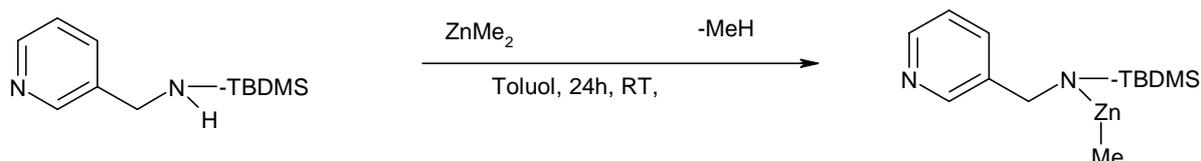


# Protokoll

zum Anorganisch-Chemischen Praktikum III

## Darstellung von (3-Pyridylmethyl)-(TBDMS-amido)-Zinkmethanid

### Reaktion:



**C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>Si**  
(M= 222,39)

**C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>SiZn**  
(M= 289,80)

Es soll untersucht werden, ob wie beim (2-Pyridylmethyl)-(TBDMS-amido)-Zinkmethanid Kristalle einer dimeren Spezies gewonnen werden können.

<u>Stoffmengen:</u>	3-Pyridylmethyl-TBDMS-Amin (*1*):	6,00g (27.0mmol)
	Dimethylzink (2M Lsg)	13.5ml (27.0mmol)
	Toluol (abs. Na)	25ml

Durchführung: Die gesamte Versuchsdurchführung findet durch Verwendung von Schlenk-Techniken unter Schutzgas (Ar) statt. 6.00g (\*1\*) werden in 25ml absolutem Toluol gelöst und dazu 13.5ml einer 2M Lösung von Dimethylzink gegeben. Die Lösung wird für 24h bei Raumtemperatur gerührt wobei ein gasförmiges Reaktionsprodukt (Methan) entweicht. Für das NMR-Spektrum wird bei einem Teil der Lösung das Lösungsmittel im Hochvakuum entfernt. Die gelbgefärbte Lösung wird anschließend auf ca. 30% ihres Ausgangsvolumens eingeeengt und zum Auskristallisieren in den Kühlschrank gestellt. Allerdings bilden sich innerhalb einer Woche bei 5°C keine Kristalle (evtl. keine definierte Struktur durch Bildung oligomerer Spezies).

Ausbeute: Wurde nicht bestimmt, da Lösungsmittel nicht vollständig entfernt. Stoffumsatz bei der Reaktion nahezu vollständig (→ NMR)

Identifizierung: <sup>1</sup>H-NMR (270MHz, C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>), siehe hinten  
 δ(ppm)= -0.06 (s, 6H, **Me-SiR<sub>2</sub>-Me**), 0.87 (s, 9H, **-Si-tBu**), 3.54 (d, 2H, J=8.4Hz, Ph-**CH<sub>2</sub>-NR<sub>2</sub>**), 6.73 (dd 1H, J1=7.6Hz,

$J_2=4.9\text{Hz}$ ) 7.20 (d, 1H,  $J=8.4\text{Hz}$ ), 8.44 (d, 1H,  $J=4.9\text{Hz}$ ), 8.59 (s, 1H)

Methyl-Zink-Gruppe nicht auf Spektrum ( $<0\text{ppm}$ )

$^{13}\text{C-NMR}$  (68MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ), siehe hinten

$\delta(\text{ppm})= -5.2$  (**Me-SiR<sub>2</sub>-Me**), 18.3 (-Si-**C**-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 26.3 (-Si-C-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), 43.8 (Ph-**CH<sub>2</sub>**-NR<sub>2</sub>), 123.2, 134.6, 139.8, 147.5, 149.5

$^{29}\text{Si-NMR}$  (54MHz,  $\text{C}_6\text{D}_6$ )

$\delta(\text{ppm})= 9.51$

nur eine Spezies im  $^{29}\text{Si-NMR}$  erkennbar

Literatur:

explizite Arbeitsvorschrift gegeben.