{Si}(8)$. (b) Das bicyclische System vergrößert mit Bindungslängen (Å) und Bindungswinkeln ($^\circ$). Die leichte Unregelmässigkeit am Atom N(1) zeigt sich auch bei den N—C-Bindungslängen (Tab. 5) und deutet auf eine gewisse Fehlplatzierung dieses Atoms wahrscheinlich als Artefact der Strukturbestimmung. Die geschätzten Standardabweichungen betragen 0.002 Å für Si—Si, 0.004 Å für Si—N, 0.1° für N—Si—Si und 0.2° für N—Si—N und Si—N—Si.

Angaben sind ferner unterstrichen der zentrale diedrische Winkel und die Atomabstände von der mittleren Ebene (Fünfatom-Ausgleichsebene) des jeweiligen Fünfrings. Ein positiver (negativer) Abstand bedeutet, dass das Atom vom Betrachter aus über (unter) der betreffenden mittleren Ebene liegt.

Einheit der Kristallstruktur. Bindungslängen und Bindungswinkel zwischen Nichtwasserstoffatomen sind in Fig. 1 und in den Tabellen 5 und 6 angegeben. Die Koordinaten der Wasserstoffatome, die thermischen Parameter aller Atome,

TABELLE 5

BINDUNGSLÄNGEN (Å) DER NICHTWASSERSTOFFATOME AUSSERHALB DES BICYCLISCHEN SYSTEMS

Si(2)—C(21)	1.884(5)	C(31)—C(36)	1.377(7)
Si(2)—C(22)	1.869(6)	C(32)—C(33)	1.395(7)
Si(4)—C(4)	1.877(5)	C(33)—C(34)	1.374(9)
Si(6)—C(61)	1.867(6)	C(34)—C(35)	1.401(8)
Si(6)—C(62)	1.874(6)	C(35)—C(36)	1.384(8)
Si(8)—C(8)	1.867(6)	C(50)—C(51)	1.514(7)
N(1)—C(10)	1.492(6)	C(51)—C(52)	1.377(8)
N(3)—C(30)	1.484(6)	C(51)—C(56)	1.390(7)
N(5)—C(50)	1.478(6)	C(52)—C(53)	1.413(9)
N(7)—C(70)	1.479(6)	C(53)—C(54)	1.367(9)
C(10)—C(11)	1.529(7)	C(54)—C(55)	1.352(9)
C(11)—C(16)	1.389(7)	C(55)—C(56)	1.402(8)
C(12)—C(11)	1.379(7)	C(70)—C(71)	1.503(7)
C(12)—C(13)	1.382(8)	C(71)—C(72)	1.386(7)
C(13)—C(14)	1.379(9)	C(71)—C(76)	1.393(8)
C(14)—C(15)	1.378(8)	C(72)—C(73)	1.373(10)
C(15)—C(16)	1.389(7)	C(73)—C(74)	1.383(11)
C(30)—C(31)	1.518(7)	C(74)—C(75)	1.375(9)
C(31)—C(32)	1.397(7)	C(75)—C(76)	1.381(8)

