

JOM 23446

## Mono-, Bis-, Tris- und Tetrakis(indol-1-yl)silane

Uwe Klingebiel <sup>a</sup>, Wolfgang Lüttke <sup>b</sup> und Mathias Noltemeyer <sup>a</sup><sup>a</sup> Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 4, W-3400 Göttingen (Deutschland)<sup>b</sup> Institut für Organische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 2, W-3400 Göttingen (Deutschland)

(Eingegangen den 12. November 1992)

### Abstract

The lithium derivative of indole reacts with fluorosilanes to form the mono- (1–4), bis- (5,6), tris- (7,8), and tetrakis(indole-1-yl)silanes (9). The crystal structure of 9 is described.

### Zusammenfassung

Das Lithiumderivat des Indols reagiert mit Fluorsilanen unter Bildung von Mono-(1–4), Bis-(5,6), Tris-(7,8) und Tetrakis(indol-1-yl)silanen (9). Die Kristallstruktur von 9 wird beschrieben.

### 1. Einleitung

Die Indolchemie ist nicht nur für die Farbstoffindustrie von großer Bedeutung [1]. Seit entdeckt wurde, daß der Indolbaustein Bestandteil vieler Alkaloide [2] und Metabolite (z.B. des Tryptophans [3], des Heteroauxins [4], des Serotonins [5]) ist, wird er auch für die medizinische- und Biochemie verwendet. Viele wichtige Indolsynthesen wurden mit dem Ziel entwickelt, derartige Substanzen darzustellen [1], wobei Schutzgruppen elektrophile Angriffe an das N-Atom verhindern.

Seit etwa 20 Jahren werden Silicium enthaltende Gruppen, so besonders die Trimethylsilyl-Gruppe, in der synthetischen organischen Chemie in vielfältiger Weise und ständig steigendem Ausmaß eingesetzt [6–8]. Bei zusammenfassender Betrachtung lassen sich dabei zwei hauptsächliche Einsatzgebiete erkennen: Zum einen dienen Silylgruppen dazu, bestimmte Ionen und Verbindungen (z.B. Carbeniumionen und auch Carbanionen, Doppelbindungen) elektronisch zu stabilisieren, zu aktivieren und durch dirigierende Wirkung den Eintrittsort weiterer Substituenten zu

bestimmen. Zum anderen haben sich Silylgruppen als Schutzgruppen sehr gut bewährt, nicht zuletzt deshalb, weil sie durch nucleophile Agentien in der Regel einfach und vollständig von ihrem Substrat wieder abgespalten werden können. In der Vielzahl dieser Studien überwiegen Verbindungen, bei denen das Silicium-Atom an Kohlenstoff oder Sauerstoff gebunden ist. Nur relativ wenige Arbeiten befassen sich mit Silyl-Derivaten von Stickstoff-Heterocyclen, z.B. mit Derivaten des Pyrrols [9,10] und Indols [11–14], d.h. Silylgruppen werden hier bislang als Schutz- oder Abgangsgruppen kaum genutzt.

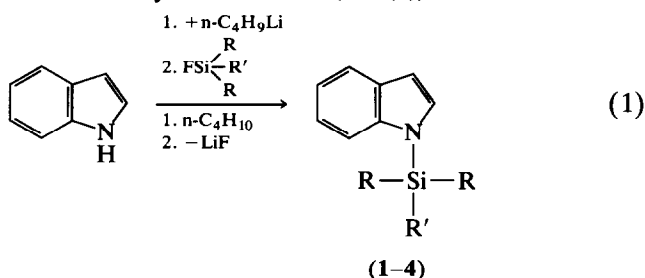
Das einzige bekannte disilylierte Indol, das 1,4-Bis(trimethylsilyl)indol, wurde in einer Birch-Reduktion mit Lithium und Chlorsilan und anschließender Oxidation des intermediären 4,7-Dihydroindol-Derivats hergestellt [12,13]. Bisher unbekannt sind am Silicium funktionelle Verbindungen oder mehrfach Indol-substituierte Silane. Die Gründe hierfür sind, daß Indol mit Lithiumalkylen zwar N-Lithiumderivate bildet, Versuche zur Zweitmetallierung eines C-Atoms bislang jedoch erfolglos blieben [11,14]. In diesen Reaktionen wurden außerdem ausschließlich die im Vergleich zu Fluorsilanen weniger reaktiven Chlorsilane eingesetzt. Es erschien nun interessant, zunächst die Umsetzung von Indol mit den von uns schon

