

## Oligosilyl-Quecksilber und -Alkalimetallverbindungen\*

Edwin Hengge und Friedrich K. Mitter

Institut für Anorganische Chemie, Technische Universität Graz, A-8010 Graz,  
Österreich

(Eingegangen 11. Dezember 1985. Angenommen 7. Januar 1986)

### *Oligosilyl-Mercury and -Alkalimetal Compounds*

Oligo-silyl-mercury compounds  $(\text{Si}_n\text{R}_{2n+1})_2\text{Hg}$  ( $\text{R}$  = aryl, halogens) are synthesized from the siliconmonohydrides by reaction with  $(t\text{-Bu})_2\text{Hg}$  and characterized. Treatment of the Silyl-mercury compounds with  $\text{Na/K}$ - alloy yields the corresponding alkali metal derivatives. Both reactions are very well suitable for the synthesis of oligosilanes.

(*Keywords: Oligosilanes; Potassium silyl compounds; Mercury silyl compounds*)

### Einleitung

Zur gezielten Synthese von Verbindungen mit SiSi-Bindungen stehen nur wenige Methoden zur Verfügung<sup>1</sup>. Neben der *Wurtz* analogen Synthese aus Halogensilanen mit Metallen eignet sich besonders die Kopplung von Alkalimetallsilylverbindungen mit Halogensilanen zur Bildung höherer Silane. Methoden wie die Reduktion der Si—H-Bindung mit Di-*t*-Butylperoxid<sup>2</sup>, die elektrochemische Synthese<sup>3</sup> etc. sind auf bestimmte Substanzgruppen beschränkt und eignen sich oftmals nur zur Darstellung von Disilanen.

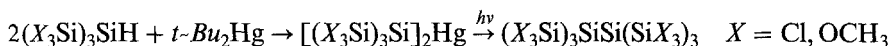
Die Bildung von Alkalimetallsilylverbindungen als Ausgangsmaterial für Synthesen erfolgt im allgemeinen aus Disilanderivaten durch Spaltung. Diese Methode erlaubt es jedoch selten, Alkalimetallsilylverbindungen mit SiSi-Bindungen zu bilden. Günstiger ist, wie in Einzelfällen bereits bekannt, eine Si—H-Bindung zu metallieren<sup>4</sup>, jedoch treten oftmals Ummetallierungen auf. Eine sehr effiziente Methode ist es schließlich, die Alkalimetallsilylverbindungen durch Reaktion von Alkalimetallen mit

\* Herrn Prof. Dr. K. Komarek zum 60. Geburtstag gewidmet.

den entsprechenden Bis-Quecksilberverbindungen herzustellen. Gleichzeitig besteht die Möglichkeit, durch photochemische Zersetzung der Hg-Verbindungen ebenfalls zu neuen Oligosilanen zu gelangen, so daß diese Hg-Verbindungen doppelt wertvoll sind. Über die Darstellungsmethoden neuer Hg-Oligosilyl- und Alkalimetall-oligosilylverbindungen zur Synthese neuer Oligosilane berichtet die folgende Arbeit.

Einfache Bis(monosilyl)-quecksilberverbindungen sind seit langem bekannt<sup>5</sup> und auch Bis(trimethylsilyl)-quecksilber ist zur Darstellung von Trimethylsilyllithium bereits benutzt worden<sup>6</sup>.

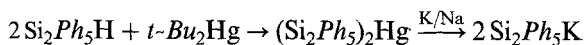
Bis(oligosilyl)-quecksilberverbindungen und Oligosilyl-alkalimetallverbindungen sind dagegen noch wenig untersucht. Die erste Disilyl-quecksilberverbindung wurde von *Vyazankin, Razuvaev* et al. in Form von Pentaethylsilyl-Ethyl-quecksilber und Bis(pentaethylsilyl)-quecksilber gefunden<sup>7</sup>. Bis(pentachlordisilyl)-quecksilber wurde von *Urry* in einem Review-Artikel kurz erwähnt<sup>8</sup>, aber erst später von uns ausführlich beschrieben und zur Darstellung von  $n\text{-Si}_4\text{Cl}_{10}$  benutzt<sup>9</sup>. Ebenfalls in unserem Arbeitskreis wurden Tris(trichlorsilyl)silan und Tris(trimethoxysilyl)silan mit Bis(*t-Bu*)-quecksilber umgesetzt und die entsprechenden Hg-Verbindungen isoliert und zur Synthese von Octasilylderivaten benutzt<sup>10</sup>.



