

Preliminary communication

SILICIUMORGANISCHE VERBINDUNGEN

LIX\*. 1,5-BIS(TRIMETHYLSILYL)-NAPHTHALIN

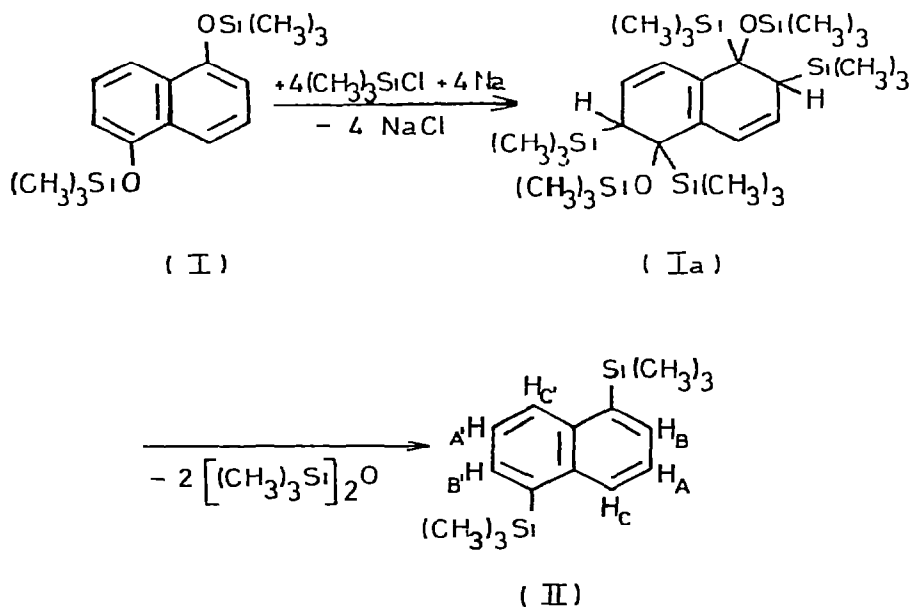
LEONHARD BIRKOFER\* und NAZMI RAMADAN

*Institut für Organische Chemie der Universität Dusseldorf (Deutschland)*

(Eingegangen den 7. Mai 1975)

Vor einiger Zeit konnten wir zeigen [2], dass 1- und 2-Trimethylsilyloxy-naphthalin durch reduktive Silylierung in die entsprechenden Trimethylsilyl-naphthaline übergeführt werden

Um festzustellen, ob diese Reduktion beim Naphthalin auch dann abläuft, wenn dieses zweifach trimethylsilyliert ist, untersuchten wir das 1,5-Bis-(trimethylsilyloxy)-naphthalin (I). Bei Einwirkung von Trimethylchlorsilan und metallischem Natrium auf I in Tetrahydrofuran entsteht in der Tat 1,5-Bis-(trimethylsilyl) naphthalin (II). Als Zwischenprodukt tritt wahrscheinlich die Verbindung Ia auf, die durch  $\beta$ -Eliminierung von Hexamethyldisiloxan in II übergeht.



\* LVII Mitteilung siehe Ref. 1

Das  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ( $\text{CDCl}_3$ ) ergibt für die beiden Trimethylsilylgruppen ein scharfes Singulett ( $\tau$  9.51), was auf chemische Äquivalenz und somit auf ihre symmetrische Stellung hinweist

Der Teil der aromatischen Protonen stellt ein Spinsystem vom Typ  $[\text{ABC}]_2$  [3] dar, der jedoch wegen vernachlässigbarer "long range"-Kopplungen als ABC- und in erster Näherung als ABX-Fall behandelt werden kann

Die Parameter  $H_{A,A'}$   $\tau$  2.63,  $H_{B,B'}$   $\tau$  2.36,  $H_{C,C'}$   $\tau$  1.93, sowie  $J_{AB}$  6.8 Hz,  $J_{AC,BC}$  7.8 Hz und  $J_{BC,B'C'}$  1.7 Hz, zeigen, dass  $H_A$  zu  $H_B$  und  $H_C$  *ortho*-ständig ist, während  $H_B$  und  $H_C$  zueinander in *meta* Stellung stehen. Auch dies beweist, dass die beiden Trimethylsilyl-Gruppen symmetrisch angeordnet sind

### Experimenteller Teil

Das Massenspektrum wurde mit dem Modell CH 5 der Firma Varian MAT GmbH und die Protonenresonanzspektren mit dem Gerät A 60 A der Firma Varian GmbH aufgenommen

#### 1,5-Bis(trimethylsilyl)-naphthalin (II)

Zu 10.12 g (440 mg Atom) fein verteiltem Natrium in 400 ml absol. THF gibt man tropfenweise unter Argonatmosphäre und Rühren eine Lösung von 30.4 g (100 mmol) 1,5-Bis(trimethylsilyloxy)-naphthalin [4] in 200 ml absol. THF. Innerhalb 2 h tropft man dann unter Kühlung ( $25^\circ\text{C}$ ) 54.26 g (500 mmol) Trimethylchlorosilan hinzu. Nach Abfiltrieren von ausgeschiedenem NaCl entfernt man im Vakuum das Lösungsmittel und kristallisiert den zurückgebliebenen festen Rückstand aus Äthylalkohol um. Man erhält 14.96 g (55%) farblose Kristalle von 1,5-Bis(trimethylsilyl)-naphthalin (II) mit einem Schmp. von  $122^\circ\text{C}$ . Gef. C, 70.67, H, 8.71, Si, 20.66.  $\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{Si}_2$  ber. C, 70.51, H, 8.88, Si, 20.61%. MS (70 eV)  $m/e$  272 (65%,  $M^+$ )

### Literatur

- 1 L. Birkofer und N. Ramadan, Chem. Ber. im Druck
- 2 L. Birkofer und N. Ramadan, J. Organometal. Chem. 44 (1972) C41
- 3 C. W. Haigh, J. Chem. Soc. A, (1970) 1682
- 4 R. C. Finch und H. W. Post, J. Org. Chem. 24 (1959) 969