Correspondence to: Prof. Dr. U. Klingebiel.

vielfach eingesetzten Silylierungsreagentien zu untersuchen. Hier berichten wir über unsere ersten Ergebnisse.

## 2. Ergebnisse und Diskussion

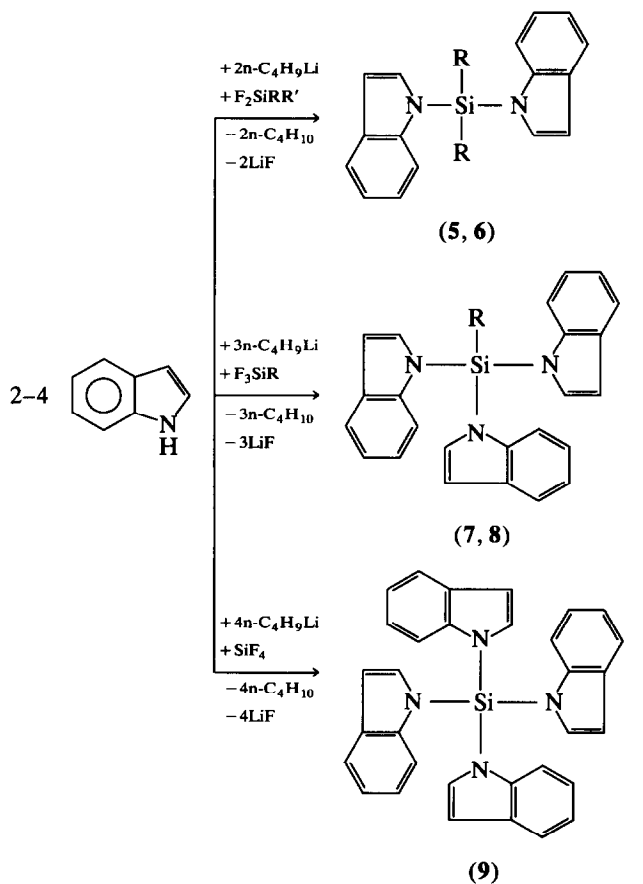
Indol reagiert mit Lithiumalkylen, z.B.  $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{Li}$ , quantitativ unter Alkanabspaltung zum N-Lithiumderivat [14], das in einer Eintopfreaktion mit Fluorsilanen Indol-1-yl-silane bildet (Gl. (1)).



	R	R'
1 [1,2]	Me	Me
2	Me	F
3	F	$\text{C}_6\text{H}_5$
4	F	$\text{CMe}_3$

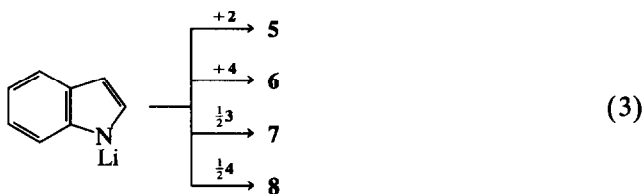
Wird das lithiierte Indol vorgelegt, so gelingt je nach molarem Verhältnis die Darstellung von Bis-, Tris- und in der Reaktion mit  $\text{SiF}_4$  auch die von Tetrakis(indol-1-yl)silanen (Gl. (2)), d.h. die Reaktivität der Si-F-Gruppe ermöglicht bei Indolderivaten eine einfache, sukzessive Mehrfachsubstitution des Siliciums als Zentralatom. Durch Abfangen und Wiedereinsetzen der Zwischenstufen können mehrere unterschiedliche Liganden am

zentralen Silicium fixiert werden [15]. Die Indol-1-ylsilane sind relativ inert gegen Hydrolyse. So ist z.B. **9**, vermutlich aufgrund der großen Lipophilie, in  $\text{H}_2\text{O}$  oder 0.1 molarer HCl bei Raumtemperatur über Tage stabil.