Oligosilylalkalimetallverbindungen wurden bisher nur von *Fehér* und *Freund* in Form von  $\text{KSi}_2\text{H}_5$ ,  $\text{KSiH}(\text{SiH}_3)_2$  und  $\text{KSi}(\text{SiH}_3)_3$  kernresonanzspektroskopisch nachgewiesen<sup>11</sup>.

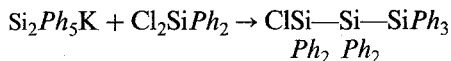
### Ergebnisse und Diskussion

Wir begannen unsere Arbeiten, die zur Darstellung neuer H-haltiger Chloroligosilane führen sollte<sup>12</sup>, mit der Darstellung von Bis(pentaphenyldisilyl)-quecksilber:

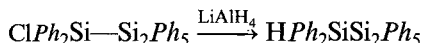


Das bis dato noch unbekannte Bis(pentaphenyldisilyl)-quecksilber wurde massenspektroskopisch und durch Elementaranalyse charakterisiert. Die entsprechende Kaliumverbindung wurde durch Umsetzung mit K/Na-Legierung (3:1 Gewichtsanteile) in *THF* erhalten. Von entscheidendem Einfluß auf das Gelingen der Reaktion erwies sich sowohl die Zusammensetzung der Legierung, als auch die Reaktionsdauer, da ansonsten eine Spaltung der Disilylgruppe zu Monosilanderivaten eintritt.

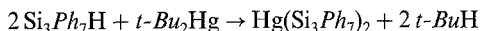
Die Verbindung wurde bereits von *Gilman*<sup>13</sup> und *Sen*<sup>14</sup> *in situ* angenommen. Wir benutzen die weitgehend reine und konzentrierte Lösung für eine Kopplungsreaktion zu einem Trisilan:



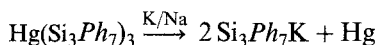
Mit  $\text{LiAlH}_4$  läßt sich das entsprechende Hydrid herstellen:



Das entstandene Trisilanderivat enthält nun wiederum ein funktionelles Wasserstoffatom und kann erneut mit Di-(*t-Bu*)-quecksilber umgesetzt werden:

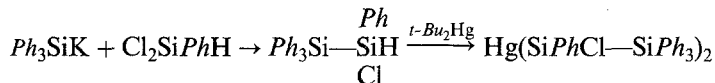


Auch dieses neue Bis(heptaphenyltrisilyl)-quecksilber wurde durch Massenspektrum und Elementaranalyse als gelbe, lichtempfindliche kristalline Substanz charakterisiert. Die Löslichkeit der Oligosilylquecksilberverbindungen ist jedoch nicht ausreichend, um NMR-Spektren zu erhalten. Durch Umsatz mit K/Na-Legierung erhält man auch in diesem Fall die K-Verbindung:

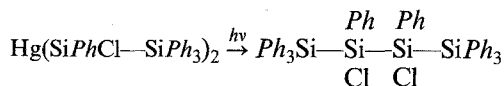


die zu weiteren Umsetzungen befähigt ist. Kopplung mit einem Chlorsilan würde zur Bildung eines Tetrasilans führen, das wiederum mit  $\text{LiAlH}_4$  zu einem H-funktionellen Tetrasilan und mit Bis(*t-Bu*)-quecksilber zu einem Bis(tetrasilyl)-quecksilber führen müßte. Mit Hilfe dieser Methode ist es daher möglich, systematisch Oligosilane aufzubauen.