TABELLE 6

BINDUNGSWINKEL (°) DER NICHTWASSERSTOFFATOME AUSSERHALB DES BICYCLISCHEN SYSTEMS

N(1)—Si(2)—C(21)	110.0(2)	C(12)—C(13)—C(14)	119.3(6)
N(1)—Si(2)—C(22)	111.3(2)	C(13)—C(14)—C(15)	121.6(6)
N(3)—Si(2)—C(21)	110.1(2)	C(14)—C(15)—C(16)	118.2(5)
N(3)—Si(2)—C(22)	111.1(2)	C(11)—C(16)—C(15)	121.3(5)
C(21)—Si(2)—C(22)	108.4(2)	N(3)—C(30)—C(31)	113.9(4)
Si(8)—Si(4)—C(4)	124.3(2)	C(30)—C(31)—C(32)	120.5(4)
N(3)—Si(4)—N(5)	118.3(2)	C(30)—C(31)—C(36)	121.3(4)
N(3)—Si(4)—C(4)	108.9(2)	C(32)—C(31)—C(36)	118.2(4)
N(5)—Si(4)—C(4)	110.2(2)	C(31)—C(32)—C(33)	120.6(5)
N(5)—Si(6)—C(61)	111.7(2)	C(32)—C(33)—C(34)	120.5(5)
N(5)—Si(6)—C(62)	110.6(2)	C(33)—C(34)—C(35)	119.4(5)
N(7)—Si(6)—C(61)	111.1(2)	C(34)—C(35)—C(36)	119.5(5)
N(7)—Si(6)—C(62)	112.0(2)	C(31)—C(36)—C(35)	121.9(5)
C(61)—Si(6)—C(62)	106.9(3)	N(5)—C(50)—C(51)	115.5(4)
Si(4)—Si(8)—C(8)	124.5(2)	C(50)—C(51)—C(52)	122.3(5)
N(1)—Si(8)—N(7)	117.5(2)	C(50)—C(51)—C(56)	119.8(3)
N(1)—Si(8)—C(8)	109.9(2)	C(52)—C(51)—C(56)	117.8(5)
N(7)—Si(8)—C(8)	110.1(2)	C(51)—C(52)—C(53)	121.1(5)
Si(2)—N(1)—C(10)	117.8(3)	C(52)—C(53)—C(54)	119.2(6)
Si(8)—N(1)—C(10)	121.2(3)	C(53)—C(54)—C(55)	121.1(6)
Si(2)—N(3)—C(30)	116.4(3)	C(54)—C(55)—C(56)	119.8(6)
Si(4)—N(3)—C(30)	123.2(3)	C(51)—C(56)—C(55)	121.0(5)
Si(4)—N(5)—C(50)	123.0(3)	N(7)—C(70)—C(71)	116.1(4)
Si(6)—N(5)—C(50)	119.7(3)	C(70)—C(71)—C(72)	118.8(5)
Si(6)—N(7)—C(70)	119.9(3)	C(70)—C(71)—C(76)	123.9(5)
Si(8)—N(7)—C(70)	122.3(3)	C(72)—C(71)—C(76)	117.3(5)
N(1)—C(10)—C(11)	114.8(4)	C(71)—C(72)—C(73)	121.4(6)
C(10)—C(11)—C(16)	120.5(4)	C(72)—C(73)—C(74)	121.0(6)
C(10)—C(11)—C(12)	120.6(4)	C(73)—C(74)—C(75)	118.2(6)
C(12)—C(11)—C(16)	118.9(5)	C(74)—C(75)—C(76)	121.1(6)
C(11)—C(12)—C(13)	120.7(5)	C(71)—C(76)—C(75)	121.0(5)

die beobachteten und berechneten Strukturfaktoren sowie die Bindungslängen und Bindungswinkel mit Wasserstoffatomen können von den Autoren (D.M.) angefordert werden.

Die beiden Fünfringe weichen von planarer Geometrie ab zugunsten von verschieden stark gewellten envelope-Formen mit Si(2) und Si(6) als ausgezeichneten Atomen (siehe das Muster der Atomabstände von den betreffenden mittleren Ebenen in Fig. 1). Die mittleren Ebenen der Fünfringe bilden miteinander einen Winkel von 114° . Das gesamte Molekül besitzt mit seiner besonderen Konformation annähernd eine Spiegelebene senkrecht zur zentralen Bindung Si(4)—Si(8) und diese in der Mitte teilend.

Dank

Unser Dank gilt dem Verband der Chemischen Industrie, Frankfurt am Main, für Sachspenden sowie der BAYER AG, Leverkusen, für die Überlassung von Chlorsilanen.

Literatur

- 1 D.J. Breuer, H. Bürger, H.H. Moretto, U. Wannagat und K. Wiegel, *J. Organometal. Chem.*, **170** (1979) 161.
- 2 K. Lienhard und E.G. Rochow, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **331** (1964) 316.
- 3 S.D. Brewer und C.P. Haber, *J. Amer. Chem. Soc.*, **70** (1948) 3888.
- 4 U. Wannagat und M. Schlingmann, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **406** (1974) 7.
- 5 F. Höfler und D. Wolfer, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **406** (1974) 19.
- 6 M. Schlingmann und U. Wannagat, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **429** (1977) 74.
- 7 U. Wannagat und E. Bogusch, *Inorg. Nucl. Chem. Letters*, **1** (1965) 13.
- 8 U. Wannagat, E. Bogusch und F. Rabet, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **385** (1971) 261.
- 9 U. Wannagat und S. Klemke, unveröffentlicht; S. Klemke, Dissertation Techn. Univ. Braunschweig, 1978.
- 10 R. Tacke, E. Zimonyi-Hegedüs und U. Wannagat, *J. Organometal. Chem.*, im Druck.
- 11 Abkürzungen laut Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, 8. Aufl., Silicium Teil C: me = Methyl, et = Ethyl, ph = Phenyl, bz = Benzyl.
- 12 D.T. Cromer und J.T. Waber, *International Tables for X-ray Crystallography*, Kynoch Press, Birmingham, 1974, Vol. IV, S. 71—98.
- 13 C.K. Johnson, ORTEP, ORNL-5138, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, U.S.A., 1976.