	R	R'
5	Me	Me
6	F	$\text{CMe}_3$
7	Ph	-
8	$\text{CMe}_3$	-

**5** bzw. **6** entstehen ebenfalls in der Umsetzung von **2** bzw. **4** mit lithiiertem Indol. **3** reagiert mit der bimolaren Menge von lithiiertem Indol zu **7** und **4** zu **8** (Gl. (3)).



Eine Zweitsilylierung des Indols, die in einer Birch-Reduktion mit Lithium und Chlorsilan und der anschließenden Oxidation des intermediären 4,7-Dihydro-

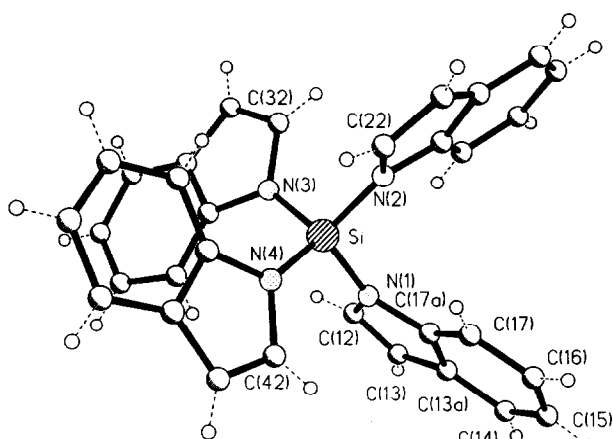
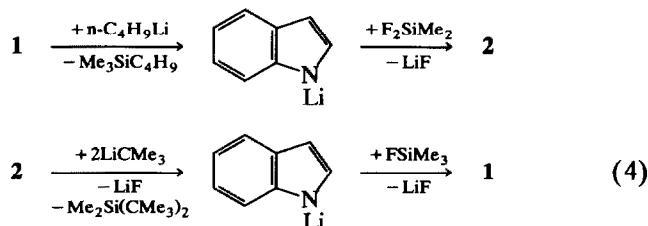


Abb. 1. Struktur von **9** im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen (pm) und -winkel ( $^\circ$ ): Si-N(1) 171.3(5), Si-N(2) 172.1(4), Si-N(3) 173.1(4), Si-N(4) 171.5(4), N(1)-C(12) 139.2(7), N(1)-C(17) 141.6(6), N(1)-Si-N(2) 108.7(2), N(2)-Si-N(3) 108.9(2), N(2)-Si-N(4) 110.8(2), N(1)-Si-N(3) 110.2(2), N(1)-Si-N(4) 109.6(2), N(3)-Si-N(4) 108.7(2).

droindol-Derivats gelang [12], konnte über die erneute Lithiierung von **1** oder **2** nicht durchgeführt werden. **1** und auch **2** werden von  $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{Li}$  und  $\text{tert-C}_4\text{H}_9\text{Li}$  elektrophil am N-Atom angegriffen. Es entsteht lithiiertes Indol, das mit  $\text{F}_2\text{SiMe}_2$  zu **2** und mit  $\text{FSiMe}_3$  zu **1** reagiert (Gl. (4)).