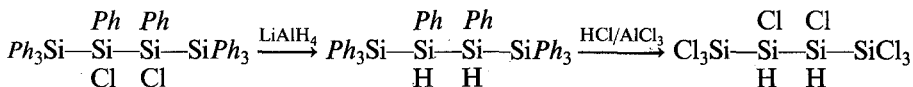
Interessanter erschien uns jedoch der Versuch, Cl-funktionelle Oligosilyl-quecksilberverbindungen herzustellen. So läßt sich aus Triphenylsilylkalium mit Dichlormonophenylsilan Tetraphenylchlordisilan herstellen<sup>12</sup>, das sich mit Bis(*t-Bu*)-quecksilber zum Hg-Derivat mit einem funktionellen Chlor am Silicium umsetzen läßt:



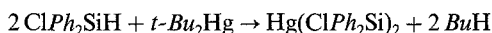
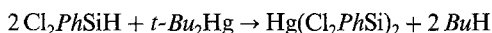
Durch Photolyse, der zweiten wichtigen Reaktionsmöglichkeit der Hg-Verbindungen neben ihrer gezeigten Reaktivität mit Metallen, läßt sich leicht und in sehr guter Ausbeute ein Tetrasilan gewinnen:



das man durch Reaktion mit  $\text{LiAlH}_4$  und anschließender Phenylabspaltung zu dem vorher noch unbekanntem Octachlor-2,3-Dihydrotetrasilan umsetzen kann:



In ähnlicher Weise lassen sich auch andere H- und Cl-haltige Phenyloligosilane umsetzen:



wodurch man weitere, für den präparativen Aufbau von Oligosilanen wertvolle Oligosilyl-quecksilberverbindungen erhält. Auch diese Hg-Verbindungen wurden durch Massenspektrum und Analyse charakterisiert und in Form gelber kristalliner Substanzen isoliert.

Ein interessanter Versuch war es schließlich auch F-haltige Phenylsilane zu den Hg-Verbindungen umzusetzen. Wie bereits publiziert<sup>15</sup> gelang es uns, aus Diphenylfluorsilan Bis(diphenylfluorsilyl)-quecksilber herzustellen und dieses zu 1,2-Difluortetraphenyldisilan umzusetzen.

Mit den durchgeführten Reaktionen dürfte gezeigt sein, daß sowohl Quecksilber- wie Alkalimetalloligosilylverbindungen gut darstellbar sind und daß sie sich als wertvolle Reaktanten für die Darstellung von Oligosilanderivaten eignen. Über die Darstellung von Hg- und Alkalimetallerivaten von cyclischen Silanen wird demnächst berichtet werden.

Dem Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung, sei für die Unterstützung dieser Arbeit durch ein Forschungsprojekt gedankt, der Fa. Wacker Chemie für die Überlassung von Silanen.

### Experimenteller Teil

*Bis(pentaphenyldisilyl)quecksilber*:  $\text{Hg}(\text{Si}_2\text{Ph}_5)_2$

5 g (15.9 mmol) Bis(*t*-butyl)quecksilber wurden gemeinsam mit 14 g (32 mmol)  $\text{Si}_2\text{Ph}_5\text{H}$  in 50 ml *n*-Heptan vorgelegt und unter Rühren zum Sieden erhitzt. Nach einigen Minuten setzt Gasentwicklung ein, die Lösung färbt sich zitronengelb, gleichzeitig wird immer etwas Quecksilber ausgeschieden. Man kocht ca. 5 h und saugt anschließend das ausgefallene zitronengelbe Pulver ab, trocknet im Vakuum und bewahrt die Substanz lichtgeschützt unter  $\text{N}_2$  auf. Das Produkt läßt sich aus Benzol umkristallisieren, wurde aber für sämtliche weiteren Reaktionen nur mit Heptan gewaschen.

