



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 238 977 A1

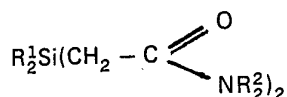
4(51) C 07 F 7/10

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

|      |                                                                                                                                             |      |          |      |          |
|------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|----------|------|----------|
| (21) | WP C 07 F / 278 080 5                                                                                                                       | (22) | 01.07.85 | (44) | 10.09.86 |
| (71) | Martin-Luther-Universität Halle – Wittenberg, 4020 Halle, Universitätsplatz 10, DD                                                          |      |          |      |          |
| (72) | Tzschach, Alfred, Prof. Dr. Dipl.-Chem.; Uhlig, Wolfram, Dr. Dipl.-Chem.; Thust, Ulf, Dr. Dipl.-Chem.; Klepel, Manfred, Dr. Dipl.-Chem., DD |      |          |      |          |
| (54) | Verfahren zur Herstellung von Diorganosilyldi(essigsäureamiden)                                                                             |      |          |      |          |

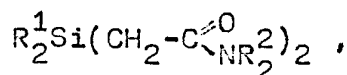
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Diorganosilyldi(essigsäureamiden). Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung dieser Substanzen zu entwickeln, das von einfach zugänglichen Verbindungen ausgeht und keine aufwendigen Technologien und umständliche Reaktionsführungen beinhaltet. Das Verfahren zur Herstellung der Diorganosilyldi(essigsäureamide) der allgemeinen Formel



in der  $R^1$  = Alkyl, Aryl oder Cycloalkyl sein kann und  $R^2$  = Alkyl, Aryl, H bedeutet, ist gekennzeichnet dadurch, daß Diaminodiorganosilane mit Keten bei tiefen Temperaturen umgesetzt werden, wobei der Zusatz eines Katalysators möglich ist.

**Erfindungsanspruch:**

1. Verfahren zur Herstellung von Diorganosilyldi(essigsäureamiden) der allgemeinen Formel



in der  $R^1$  = Alkyl, Aryl oder Cycloalkyl sein kann und  $R^2$  = Alkyl, Aryl oder H bedeutet, **gekennzeichnet dadurch**, daß Diaminodiorganosilane mit Keten bei tiefen Temperaturen umgesetzt werden, wobei der Zusatz eines Katalysators möglich ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1 **gekennzeichnet dadurch**, daß Trimethylbromsilan als Katalysator verwendet wird.

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Diorganosilyldi(essigsäureamiden), die als Zwischenprodukte in der chemischen Synthese von Interesse sind.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Diorganosilyldiessigsäuren und ihre Derivate sind bisher nicht beschrieben. Bekannt sind lediglich Triorganosilylessigsäurederivate, die durch Umsetzung von Triorganohalogensilanen mit metallierten Essigsäureestern (R. J. Fessenden und J. S. Fessenden, J. Org. Chem. **32**, 3535 [1967]) beziehungsweise durch Umsetzung von Triorganoaminosilanen mit Keten (I. F. Lutsenko, Y. I. Baukov, A. S. Kostyuk, N. I. Savelyeva und V. K. Krygina, J. Organometal. Chem. **17**, 241 [1969]) entstehen.

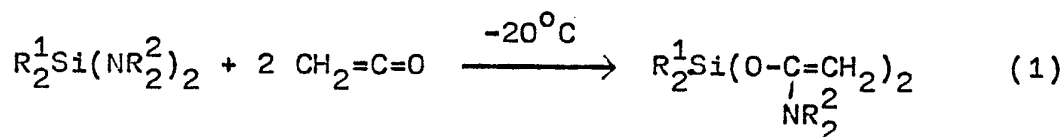
**Ziel der Erfindung**

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Diorganosilyldi(essigsäureamiden) zu entwickeln, das von einfach zugänglichen Verbindungen ausgeht und keine aufwendigen Technologien und umständliche Reaktionsführungen voraussetzt.

**Darlegung des Wesens der Erfindung**

Die technische Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zu entwickeln, das es erlaubt, ausgehend von einfach zugänglichen Verbindungen die Diorganosilyldi(essigsäureamide) in glatter Reaktion zu gewinnen.

