



Christina Ebker (Autor)

**Silylhydroxylamine, Bis(hydroxylamino)silane und
Silylethyldiamine - Synthese, Strukturen,
Silatropie -**

Christina Ebker

**Silylhydroxylamine, Bis(hydroxylamino)silane
und Silylethyldiamine
– Synthesen, Strukturen, Silatropie –**



Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/3389>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsverzeichnis

I Theoretischer Teil

1	Einleitung	1
1.1	Synthese von Silylhydroxylaminen	1
1.1.1	Synthese von Mono(silyl)hydroxylaminen	1
1.1.2	Synthese von Bis(silyl)hydroxylaminen	2
1.1.3	Synthese von Tris(silyl)hydroxylaminen	2
1.2	Eigenschaften von Silylhydroxylaminen	3
1.2.1	Anionische Umlagerung	3
1.2.2	Radikalische Umlagerung	5
1.2.3	Dyotrope Umlagerung	6
1.2.4	Thermische Umlagerung	6
1.3	Darstellung von Si-N-Verbindungen	8
1.3.1	Silylierte Ethylendiamine	9
1.3.2	1,3-Diaza-2-silacyclopentane	10
2	Problemstellung	12
3	Ergebnisse und Diskussion	13
3.1	Silylhydroxylamine	13
3.1.1	Synthese und Reaktionen von Mono(silyl)hydroxylaminen	13
3.1.1.1	Kristallstruktur des tert.-Butyldiphenylsilylhydroxylamins 3	14
3.1.2	Synthese und Reaktionen von Bis(silyl)hydroxylaminen	16
3.1.2.1	Darstellung der Bis(silyl)hydroxylamine 4 und 5	16
3.1.2.2	Darstellung von N-tert.-Butylchlorphenylsilyl-O-trimethylsilylhydroxylamin 6	17
3.1.3	Synthese und Reaktionen von Tris(silyl)hydroxylaminen	18
3.1.3.1	Darstellung der Tris(silyl)hydroxylamine 7 - 10	18
3.1.3.2	Dyotrope Umlagerung von Tris(silyl)hydroxylaminen	19
3.1.3.2.1	Dyotrope Umlagerung von N,N-Bis(tert.-butyldimethylsilyl)-O-fluordimethylsilylhydroxylamin 9	20
3.1.3.3	Thermische Umlagerung von Tris(silyl)hydroxylaminen	21
3.1.3.3.1	Thermische Umlagerung eines di(methyl)silylsubstituierten Tris(silyl)-hydroxylamines zu einem Silylaminodisiloxan	23