Ausbeute: 14 g (81% d. Th.). Fp.: 230–235° (unkorr.).

Elementaranalyse: 10.37% Si (gef.: 10.5%).

IR: 995 m, 910 w, 845 w, 780 w, 760 w, 745 s, 696 vs, 670 vw, 645 m, 610 vw, 490 m, 480 s, 465 s, 435 vw, 420 m, 390 w, 380 w, 350 m, 305 vw, 260 m.

MS (*m/e*): 104.4 (12.7%), 180.5 (17.4), 158.6 (100.0), 363.0 (14.8), 440.7 (100.0), 622.7 (10.1), 1083.9 (13.9).

*Pentaphenyldisilylkalium*:  $\text{K—Si}_2\text{Ph}_5$ 

10 g (9.25 mmol)  $\text{Hg}(\text{Si}_2\text{Ph}_5)_2$  werden in 100 ml *THF* vorgelegt, 3 ml  $\text{K/Na}$ -Legierung (3:1 GT) zugegeben und bei Raumtemperatur gerührt. An der Oberfläche der Legierung entstehen braune Flocken, die sich sofort in *THF* lösen.

Es werden in Abständen von 5 min Proben (1 ml) gezogen, hydrolysiert und mit 0.01 *n*HCl titriert. Nach Erreichen der berechneten Alkalikonzentration stoppt man die Spaltung durch Amalgamieren mit 2–3 ml Quecksilber, filtriert durch eine Umkehrfritte G 4 direkt in einen Tropftrichter und verbraucht die Lösung möglichst schnell.

*1,1,1,2,2,3,3-Heptaphenyltrisilan*:  $\text{Si}_3\text{Ph}_7\text{H}$ 

Die Verbindung wurde nicht nach der Literaturmethode<sup>16</sup> dargestellt, sondern durch Umsetzung von  $\text{K—Si}_2\text{Ph}_5$  [ausgehend von 12.5 g  $\text{Hg}(\text{Si}_2\text{Ph}_5)_2$  in 90 ml *THF* mit  $\text{Cl}_2\text{SiPh}_2$  (100% Überschuß)] bei  $-70^\circ\text{C}$ . Aus dem Reaktionsgemisch wird das überschüssige  $\text{Cl}_2\text{SiPh}_2$  im Vakuum entfernt und das Rohprodukt mit  $\text{LiAlH}_4$ -Lösung (in Ether) 12 h gekocht. Nach wäßriger Aufarbeitung erhält man ein Rohprodukt, das für die weiteren Reaktionen nicht weiter gereinigt wurde.

Ausbeute: 12 g weißes Pulver (83.3% d. Th.).

$^1\text{H-NMR}$ : 4.90 ppm.

$^{29}\text{Si-NMR}$ :  $\text{Ph}_3\text{Si—SiPh}_2\text{—Ph}_2\text{Si—H}$ ; a) —19.17 ppm, b) —42.19 ppm, c) —30.19 ppm,  $^1J$ : 192.7 Hz.

MS (*m/e*): 105 (36.8%), 155 (10.7), 181 (46.7), 257.1 (10.8), 259 (100), 286.1 (22.4), 364.1 (69.8), 441.1 (23), 624 (4.6).

*Bis(heptaphenyltrisilyl)-quecksilber*:  $\text{Hg}(\text{Si}_3\text{Ph}_7)_2$ 

2 g  $\text{Si}_3\text{Ph}_7\text{H}$  (3.21 mmol) werden mit 0.5 g (*t-Bu*)<sub>2</sub>Hg (1.60 mmol) in 30 ml *n*-Heptan 3 h am Rückfluß gekocht. Nach 12 h bei  $-20^\circ\text{C}$  dekantiert man die farblose Mutterlauge ab und trocknet den gelben, kristallinen Rückstand im Vakuum.

Ausbeute: 2.1 g gelbe Kristalle (91% d. Th.), Fp.  $245^\circ\text{C}$ .

