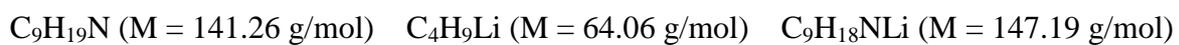
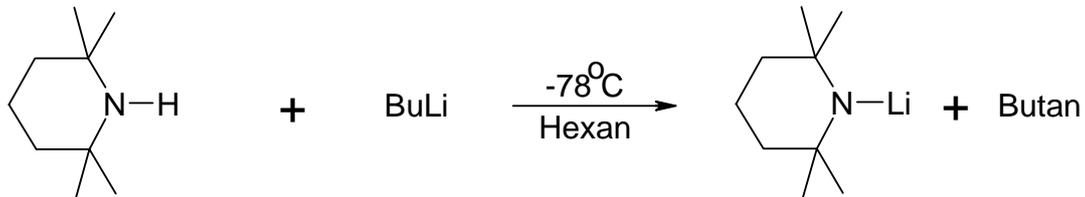


Darstellung von TMPLi



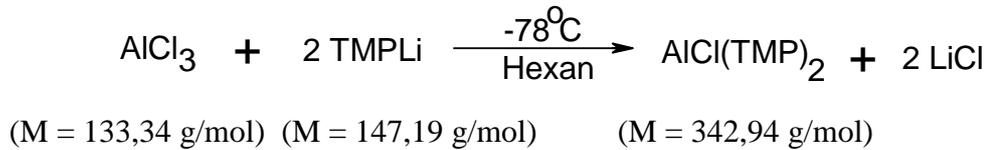
Literatur: G. Bartoli, M. Bosco, C. Cimarelli, R. Dalpozzo, G. Calmieri; C-Alkylation of Dianions of O -(Isopropylamin)- O , O -enones; *Synlett*, 1991, p. 229-230

Ein 250 ml Schlenkkolben auf dem ein 250 ml Tropftrichter mit Blubberer angebracht ist wird im Vakuum ausgeheizt. Nach dem Abkühlen legt man unter Stickstoff als Schutzgas 10.53g (75 mmol) 2,2,6,6-Tetramethylpiperidin in 30 ml Hexan im Schlenkkolben vor, und befüllt den Tropftrichter mit 60 ml Butyllithium, gelöst in Hexan. Anschließend kühlt man durch eine Isopropanol/Trockeneis-Mischung auf -78°C und tropft dann langsam unter Rühren das Butyllithium zu. Hierbei fällt schon nach kurzer Zeit ein weißer Niederschlag, das TMPLi, aus. Anschließend ersetzt man die Trockeneiskühlung durch ein warmes Wasserbad. Sobald sich die nun gelbliche, trübe Mischung auf 0°C erwärmt hat sieht man das als Nebenprodukt entstandene Butan, durch den Blubberer entweichen. Die Mischung lässt man noch 1h auf dem warmen Wasserbad rühren und zieht dann im Vakuum den Großteil des Lösemittels ab. Dabei fällt weiteres TMPLi als weißer Niederschlag aus. Mittels einer ausgeheizten Fritte trennt man jetzt unter Stickstoff das ausgefallene TMPLi vom restlichen Lösemittel. Über Nacht wird das TMPLi im Vakuum getrocknet.

Man erhält als Ausbeute 9.1g (82.4%) TMPLi als weißen, sehr hydrolyseempfindlichen Feststoff.

Das TMPLi wurde sofort jeweils mit AlCl_3 und mit GaCl_3 umgesetzt.

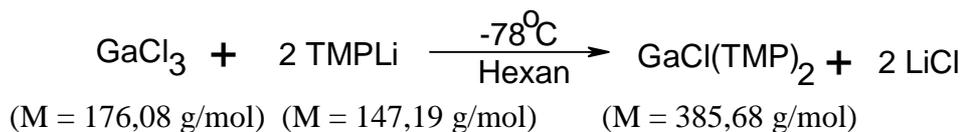
Umsetzung mit AlCl₃:



Ein 250 ml Schlenkkolben mit einem 100 ml Tropftrichter und Blubberer wird wie oben beschrieben ausgeheizt und mit N₂ befüllt. Dann legt man 1.98g (14.5 mmol) Aluminiumtrichlorid im Schlenkkolben vor, und füllt 4.42g (30 mmol) TMPLi in den Tropftrichter. Als Lösemittel verwendet man in beiden Fällen Hexan. Da sich das TMPLi nur schlecht in Hexan löst, wird es mit einem langen Draht aufgeschlemmt. Man kühlt nun auf -78°C und tropft dann langsam unter Rühren das TMPLi zu. Unter heftiger Reaktion nimmt die Mischung eine gräuliche Farbe an. Die Trockeneiskühlung wird nun entfernt und die Mischung für 1h unter Rückfluß erhitzt. Dabei wechselt die Farbe der Lösung über orange zu grün. Das Produkt, das als weißer Niederschlag ausfällt, wird mittels einer ausgeheizten Fritte unter Schutzgas abgetrennt und im Hochvakuum getrocknet.

An dieser Stelle wurde nun abgebrochen, da das Abfritten fast über einen Tag dauern würde, so daß keine Aussagen über Ausbeute, Reinheit und Eigenschaften des Produkt gemacht werden können.

Umsetzung mit GaCl₃:



Die Umsetzung mit GaCl₃ erfolgte nach dem gleichen Schema wie die Umsetzung von AlCl₃. Eingesetzt wurden 4.68g (31.8 mmol) Galliumtrichlorid und 2.6g (15 mmol) TMPLi. Man erhielt eine gelbe Lösung in der das Produkt als weißer Niederschlag ausgefallen ist. Auch hier kann keine Aussage über Ausbeute, oder Reinheit gemacht werden, da das Abfritten zum Ende des Praktikums noch nicht beendet war.