

- [10] Die Konstitution von 7 geht aus der Elementaranalyse, dem  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum sowie einer Röntgen-Strukturanalyse hervor. Für die Röntgen-Strukturanalyse danken wir Dr. W. Massa und R. Schmidt, Fachbereich Chemie, Universität Marburg.

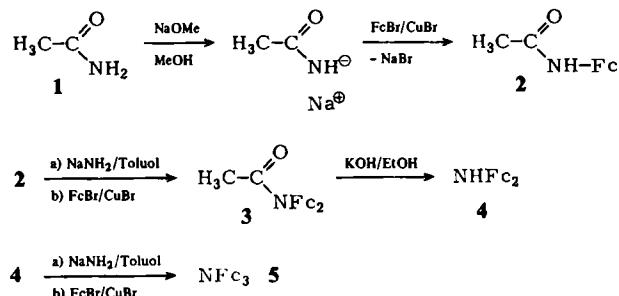
[16] M. J. S. Dewar, W. Thiel, *J. Am. Chem. Soc.* 99 (1977) 4899; für die MNDO-Rechnungen danken wir Dr. E.-U. Würthwein, Universität Erlangen-Nürnberg.

## Triferrocenylamin, $NFc_3$

**Von Max Herberhold\*, Max Ellinger, Ulf Thewalt und Friederike Stollmaier**

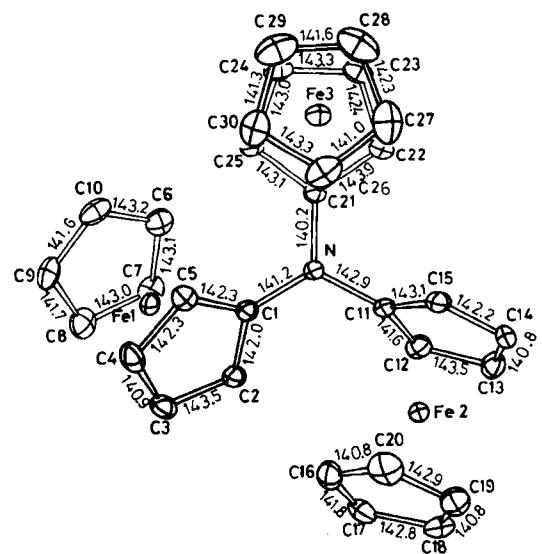
Wir berichten über Herstellung, Charakterisierung und Röntgen-Strukturanalyse des tertiären Amins Triferrocyanylamin, NFc<sub>3</sub>, 5 (Fc = Ferrocenyl = -C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>FeC<sub>5</sub>H<sub>5</sub>).

Zur Synthese von 5 werden – ausgehend von Acetamid 1 – schrittweise drei Ferrocenyl-Substituenten an das Stickstoffatom angeheftet.



Die Zwischenstufen **3** und **4** wurden erstmals von Nesmeyanov et al. erhalten<sup>[2]</sup>. Die Ferrocenylierung von **4** mit Ferrocenylbromid/Kupfer(I)-bromid ergab nun **5** als rotbraune, luftbeständige Kristalle. **5** wurde durch Elementaranalyse, Massenspektren sowie <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektren identifiziert.

Nach der Röntgen-Strukturanalyse ist die Umgebung des zentralen N-Atoms in 5 praktisch planar; das N-Atom ragt nur um 6 pm aus der Ebene der direkt gebundenen C-



**Fig. 1.** Molekülstruktur von NFC<sub>3</sub>, **5** im Kristall, projiziert auf die C1-C11-C21-Ebene. Die Fehler der angegebenen Abstände liegen bei 0.6 pm.

Atome (C1, C11 und C21) heraus (Fig. 1). Die drei Ferrocenylgruppen sind gegenüber dieser Ebene unterschiedlich – nicht etwa propellerartig – orientiert. Das Amin 5 reagiert nicht mehr basisch.

Tabelle 1 zeigt charakteristische Strukturdaten von Ammoniak und einigen tertiären Aminen. Entsprechend der Art der Substituenten am N-Atom wird die  $\text{NC}_3$ -Pyramide in der Reihe  $\text{N}(\text{CH}_3)_3 - \text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_3 - \text{NFc}_3$  5 zunehmend eingeebnet.

