

Preliminary communication

Siliciumorganische Verbindungen

XXXXIX★. *N*-Trimethylsilyl-carbamidsäure-trimethylsilylester

LEONHARD BIRKOFER und PETER SOMMER

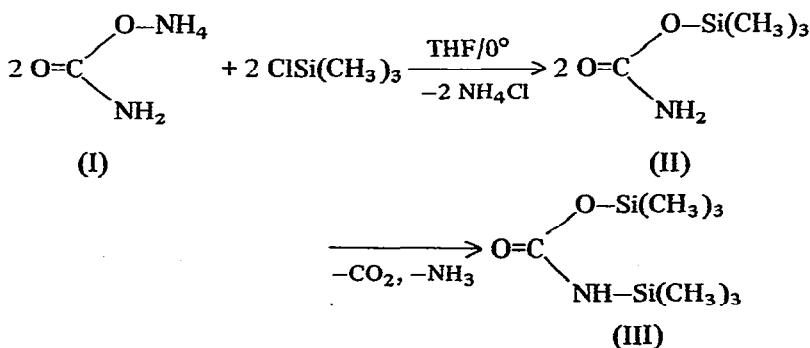
Institut für Organische Chemie der Universität Düsseldorf (Deutschland)

(Eingegangen den 23. Dezember 1971)

N- oder *O*-Silyl-Derivate der freien Carbamidsäure sind unseres Wissens nicht bekannt. Bisher wurden lediglich *N*-silylierte Carbamidsäure-alkylester bzw. *N*-alkylierte Carbamidsäure-silylester dargestellt²⁻⁸. Im Zuge unserer Untersuchungen über die silylierte Carbonamid-Funktion^{5,9-11} ist es uns gelungen, durch Umsetzung von Ammoniumcarbamat (I) mit Trimethylchlorsilan in Tetrahydrofuran (THF) den *N*-Trimethylsilyl-carbamidsäure-trimethylsilylester (III) in guter Ausbeute und reiner Form darzustellen (Ber.: C, 40.93; H, 9.32; N, 6.82; Si, 27.34. C₇H₁₉NO₂Si₂ gef.: C, 40.75; H, 9.12; N, 6.68; Si, 27.02%).

Wie Versuche mit äquimolaren Mengen I und Trimethylchlorsilan in THF bei 0° zeigen, wird zunächst ein mono-Trimethylsilyl-Derivat der Carbamidsäure (*m/e* 133), wahrscheinlich der Carbamidsäure-trimethylsilylester (II), gebildet.

II zerfällt gaschromatographischen Untersuchungen zufolge unter den gewählten Aufarbeitungsbedingungen zu III, CO₂ und NH₃.



★XXXXXVIII. Mitteilung siehe Ref. 1.

J. Organometal. Chem., 35 (1972)

III, eine farblose, kristalline, leicht zersetzliche Substanz, lässt sich auch (allerdings in geringerer Ausbeute) durch Reaktion von CO_2 mit Hexamethyldisilazan gewinnen. Die physikalische Daten von III sind in der Tabelle 1 angegeben.

TABELLE 1

PHYSIKALISCHE DATEN VON III

Schmp.:	80°C (aus Hexan)
m/e :	205
IR (in CHCl_3):	ν (N-H) 3415, ν (C=O) 1680, δ_{as} (CH_3) 1405, δ_{s} (CH_3) 1247, ν (Si-O-C) 1045 cm^{-1}
NMR (in CDCl_3 ; TMS als innerer Standard):	τ (N-H) 5.50–5.82 s, τ (O-Si(CH_3) ₃) 9.72 s, τ (N-Si(CH_3) ₃) 9.80 s.

LITERATUR

- 1 L. Birkofer und M. Franz, *Chem. Ber.*, im Druck.
- 2 H. Breederveld, *Rec. Trav. Chim. Pays-Bas*, 81 (1962) 276.
- 3 E.A.V. Ebsworth, G. Rocktäschel und J.C. Thompson, *J. Chem. Soc. A*, (1967) 362.
- 4 A.E. Lemire und J.C. Thompson, *J. Org. Chem.*, 36 (1971) 1163.
- 5 L. Birkofer und K. Krebs, *Tetrahedron Lett.*, (1968) 885.
- 6 K. Krebs, *Dissertation, Universität Köln*, 1969.
- 7 J. Pump und U. Wannagat, *Monatsh. Chem.*, 93 (1962) 352.
- 8 J. Pump und E.G. Rochow, *Chem. Ber.*, 97 (1964) 627.
- 9 W. Giessler, *Dissertation, Universität Köln*, 1963.
- 10 L. Birkofer und H. Dickopp, *Chem. Ber.*, 101 (1968) 2585; 101 (1968) 3579; 102 (1969) 14.
- 11 L. Birkofer, H. Dickopp und S. Khan Majlis, *Chem. Ber.*, 102 (1969) 3094.

J. Organometal. Chem., 35 (1972)