

W. A. Kiel, S. M. Menchen, C. G. Russell, A. Singh, C. K. Wong, N. J. Curtis, *J. Am. Chem. Soc.* **1980**, *102*, 4438–4447; e) K. C. Nicolaou, *Tetrahedron* **1981**, *37*, 4097–4109; f) T. G. Back, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1984**, 1417–1418; g) C. Chatgilialoglu, M. Guerra, A. Guerrini, G. Seconi, K. B. Clark, D. Griller, J. Kanabus-Kaminska, J. A. Martinho-Simões, *J. Org. Chem.* **1992**, *57*, 2427–2433.

[12] H. J. Reich, S. Wollowitz, *Org. React.* **1993**, *44*, 1–296, zit. Lit.

[13] J. V. Comassetto, *J. Organomet. Chem.* **1983**, *253*, 131–181.

[14] H. Okamura, M. Miura, K. Kosugi, H. Takei, *Tetrahedron Lett.* **1980**, *21*, 87–90.

[15] a) A. Ogawa, Y. Tsuboi, R. Obayashi, K. Yokoyama, I. Ryu, N. Sonoda, *J. Org. Chem.* **1994**, *59*, 1600–1601; b) J. V. Comassetto, L. W. Ling, N. Petragnani, H. A. Stefani, *Synthesis* **1997**, 373–403.

[16] Das (E)/(Z)-Verhältnis der Produkte spiegelt das der Vinylselenid-Ausgangsverbindung wider: **5b** (E):(Z) = 10:90, **5j** (E):(Z) = 7:93, **7b** (E):(Z) = 7:93, **7b'** (E):(Z) = 16:84, **7j** (E):(Z) = 8:92.

[17] Das relative Verhältnis der Dichalkogenide für das Abfangen der Kohlenstoffradikale ist: $k_{\text{PhSSPh}}:k_{\text{PhSeSePh}}:k_{\text{PhTeTePh}} = 1:160:630$.^[3a]

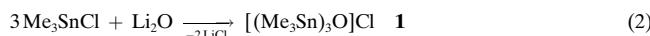
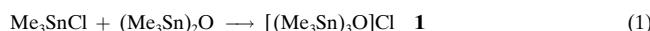
[18] a) D. P. Curran in *Comprehensive Organic Synthesis*, Vol. 4 (Hrsg.: B. M. Trost, I. Fleming, M. F. Semmelhock), Pergamon, Oxford, **1991**, S. 779–831; b) D. P. Curran, *Synthesis* **1988**, 417–439; D. P. Curran, *Synthesis* **1988**, 489–513; c) D. P. Curran, N. A. Porter, B. Giese, *Stereochemistry of Radical Reactions*, VCH, Weinheim, **1996**; d) J. Fossey, D. Lefort, J. Sorba, *Free Radicals in Organic Chemistry*, Masson, Paris, **1995**; e) B. Giese, B. Kopping, T. Göbel, J. Dickhaut, G. Thoma, K. J. Kulicke, F. Trach, *Org. React.* **1996**, *48*, 301–856.

ein Wasserstoffatom, was zu einem symmetrisch angeordneten dreidimensionalen Gitter führt.^[2, 3]

Wechselwirkungen von Zinnalkylen mit Lewis-Basen sind keine Seltenheit. Die Zinnatome im SnF_4 und Me_2SnF_2 sind ebenso wie das $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ -Dianion oktaedrisch von den Liganden umgeben.^[4, 5]

Die Zinn-Sauerstoff-Anordnung in $\text{Me}_3\text{SnN}(\text{SO}_2\text{Me})_2 \cdot \text{Me}_3\text{SnOH}$ gibt eine annähernd trigonal-bipyramidale Struktur, wobei hier das Oxoniumion $[(\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{OH}]^+$ gebildet wird.^[6] Die Herstellung und Eigenschaften von $[(\text{Me}_3\text{Sn})_3\text{O}]^+$ wurden von Harada bereits diskutiert, ohne diese Verbindung jedoch strukturell zu untersuchen.^[7]

