

## **SYNTHESE VON BIS(FLUORSILYL)ANILINEN**

**U. KLINGEBIEL, J. NEEMANN und A. MELLER**

Institut für Anorganische Chemie der Universität Göttingen, Tammannstraße 4,  
3400 Göttingen (Bundesrepublik Deutschland)

### **SUMMARY**

Fluorosilanes react with N-lithio-2,4,6-trimethyl-aniline with LiF elimination and substitution. Lithium salts are obtained by the reaction of N-(fluoro-diorganylsilyl)-2,4,6-trimethylanilines with butyllithium. Further reactions of these lithium salts with fluorosilanes gives bis(fluorosilyl)-anilines. The  $^{19}\text{F}$  NMR spectra of the N-(fluorosilyl)-N-(di-fluorosilyl)anilines with chiral silicon and bulky substituents show AB systems for the  $\text{SiF}_2$  groups. Analyses for C and H, NMR and mass spectra are reported for all compounds.

### **ZUSAMMENFASSUNG**

Fluorsilane reagieren mit lithiertem 2,4,6-Trimethylanilin unter LiF-Ab-spaltung und Substitution. N-(Fluor-diorganylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin-Verbindungen bilden in der Reaktion mit Butyllithium unter Butanabspaltung entsprechende Lithiumsalze. Die erneute Reaktion dieser Lithiumsalze mit Fluorsilanen führt zur Bildung von Bis(fluorosilyl)anilinen. Die  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren der dargestellten N-(Fluorsilyl)-N-(difluorosilyl)aniline zeigen für die Fluoratome der  $\text{SiF}_2$ -Gruppierungen in Verbindungen mit chiralem Silicium und sperrigen Substituenten AB-Systeme. Die C-, H- Elementaranalysen, NMR- und Massenspektren der Verbindungen werden mitgeteilt.

## EINLEITUNG

Fluorsilane reagieren im Gegensatz zu Chlorsilanen mit Aminen, hier dem 2,4,6-Trimethylanilin, bevorzugt unter Adduktbildung [1]. Substitutionsverbindungen sind jedoch in der Reaktion mit lithiertem 2,4,6-Trimethylanilin unter LiF-Abspaltung leicht zugänglich [2], Gl. (1).

$$\begin{array}{ccc} \begin{array}{c} \text{R}' \\ | \\ \text{R}-\text{Si}-\text{F} \\ | \\ \text{F} \end{array} & \xrightarrow{\text{+ LiNHR''}} & \begin{array}{c} \text{R}' \\ | \\ \text{R}-\text{Si}-\bar{\text{N}} \begin{array}{l} \diagup \text{R}'' \\ \diagdown \text{H} \end{array} \\ | \\ \text{F} \end{array} \end{array} \quad (1)$$

I - III

---

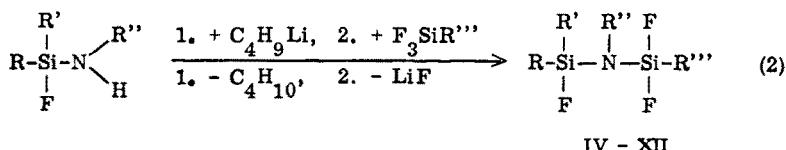
	R	R'	R''
I	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
II	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
III	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>

Die durch die Einführung von mesomer stabilisierenden Substituenten, wie der 2,4,6-Trimethylanilin-Gruppierung in Aminofluorsilanen hervorgerufenen elektronischen Veränderungen des SiF-NH-Gerüsts, ermöglichen in der Reaktion mit Butyllithium die Lithiierung der N-(Fluor-diorganylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin-Verbindungen [3 - 5]. Das Reaktionsverhalten der Lithio-aminofluorsilane gegenüber Halogensilanen ist analog anderen lithierten Aminen oder Silylaminen [6], so daß auf diesem Weg gezielt auch unterschiedlich fluorsilylsubstituierte Amine [4] bzw. Aniline synthetisiert werden können.

## ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Zur Darstellung der Bis(fluorsilyl)aniline werden Diorganylfluorsilylaniline (I - III) [2, 4] bei Raumtemperatur in Petrolether mit einer 15 %igen Lösung von Butyllithium in Hexan versetzt. Nach beendeter Butanentwicklung wird die Aufschämmung des Lithiumsalzes direkt mit den entsprechenden Fluorsilanen versetzt.