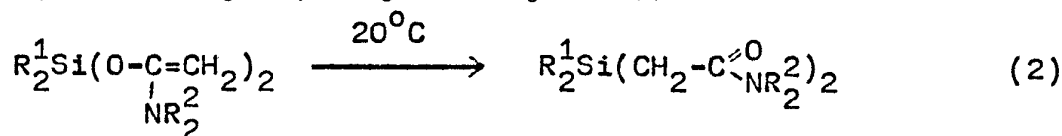
Es wurde gefunden, daß Diaminodiorganosilane mit Keten gemäß Gl. (1) zu Di( $\alpha$ -aminovinyloxy)diorganosilanen reagieren.



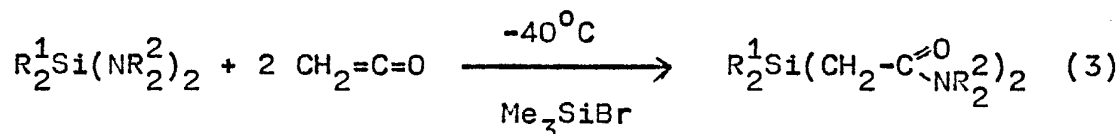
$R^1$  = Alkyl, Aryl, Cycloalkyl

$R^2$  = Alkyl, Aryl, H

Die Reaktion wird bei  $-20^\circ C$  ohne Lösungsmittel durchgeführt. Die resultierenden Silane lagern sich innerhalb von drei Tagen bei Raumtemperatur in die Diorganosilyldi(essigsäureamide) gemäß Gl. (2) um.



In noch höherer Reinheit und ohne Zwischenprodukte werden die Titelverbindungen erhalten, wenn die Umsetzung der Diaminodiorganosilane mit Keten bei  $-40^\circ C$  unter Zusatz einer katalytischen Menge Trimethylbromsilan gemäß Gl. (3) durchgeführt wird.



Die Diorganosilyldi(essigsäureamide) sind farblose bis hellgelbe Flüssigkeiten, die sich bei Destillation im Vakuum zersetzen. Eine Ausnahme bildet das destillierbare Dimethylsilyldi(essigsäuredimethylamid). Die unsubstituierten Amide  $R_2Si(CH_2CONH_2)_2$  kristallisieren aus einem Hexan/Ether-Gemisch.

Aus NMR-Daten konnte für die gemäß Gl. (3) hergestellten Verbindungen eine Reinheit von über 95 % ermittelt werden.

### Ausführungsbeispiele

Im folgenden soll die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert werden:

#### Beispiel 1

Dimethylsilyldi(essigsäuredimethylamid):

7,3 g (0,05 mol)  $\text{Me}_2\text{Si}(\text{NMe}_2)_2$  werden im Reaktionsgefäß vorgelegt und auf  $-20^\circ\text{C}$  gekühlt. Dann leitet man innerhalb von 15 Minuten 4,2 g (0,1 mol) Keten ein. Die Flüssigkeit färbt sich dabei gelb. Anschließend wird die Reaktionsmischung bei Zimmertemperatur drei Tage stehengelassen. Die Vollständigkeit der Umlagerung kann mittels NMR kontrolliert werden. Bei Destillation wird das Säureamid als farblose Flüssigkeit erhalten.

Kp:  $85^\circ\text{C}/10^{-2}$  Torr

Ausbeute: 71 %

#### Beispiel 2

Dimethylsilyldi(essigsäureamid):

4,5 g (0,05 mol)  $\text{Me}_2\text{Si}(\text{NH}_2)_2$  werden im Reaktionsgefäß vorgelegt. In die auf  $-20^\circ\text{C}$  gekühlte Flüssigkeit leitet man innerhalb von 15 Minuten 4,2 g (0,1 mol) Keten ein. Anschließend läßt man die Reaktionsmischung drei Tage bei Raumtemperatur stehen. Durch Zusatz eines Hexan/Ether-Gemisches wird das Säureamid in Form weißer Kristalle gefällt und im Vakuum getrocknet.

Fp:  $128^\circ\text{C}$

Ausbeute: 77 %

#### Beispiel 3

Diphenylsilyldi(essigsäurephenylmethylamid):

7,9 g (0,02 mol)  $\text{Ph}_2\text{Si}(\text{NMePh})_2$  werden im Reaktionsgefäß vorgelegt. Man kühlt auf  $-40^\circ\text{C}$  und fügt 0,1 g Trimethylbromsilan zu. Anschließend leitet man 1,7 g (0,04 mol) Keten ein. Die leicht gelb gefärbte Flüssigkeit wird auf Raumtemperatur erwärmt. Man entfernt das Trimethylbromsilan im Vakuum. Die Reinheit beträgt 95 %.

Ausbeute: 92 %