H_3O^+ und das Kation des Meerwein-Salzes sind die bekanntesten Oxoniumionen. Uns interessierte die Herstellung und die strukturelle Charakterisierung des Oxoniumsalzes $[(\text{Me}_3\text{Sn})_3\text{O}]^+\text{Cl}$ **1**. Gewinnen lässt sich diese Verbindung durch zwölfstündiges Erhitzen von $(\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$ ^[8] und Me_3SnCl in THF unter Rückfluß. Nach Einengen dieser Lösung und Aufbewahren bei -23°C fällt **1** in Form farbloser Kristalle aus [Gl. (1)]. Verbindung **1** wurde durch Einkristall-Röntgenstrukturanalyse und durch NMR- und IR-Spektroskopie sowie Massenspektrometrie untersucht. Darüber hinaus ist **1** auch aus Me_3SnCl und Li_2O zugänglich. Dabei wird Me_3SnCl in der Siedehitze mit Li_2O in THF umgesetzt [Gl. (2)].



Das Lösungsmittel zieht man nach 15 h Erhitzen im Vakuum ab. Überschüssige Edukte werden während der Aufarbeitung von **1** abgetrennt: Me_3SnCl beim Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum und Li_2O bei der Filtration. ¹H-NMR-Untersuchungen bestätigen die Bildung von **1**. Dennoch lassen sich bei dieser Herstellung keine Einkristalle gewinnen. Vermutlich verhindern Spuren von LiCl die Kristallbildung. Im ¹H-NMR-Spektrum tritt ein Singulett ($\delta = 0.21$) auf. Die Kopplungen mit den Kernen ¹¹⁷Sn und ¹¹⁹Sn ergeben ein Satellitenpaar mit der Kopplungskonstante 56 Hz, welches jedoch nicht aufgespalten ist.^[8] Jeweils ein Signal ist im ¹³C-NMR-Spektrum ($\delta = -2.40$) und im ¹¹⁹Sn-NMR-Spektrum ($\delta = 120.02$) zu erkennen. Das Satellitenpaar im ¹³C-NMR-Spektrum ist vom Grundrauschen überlagert. Die Elementaranalyse weicht nur geringfügig von den berechneten Werten ab. Das Massenspektrum liefert lediglich die Fragmente der Edukte $(\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$ und Me_3SnCl , die beim Erhitzen von **1** im Massenspektrometer entstehen. Es wird der Molekülpeak von $(\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$ abzüglich einer Methylgruppe (*m/z* 331) und der Molekülpeak von Me_3SnCl (*m/z* 200) im Massenspektrum beobachtet.

Der Einkristall-Röntgenstrukturanalyse zufolge kristallisiert **1** in der hexagonalen Raumgruppe *P*₆/*m* mit einem sechstel Molekül in der asymmetrischen Einheit; die übrigen fünf Sechstel werden durch die dreizählige Achse und die Spiegelebene erzeugt. Die Struktur besteht aus einem einfach positiv geladenen, von drei SnMe_3 -Gruppen trigonal-planar umgebenen Sauerstoffzentrum und einem Chloratom (Abbildung 1). Im Kristall koordiniert jedes Chloridion drei Sn-Atome, wodurch eine zweidimensional unendliche Sechs-

Herstellung und strukturelle Untersuchung des graphitähnlich aufgebauten $[(\text{Me}_3\text{Sn})_3\text{O}]^+\text{Cl}^{**}$

Bodo Räke, Peter Müller, Herbert W. Roesky* und Isabel Usón

Professor Hubert Schmidbaur zum 65. Geburtstag gewidmet

Im Rahmen unserer Untersuchungen über schwach koordinierende Kationen und Anionen interessierten uns die Eigenschaften des sterisch anspruchsvollen Oxoniumkations $[(\text{Me}_3\text{Sn})_3\text{O}]^+$. Isolieren konnten wir in unserem Arbeitskreis bereits Tris(trimethylsilyl)methylaluminium-Verbindungen mit schwachen Kationen-Anionen-Wechselwirkungen. So-wohl bei $[\text{Ag}(\text{toluol})_3]^+[[\text{SiMe}_3)_3\text{C}]_2\text{Al}_2\text{F}_5]_2\text{Li}^-$ als auch bei $[\text{AlF}_2(\text{thf})_4]^+[[\text{SiMe}_3)_3\text{C}]_2\text{Al}_2\text{F}_5]^-$ verbrücken Fluoratome die in den Anionen eingebundenen Aluminiumatome. Schwache ionische Wechselwirkungen sind die Folge von den gut durch den Tris(trimethylsilyl)methylliganden abgeschirmten anionischen Zentren.^[1]