Elementaranalyse: 11.62% Si (gef.: 11.62%).

MS (*m/e*): 105 (44.4%), 181 (39.7), 259 (100), 441 (15.4), 467.1 (22.5), 545 (5.2), 623 (30.3), 1 266 (1.7), 1 446 (0.9).

IR: 995 m, 915 w, 855 w, 845 w, 790 m, 730 mvs, 695 vs, 675 s, 470 vs, 450 vs, 420 m, 365 m, 325 s, 290 vw, 275 vw.

*Bis(1-monochlorpentaphenyldisilyl)-quecksilber*:  $\text{Hg}(\text{SiClPh—SiPh}_3)_2$ 

20 g  $\text{HClPhSi—SiPh}_3$ <sup>12</sup> (50 mmol) werden gemeinsam mit 7.9 g (*t-Bu*)<sub>2</sub>Hg (25 mmol) in 100 ml *n*-Heptan gelöst und 4 h am Rückfluß gekocht. Nach 12 h bei  $-20^\circ\text{C}$  wird vom gelben, kristallinen Niederschlag dekantiert und bei Raumtemperatur im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 21 g gelbes Pulver (84% d. Th.), Fp.  $190^\circ\text{C}$ .

Elementaranalyse: 11.21% Si (gef. 11.34%).

MS (*m/e*): 63.0 (27.7%), 77.0 (21.0), 105 (45.7), 154 (16.6), 181 (47.2), 202 (33.9), 217 (32.6), 257 (37.5), 259 (100), 186 (61.2), 400 (34.2), 504 (97), 1 000 (18).

IR: 995 w, 910 vw, 855 vw, 845 vw, 730 s, 690 s, 610 w, 535 w, 485 m, 460 m, 450 m, 410 w, 390 vw, 370 vw, 335 m, 310 vw, 300 vw.

2,3-Dichlorooctaphenyltetrasilan:  $\text{Si}_4\text{Ph}_8\text{Cl}_2$ 

20 g  $\text{Hg}(\text{SiPhCl}-\text{SiPh}_3)_2$  (20 mmol) werden in 500 ml *n*-Heptan gelöst und mit einer Quecksilberdampfampe durch die Glaswand bestrahlt, bis die gelbe Eigenfarbe der Hg-Verbindung verschwunden ist (ca. 8 h). Anschließend wird vom ausgeschiedenen Quecksilber dekantiert und das Lösungsmittel im Vakuum abgezogen. Der weiße Rückstand ist praktisch rein.

Ausbeute: 15.5 g weißes Pulver (97% d. Th.), Fp. 235 °C.

Elementaranalyse: Si 14.01% (gef.: 14.01%), C 72.57% (gef.: 72.54%), H 5.04% (gef.: 4.90%).

a) b)

$^{29}\text{Si}$ -NMR: ( $\text{Ph}_3\text{Si}-\text{SiPhCl}$ )<sub>2</sub>, a) —6.19 ppm, b) —18.53 ppm.

MS (*m/e*): 63.0 (24.4%), 105.0 (50.1), 155 (36.9), 181 (49.3), 217 (28.7), 259 (100), 287 (47.4), 320 (30.1), 365 (37.3), 426 (38.0), 504 (98.2), 798 (2.5).

IR: 995 vs, 925 w, 855 w, 790 m, 730 vs, 695 vs, 535 m, 490 vs, 480 vs, 470 vs, 435 m, 425 2, 385 s, 275 s, 260 vw, 210 vw, 215 vw.

2,3-Dihydroooctaphenyltetrasilan:  $\text{Si}_4\text{Ph}_8\text{H}_2$ 

20 g  $\text{Si}_4\text{Ph}_8\text{Cl}_2$  (25 mmol) werden in 300 ml Ether vorgelegt und zu dieser Lösung 50 ml  $\text{LiAlH}_4$ -Lösung (1 *m* in Ether) zutropft. Nach 12 h Kochen wird mit 1 *n*HCl unter Eiskühlung hydrolysiert, die wäßrige Phase abgetrennt und der entstandene Niederschlag zusammen mit der Etherlösung eingedampft. Anschließend kristallisiert man aus Toluol um.