Folgende Verbindungen wurden nach Gl. (2) erstmals hergestellt.



	R	R'	R''	R'''
IV	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
V	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
VI	CH <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
VII	CH <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
VIII	CH <sub>3</sub>	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
IX	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
X	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
XI	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
XII	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	2,4,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>

Die Bis(fluorsilyl)aniline (IV - XII) sind hydrolyseempfindliche Substanzen, die in Inertgasatmosphäre jedoch gut haltbar sind. Die im flüssigen Zustand zum Teil tiefroten Verbindungen lassen sich im Vakuum ohne Zersetzung destillieren bzw. sublimieren. Mit gängigen organischen Lösungsmitteln sind IV, V, VII - IX, XI und XII gut mischbar, VI und X können aus Petrolether umkristallisiert werden.

Die den NMR-Spektren zu entnehmenden Parameter  $\delta$  H,  $\delta$  F,  $J_{HF}$  und  $J_{FF}$  der Verbindungen I - XII sind in der Tabelle aufgeführt. Von den Verbindungen IV - VIII wurden zusätzlich <sup>29</sup>Si-NMR-Spektren aufgenommen. Entsprechend einer Wechselwirkung erster Ordnung zeigen die NMR-Spektren von I - VII die zu erwartenden Multipletts. Die Verbindungen VI - XII enthalten chirales Silicium, d.h. die Fluoratome der SiF<sub>2</sub>-Gruppe sind diastereotop und können daher in <sup>19</sup>F-AB-Quartetts aufspalten. VII, VIII und IX sind strukturisomer, ebenso V, XI und XII, jedoch nur für VIII, IX, XI und XII werden im <sup>19</sup>F-NMR-Spektrum AB-Teile beobachtet. Hochtemperaturmessungen bis 170°C haben noch keine Äquilibrierung der Fluoratome zur Folge. Nach bisherigen Erkenntnissen bewirkt Silicium als chirales Zentrum in dieser Verbindungsklasse nur in Substitution mit einem spezifigen Liganden, z.B. der tert.-Butylgruppe, die magnetische Nichtäquivalenz der Fluoratome der -SiF<sub>2</sub>-R-Gruppierung.

## TABELLE

Chemische Verschiebungen  $\delta^1\text{H}$ ,  $\delta^{19}\text{F}$ ,  $\delta^{29}\text{Si}$  und Kopplungskonstanten  $J_{\text{HF}}$ ,  $J_{\text{FF}}$  und  $J_{\text{SiF}}$  der dargestellten Verbindungen<sup>a)</sup>

	Verb. $\delta^1\text{H}$ [ppm]	$\delta^{19}\text{F}$ [ppm]	$\delta^{29}\text{Si}$ [ppm]	$J_{\text{HF}}$ [Hz]	$J_{\text{FF}}$ [Hz]	$J_{\text{SiF}}$ [Hz]
I <sup>b)</sup>	0.66 SiCH <sub>2</sub> 0.94 CCH <sub>3</sub> 1.83 CH 2.23 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 3.0 NH 6.83 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	30.7	- 1.1	5.3		296.6
II	1.05 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.12 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 2.22 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 5.1 NH 6.68 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.3 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	12.9				
III	1.02 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.21 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 2.29 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.9 NH 6.83 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	10.7		1.0		
IV <sup>b)</sup>	0.88 [C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> 0.92 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.27 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 6.91 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	27.0 SiF 34.1 SiF <sub>2</sub>	+ 4.1 SiF - 36.2 SiF <sub>2</sub>	6.5	304.0 284.4	
V	1.08 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.18 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 2.23 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 6.78 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.28 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	9.5 SiF 33.5 SiF <sub>2</sub>	1.3 SiF - 53.5 SiF <sub>2</sub>	1.1	313.7 274.5	

TABELLE (Fortsetzung)

