

### Preliminary communication

## STRUKTUR DES TRIMEREN DI-T-BUTYLGERMANIUMOXIDS

HEINRICH PUFF\*, SYBILLE FRANKEN, WILLI SCHUH und WERNER SCHWAB

*Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Bonn, Gerhard-Domagk-Strasse 1,  
 D-5300 Bonn 1 (B.R.D.)*

(Eingegangen den 23. November 1982)

### Summary

Di-t-butylgermanium oxide has been synthesized and investigated by X-ray analysis. The germanium and oxygen atoms form a planar six-membered ring.

Bei Untersuchungen über Hydrolyseprodukte von Diorganozinndihalogeniden [1] konnten wir durch Umsetzung von Di-t-butylzinndichlorid mit Natronlauge erstmals ein niedermolekulares Diorganozinnoxid  $[(t-C_4H_9)_2SnO]_3$  [2] darstellen.

Die gleiche Reaktion führt bei Di-t-butylgermaniumdichlorid (aus t-Butylgermaniumtrichlorid und t-Butyllithium) nur zum Dihydroxid  $(t-C_4H_9)_2Ge(OH)_2$ . Die Dehydratisierung erwies sich als schwierig; erst durch längeres Erhitzen am Rückfluss in Xylol in Gegenwart von getrocknetem Molekularsieb (3–5 Å) konnte eine Kondensation zu Di-t-butylgermaniumoxid erzwungen werden. Molmassenbestimmungen und spektroskopische Untersuchungen deuteten auf ein trimeres Molekül hin, was durch eine Röntgenstrukturanalyse\* bestätigt wurde.

Di-t-butylgermaniumoxid kristallisiert hexagonal (Raumgruppe  $R\bar{3}c$ ,  $a$  1016.1,  $c$  4951.6 pm) mit sechs Molekülen  $[(t-C_4H_9)_2GeO]_3$  in der Elementarzelle. Die Strukturbestimmung ( $R = 0.051$ ) zeigte, dass die Germanium- und Sauerstoffatome einen ebenen Sechsring bilden; die Substanz ist isotyp zu den analogen Verbindungen des Zinns  $[(t-C_4H_9)_2SnO]_3$  und des Siliciums  $[(t-C_4H_9)_2SiO]_3$  [3], die entsprechenden Bindungswinkel im Ring sind fast gleich. Dagegen besitzt  $[(C_6H_5)_2GeO]_3$  [4] ein nicht ebenes Ringgerüst mit deutlich kleinerem Bindungswinkel an den Sauerstoffatomen ( $128.5^\circ$ ).

\*Die Messungen wurden bei  $-85^\circ C$  auf einem Vierkreisdiffraktometer CAD4 durchgeführt. Die Strukturberechnung erfolgte mit dem Programm SHELX76 auf der Rechenanlage IBM/370-168 des Regionalen Hochschulrechenzentrums der Universität Bonn.

TABELLE 1

## BINDUNGSABSTANDE UND -WINKEL

Abstände (pm)	Winkel (°)
Ge—O 178.1(1)	O—Ge—O 106.81(4)
Ge—C 199.6(8)	Ge—O—Ge 133.19(5)
	C—Ge—C 114.5(4)

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie unterstützt.

## Literatur

- 1 H. Puff, E. Friedrichs und F. Visel, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **477** (1981) 50.
- 2 H. Puff, W. Schuh, R. Sievers und R. Zimmer, *Angew. Chem.*, **93** (1981) 622; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **20** (1981) 591.
- 3 W. Clegg, *Acta Cryst. B*, **38** (1982) 1648.
- 4 L. Ross und M. Dräger, *Chem. Ber.*, **115** (1982) 615.