### 2.1. Kristallstruktur von **9** \*

Röntgentaugliche Einkristalle wurden durch Kristallisation von **9** aus THF erhalten. Nach den Ergebnissen der Strukturanalyse von **9** (Abb. 1) ist das Siliciumatom von den vier Stickstoffatomen tetraedrisch umgeben. Die vier Indolmoleküle sind gleich dem Indol-, dem 3-Methyl- und dem 4-Trimethylsilylindol-Molekül [13,16] planar. Die Winkelsumme an den N-Atomen beträgt jeweils  $360^\circ$ . Die Substitution des N-gebundenen Wasserstoffs durch ein Siliciumatom führt im Vergleich zum in 4-Stellung  $\text{Me}_3\text{Si}$ -substituierten Indol zu einer Streckung der benachbarten N-C-Bindungen um *ca.* 3 pm [13].

$(\text{C}_8\text{H}_6\text{N})_4\text{Si} \cdot \text{THF}$ : monoklin;  $C2/c$ ;  $a = 1821.2(4)$  pm  $b = 1808.8(4)$  pm  $c = 2128.5(5)$  pm,  $\beta = 114.82(2)^\circ$ ;  $V = 6.364(3) \text{ nm}^3$ ;  $Z = 8$ ;  $M_r = 564.7$ ;  $d_r = 1.18 \text{ g cm}^{-3}$ ;  $\mu(\text{Mo-K}\alpha) = 0.107 \text{ mm}^{-1}$ ; STOE-SIEMENS-AED-Diffraktometer bei  $25^\circ\text{C}$ ; 14342 Reflexe gesammelt; davon unabhängig 4139 ( $R_{\text{int}} = 0.049$ ); mit  $F > 3\sigma(F)$  beobachtet und zur Verfeinerung verwendet: 3451; 393 Parameter;  $R = 0.084$ ;  $R_w = 0.123$ ;  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.01 F^2$ ; Restelektronendichte =  $0.3 / -0.5 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ ; L1 bis L8 repräsentieren stark ungeordnetes Lösungsmittel. Strukturlösung mit Direkten Methoden [17] und Verfeinerung mit SHELXTL PLUS. Alle Wasserstoffatome wurden geometrisch ideal positioniert und als starre Gruppen nach einem Reitermodell in die Rechnung einbezogen.

### 3. Experimenteller Teil

Die Versuche wurden unter Feuchtigkeitsausschluss durchgeführt. MS: CH-5-Spektrometer, Varian. NMR:

\* Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der hinterlegungsnummer CSD-56855, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

TABELLE 1. Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope Auslenkungsparameter ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ )

Atom	x	y	z	$U_{\text{eq}}^a$
Si	2470(1)	8(1)	2510(1)	61(1)
N(1)	1951(2)	17(2)	3020(2)	67(2)
C(12)	1320(3)	-456(3)	2955(3)	83(3)
C(13)	1072(4)	-328(4)	3455(3)	97(3)
C(13A)	1560(3)	268(3)	3880(3)	81(2)
C(14)	1594(4)	643(4)	4466(3)	101(3)
C(15)	2137(4)	1178(4)	4741(3)	101(3)
C(16)	2690(4)	1371(3)	4478(3)	87(3)
C(17)	2659(3)	1013(3)	3888(2)	76(2)
C(17A)	2103(3)	465(3)	3607(2)	62(2)
N(2)	3490(2)	19(2)	3036(2)	66(2)
C(22)	4068(3)	471(3)	2942(3)	76(2)
C(23)	4800(3)	338(4)	3448(3)	97(3)
C(23A)	4728(3)	-225(3)	3892(3)	77(2)
C(24)	5276(3)	-573(3)	4496(3)	93(3)
C(25)	4983(4)	-1079(3)	4808(3)	93(3)
C(26)	4178(4)	-1254(3)	4545(3)	87(3)
C(27)	3633(3)	-927(3)	3956(3)	80(2)
C(27A)	3920(3)	-410(3)	3634(2)	62(2)
N(3)	2243(2)	-786(2)	2010(2)	67(2)
C(32)	2748(3)	-1394(3)	2113(3)	81(2)
C(33)	2378(3)	-1916(3)	1637(3)	87(3)
C(33A)	1594(3)	-1655(3)	1191(3)	72(2)
C(34)	953(4)	-1940(3)	616(3)	93(3)
C(35)	264(4)	-1549(4)	297(3)	98(3)
C(36)	205(3)	-842(4)	532(3)	90(3)
C(37)	825(3)	-532(3)	1103(3)	80(2)
C(37A)	1516(3)	-958(3)	1420(2)	62(2)
N(4)	2198(2)	761(2)	1971(2)	65(2)
C(42)	1722(3)	1357(3)	2008(3)	75(2)
C(43)	1565(3)	1824(3)	1481(3)	84(3)
C(43A)	1950(3)	1541(3)	1067(2)	71(2)
C(44)	1991(3)	1768(3)	455(3)	88(3)
C(45)	2401(3)	1341(3)	176(3)	87(3)
C(46)	2781(4)	710(3)	489(3)	89(3)
C(47)	2750(3)	459(3)	1099(3)	80(3)
C(47A)	2329(3)	878(3)	1370(2)	62(2)
L(1)	-417(10)	2690(10)	1740(13)	289(17)
L(2)	5420(17)	2501(6)	2171(16)	185(12)
L(3)	0	3233(12)	2500	306(29)
L(5)	-246(7)	1942(8)	2074(8)	235(13)
L(6)	4737(17)	2495(9)	1970(19)	278(20)
L(7)	4066(27)	2516(10)	1538(9)	317(19)
L(8)	3883(16)	2466(6)	2179(20)	265(17)