Verb.	$\delta^1\text{H}$ [ppm]	$\delta^{19}\text{F}$ [ppm]	$\delta^{29}\text{Si}$ [ppm]	$J_{\text{HF}}$ [Hz]	$J_{\text{FF}}$ [Hz]	$J_{\text{SiF}}$ [Hz]
VI	0.23 SiCH <sub>3</sub> 2.23 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.33 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 6.95 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.35 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	22.6 SiF 27.7 SiF <sub>2</sub>	- 7.2 - 52.7	6.4		287.5 269.8
VII	0.34 SiCH <sub>3</sub> 0.80 SiC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.22 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.38 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 6.87 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.5 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	21.9 SiF 25.5 SiF <sub>2</sub>	7.4 SiF - 39.7 SiF <sub>2</sub>	6.4 1.2	0.7 FSiNSiF <sub>2</sub>	288.1 293.0
VIII	0.12 SiCH <sub>3</sub> 0.94 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.19 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.27 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 6.78 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.4 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	19.1 SiF 29.0 SiF <sub>A(B)</sub> 31.2 SiF <sub>B(A)</sub>	6.4 SiF - 52.1 SiF <sub>2</sub>	6.2 1.0	0.6 FSiNSiF <sub>2</sub>	302.6 272.1 41.0
IX	- 0.03 SiCH <sub>3</sub> 0.78 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.23 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 2.42 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 6.88 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.6 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	34.9 SiF <sub>A(B)</sub> 38.9 SiF <sub>B(A)</sub> 11.9 SiF		5.1 1.0	43.0 42.0	
X	0.75 C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 2.23 2,6-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 2.27 4-C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> 6.88 C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> 7.4 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	13.2 SiF 27.6 SiF <sub>A(B)</sub> 29.6 SiF <sub>B(A)</sub>		1.0	42.0 42.0	

TABELLE (Fortsetzung)

Verb.	$\delta^1\text{H}$ [ppm]	$\delta^{19}\text{F}$ [ppm]	$\delta^{29}\text{Si}$ [ppm]	$J_{\text{HF}}$ [Hz]	$J_{\text{FF}}$ [Hz]	$J_{\text{SiF}}$ [Hz]
XI	0.78 $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ 2.23 4- $\text{C}_6\text{H}_2\text{CH}_3$ 2.40 2,6- $\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_2$ 6.9 $\text{C}_6\text{H}_2$ 7.6 $\text{C}_6\text{H}_5$		12.2 SiF 33.1 SiF <sub>A(B)</sub> 36.9 SiF <sub>B(A)</sub>		1.1 44.0 3.0 44.0	
XII	0.73 $\text{F}_2\text{SiC}(\text{CH}_3)_3$ 0.83 $\text{FSiC}(\text{CH}_3)_3$ 2.21 4- $\text{C}_6\text{H}_2\text{CH}_3$ 2.43 2,6- $\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_2$ 6.88 $\text{C}_6\text{H}_2$ 7.6 $\text{C}_6\text{H}_5$		27.5 SiF <sub>A(B)</sub> 28.5 SiF <sub>B(A)</sub> 10.9 SiF		1.0 39.0 39.0 1.0	
a)	$^1\text{H}$ - und $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren vermessen als 30 %ige Lösung in $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , TMS und $\text{C}_6\text{F}_6$ intern; $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren vermessen als 50 %ige Lösung in $\text{C}_6\text{F}_6$ , TMS intern; - ppm $\triangleq$ höheres Feld gegenüber dem Standard.					
b)	$^3J_{\text{HH}} = 6.5$ Hz.					

## EXPERIMENTELLER TEIL

Alle Versuche wurden unter Feuchtigkeitsausschluß in einer trockenen  $\text{N}_2$ -Atmosphäre durchgeführt. -  $^1\text{H}$ - und  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren: Hochauflösendes Bruker 60 E-Kernresonanzgerät. -  $^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektren: Bruker HX-8-Kernresonanzgerät. - Massenspektren: CH-5 Spektrometer der Firma Varian MAT, 70 eV (Peaks über m/e = 100 mit mehr als 5 %, Molekülpeak auch bei geringerer Intensität).

### Darstellung der Diorganylfluorsilyl-2,4,6-trimethylaniline I - III

In einem 500 ml Zweihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler werden 0.2 mol des lithiierten 2,4,6-Trimethylanilins in ca. 150 ml n-Hexan vorgelegt und unter Röhren im Eisbad mit der äquimolaren Menge der Difluorsilane versetzt. Nach beendeter Zugabe wird 1 h am Rückfluß erhitzt, das Lösungsmittel abgezogen und die entstandenen Verbindungen durch fraktionierte Destillation (I, III) bzw. durch Sublimation (II) gereinigt. III kristallisiert während der Destillation aus.