Tabelle I. Strukturdaten von Ammoniak und einigen tertiären Aminen.  $h$  ist der Abstand des N-Atoms von der Ebene der drei direkt gebundenen Nachbaratome.

	NH <sub>3</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> [8a]	N(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> [9]	NFC <sub>3</sub> 5
<i>d</i> (N—H) [pm]	101.5			
<i>d</i> (N—C) [pm]		145.1(3)	142(4)	141.4
↳ NHN [°]	106.6			
↳ CNC [°]		110.9(6)	116(2)	119.8
<i>h</i> [pm]	38	45	23	6

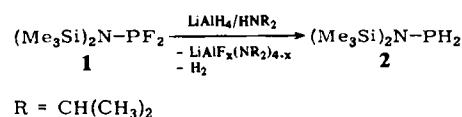
Eingegangen am 28. Juli 1981 [Z 956]  
*Angew. Chem. Suppl. 1982, 98*

- [2] A. N. Nesmeyanov, V. A. Sazonova, V. I. Romanenko, *Dokl. Akad. Nauk SSSR* 161 (1965) 1085; *Dokl. Chem. Proc. Acad. Sci USSR* 161 (1965) 343.  
 [8a] J. E. Wolrab, V. W. Laurie, *J. Chem. Phys.* 51 (1969) 1580.  
 [9] Y. Sasaki, K. Kimura, M. Kubo, *J. Chem. Phys.* 31 (1959) 477.

## Bis(trimethylsilyl)aminophosphane\*\*

Von *Edgar Niecke\** und *Reinhold Rüger*

Stabilität<sup>[1]</sup> und Synthesepotential<sup>[2]</sup> des sekundären Aminophosphans *N,N,N'*-Tris(trimethylsilyl)diaminophosphan stimulierten unsere Suche nach einem primären Aminophosphan. Durch selektiven F/H-Austausch in Bis(trimethylsilyl)aminodifluorophosphan **1**<sup>[3]</sup> mit LiAlH<sub>4</sub>/HN(*i*Pr)<sub>2</sub> erhielten wir nun Bis(trimethylsilyl)aminophosphan **2** als erste Verbindung dieser Klasse.



**2** ist eine wasserklare, mindestens bis 100°C stabile, stark pyrophore Flüssigkeit, deren Zusammensetzung durch Elementaranalyse und Massenspektrum [70 eV:  $m/z$  193 ( $M^+$ , 30%), 192 ( $M^+ - H$ , 2.3), 191 ( $M^+ - H_2$ , 1.5), 178 ( $M^+ - Me$ , 100) etc.] gesichert ist. Das  $H_2P-NSi_2$ -Skelett lässt sich aus folgenden IR-Absorptionen von gasförmigem **2** ableiten: 2260 m, 2255 sh  $\nu_{as.}(\text{PH}_2)$ ,<sup>a</sup> 1070 m  $\delta(\text{PH}_2)$ , 981 m  $\nu(\text{PN})$ , 903 st  $\nu_{as.}(NSi_2)$  und 479  $\text{cm}^{-1}$  m  $\nu(NSi_2)$ .

Im  $^{31}\text{P}$ -NMR-Spektrum (30proz. in  $\text{CD}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ext.) beweist die Triplettstruktur des Signals bei  $\delta = -59.3$  ( $^1J_{\text{HP}} = 189.4$  Hz) das Vorliegen der  $\text{PH}_2$ -Gruppe; der Aminligand führt dabei im Vergleich mit primären Phosphanen<sup>(4)</sup> zu einer starken Entschirmung des Phosphor-

[\*] Prof. Dr. M. Herberhold, Dr. M. Ellinger  
Laboratorium für Anorganische Chemie der Universität  
Universitätsstraße 30, D-8580 Bayreuth

**Prof. Dr. U. Thewalt, F. Stollmaier**  
**Sektion für Röntgen- und Elektronenbeugung der Universität**  
**Oberer Eselsberg, D-7900 Ulm**

[\*] Prof. Dr. E. Niecke, Dr. R. Rüger  
 Fakultät für Chemie der Universität

[\*\*] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie unterstützt.