<sup>a</sup>  $U_{\text{eq}}$  berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$  Tensors.

30%. Lösungen in  $\text{CDCl}_3$ ; TMS,  $\text{C}_6\text{F}_6$  intern; Bruker WP-80- oder AM-250-Kernresonanzgerät.

#### 3.1. Indol-1-yl-silane 1-4

0.1 Mol (11.7 g) Indol in *ca.* 50 ml *n*-Hexan-THF werden bei Raumtemperatur mit der äquimolaren Menge  $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{Li}$  (15% in *n*-Hexan) versetzt. Anschließend wird die Lösung kurz unter Rückfluß erhitzt. Nach beendeter Butanabspaltung wird auf  $0^\circ\text{C}$  gekühlt und 0.1 mol  $\text{FSiMe}_3$  (9.2 g),  $\text{F}_2\text{SiMe}_2$  (9.6 g)

eingeleitet bzw.  $F_3SiCMe_3$  (14.2 g) zugetropft. Der Reaktionsfortschritt wird  $^{19}F$ -NMR-spektroskopisch verfolgt. Die Reaktionen sind nach ca. 0.5–1 h beendet. 1–4 werden destillativ gereinigt.

### 3.1.1. Indol-1-yl-trimethylsilan (1) [6–8]

Von 1 werden in der Literatur fehlende NMR-spektroskopische Daten ergänzt.  $^{13}C$ -NMR: –0.27 (s,  $SiC_3$ ); 104.6 (C3); 112.8 (C7); 119.8 (C6); 120.8 (C4); 121.4 (C5); 129.7 (C2); 131.6, 140.1 (C8), (C9) ppm.  $^{15}N$ -NMR ( $CH_3NO_2$  ext.): –237.9 ppm.  $^{29}Si$ -NMR: 11.09 ppm.

### 3.1.2. Indol-1-yl-fluordimethylsilan (2)

Ausb. 16.5 g (85%), Sdp. 95°C/0.01 mbar. MS (FI):  $m/z$  (%) = 193(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 0.94 (d, 6H,  $^3J(HF) = 6.6$  Hz,  $SiCH_3$ ); 7.1 (1H); 7.5 (1H); 7.6–7.7 (2H); 8.05 (1H); 8.16 (1H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: –1.20 (d,  $^2J_{CF} = 16.57$  Hz,  $SiC_2$ ); 105.8, 113.6, 121.4, 121.6, 122.9, 129.1 (C2–C7); 132.0, 140.2 (C8, C9) ppm.  $^{19}F$ -NMR: 19.03 ppm.  $^{29}Si$ -NMR: 10.6 (d,  $J(SiF) = 281.6$  Hz) ppm. Anal. Gef.: C, 62.92; H, 6.83.  $C_{10}H_{12}FNSi$  (193.3) ber.: C, 62.14; H, 6.27%.