Vor einiger Zeit berichteten Dehnicke et al. über trimethylstannylysubstituierte Ammoniumsalze. Interessant ist hier die Anordnung der einzelnen Ionen. Die Chloratome in $[\text{NH}_2(\text{SnMe}_3)_2][\text{SnMe}_3\text{Cl}_2]$ verbrücken zwei Zinnatome und

[*] Prof. Dr. H. W. Roesky, Dipl.-Chem. B. Räke, Dipl.-Chem. P. Müller, Dr. I. Usón
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Tammannstraße 4, D-37077 Göttingen
Fax: (+49) 551-39-3373
E-mail: hroesky@gwdg.de

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt.

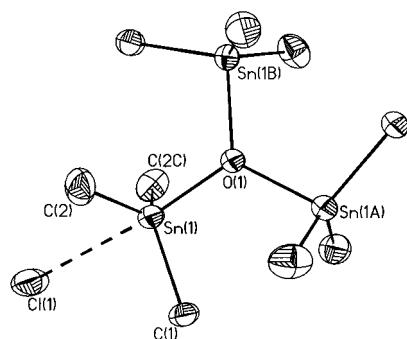


Abbildung 1. Struktur von **1** im Kristall (die H-Atome wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit weggelassen, die Schwingungsellipsoide repräsentieren 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit) mit Bindungslängen [\AA] und -winkel [$^\circ$]: Sn(1)-O(1) 2.0999(4), Sn(1)-C(1) 2.124(5), Sn(1)-C(2) 2.125(4), Sn(1)-Cl(1) 3.0856(6); O(1)-Sn(1)-C(1) 103.7(2), O(1)-Sn(1)-C(2) 96.4(1), C(1)-Sn(1)-C(2) 113.2(1), C(2)-Sn(1)-C(2C) 126.8(2), Sn(1)-O(1)-Sn(1A) 120.0(0), O(1)-Sn(1)-Cl(1) 174.37(1).

eckstruktur entsteht. Jedes dieser Sechsecke wird von einem zwölfgliedrigen $\text{Sn}_6\text{Cl}_3\text{O}_3$ -Ring gebildet (Abbildung 2). Immer zwei dieser Sechseckschichten liegen so übereinander, daß Chloratom über Chloratom und das Sauerstoffatom der

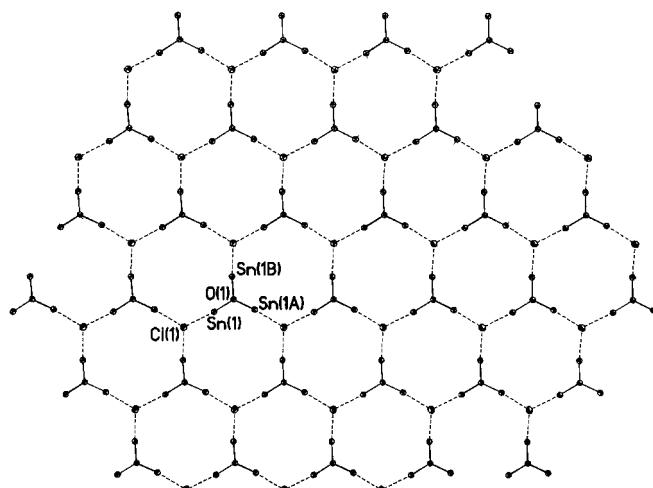


Abbildung 2. Wabenstruktur der $\text{Sn}_6\text{Cl}_3\text{O}_3$ -Ringe in **1**. Die C- und H-Atome wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit weggelassen.

einen über dem Zentrum des Sechseckes der nächsten sowie der vorherigen Schicht liegt (Abbildung 3). Auf diese Weise entsteht eine hexagonale AB-Schichtstruktur (Abstand zwischen zwei benachbarten Schichten 6.32 \AA), die sehr an die α -Form von Graphit erinnert (Graphit: Raumgruppe $P6_3mc$, hexagonale AB-Schichtstruktur).^[9] Die Kohlenstoffatome sind an der Bildung des Schichtgitters nicht beteiligt. Jedes Zinnatom ist verzerrt trigonal-bipyramidal umgeben, wobei die drei äquatorial angeordneten Methylgruppen etwas vom Sauerstoffatom, das dem Chloridion in der Pyramide gegenübersteht, weggebogen sind (das Sn-Atom liegt 0.319(4) \AA außerhalb der Ebene durch die drei C-Atome), so daß die ursprüngliche tetraedrische Koordination der Me_3SnO -Einheit noch zu erkennen ist.