3.1.3.3.2	Thermische Umlagerung von fluorfunktionellen Tris(silyl)hydroxylaminen	23
3.1.3.3.3	Thermische Umlagerung von N,O-Bis(tert.-butyldimethylsilyl)-N-fluor-dimethylsilylhydroxylamin 11	24
3.1.4	Darstellung von Bis(silyl)stannylhydroxylaminen	24
3.1.4.1	Darstellung von N,O-Bis(trimethylsilyl)-N-(trimethylstannyl)hydroxylamin 14	24
3.1.4.2	Quantenchemische Berechnungen an Bis(silyl)stannylhydroxylaminen	25
3.1.4.3	Kristallstruktur des 2,2,4,4,6,6,8,8-Octamethyl-3,7-bis[(3-tert.-butyl-1,1,3,3-tetramethyl)-1,3-disiloxano]-4,8-bis(tert.-butyldimethylsiloxy)-1,3,5,7-tetraoxa-2,4,6,8-tetrastanna-[4.2.0.0 ^{2,5}]-tricyclooctan 15	27
3.1.5	Darstellung von O,O'-Bis(hydroxylamino)silanen	30
3.1.5.1	Darstellung der O,O'-Bis(hydroxylamino)silane 16-19	30
3.1.5.1.1	Kristallstruktur des Di-tert.-butyl-O,O'-bis(hydroxylamino)silans 19	31
3.1.5.2	Darstellung von 2,2-O,O'-Bis(hydroxylamino)-1,3-di-tert.-butyl-4,4-dimethyldisilazan 20	32
3.1.5.3	Quantenchemische Untersuchung von O,O'-Bis(hydroxylamino)silanen	33
3.1.6	Synthese des Di-tert.-butylchlorfluorsilans 21	35
3.2	Silylierte Alkylendiamine	36
3.2.1	N,N'-Bis(silyl)ethylendiamine	36
3.2.1.1	Synthese von N,N'-bissilylierten Ethylendiaminen	36
3.2.1.2	Darstellung des N,N'-Bis(di-tert.-butylfluorsilyl)ethylendiamins 24	37
3.2.1.2.1	Kristallstruktur des N,N'-Bis(di-tert.-butylfluorsilyl)ethylendiamins 24	38
3.2.1.2.2	Darstellung von N,N'-Dilithium-N,N'-bis(di-tert.-butylfluorsilyl)ethylendiamid-THF-Addukt 25	40
3.2.1.2.3	Darstellung von 1-Di-tert.-butylfluorsilyl-2,2-di-tert.-butyl-1,3-diaza-2-silacyclopentan 26	40
3.2.2	Darstellung von 1,3-Diaza-2-silacyclopentanen	42
3.2.2.1.	Darstellung von exocyclisch fluorsilylsubstituierten 1,3-Diaza-2-silacyclopentanen	42
3.2.2.2	Cyclisierung von N,N'-Bis(trimethylsilyl)ethylendiamin mit Fluorsilanen	44
3.2.2.2.1	Kristallstruktur des 2-tert.-Butyl-2-fluor-1,3-bis(trimethylsilyl)-1,3-diaza-2-silacyclopentans 30	44
3.2.2.3	Cyclisierung von N,N'-Bissilylethylendiaminen mit Chlorsilanen	46

3.2.2.4	Darstellung von 1,3-Bis(tert.-butyldimethylsilyl)-1,3-diaza-2-silacyclopentan 34	48
3.2.4	Darstellung von N-Monosilylethyldiaminen	48
3.2.4.1	Darstellung von N-(tert.-Butylmethylphenylsilyl)ethyldiamin 35	48
3.2.4.2	Darstellung von N-Monosilylethyldiaminen mit Fluorsilanen	49
3.2.5.1	Darstellung von unsymmetrischen zweifach silylierten Ethyldiaminen mit Chlorsilanen	50
3.2.5.2	Darstellung von unsymmetrischen zweifach silylierten Ethyldiaminen mit Fluorsilanen	51
3.2.6	Darstellung von 2,2-Dichlor-1-tert.-butylmethylphenylsilyl-3-trimethylsilyl-1,3-diaza-2-silacyclopentan 41	51
3.2.7	Darstellung von N,N'-Bissilylpropylendiaminen	52
3.2.8	Cyclisierung eines N,N'-Bissilylpropylendiamins	52
3.2.9.1	Darstellung des N-Di-tert.-butylmethylsilylpropylendiamins 45	53
3.2.9.2	Darstellung von N-Di-tert.-butylhydroxysilylpropylendiamin 46	53
3.2.9.2.1	Kristallstruktur des N-Di-tert.-butylhydroxysilylpropylendiamin 46	54
4	Zusammenfassung	56
5	Ausblick	67

II Experimenteller Teil

6	Präparative Vorschriften	69
6.1	Allgemeine Arbeitsbedingungen	69
6.2	Arbeitsvorschriften für die Verbindungen 1 - 46	69
7	Charakteristische Daten der dargestellten Verbindungen	75
7.1	Allgemeine Bemerkungen	75
7.2	Namen, Siede- und Schmelzpunkte, Ausbeuten, massen-, infrarot- und NMR-spektroskopische Daten der dargestellten Verbindungen 1 – 46	76

III Anhang

8	Literaturverzeichnis	135
----------	-----------------------------	------------