### 3.1.3. Indol-1-yl-difluorphenylsilan (3)

Ausb. 23.3 g (90%), Sdp. 90°C/0.01 mbar. MS (FI):  $m/z$  (%) = 259(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 6.9 (1H); 7.4 (3H); 7.6 (2H); 7.75 (2H); 7.9 (3H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: 108.1 (t,  $^4J(CF) = 0.8$  Hz, C3); 113.2 (t,  $^4J(CF) = 1.8$  Hz, C7); 121.1, 121.8, 123.2 (s, C4–C6); 123.7 (t,  $^2J(CF) = 23.5$  Hz, SiC); 128.3 (t,  $^3J_{CF} = 1.3$  Hz, C2); 128.7 (t,  $^4J(CF) = 0.6$  Hz, C3, C5,  $SiC_6$ ); 131.4 (t,  $^4J(CF) = 1.0$  Hz, C9); 133.2 (t,  $^5J(CF) = 0.6$  Hz, C4); 134.8 (t,  $^3J(CF) = 1.3$  Hz, C2, C6,  $SiC_6$ ); 139.7 (s, C8) ppm.  $^{19}F$ -NMR: 23.5 ppm.  $^{29}Si$ -NMR: –51.6 (t,  $J(SiF) = 271.6$  Hz) ppm. Anal. Gef.: C, 65.21; H, 4.49.  $C_{14}H_{11}F_2NSi$  (259.3) ber.: C, 64.84; H, 4.28%.

### 3.1.4. Tert-butyl-difluor-indol-1-yl-silan (4)

Ausb. 20.8 g (87%), Sdp. 35°C/0.02 mbar. MS (FI):  $m/z$  (%) = 239(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 1.00 (t, 9H,  $^4J(HF) = 1.26$  Hz,  $CH_3$ ); 6.6 (1H); 6.8 (1H); 7.1–7.2 (2H); 7.58 (1H); 7.6 (1H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: 17.5 (t,  $^2J(CF) = 18.5$  Hz, SiC); 24.6 (s,  $SiCC_3$ ); 107.8 (s, C3); 113.3 (t, C7); 120.9, 121.5, 123.1 (s, C4, C5, C6); 127.7 (t,  $^3J(CF) = 1.8$  Hz, C2); 127.7, 139.7 (C8, C9) ppm.  $^{19}F$ -NMR: 16.9 ppm.  $^{29}Si$ -NMR: –39.3 (t,  $J(SiF) = 305.8$  Hz) ppm. Anal. Gef.: C, 60.53; H, 6.61.  $C_{12}H_{15}F_2NSi$  (239.3) ber.: C, 60.22; H, 6.32%.

## 3.2. Bis(indol-1-yl)silane 5 und 6

Zu einer Lösung von 0.05 mol  $F_2SiMe_2$  (5) bzw.  $F_3SiCMe_3$  (6) in 100 ml n-Hexan–THF werden bei –10°C 0.1 mol lithiiertes Indol in 50 ml THF getropft.

Anschließend wird innerhalb 1 h auf 0°C erwärmt und bei dieser Temperatur 2 h gerührt. Danach wird die Lösung 0.5 h unter Rückfluß erhitzt. 5 und 6 kristallisieren nach Einengen der Lösung aus und werden durch erneute Kristallisation aus n-Hexan gereinigt.

