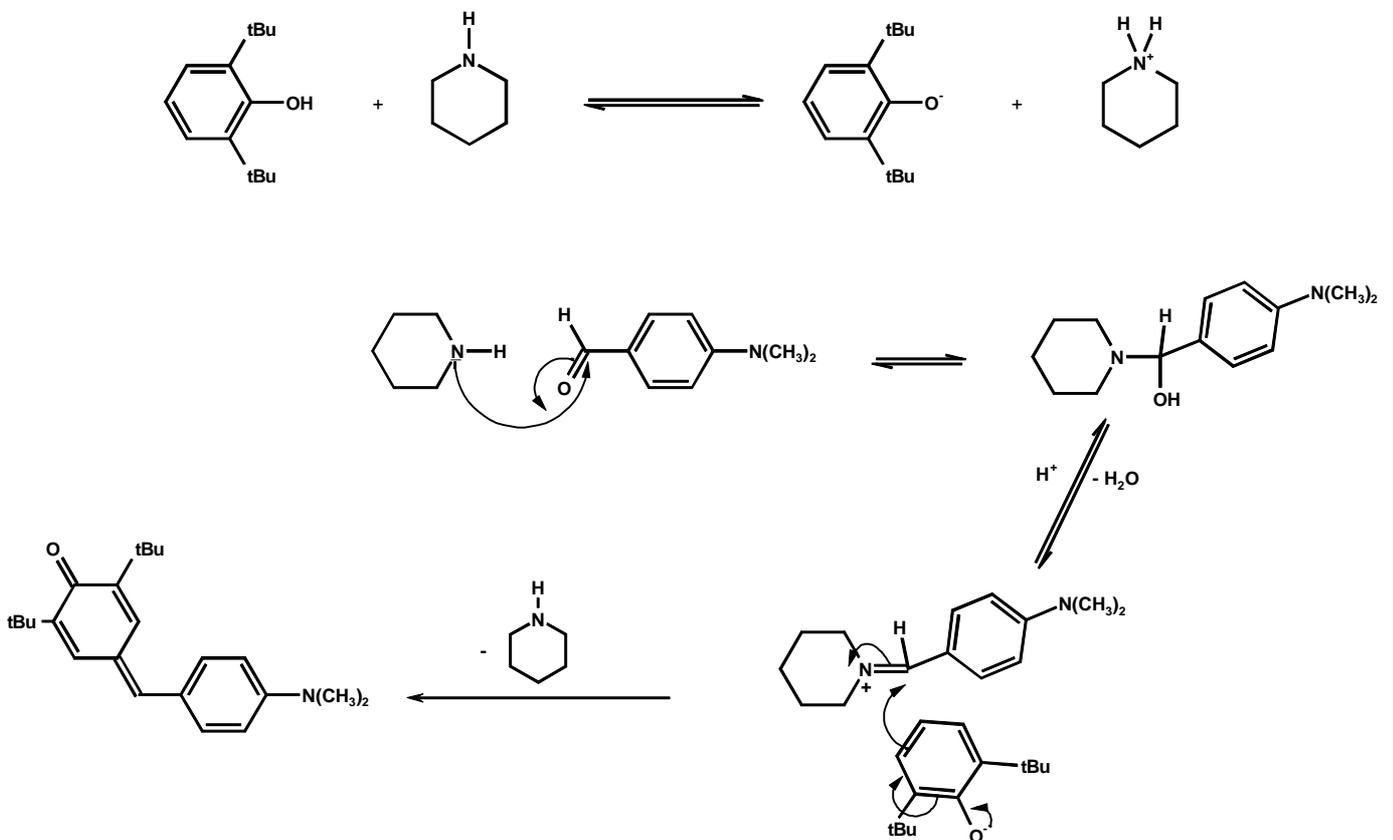


DARSTELLUNG VON 2,6-DI-TERT-BUTYL-4-(4-DIMETHYLAMINOBENZYLIDEN)-CYCLOHEXA-2,5-DIENON

1. Einführung

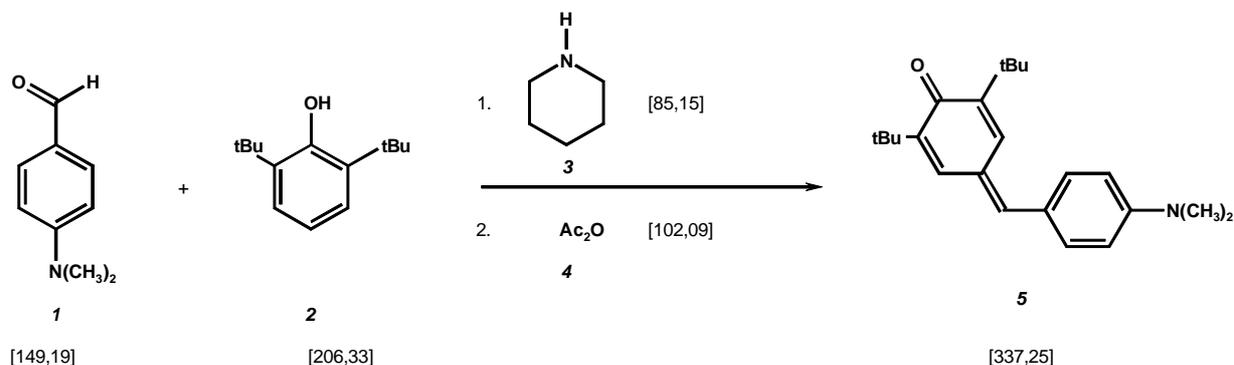
Für die Darstellung von 7-Aryl-2,6-disubstituierter Chinonmethide kann man sich eines Zwischenprodukts der Mannich-Reaktion bedienen. Die Mannich-Base wird hierbei durch eine Reaktion von Piperidin mit 4-N,N-Dimethylamino-benzaldehyd erzeugt. Durch anschließende Reaktion mit 2,6-Di-*tert*-butylphenol entsteht das gewünschte Produkt.



Lit: S. Evans, P.Nesvadba, S. Stephan **Eur. Pat. Appl. EP 744,392** (Cl. C07C45/51), 27. Nov. 1996

2. Ansatz

<u>1</u>	14,9 g	100 mmol	
<u>2</u>	20,6 g	100 mmol	
<u>3</u>	2 * 8,25 g	2 * 100 mmol	
<u>4</u>	20,42 g	200 mmol	(18,87 ml / 1,082 g/cm ³)



3. Durchführung

In 10 ml Toluol werden 1 und 2 vorgelegt und mit einem Äquivalent von 3 versetzt. Der Ansatz wird 1 Stunde unter Rückfluß erhitzt, während das zweite Äquivalent zugetropft wird. Unter Wasserabscheidung wird das Reaktionsgemisch für 3 weitere Stunden unter Rückfluß erhitzt. Allmählich beginnt sich die Lösung dabei rot zu färben.

