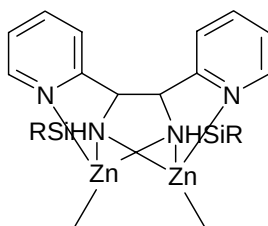


Versuchsprotokoll

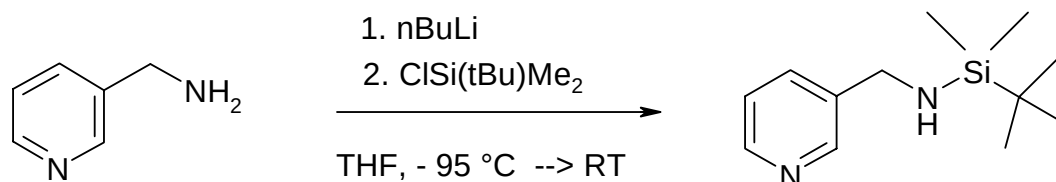
I. Einführung

Silyliert man 2-(Pyridylmethyl)amin mit tert-Butyl-chlor-dimethylsilan und setzt zum Produkt Dimethylzink zu, so erhält man einen Komplex, in dem das Zink über beide Stickstoffatome an das Amin koordiniert ist. Zwei dieser Komplexe reagieren unter C-C-Bindungsknüpfung miteinander:



Im folgenden ist die Silylierung von 3-(pyridylmethyl)amin mit tert-Butyl-chlor-dimethylsilan beschrieben. Auch das Produkt dieser Reaktion soll im Weiteren mit Dimethylzink umgesetzt werden. Dabei soll geklärt werden, ob sich auch hier trotz der sterisch ungünstigeren Position des Stickstoffs im Chelatligand zu einer Komplexierung des Zinks und eventuell auch zu einer C-C-Bindungsknüpfung kommt.

II. Reaktionsgleichung



III. Versuchsdurchführung

Zunächst wird ein 250 mL Schlenkkolben mit dem Heißluftföhn im Vakuum ausgeheizt und mit Argon geflutet. Dann füllt man 3,89 g tert-Butyl-chlor-dimethylsilan (25.81 mmol) im

Argon-Gegenstrom in den Kolben, gibt 30 mL frisch destilliertes THF aus einer Argon-
gespülten Vollpipette hinzu und wartet, bis sich der Feststoff gelöst hat.

Auch alle weiteren Schritte werden unter Argon als Schutzgas und mit Schlenktechnik in
Gefäßen durchgeführt, die vor ihrem Einsatz im Vakuum ausgeheizt wurden.

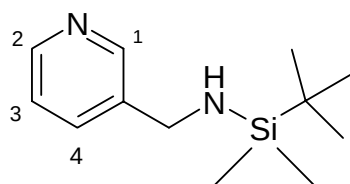
Man gibt nun aus einer Meßpipette 2,63 mL 3-(Pyridylmethyl)amin (25,81 mmol) über einen
Tropftrichter in einen zweiten 250 mL-Schlenkkolben und kühlt den Kolbeninhalt mit einem
Kältebad aus flüssigem Stickstoff und Aceton auf etwa -95 °C ab. Anschließend füllt man den
Tropftrichter über eine Meßpipette mit 10,3 mL einer 2,5-molaren Lösung von Butyllithium
in Hexan (25.81 mmol BuLi) und läßt die Lösung langsam in den Schlenkkolben tropfen. Die
zuvor farblose Lösung färbt sich rasch tiefviolett. Der Tropftrichter wird mit 4 mL THF
gespült und dann über einer Pipette mit der Lösung des Silans aus dem ersten Kolben gefüllt.
Man läßt diese Lösung ebenfalls langsam zutropfen, entfernt dann das Kühlbad, wartet, bis
sich das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur erwärmt hat und läßt dann eine Stunde lang
bei Raumtemperatur rühren. Dabei beobachtet man einen Farbumschlag von violett nach
tiefrot.

Man zieht das Lösungsmittel *in vacuo* in eine mit flüssigem Stickstoff gefüllte Kühlfalle ab,
gibt 30mL frisch destilliertes Pentan zum Reaktionsgemisch und filtriert das ausgefallene Salz
über eine Schlenkfritte ab. Man füllt wenige Milliliter der roten Lösung unter Schutzgas in ein
NMR-Röhrchen, zieht das Pentan *in vacuo* aus dem Röhrchen ab und schmilzt dieses zu.
Ebenso zieht man aus der roten Lösung im Schlenkkolben das Lösungsmittel mittels Vakuum
in eine mit Stickstoff gekühlte Kühlfalle. Im Kolben bleibt als Produkt ein rotes Öl zurück,
das langsam auskristallisiert.

IV. Ausbeutebestimmung:

Man erhält 4,59 g Produkt. Bei einer molaren Masse von 222,4 g/mol entspricht dies einer
Stoffmenge von 20,65 mmol und einer Ausbeute von 80.0 %.

V. Analytik:



^1H NMR (C_6D_6 , 200 MHz): $\delta = -0.052$ (s, 6 H, $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$), 0.867 (s, 9 H, $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$), 3.630 (d, $^3J = 6.2$ Hz, 2 H, CH_2), 6.830 (dd, $^3J_{2-3/3-4} = 5.4$ Hz bzw 5.8 Hz, 1H, 3-H), 7.295 (d, $^3J = 5.6$ Hz, 1 H, 4-H), 8.518 (d, $^3J = 5.4$, 1 H, 2-H), 8.621 (s, 1 H, 1-H).

^{13}C NMR (C_6D_6 , 100 MHz): $\delta = -5.164$ ($\text{Si}(\text{CH}_3)_2$), 18.369 ($\text{Si}(\text{CH}_3)_3$), 43.936 (CH_2), 122.910 (3-C), 134.041 (4-C), 139.347 (5-C), 148.133 (2-C), 149.156 (1-C).

^{29}Si NMR (C_6D_6 , 50 MHz): $\delta = 9.176$