### 3.2.1. Bis(indol-1-yl)dimethylsilan (5)

Ausb. 12.3 g (85%), Schmp. 146°C. MS (FI):  $m/z$  (%) = 290(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 1.1 (s,  $SiMe_2$ , 6H); 6.8 (2H); 7.2–7.3 (8H); 7.8 (2H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: –1.03 ( $SiC_2$ ); 106.6, 112.8, 120.7, 120.9, 122.3, 129.2 (C2–C7); 131.7, 139.9 (C8, C9) ppm.  $^{29}Si$ -NMR: 0.6 ppm. Anal. Gef.: C, 74.38; H, 6.16.  $C_{18}H_{18}N_2Si$  (290.4) ber.: C, 74.44; H, 6.23%.

### 3.2.2. Tert-butyl-fluor-bis(indol-1-yl)silan (6)

Ausb. 12.4 g (74%), Schmp. 115°C. MS (FI):  $m/z$  (%) = 336(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 1.34 (d, 9H,  $^4J(HF) = 1.0$  Hz,  $CH_3$ ); 6.8 (2H); 7.08 (2H); 7.2 (4H); 7.35 (2H); 7.68 (2H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: 19.5 (d,  $^2J(CF) = 15.5$  Hz, SiC); 26.0 (s,  $SiCC_3$ ); 108.05 (d,  $J(CF) = 0.9$  Hz, C3); 113.5 (d,  $J(CF) = 3.0$  Hz, C7); 120.8, 121.4, 123.0 (s, C4, C5, C6); 128.3 (d,  $J(CF) = 1.2$  Hz, C2); 131.0, 140.0 (s, C8, C9) ppm.  $^{19}F$ -NMR: 10.9 ppm.  $^{29}Si$ -NMR: –26.9 (d,  $J(SiF) = 287.5$  Hz) ppm. Anal. Gef.: C, 71.53; H, 6.48.  $C_{20}H_{21}FN_2Si$  (336.5) ber.: C, 71.39; H, 6.29%.

## 3.3. Tris(indol-1-yl)silane 7 und 8

Zu einer Lösung von 0.01 mol  $F_3SiC_6H_5$  (7) bzw.  $F_3SiCMe_3$  (8) in 100 ml n-Hexan–THF werden bei Raumtemperatur 0.03 mol lithiiertes Indol in 50 ml THF getropft. Anschließend wird die Lösung 2 h unter Rückfluß erhitzt. 7 und 8 kristallisieren nach dem Abdestillieren der Lösungsmittel aus und werden durch erneute Kristallisation aus n-Hexan gereinigt.

### 3.3.1. Tris(indol-1-yl)phenylsilan (7)

Ausb. 3.8 g (84%), Schmp. 183°C. MS (FI):  $m/z$  (%) = 453(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 6.65 (C2, 3H); 6.80 (C3, 3H); 6.90, 7.10 (C5, C6, 6H); 7.00 (C4, 3H); 7.62 (C7, 3H); 7.38 (C3, C5, C6, 2H); 7.55 (C4, C6, 1H); 7.69 (C2, C6, C6, 2H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: 108.11 (C3); 113.60 (C7); 121.00, 121.54, 123.00 (C4, C5, C6); 127.40 (SiC); 129.03 (C3, C5,  $SiC_6$ ); 129.96 (C2); 131.85 (C9); 132.74 (C4,  $SiC_6$ ); 135.67 (C2, C6,  $SiC_6$ ); 140.10 (C8) ppm.  $^{29}Si$ -NMR: –34.6 ppm. Anal. Gef.: C, 79.19; H, 4.98.  $C_{30}H_{23}N_3Si$  (453.6) ber.: C, 79.43; H, 5.11%.

