

Preliminary communication

SYNTHESE NOUVELLE D'ACYLSILANES

P. BOURGEOIS, J. DUNOGUES et N. DUFFAUT* (avec la collaboration technique de P. LAPOUYADE)

Laboratoire de Chimie Organique et Laboratoire de Chimie des Composés Organiques du Silicium et de l'Etain associé au C.N.R.S. (no. 35), Université de Bordeaux I, 33405 Talence (France)

(Reçu le 31 juillet 1974)

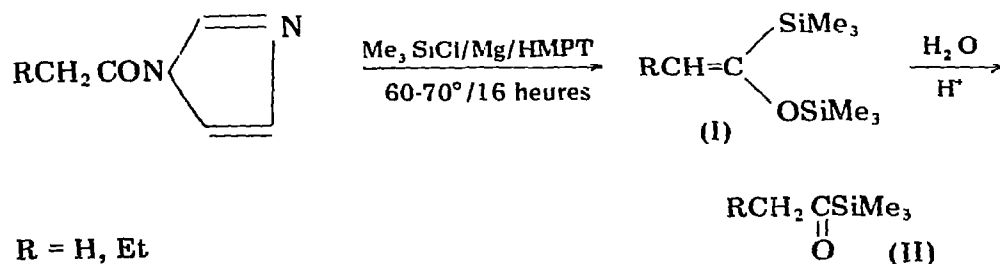
Summary

The system $\text{Me}_3\text{SiCl/Mg/HMPT}$ reacts with *N*-acetyl- and *N*-propionyl imidazoles to give $\text{CH}_2=\text{C}(\text{SiMe}_3)\text{OSiMe}_3$ and $\text{EtCH}=\text{C}(\text{SiMe}_3)\text{OSiMe}_3$, respectively. Upon hydrolysis, these enoxysilanes lead to the corresponding acylsilanes, MeC(O)SiMe_3 and PrC(O)SiMe_3 .

Les chlorures et les anhydrides d'acides réagissent facilement sur l'imidazole pour conduire, avec d'excellents rendements, aux *N*-acylimidazoles correspondants [1].

Dans le cadre de nos travaux concernant l'action du système $\text{Me}_3\text{SiCl/Mg/HMPT}$ sur les amides [2] il nous a paru intéressant d'envisager le cas des acylimidazoles.

Ces dérivés ont un comportement particulier puisqu'ils ont permis l'accès aux acylsilanes correspondants par l'intermédiaire des énoxysilanes *C*-siliciés de type I. Le schéma réactionnel est le suivant:



L'énoxysilane a été obtenu, dans les deux cas, avec un rendement de 30 à 35 %. Il est accompagné de petites quantités d'acylsilane. Bien que les rendements soient relativement faibles, cette méthode constitue une voie

* Groupe de recherche du Doyen R. Calas.

pratique d'accès aux composés de type I dont quelques exemples avaient été décrits selon un processus mis au point au Laboratoire [3]. De plus nous proposons une méthode nouvelle de synthèse d'acylsilanes aliphatiques qui paraît de mise en oeuvre plus aisée que celles précédemment décrites [4] dont certaines avaient été découvertes au Laboratoire [3,5].

L'énoxysilane $\text{CH}_2=\text{C}(\text{SiMe}_3)\text{OSiMe}_3$ et les deux acylsilanes préparés ont été identifiés sans ambiguïté par IR et RMN:

$\text{CH}_2=\text{C}(\text{SiMe}_3)\text{OSiMe}_3$. IR: $\nu(\text{C}=\text{C})$ vers 1590 cm^{-1} ; RMN [δ (ppm), réf.int. tétraméthylsilane (TMS)]: nous observons deux signaux à -0.01 (9 H) et $+0.09$ (9 H) (groupes SiMe_3) et un doublet (2 H) ($\text{CH}_2=\text{C}$) dont chaque signal à 4.51 et 4.60 présente un épaulement.

$\text{MeC}(\text{O})\text{SiMe}_3$. IR: $\nu(\text{C}=\text{O})$ vers 1645 cm^{-1} ; RMN [δ (ppm), réf.int. TMS]: on observe deux singulets à 0.21 (9 H) (SiMe_3) et 2.22 (3 H) ($\text{MeC}(\text{O})$).

$\text{EtCH}=\text{C}(\text{SiMe}_3)\text{OSiMe}_3$. Ce dérivé n'a pas été isolé à l'état pur mais a été mis en évidence par spectrométrie de masse (le spectrographe étant couplé avec un appareil de CPV).

$\text{PrC}(\text{O})\text{SiMe}_3$. IR: $\nu(\text{C}=\text{O})$ vers 1650 cm^{-1} ; RMN [δ (ppm); réf.int. HCCl_3 , placé à 7.27 ppm]. Nous observons un singulet à 0.04 ppm (9 H) (SiMe_3), un massif à allure de triplet centré à 0.72 ppm (3 H) ($\text{MeC}(\text{O})$), un massif entre 1.03 et 1.70 ppm (2 H) (CCH_2C) et un triplet centré à 2.38 ppm ($-\text{CH}_2\text{C}(\text{O})-$).

Ce travail préliminaire met une fois encore en évidence les propriétés du système $\text{Me}_3\text{SiCl/Mg/HMPT}$ comme agent de silylation.

Bibliographie

- 1 H.A. Staab, Chem. Ber., 89 (1956) 1927; G.S. Reddy, L. Mandell et J.H. Goldstein, J. Chem. Soc., (1963) 1414.
- 2 P. Bourgeois, R. Calas, N. Duffaut et J. Dunoguès, J. Organometal. Chem., 32 (1971) 79; P. Bourgeois et N. Duffaut, *ibid.*, 35 (1972) 63; M. Bolourtchian, P. Bourgeois, J. Dunoguès, N. Duffaut et R. Calas, *ibid.*, 43 (1972) 139.
- 3 J. Dunoguès, A. Ekouya, R. Calas, J.-P. Picard et N. Duffaut, J. Organometal. Chem., 66 (1974) C39; J. Dunoguès, M. Bolourtchian, R. Calas, N. Duffaut et J.-P. Picard, *ibid.*, 43 (1972) 157.
- 4 A.G. Brook, Advan. Organometal. Chem., 7 (1968) 95; G.E. Niznik, W.H. Morrison III et H.M. Walborsky, J. Org. Chem., 39 (1974) 600.
- 5 J.-P. Picard, R. Calas, J. Dunoguès et N. Duffaut, J. Organometal. Chem., 26 (1971) 183; J. Dunoguès, E. Jousseume et R. Calas, *ibid.*, 71 (1974) 377; P. Bourgeois, *ibid.*, 76 (1974) C1.