Wir haben damit gezeigt, daß in $[(\text{Me}_3\text{Sn})_3\text{O}]\text{Cl}$ starke Kationen-Anionen-Wechselwirkungen im festen Zustand

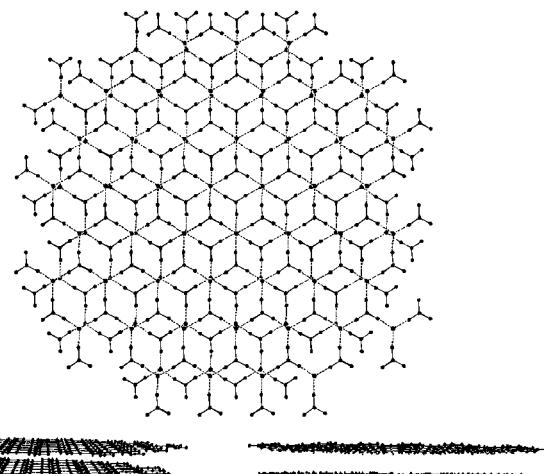


Abbildung 3. AB-Schichtstruktur in **1**. Die C- und H-Atome wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit weggelassen.

auftreten. Unsere Resultate eröffnen viele Möglichkeiten für die Untersuchung entsprechender Systeme unter Austausch des Anions. Die Vorhersage möglicher Strukturen ist jedoch riskant.

Experimentelles

1. Me_3SnCl (0.12 g, 1 mmol) wird mit $(\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$ (0.34 g, 1 mmol) in THF (50 mL) 12 h unter Rückfluß erhitzt. Nach Einengen der Lösung (5 mL) und Aufbewahren bei -23°C fallen 0.2 g (37%) **1** in Form farbloser Kristalle aus.

2. Me_3SnCl (1.39 g, 7 mmol) wird mit Li_2O (0.06 g, 2 mmol) in THF (80 mL) 15 h unter Rückfluß erhitzt. Es wird vom festen Rückstand abfiltriert. Flüchtige Bestandteile werden im Vakuum entfernt. Man erhält 0.3 g (28%) **1**.

Schmp. 94 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H-NMR}$ (250 MHz, C_6D_6 , TMS): $\delta = 0.21$ (s, 27 H, $\text{Sn}(\text{CH}_3)$, $J_{\text{SnCH}} = 56$ Hz); $^{13}\text{C-NMR}$ (62 MHz, C_6D_6 , TMS): $\delta = -2.40$ (s, 9 C); $^{119}\text{Sn-NMR}$ (149 MHz, C_6D_6 , SnMe_4): $\delta = 120.02$ (s, 3 Sn); IR (KBr, Nujol): $\tilde{\nu} = 3360, 3187, 2359, 1305, 1261, 1194, 1184, 1170, 1155, 1031, 975, 919, 772, 736, 723, 546, 516, 455 \text{ cm}^{-1}$; MS (EI): m/z (%): 331 (67, $\text{M}^+ - (\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$), 200 (3, $\text{M}^+ - (\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O}$), 165 (100, $\text{M}^+ - (\text{Me}_3\text{Sn})_2\text{O} - \text{Cl}$); Elementaranalyse (%): ber. für $\text{C}_9\text{H}_{27}\text{ClO}_3\text{Sn}_3$: C 19.91, H 5.01, Cl 6.53; gef.: C 19.46, H 5.27, Cl 6.80.

