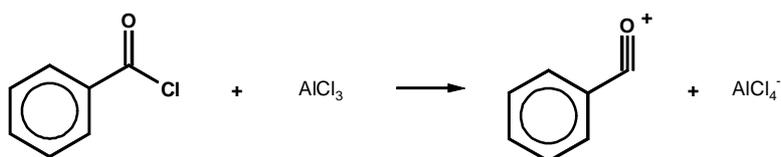


DARSTELLUNG VON BENZOYLFERROCEN

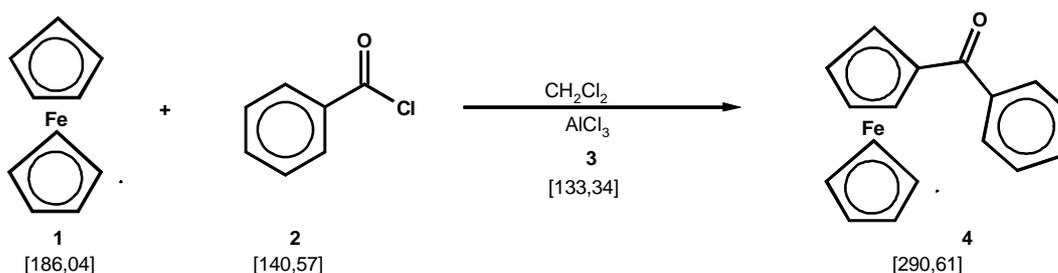
1. Einleitung

Eine Möglichkeit Ferrocen zu bezoylidieren verläuft auf dem Weg der klassischen Friedel-Crafts-Acylierung. Ein intermediär gebildetes Benzoylium-Kation fungiert dabei als Elektrophil.



Wasserfreies AlCl_3 reagiert als Lewis-Säure reagiert zu AlCl_4^- .

2. Ansatz



<u>1</u>	100 mg	0,537 mmol
<u>2</u>	75,55 mg	0,537 mmol
<u>3</u>	71,67 mg	0,537 mmol

1 wird in 1 ml CH_2Cl_2 vorgelegt, 2 und 3 werden in 2 ml CH_2Cl_2 gelöst und langsam unter Eiskühlung zugetropft. Dabei ist eine Blaufärbung der Lösung zu erkennen. Nach ca. 10 min wird wässrig aufgearbeitet, wobei eine blaue wässrige und eine rote organische Phase zu erkennen sind. Die blaue Phase wird abgetrennt und die org. Phase mit 2N NaOH-Lösung gewaschen. Nach Trocknung über Na_2SO_4 , wird das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Es bleibt eine tiefrote Flüssigkeit zurück. Das Rohprodukt wird über Aluminiumoxid der Aktivität 3 mit Toluol als Laufmittel gereinigt. In der Säule ist die Auftrennung von nicht umgesetztem Ferrocen (gelblich) und des Produktes zu erkennen. Die vereinigten Benzoylferrocen-Phasen werden anschließend vom Laufmittel durch Destillation im Vakuum befreit. Es bleibt eine tiefrote zähe Masse zurück.

Bemerkungen:

Bei Versuchen des erneuten reinigens durch Umkristallisation fiel eine weiße Substanz in der Lösung auf die sich als Aluminiumoxid herausstellte, welches vermutlich durch den Frittenboden der Säule nicht vollständig zurückgehalten werden konnte. Nach Filtration mit

Ethylacetat wurde ein NMR- Spektrum aufgenommen, welches trotz Vakuums von 10 mbar und ca.65°C Badtemperatur noch Reste von Toluol und Ethylacetat in der Substanz deutlich macht. Abschließende Versuche auf DC-Platten zeigten, daß CH_2Cl_2 sich ebenso gut als Laufmittel für die Chromatographie eignen würde, es besitzt jedoch den Vorteil sich erheblich leichter vom Produkt im Vakuum zu entfernen.

Literatur:

M. Rausch, M. Vogel, H. Rosenberg, *J. Org. Chem.*, **1957**, 22, II, 900-906