Nach Abkühlen auf 110°C Ölbadtemperatur wird 4 zum Ansatz gegeben und abschließend ¼ Stunde gerührt. Die Reaktionsmischung wird auf 500 ml Wasser gegossen und mit jeweils 200 ml CH₂Cl₂ extrahiert. Die organischen Phasen werden vereinigt und über MgSO₄ getrocknet. Nach dem Abdestillieren des CH₂Cl₂ i. Vak. bleiben rote Kristalle als Rohprodukt im Kolben zurück.

Ein Teil des Rohprodukts werden mittels Säulenchromatographie (Kieselgel) gereinigt. Als Laufmittel wird ein Gemisch von n-Hexan und CH₂Cl₂ im Verhältnis 1:1 verwendet. Nach entfernen des Laufmittels erhält man rote Kristalle.

Rohausbeute:	55,7 g	165 mmol
Vor Säulen:	8,00 g	23,7 mmol
Nach Säulen:	4,20 g	12,5 mmol

Daraus ergibt sich eine relative Rohausbeute von 82,5%, hoch gerechnet auf den gesamten Ansatz eine Ausbeute an reinem Produkt von 43,5%.

¹H NMR (CDCl₃, 200 MHz) δ = 1,34 (s, 18 H, tBu (**1**)), 3,07 (s, 6 H, N(CH₃)₂ (**6**)), 6,75 (d, J = 9 Hz, 2 H, Ar (**4**)), 7,10 (s, 1 H, CH (**2b**)), 7,43 (s, 1 H, CH (**3**)), 7,47 (d, J = 9 Hz, 2H, Ar, (**5**)), 7,68 (s, 1H, CH, (**2a**))