Ausbeute: 12 g weißes Pulver (65.7% d. Th.), Fp. 245 °C.

$^1\text{H}$ : 4.18 ppm.

a) b)

$^{29}\text{Si}$ : ( $\text{Ph}_3\text{Si}-\text{SiPhH}$ )<sub>2</sub>, a) —17.03 ppm, b) —64.19 ppm,  $^1\text{J}$ : —176.6 Hz,  $^2\text{J}$ : 5 Hz ± 1 Hz (aus  $^{29}\text{Si}$ -NMR).

IR: 2070 m, 990 m, 965 w, 940 w, 915 2, 800 vw, 765 s, 730 s, 720 s, 690 vs, 660 m, 620 w, 610 w, 515 s, 475 m, 450 m, 430 w, 380 m, 345 w, 305 m, 275 m.

MS: (*m/e*) 54 (30.5%), 78 (17), 105 (43.4), 155 (38.5), 181 (57.7), 210 (38.5), 259 (100), 286 (70.6), 315 (33), 363 (65), 392 (52.2), 470 (77.8), 504 (48), 546 (11.1), 730 (11.5).

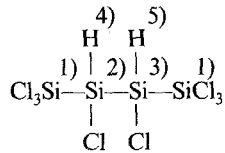
2,3-Dihydroooctachlortetrasilan:  $\text{Si}_4\text{Cl}_8\text{H}_2$ 

10 g  $\text{Si}_4\text{Ph}_8\text{H}_2$  (13.7 mmol) werden in 50 ml Benzol aufgeschlämmt, eine Spatelspitze  $\text{AlCl}_3$  zugegeben und trockene HCl eingeleitet. Nach ca. 20 min beginnt lebhafte HCl-Absorption und das Ausgangsmaterial geht in Lösung. Nach 3 h Reaktionszeit wird das Benzol im Vakuum bei 20 °C abgezogen und der ölige Rückstand im Vakuum destilliert.

Ausbeute: 3 g farbloses Öl (55% d. Th.),  $\text{Kp}_{0,01} = 75^\circ\text{C}$ .

$^1\text{H}$ : 4.32 ppm.

$^{29}\text{Si}$ : Bedingt durch das Vorhandensein zweier Chiralitätszentren müssen ein Enantiomerenpaar und eine *meso*-Form dieser Verbindung existieren. Tatsächlich treten zwei Signalgruppen auf, die um 0.1 ppm getrennt sind und auch unterschiedliche Kopplungskonstanten aufweisen. Da eine Isomerentrennung nicht möglich ist, ist auch eine eindeutige Interpretation des vorliegenden Spektrums nicht durchführbar. Aus diesem Grund werden lediglich die Verschiebungswerte und Kopplungskonstanten der beiden unterscheidbaren Spezies angegeben.



*Spezies A:*  $\delta_1 = +3.1$  ppm,  $^1J_{(4,2)}$  bzw.  $^1J_{(5,3)} = 239.7$  Hz;  $\delta_2 = \delta_3 = -27.6$  ppm,  $^2J_{(4,1)}$  bzw.  $^2J_{(5,1)} = 20.6$  Hz;  $^2J_{(4,3)}$  bzw.  $^2J_{(5,2)} = 14.7$  Hz.

*Spezies B:*  $\delta_1 = +3.1$  ppm,  $^1J_{(4,2)}$  bzw.  $^1J_{(5,3)} = 241.6$  Hz;  $\delta_2 = \delta_3 = -27.7$  ppm,  $^2J_{(4,1)}$  bzw.  $^2J_{(5,1)} = 20.6$  Hz;  $^2J_{(4,3)}$  bzw.  $^2J_{(5,2)} = 11.4$  Hz.