Strukturanalyse von $\text{C}_9\text{H}_{27}\text{ClO}_3\text{Sn}_3$: $M_r = 542.83$, Kristallgröße: 0.70 \times 0.70 \times 0.60 mm, hexagonal, Raumgruppe $P6_3/m$, $a = b = 8.971(1)$, $c = 12.646(3)$ \AA , $V = 881.4(3)$ \AA^3 , $\rho_{\text{ber.}} = 2.045 \text{ g cm}^{-3}$, $Z = 2$, Absorptionskoeffizient $\mu = 4.348 \text{ mm}^{-1}$, maximale Auflösung $2\theta = 57.4^\circ$, Zahl der gemessenen Reflexe 15939, davon unabhängig 794 ($R_{\text{int.}} = 0.0719$). Daten/Restraints/Parameter-Verhältnis: 794/11/29, abschließende R -Werte: $R_1 = 0.0263$, $wR_2 = 0.0648$ für Daten mit $I > 2\sigma(I)$ und $R_1 = 0.0274$, $wR_2 = 0.0654$ für alle Daten, goodness-of-fit $S = 1.229$; ($R_1 = \sum |F_o| - |F_c| / \sum |F_o|$, $wR_2 = [\sum (F_o^2 - F_c^2)^2 / \sum (F_o^2)]^{1/2}$, $S = [\sum (F_o^2 - F_c^2)^2 / \sum (n - p)]^{1/2}$); Gewichtungsschema: $w^{-1} = \Sigma (F_o)^2 + (0.0226 P)^2 + 1.9493 P$; $P = [F_o^2 + 2F_c^2]/3$; max./min. Restelektronendichte 0.734/−0.474 e \AA^{-3} .

Der Kristall wurde unter Schutzgas dem Schlenk-Kolben entnommen, mit Perfluorpolyether auf einem Glasfaden montiert und schockgefroren.^[10] Die Datensammlung erfolgte bei 133 K auf einem Stoe-Siemens-Huber-Vierkreisdiffraktometer, verbunden mit einem Siemens-CCD-Flächenzähler, mit graphitmonochromatisierter $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 0.71073$ \AA), indem φ - und ω -Scans ausgeführt wurden. Die Struktur wurde mit Direkten Methoden mit dem Programm SHELXS-97^[11] gelöst und mit dem Programm SHELXL-97^[12] in einem Volle-Matrix-kleinste-Quadrat-Verfahren gegen F^2 verfeinert. Alle Nichtwasserstoffatome wurden anisotrop verfeinert, die Wasserstoffatome wurden dem Modell auf geometrisch berechneten Positionen hinzugefügt und mit einem Reitermodell verfeinert. Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren)

der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-114479“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB21EZ (Fax: (+44) 1223-336-033; E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).

Eingegangen am 12. Februar 1999 [Z13028]

International Edition: *Angew. Chem. Int. Ed.* **1999**, *38*, 2050–2052

Stichwörter: Oxoniumionen • Sauerstoff • Schichtverbindungen • Zinn

- [1] H. Hatop, H. W. Roesky, T. Labahn, C. Röpken, G. M. Sheldrick, M. Bhattacharjee, *Organometallics* **1998**, *17*, 4326.
- [2] R. Hillwig, K. Harms, K. Dehnicke, U. Müller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1997**, *623*, 676.
- [3] A. Appel, C. Kober, C. Neumann, H. Nöth, M. Schmidt, W. Storch, *Chem. Ber.* **1996**, *129*, 175.
- [4] E. O. Schlemper, W. C. Hamilton, *Inorg. Chem.* **1966**, *5*, 995.
- [5] R. C. Gearhart, T. B. Brill, W. A. Welsh, R. H. Wood, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1973**, 359.
- [6] A. Blaschette, E. Wieland, P. G. Jones, I. Hippel, *J. Organomet. Chem.* **1993**, *445*, 55.
- [7] T. Harada, *Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res. Jpn.* **1940**, *38*, 146.
- [8] D. A. Armitage, R. N. Robinson, E. W. Abel, *Inorg. Synth.* **1977**, *17*, 181.
- [9] K. Scheel, *Z. Phys.* **1924**, *25*, 317.
- [10] T. Kottke, D. Stalke, *J. Appl. Crystallogr.* **1993**, *26*, 615.
- [11] G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr. Sect. A* **1990**, *46*, 467.
- [12] G. M. Sheldrick, SHELX-97, Universität Göttingen, **1997**.