N-(Di-iso-butylfluorsilyl)-2,4,6-trimethylanilin I. Ausb. 53 g (90 %), Kp. 89°C/0.01 Torr; Farbe: orange-rot; IR: 3380 cm<sup>-1</sup> ν(NH); MS: 295 (100) [M]<sup>+</sup>, 239 (35) [M-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>]<sup>+</sup>, 182 (81), 167 (28).

C<sub>17</sub>H<sub>30</sub>FNSi (295.5) Ber. C 69.10 H 10.23

Gef. C 68.72 H 10.22

N-(tert.-Butylfluorophenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin II. Ausb. 55 g (88 %), Schmp. 108°C; IR: 3370 cm<sup>-1</sup> ν(NH); MS: 315 (84) [M]<sup>+</sup>, 258 (100) [M-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>]<sup>+</sup>, 244 (26), 216 (21), 199 (20), 179 (49), 166 (16), 143 (25).

C<sub>19</sub>H<sub>26</sub>FNSi (315.5) Ber. C 72.33 H 8.31

Gef. C 72.13 H 8.15

N-(Di-tert.-butylfluorsilyl)-2,4,6-trimethylanilin III. Ausb. 47 g (80 %), Kp. 109°C/0.01 Torr, Schmp. 61°C; IR: 3370 cm<sup>-1</sup> ν(NH); MS: 295 (55) [M]<sup>+</sup>, 238 (79) [M-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>]<sup>+</sup>, 222 (8), 217 (10), 196 (100), 181 (42), 166 (17).

C<sub>17</sub>H<sub>30</sub>FNSi (295.5) Ber. C 69.10 H 10.23

Gef. C 69.05 H 10.17

### Darstellung der Bis(fluorsilyl)-2,4,6-trimethylaniline IV - XII

Zu 0.1 mol der monosubstituierten Verbindungen [4] I - III in 50 ml Petrolether wird bei Raumtemperatur (Innenthermometer) unter Röhren die äquimolare Menge Butyllithium (15 %ige Lösung in Hexan) getropft. Während der Zugabe fällt unter Butanabspaltung das Lithiumsalz des N-(Diorganylfluorsilyl)-2,4,6-trimethylanilins als gelb-brauner Feststoff aus. Zur Verhinderung einer Zweisubstitution werden 0.1 mol des einzusetzenden Fluorsilans in 100 ml Petrolether vorgelegt und unter Röhren mit der Aufschämmung des Lithiumsalzes in PE/Hexan versetzt. Die Reaktion verläuft exotherm. Die Aufarbeitung erfolgt wie oben beschrieben. VI und X kristallisieren während der Destillation aus.

N-(iso-Butyldifluorsilyl)-N-(di-iso-butylfluorsilyl)-2,4,6-trimethylanilin IV.  
 Ausb. 37 g (90 %), Kp. 85° C/0.01 Torr; Farbe: rot; MS: 417 (56) [M]<sup>+</sup>, 360 (51)  
 $[M-C_4H_9]^+$ , 304 (85), 262 (21), 248 (100), 237 (22).

$C_{21}H_{38}F_3NSi_2$  (417.7) Ber. C 60.39 H 9.17  
 Gef. C 60.63 H 9.43

N-(Di-tert.-Butylfluorsilyl)-N-(difluorphenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin V.  
 Ausb. 38 g (90 %), Kp. 138° C/0.01 Torr; Farbe: rot; MS: 437 (3) [M]<sup>+</sup>, 380 (100)  
 $[M-C_4H_9]^+$ , 361 (6) [M-F,  $C_4H_9]^+$ , 337 (92), 302 (7), 260 (24).

$C_{23}H_{34}F_3NSi_2$  (437.7) Ber. C 63.12 H 7.83  
 Gef. C 63.04 H 7.77

N-(Difluorphenylsilyl)-N-(fluormethylphenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin VI.  
 Ausb. 38 g (92 %), Kp. 126° C/0.01 Torr; Schmp. 62° C; Farbe: orange; MS: 415  
 (52) [M]<sup>+</sup>, 336 (100), 321 (19), 256 (40), 241 (13).