IR: 2 150 s, 840 m, 820 s, 730 s, 675 m, 665 m, 630 m, 565 vs (b), 520 vs, 440 m, 365 m, 310 w, 230 vw, 210 w.

MS (*m/e*): 63 (100%), 91 (22), 98 (38.1), 126 (47.5), 135 (42), 162 (42.8), 198 (40), 233 (15), 262 (42.8), 296 (40.4), 331 (14.1), 363 (10.9), 398 (1.2).

*Bis-(dichlorphenylsilyl)quecksilber:*  $\text{Hg}(\text{SiPhCl}_2)_2$

5 g (*t-Bu*)<sub>2</sub>Hg (15.9 mmol) werden in 30 ml *n*-Heptan gelöst und 5.7 g (31.8 mmol) HSiCl<sub>2</sub>Ph zugegeben. Man kocht am Rückfluß, bis die Gasentwicklung (*t*-Butan) beendet ist (ca. 1 h) und läßt in einer Tiefkühltruhe 12 h stehen. Die Mutterlauge wird von den farblosen Kristallplättchen dekantiert und die Kristalle im Vakuum bei Raumtemperatur getrocknet (Lichtschutz erforderlich!).

Ausbeute: 8 g weiße Kristalle (91% d. Th.), Fp. 155 °C (Zers.).

Elementaranalyse: 10.14% Si (gef. 9.96%).

IR: 995 w, 800 w, 745 s, 690 s, 510 s (b), 450 s, 420 vw, 400 vw, 330 vw, 280 w, 260 vw, 230 vw, 220 vw.

MS (*m/e*): 63 (37.3%), 77 (49), 140 (37.7), 175 (100), 202 (11.6), 217 (100), 259 (9.2), 315 (2.2), 377 (3.6), 552 (11.4).

*Bis-(diphenylchlorsilyl)-quecksilber:*  $\text{Hg}(\text{SiPh}_2\text{Cl})_2$

5 g (*t-Bu*)<sub>2</sub>Hg (15.9 mmol) und 7 g HSiPh<sub>2</sub>Cl (31.8 mmol) werden in 30 ml *n*-Heptan gelöst. Die weitere Aufarbeitung erfolgt analog der Darstellung von Bis-(dichlorphenylsilyl)-quecksilber.

Ausbeute: 7.5 g hellgelbes Pulver (74% d. Th.), Fp. 112 °C.

Elementaranalyse: 8.73% Si (gef.: 8.82%).

IR: 995 m, 850 w, 810 w, 790 w, 780 w, 735 vs, 690 vs, 620 vw, 490 vs, 475 vs, 450 vs, 430 s, 420 s, 355 m, 220 vw.

MS (*m/e*): 63 (17.6%), 77 (9.5), 105 (10.5), 154 (10.4), 181 (46.5), 217 (91), 259 (100), 340 (3.1), 480 (6.5), 524 (2.4), 634 (0.4).

*Bis-(diphenylfluorsilyl)-quecksilber:*  $\text{Hg}(\text{SiPh}_2\text{F})_2$

5 g (*t-Bu*)<sub>2</sub>Hg (15.9 mmol) und 6.4 g HSiPh<sub>2</sub>F (31.9 mmol) wurden in 30 ml *n*-Heptan gelöst. Die weitere Aufarbeitung erfolgt analog der Darstellung von Bis-(dichlorphenylsilyl)-quecksilber.

Ausbeute: 8 g weiße Kristalle (83.6% d. Th.), Fp. 105 °C.

Elementaranalyse: 9.30% Si (gef.: 9.76%).

IR: 995 m, 905 w, 860 s, 820 m, 770 vs, 720 s, 680 vs, 465 vs (b), 440 m, 420 m, 330 vw, 290 vw, 250 w, 230 vw.