### 3.3.2. Tert-butyl-tris(indol-1-yl)silan (8)

Ausb. 3.3 g (76%), Schmp. 145°C. MS (FI):  $m/z$  (%) = 433(100)  $M^+$ .  $^1H$ -NMR: 1.39 (s, 9H,  $CH_3$ ); 6.84 (3H); 6.99 (3H); 7.16–7.19 (6H); 7.28 (3H); 7.72 (3H) ppm.  $^{13}C$ -NMR: 21.67 (s, SiC); 28.59 ( $SiCC_3$ ); 108.34

(C3); 114.35 (C7); 120.88, 121.47, 122.99 (C4, C5, C6); 129.86 (C2); 131.67 (C9); 140.10 (C8) ppm.  $^{29}\text{Si}$ -NMR:  $-20.3$  ppm. Anal. Gef.: C, 77.41; H, 5.97.  $\text{C}_{28}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{Si}$  (433.63) ber.: C, 77.76; H, 6.28%.

### 3.4. Tetrakis(indol-1-yl)silan (9)

In eine Lösung von 0.04 mol lithiiertem Indol in 100 ml n-Hexan-THF werden 0.01 mol  $\text{SiF}_4$  bei  $-70^\circ\text{C}$  eingeleitet. Die Reaktionsmischung wird 2 h bei dieser Temperatur gerührt und anschließend innerhalb von 5 h auf Raumtemperatur erwärmt. Nach Abziehen der Lösungsmittel kristallisiert **9** aus und wird durch erneute Kristallisation aus n-Hexan analysenrein erhalten. Röntgentaugliche Einkristalle wurden durch Kristallisation aus THF gewonnen.

Ausb. 2.8 g (56%), Zersetzung  $> 200^\circ\text{C}$ . MS (FI):  $m/z$  (%) = 942(100)  $\text{M}^+$ .  $^1\text{H}$ -NMR: 6.70 (HC4); 6.73 (HC2); 6.91 (HC5); 7.05 (HC3); 7.11 (HC6); 7.62 (HC7) ppm.  $^{13}\text{C}$ -NMR: 109.30 (C3); 112.99 (C7); 121.18, 122.09, 123.66 (C4, C5, C6); 128.98 (C2); 131.77 (C9); 139.62 (C8) ppm.  $^{29}\text{Si}$ -NMR:  $-51.33$  ppm.

### Dank

Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie unterstützt.

### Literatur

- 1 A. Weissberger und E.C. Taylor, *The Chemistry of Heterocyclic Compounds - Indoles*, Wiley-Interscience, New York, 1972.
- 2 R.H.F. Manske, *The Alkaloids, Vol. 2*, Academic Press, New York, 1968.
- 3 W.C. Roese, *Physiol. Rev.*, 18 (1938) 109.
- 4 F. Kogl, A.J. Haagen-Smit und H. Erxleben, *Z. Physiol. Chem.*, 214 (1933) 241.
- 5 M.E. Speeter, R.V. Heinzleman und D.J. Weisblat, *J. Am. Chem. Soc.*, 73 (1951) 5514.
- 6 E.W. Colvin, *Chem. Soc. Rev.*, 7 (1978) 15.
- 7 W.P. Weber, *Silicon Reagents for Organic Synthesis*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1983.
- 8 J. Fleming, *Chem. Soc. Rev.*, 10 (1981) 83.
- 9 C.F. Candy und R.A. Jones, *J. Org. Chem.*, 36 (1971) 3993.
- 10 D. Lucas und J.C. Pommier, *J. Organomet. Chem.*, 57 (1973) 139.
- 11 R.J. Sundberg und H.F. Russel, *J. Org. Chem.*, 38 (1973) 3324–3330.
- 12 A.G.M. Barrett, D. Dauzonne, J.A. O'Neil und A. Renaud, *J. Org. Chem.*, 49 (1984) 4409–4415.
- 13 A.G.M. Barrett, D. Dauzonne und D.J. Williams, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, (1982) 636–637.
- 14 D.A. Shirley und P.A. Roussel, *J. Am. Chem. Soc.*, 75 (1953) 375–378.
- 15 U. Klingebiel und W. Lüttke, im Erscheinen.
- 16 A.W. Hansen, *Acta Crystallogr.*, 17 (1964) 559.
- 17 G.M. Sheldrick, *Acta Crystallogr., A* 46 (1990) 467.