Stabilisierung von Organosilicium-Ionen durch intramolekulare Koordination von O-, S- oder P-Liganden

Uwe-H. Berlekamp, Peter Jutzi,* Andreas Mix, Beate Neumann, Hans-Georg Stammmer und Wolfgang W. Schoeller

Professor Edgar Niecke zum 60. Geburtstag gewidmet

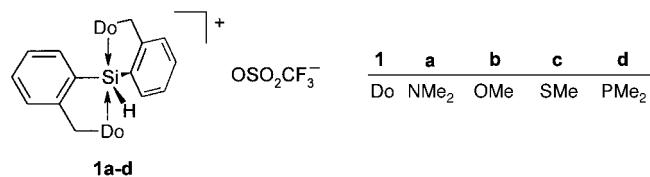
Organosilicium-Ionen, R_3Si^+ , sind bekanntlich sehr starke Elektrophile, die durch verschiedene Donoren stabilisiert werden können.^[1, 2] Eine intramolekulare Koordination von N-Donoren ist erstmals von Corriu et al.^[3] und in der Folge auch von anderen Autoren^[4] beschrieben worden; sie führt zu trigonal-bipyramidalen Siliconium-Ionen. Es verwundert, daß

[*] Prof. Dr. P. Jutzi, Dipl.-Chem. U.-H. Berlekamp, Dr. A. Mix, B. Neumann, Dr. H.-G. Stammmer
Fakultät für Chemie der Universität
Universitätsstraße 25, D-33615 Bielefeld
Fax: (+49) 521-106-6026
E-mail: peter.jutzi@uni-bielefeld.de

Prof. Dr. W. W. Schoeller
Fakultät für Chemie der Universität Bielefeld

 Hintergrundinformationen zu diesem Beitrag sind im WWW unter <http://www.wiley-vch.de/home/angewandte/> zu finden oder können beim Autor angefordert werden.

andere Donoren in diesen Systemen bisher nicht eingesetzt worden sind. Wir stellen nun Verbindungen des Typs **1b–d** vor, in denen erstmals Sauerstoff-, Schwefel- oder Phosphor-



Donoren zur Stabilisierung genutzt werden, vergleichen diese miteinander und mit der bekannten N-Donor-Verbindung **1a**^[4] und beschreiben interessante Unterschiede bezüglich Struktur und Reaktivität. Des weiteren stellen wir quanten-chemische Rechnungen an Modellsystemen vor.

Die Verbindungen **1b–d** (Tabelle 1) entstehen in sehr guter Ausbeute durch Umsetzung der entsprechenden Chlorosilane ($C_6H_4CH_2Do)_2Si(H)Cl^{[5]}$ (Do = Donor) mit Trimethylsilyl triflat ($Me_3SiOSO_2CF_3$) bei $-80^\circ C$ in Hexan. Sie fallen als farblose Feststoffe (**1b**, **d**) oder als farbloses Öl (**1c**) an. Das Vorliegen von 1:1-Elektrolyten in Lösung wird durch Leitfähigkeitsmessungen bestätigt. Aussagen zu Struktur und

Tabelle 1. Physikalische Daten von **1b–d**.

1b: ¹H-NMR (500.1 MHz, CD_2Cl_2 , RT): $\delta = 4.19$ (s, 6 H, OCH_3), 5.18 (s, 1 H, Si-H); 5.39, 5.63 (AB-Sys., $^2J(H,H) = 12.2$ Hz, 4 H, CH_2), 7.31 (d, $^3J(H,H) = 8.1$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.41 (t, $^3J(H,H) = 7.5$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.53 (t, $^3J(H,H) = 7.5$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.56 (d, $^3J(H,H) = 7.5$ Hz, 2 H, Ar-H); ¹³C{¹H}-NMR (125.8 MHz, CD_3CN): $\delta = 62.7$, (CH_2), 80.6 (CH_3), 124.1, 125.4, 129.7, 133.1, 135.1, 143.5 (arom. C); ²⁹Si-NMR (99.4 MHz, $[D_6]DMSO$, RT): $\delta = -47.2$ ($^1J(Si,H) = 272$ Hz); ¹⁹F{¹H}-NMR (470.6 MHz, CD_3CN): $\delta = 142.78$; IR (KBr): $\tilde{\nu} = 2170$ cm^{-1} ; C,H-Analyse (%): ber. für $C_{17}H_{19}F_3O_3SiS$ (420.5): C 48.60, H 4.55; gef.: C 48.59, H 4.60

