

Über die Reaktionsprodukte von einigen *n*-Butoxy-chlor-silanen mit Ammoniak und Äthylamin

ERIK LARSSON

Chemisches Institut der Universität, Abteilung für organische Chemie, Lund, Schweden

Im folgenden wird in aller Kürze über einige vorläufige Versuche berichtet, die ausgeführt wurden, um Verbindungen der allgemeinen Formel $(n\text{-C}_4\text{H}_9\text{O})_{4-x}\text{Si}(\text{NH}_2)_x$ darzustellen. R ist ein Wasserstoffatom oder ein Kohlenwasserstoffrest, $x = 1, 2$ oder 3.

Tri-*n*-butoxy-chlor-silan ergibt mit Ammoniak Tri-*n*-butoxy-amino-silan, ein unter vermindertem Druck destillierbares Öl. Bei längerem Erhitzen wird Ammoniak unter Bildung von Hexa-*n*-butoxy-disilazan abgespalten. Mit Äthylamin ergibt Tri-*n*-butoxy-chlor-silan Tri-*n*-N-äthylamino-silan.

Di-*n*-butoxy-dichlor-silan ergibt mit Ammoniak kein Di-*n*-butoxy-diamino-silan. Man erhält statt dessen Hexa-*n*-butoxy-cyclotrisilazan. Mit Äthylamin erhält man in normaler Weise Tri-*n*-butoxy-N-äthylamino-silan, das keine Neigung zu Cyclisierung zeigt.

Aus den Reaktionsprodukten von *n*-Butoxy-trichlor-silan und Ammoniak wurden keine einheitlichen Verbindungen isoliert. Das erwartete *n*-Butoxy-triamino-silan hat wohl unter Ammoniakabspaltung und Cyclisierung unlösliche und undestillierbare Produkte ergeben. *n*-Butoxy-trichlor-silan ergibt dagegen mit Äthylamin *n*-Butoxy-tri-N-äthylamino-silan, das ohne Schwierigkeit in guter Ausbeute isoliert werden kann.

Beschreibung der Versuche: Tri-*n*-butoxy-amino-silan. 70,4 g Tri-*n*-butoxy-chlor-silan in 100 ml abs. Äther wurden unter Kühlung und Rühren zu 50 g flüssigem Ammoniak und 100 ml abs. Äther hinzugegeben. Das Ammoniumchlorid wurde abgesaugt und mit abs. Äther gewaschen. Die Ätherlösungen ergaben nach Abdestillation des Äthers und Destillation des Rückstandes unter vermindertem Druck 49,5 g Tri-*n*-butoxy-amino-silan vom

Sdp. 129–131° (13 mm). Gef.: C 54,2; H 11,2; N 5,25; Si 10,63. Ber. für $\text{C}_{13}\text{H}_{29}\text{O}_3\text{NSi}$: C 54,7; H 11,1; N 5,32; Si 10,65.

Hexa-*n*-butoxy-disilazan. 10,0 g Tri-*n*-butoxy-silan wurden 10 Stunden auf 150° erwärmt. Die darauf folgende Destillation ergab ausser unverändertem Ausgangsmaterial noch 4,6 g Hexa-*n*-butoxy-disilazan vom Sdp. 210–211° (14 mm).: Gef.: C 56,4; H 10,8; N 2,77; Si 11,1. Ber. für $\text{C}_{24}\text{H}_{56}\text{O}_6\text{NSi}_2$: C 56,5; H 10,9; N 2,75; Si 11,0.

Tri-*n*-butoxy-N-äthylamino-silan. In eine Lösung von 56,6 g Tri-*n*-butoxy-chlor-silan in 100 ml abs. Äther wurden etwa 20 g getrocknetes gasförmiges Äthylamin eingeleitet. Am folgenden Tage wurde die Hydrochloridfällung abgesaugt und mit Äther gewaschen. Die Ätherlösungen ergaben 51,5 g Tri-*n*-butoxy-N-äthylamino-silan vom Sdp. 139–140° (15 mm). Gef.: C 57,5; H 11,5; N 4,8; Si 9,6. Ber. für $\text{C}_{14}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{NSi}$: C 57,7; H 11,4; N 4,8; Si 9,6.

Hexa-*n*-butoxy-cyclotrisilazan. 61,3 g Di-*n*-butoxy-dichlor-silan in 50 ml abs. Äther und 42,5 g flüssiges Ammoniak in 50 ml Äther ergaben, wie bei dem Umsatz zwischen Tri-*n*-butoxy-chlor-silan und Ammoniak beschrieben wurde, 28,3 g Hexa-*n*-butoxy-cyclotrisilazan vom Sdp. 245–250° (12 mm). Gef.: C 50,7; H 10,2; N 7,3; Si 14,7; M(Rast) 573. Ber. für $\text{C}_{24}\text{H}_{57}\text{O}_6\text{N}_3\text{Si}_3$: C 50,8; H 10,1; N 7,4; Si 14,8; M 568.

Di-*n*-butoxy-di-N-äthylamino-silan. Aus 14,7 g Di-*n*-butoxydichlor-silan in 60 ml abs. Äther und etwa 12 g gasförmigem Äthylamin wurden, wie bei der Darstellung von Tri-*n*-butoxy-N-äthylamino-silan 11,6 g Di-*n*-butoxy-di-N-äthylamino-silan vom Sdp. 129–132° (15 mm) erhalten. Gef.: C 54,8; H 11,6; N 10,6; Si 10,6. Ber. für $\text{C}_{12}\text{H}_{30}\text{O}_2\text{N}_2\text{Si}$: C 54,9; H 11,5; N 10,7; Si 10,7.

n-Butoxy-trichlor-silan und Ammoniak. 20 g *n*-Butoxy-trichlor-silan in 100 ml abs. Äther und 50 g Ammoniak ergab in gewöhnlicher Weise ein Reaktionsgemisch, aus dem keine Siliziumverbindung mit Äther, Benzol oder Toluol extrahiert werden konnte.

n-Butoxy-tri-N-äthylamino-silan. Aus 20,8 g *n*-Butoxy-trichlor-silan in 100 ml abs. Äther und 23 g gasförmigem Äthylamin wurden wie bei der Darstellung von Tri-*n*-butoxy-N-äthylamino-silan 16,9 g *n*-Butoxy-tri-N-äthylamino-silan vom Sdp. 115–116° (16 mm) erhalten. Gef.: C 51,7; H 11,8; N 18,2; Si 12,0. Ber. für $\text{C}_{10}\text{H}_{27}\text{ON}_3\text{Si}$: C 51,5; H 11,7; N 18,0; Si 12,0.

Eingegangen am 8. Juni 1954.