MS (*m/e*): 51 (36.4%), 77 (37.6), 143 (35.5), 154 (57.3), 182 (44.7), 202 (40.6), 218 (33.1), 244 (37.5), 259 (52.2), 263 (89.1), 322 (36.9), 341 (60.1), 399 (31.7), 418 (100), 481 (3.9), 558 (1.4), 602 (1.4).

Sämtliche Schmelzpunkte sind unkorrigiert und wurden in verschmolzenen Kapillaren ermittelt.

<sup>1</sup>H-Kernresonanzspektroskopie: Es stand ein 60 MHz-Gerät der Fa. Hitachi zur Verfügung. Als interner Standard diente TMS, als Lösungsmittel immer C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>.

<sup>29</sup>Si-Kernresonanzspektroskopie: Es stand ein Bruker WH 90-Spektrometer zur Verfügung. Gemessen wurde in 10 mm-Röhrchen mit Deuterium als Locksubstanz. Die Messung der Silylquecksilberverbindungen war nicht möglich, da in allen Fällen die Löslichkeit der Verbindungen nicht ausreichend war.

IR-Spektren: Verwendet wurde ein Perkin-Elmer-325-G Gitterspektrometer. Feste Proben wurden als Nujol-Verreibungen vermessen, flüssige Proben wurden in einen Nujolring eingebettet.

Massenspektren: Es stand ein Finnigan-MAT-212-M Massenspektrometer zur Verfügung (Elektronenstoßionisation, 70 eV; Direkteinlaß). Es wurden von allen Signalgruppen die intensivsten Signale aufgelistet. In allen Fällen wurde das Isotopenmuster der Moleküliationen berechnet und mit den Isotopenmustern der Spektren verglichen. Die Fragmentierungen der vermessenen Substanzen wurden mit ähnlichen Verbindungen<sup>17</sup> verglichen und zeigen keine Anomalien.

### Literatur

- <sup>1</sup> Hengge E., Fortschr. Chem. Forschung **51**, 1 (1974).
- <sup>2</sup> Sakurai H., Hosomi A., J. Amer. Chem. Soc. **93**, 1709 (1971).
- <sup>3</sup> Hengge E., Firgo F., J. Organomet. Chem. **212**, 155 (1981).
- <sup>4</sup> Ring M. A., Ritter D. M., J. Amer. Chem. Soc. **83**, 802 (1961).
- <sup>5</sup> Jackson R. A., Chem. Comm. **1966**, 827.
- <sup>6</sup> Hengge E., Holtschmidt N., J. Organomet. Chem. **12**, P 5 (1968).
- <sup>7</sup> Vyazankin N. A., Razuzayev G. A., Gladyshev E. N., Gurikova T. G., Dokl. Akad. Nauk **155**, 1108 (1964).
- <sup>8</sup> Urry G., Acc. Chem. Res. **3**, 306 (1970).
- <sup>9</sup> Raml W., Hengge E., Z. Naturforsch. **34 B**, 1457 (1979).
- <sup>10</sup> Raml W., Hengge E., Monatsh. Chem. **110**, 1257 (1979).
- <sup>11</sup> Feher F., Freund R., Inorg. Nucl. Chem. Lett. **10**, 561 (1974).
- <sup>12</sup> Hengge E., Mitter F. K., Z. allg. anorg. Chem. **529**, 22 (1985).
- <sup>13</sup> Wittenberg D., George M. V., Gilman H., J. Amer. Chem. Soc. **91**, 4812 (1959).
- <sup>14</sup> Sen P. K., J. Ind. Chem. Soc. **55**, 517 (1978).
- <sup>15</sup> Hengge E., Schrank F., J. Organomet. Chem. **299**, 1 (1986).
- <sup>16</sup> Winkler H. J. S., Gilman H., J. org. Chem. **27**, 254 (1962).
- <sup>17</sup> Ilsley W. H., Sadurski E. A., Schaaf T. F., Albright M. J., Anderson T. J., Glick M. D., Oliver J. P., J. Organomet. Chem. **190**, 257 (1980).