$C_{22}H_{24}F_3NSi_2$  (415.6) Ber. C 63.58 H 5.82  
 Gef. C 63.77 H 6.11

N-(tert.-Butyldifluorsilyl)-N-(fluormethylphenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin VII.  
 Ausb. 31 g (80 %), Kp. 110° C/0.01 Torr; Farbe: rot; MS: 395 (61) [M]<sup>+</sup>, 338  
 (24)  $[M-C_4H_9]^+$ , 318 (100)  $[M-C_6H_5]^+$ , 261 (29)  $[M-C_4H_9, C_6H_5]^+$ , 246 (12), 237  
 (28), 222 (24), 195 (37).

$C_{20}H_{28}F_3NSi_2$  (395.6) Ber. C 60.72 H 7.13  
 Gef. C 60.79 H 7.21

N-(tert.-Butylfluormethylsilyl)-N-(difluorphenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin VIII.  
 Ausb. 27 g (70 %), Kp. 128° C/0.01 Torr; Farbe: rot; MS: 395 (26) [M]<sup>+</sup>, 338  
 (100)  $[M-C_4H_9]^+$ , 260 (24), 246 (15).

$C_{20}H_{28}F_3NSi_2$  (395.6) Ber. C 60.72 H 7.13  
 Gef. C 60.51 H 7.08

N-(tert.-Butylfluorphenylsilyl)-N-(difluormethylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin IX.  
 Ausb. 16 g (40 %), Kp. 105° C/0.01 Torr; Farbe: rot; MS: 395 (20) [M]<sup>+</sup>, 338  
 (100)  $[M-C_4H_9]^+$ , 322 (12), 279 (15), 261 (21), 246 (13), 217 (33), 201 (13).

$C_{20}H_{28}F_3NSi_2$  (395.6) Ber. C 60.72 H 7.13  
 Gef. C 60.69 H 7.09

N-(tert.-Butylfluorophenylsilyl)-N-(difluorophenylsilyl)-2,4,6-trimethylanilin

**X.** Ausb. 27 g (60 %), Kp.  $133^{\circ}\text{C}/0.01$  Torr; Schmp.  $^{\circ}\text{C}$ ; MS: 457 (29)  $[\text{M}]^+$ ,

400 (97)  $[\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9]^+$ , 338 (24), 323 (100)  $[\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9, \text{C}_6\text{H}_5]^+$ .

$\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{F}_3\text{NSi}_2$  (457.7) Ber. C 65.61 H 6.61

Gef. C 65.74 H 6.73

N-(iso-Butyldifluorsilyl)-N-(tert.-butylfluorophenylsilyl)-2,4,6-trimethyl-

anilin **XI.** Ausb. 24 g (55 %), Kp.  $100^{\circ}\text{C}/0.01$  Torr; Farbe: rot; MS: 437 (31)

$[\text{M}]^+$ , 380 (74)  $[\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9]^+$ , 324 (100)  $[\text{M}-2\text{C}_4\text{H}_9]^+$ , 303 (11)  $[\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9, \text{C}_6\text{H}_5]^+$ , 246 (22).

$\text{C}_{23}\text{H}_{34}\text{F}_3\text{NSi}_2$  (437.7) Ber. C 63.12 H 7.83

Gef. C 63.05 H 7.71

N-(tert.-Butyldifluorsilyl)-N-(tert.-butylfluorophenylsilyl)-2,4,6-trimethyl-

anilin **XII.** Ausb. 18 g (40 %), Kp.  $121^{\circ}\text{C}/0.01$  Torr; Farbe: rot; MS: 437 (20)

$[\text{M}]^+$ , 380 (96)  $[\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9]^+$ , 337 (100), 260 (37), 246 (17).

$\text{C}_{23}\text{H}_{34}\text{F}_3\text{NSi}_2$  (437.7) Ber. C 63.12 H 7.83

Gef. C 63.06 H 8.08

## DANK

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

## LITERATUR

- 1 U. Wannagat, Advances of Inorg. Radiochem. 6 (1964) 225.
- 2 U. Klingebiel, D. Bentmann und A. Meller, J. Organomet. Chem. 144 (1978) 381.
- 3 U. Klingebiel und A. Meller, Z. Naturforsch. 32b (1977) 537.
- 4 U. Klingebiel, D. Bentmann und A. Meller, Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.
- 5 U. Klingebiel, Z. Naturforsch., im Druck.
- 6 D. H. Harris und M. F. Lappert, Organomet. Chem. Rev. 2 (1976) 13.
- 7 U. Klingebiel und A. Meller, Z. Anorg. Allg. Chem. 430 (1977) 234.