1c: ¹H-NMR (500.1 MHz, CD_2Cl_2 , RT): $\delta = 1.36$ (s, 6 H, SMe), 3.89, 3.94 (br., AB-Sys., 4 H, CH_2), 6.10 (s, 1 H, Si-H), 6.97 (m, 4 H, Ar-H), 7.05 (d, $^3J(H,H) = 7.32$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.79 (d, $^3J(H,H) = 6.98$ Hz, 2 H, Ar-H); ¹H-NMR (500.1 MHz, C_7D_8 , 90 °C): $\delta = 1.47$ (s, 6 H, CH_3), 3.57 (s, 4 H, CH_2), 6.19 (s, 1 H, Si-H), 7.31–7.39 (m, 4 H, Ar-H), 7.45 (t, $^3J(H,H) = 7.40$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.77 (d, $^3J(H,H) = 7.40$ Hz, 2 H, Ar-H); ¹³C{¹H}-NMR (125.8 MHz, C_6D_6): $\delta = 14.9$ (SMe), 38.8 (CH_2), 119.5 (q, $^1J(C,F) = 318.3$ Hz, CF_3), 127.4, 129.6, 130.8, 130.9, 136.1, 143.3 (arom. C); ²⁹Si-NMR (99.4 MHz, C_6D_6 , RT): $\delta = -47.9$ ($^1J(Si,H) = 278.4$ Hz); ¹⁹F{¹H}-NMR (470.6 MHz, C_6D_6): $\delta = 132.7$; IR (KBr): $\tilde{\nu} = 2199$ cm^{-1} ; C,H-Analyse (%): ber. für $C_{17}H_{19}F_3O_3S_2Si$ (452.6): C 45.11, H 4.23; gef.: C 44.99, H 5.76

1d: ¹H-NMR (500.1 MHz, CD_2Cl_2 , $-80^\circ C$): $\delta = 1.54$ (s (br.), 12 H, CH_3), 3.30, 3.41 (AB-Sys., $^2J(H,H) = 9.98$ Hz, 4 H, CH_2), 5.92 (t, $^2J(P,H) = 72.5$ Hz, 1 H, Si-H), 7.32 (m, 4 H, Ar-H), 7.41 (m, 2 H, Ar-H), 7.47 (m, 2 H, Ar-H); ¹H-NMR (500.1 MHz, CD_2Cl_2 , RT): $\delta = 1.54$ (t, $^2J(P,H) = 3.5$ Hz, 12 H, PMe₂), 3.45 (t, $^2J(P,H) = 3.7$ Hz, 4 H, CH_2), 5.98 (t, $^2J(P,H) = 55.1$ Hz, 1 H, Si-H), 7.35 (t, $^3J(H,H) = 7.3$ Hz, 2 H, Ar-H), 7.42 (m, 4 H, Ar-H), 7.52 (t, $^3J(H,H) = 7.5$ Hz, 2 H, Ar-H); ¹³C{¹H}-NMR (125.8 MHz, CD_2Cl_2 , $-80^\circ C$): $\delta = 5.8$ (CH_3), 7.50 (CH_3), 30.1 (CH_2), 119.8 (q, $^1J(F,C) = 320$ Hz, CF_3), 127.0, 129.3, 131.3, 134.8, 142.7 (arom. C); ¹³C{¹H}-NMR (125.8 MHz, C_6D_6 , RT): $\delta = 14.9$ (SMe), 38.6 (CH_2), 127.4, 129.6, 130.8, 130.9, 136.1, 143.3 (arom. C); ²⁹Si-NMR (99.4 MHz, CD_2Cl_2 , $-80^\circ C$): $\delta = -104.3$ (t, $^1J(Si,P) = 37.8$ Hz); ²⁹Si-NMR (99.4 MHz, C_6D_6 , RT): $\delta = -67.8$ ($^1J(Si,H) = 251$, $^1J(P,Si) = 19.8$ Hz); ¹⁹F{¹H}-CP-MAS-NMR: $\delta = -89.2$; ¹⁰F{¹H}-NMR (470.6 MHz, CD_2Cl_2): $\delta = 131.3$; ³¹P{¹H}-NMR (202.5 MHz, CD_2Cl_2 , $-80^\circ C$): $\delta = -17.9$; ³¹P{¹H}-NMR (202.5 MHz, CD_2Cl_2 , RT): $\delta = -22.1$; IR (KBr): $\tilde{\nu} = 2159$ cm^{-1} ; C,H-Analyse (%): ber. für $C_{19}H_{25}ClF_3O_3P_2SiS$ (480.50): C 46.16, H 5.38; gef.: C 44.00, H, 5.22. Eine genauere C,H-Analyse war aufgrund der extremen Empfindlichkeit nicht möglich.